

Prof. dr hab. inż. Adam Zieliński
Sieć Badawcza Łukasiewicz
Górnośląski Instytut Technologiczny

Gliwice, 15.10.2023 r.

Recenzja
pracy doktorskiej mgr inż. Rafała Dziwisa
pt. Wykorzystanie metod eksperymentalnych i symulacji komputerowych do wyznaczenia
wybranych własności mechanicznych powłok uzyskiwanych w procesie PVD na spiekanych
materiałach narzędziowych
dla Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej

Przedmiotem recenzowanej pracy są wielowarstwowe powłoki typu TiN nanoszone metodami PVD na materiały narzędziowe z tlenkowej ceramiki na bazie Al_2O_3 oraz na cermetale.

Rozwój materiałów konstrukcyjnych, w tym stopów o podwyższonej twardości wymaga stosowania nowych ulepszonych narzędzi skrawających w celu zaspokojenia bardzo zróżnicowanych potrzeb odbiorców z branży motoryzacyjnej, lotniczej czy maszynowej. Coraz powszechniejszym rozwiązaniem staje się powlekanie narzędzi specjalnymi powłokami na bazie azotków, węglików i węglikoazotków różnych pierwiastków. W celu zwiększenia twardości i żywotności narzędzi opracowywane są nowe gatunki powłok PVD i CVD, które nadają narzędziom lepsze właściwości tnące, a jednocześnie wydłużają ich żywotność.

Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska mgr inż. Rafała Dziwisa zawiera 131 stron. We wstępie Doktorant dokonał wprowadzenia do tematyki i określił cel pracy doktorskiej. Przegląd piśmiennictwa obejmuje trzy podrozdziały: ogólny przegląd powłok nanoszonych metodami PVD oraz charakterystykę i przykłady inżynierskich zastosowań metody elementów skończonych. Kolejne rozdziały to badania własne, omówienie wyników badań, podsumowanie i wnioski. Dopełnienie pracy stanowią zestawienie literatury oraz streszczenia w języku polskim i angielskim.

Spis literatury obejmuje 178 pozycji w większości z bieżącego stulecia, dotyczących materiałów narzędziowych i metody elementów skończonych.

Doktorant przyjął jako tezę swojej pracy stwierdzenie, że metoda elementów skończonych pozwala opracować numeryczny model narzędzi pokrywanych powłokami metodą PVD oraz prognozować ich właściwości użytkowe, zastępując czasochłonne i kosztowne metody eksperymentalne.

Materiał badań stanowiło 9 próbek płytek skrawających z różnymi pokryciami:

- 5 próbek o podłożu $Al_2O_3+ZrO_2$ z powłokami: TiN, $TiN+(Ti,Al,Si)N$, $TiN+(Ti,Al,Si)N+TiN$, $TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N$, $(Ti,Al)N$;

- 4 próbki o różnych podłożach: Al_2O_3+TiC , Al_2O_3+SiC , T130A i CM z jednym rodzajem powłoki $TiN+(Ti,Al,Si)N$

oraz

- 5 próbek podłoża wymienionych wcześniej bez powłok.

Doktorant wykonał badania właściwości mechanicznych i struktury powyższego zestawu próbek. Dla próbek z powłokami wykonał pomiary ich grubości metodą kalotestu, mikrotwardości metodą Vickersa, przyczepności metodą zarysowania oraz chropowatości powłok, natomiast dla podłoża pomiary mikrotwardości i chropowatości.

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 17.10.2023
RDJMa/RMF/15315/12023
nr zał.

Badania mikrostruktury wykonął z wykorzystaniem metody dyfrakcji rentgenowskiej oraz mikroskopii elektronowej. Badania metodą dyfrakcji rentgenowskiej obejmowały analizę składu fazowego, tekstury i pomiary naprężeń własnych. Badania mikroskopowe (obrazy topografii) dały ogólny pogląd na strukturę badanych powłok, przy czym bardziej szczegółowe informacje o budowie powłok dostarczyły badania ich przekroju poprzecznego, które pozwoliły na pomiar grubości poszczególnych warstw, obserwacje ich budowy kolumnowej i drobnoziarnistej oraz na identyfikację składu fazowego przy użyciu dyfrakcji elektronowej.

Obok powyższych badań materiałowych zdaniem Doktoranta ważnym elementem jego pracy było opracowanie modelu numerycznego powłok i wyznaczenie naprężeń własnych oraz mikrotwardości za pomocą symulacji komputerowych. Doktorant wykorzystał do tego celu firmowe programy Ansys i Solidworks 2023 oraz dane materiałowe powłok z katalogu MatWeb i opracowań literaturowych.

Model fizyczny próbki stanowiła prostopadłościenna kostka złożona z podłoża i powłok z naniesioną siatką elementów skończonych. Naprężenia własne w powłokach zasymulowano poprzez obniżenie temperatury próbki z poziomu 560°C do temperatury otoczenia (symulacja chłodzenia próbki po zakończeniu procesu PVD).

Symulację pomiaru mikrotwardości metodą Vickersa przeprowadzono wprowadzając obciążenie próbki o wartości od 98,1 do 588N za pomocą wierzchołka czworobocznego ostrosłupa diamentowego i rejestrując jego zagłębienie w podłożu. Wyniki obliczeń symulacyjnych opracowano statystycznie. Poprawność zastosowanych modeli i programów symulacyjnych oceniono na podstawie korelacji wyników obliczeń numerycznych z wartościami uzyskanymi z pomiarów doświadczalnych.

Ocena pracy

Podjęta przez Doktoranta tematyka badawcza dotycząca poprawy właściwości użytkowych narzędzi skrawających poprzez kształtowanie ich powierzchni roboczych jest ważna i w pełni kwalifikuje się jako przedmiot rozprawy doktorskiej. Opracowywanie składu i technologii nakładanie powłok, a także metodyki ich badania mają duży potencjał poznawczy i komercjalizacyjny. Rozwój funkcjonalności narzędzi następuje m.in. poprzez stosowanie złożonych powłok. W szczególności światowe zainteresowanie budzą technologie nanoszenia powłok żarowytrzymałych na elementach turbin silników lotniczych i rakiet oraz badania wzajemnej interakcji powłok złożonych, w tym tworzenie się międzywarstw zapewniających przyczepność i trwałość pokrycia.

Doktorant w swojej rozprawie nie zajmował się wytwarzaniem powłok. Wykorzystał pozyskany do badań gotowy materiał w postaci spiekanych wielostrzowych płytek skrawających, niepokrytych oraz pokrytych różnymi powłokami nanoszonymi metodą PVD. Zakres jego badań materiałowych obejmował pomiar wybranych właściwości mechanicznych próbek (mikrotwardość, przyczepność i naprężenia własne) oraz określenie ich mikrostruktury. Drugi zakres Jego badań obejmował, zgodnie z przyjętą tezą pracy, opracowanie modelu fizycznego i programu symulacji komputerowych, pozwalających wyznaczyć (prognozować) właściwości powłok. Zdaniem Doktoranta sukcesem jego pracy jest opracowanie autorskiego numerycznego modelu narzędzi oraz symulacji komputerowych z wykorzystaniem metody elementów skończonych. Poprawność tego modelu zweryfikował z wykorzystaniem testu t-Studenta na podstawie zgodności symulowanych wartości mikrotwardości i naprężeń własnych powłok z wartościami zmierzonymi.

Uwagi krytyczne i dyskusyjne recenzenta dotyczą następujących elementów rozprawy:

1. Doktorant nie określił dokładności pomiarów mikrotwardości i chropowatości powłok. Wykonane pomiary mikrotwardości metodą Vickersa w przypadku cienkich warstw a jednocześnie zróżnicowanej chropowatości obarczone są dużym błędem. Jak pokazują wyniki

przytoczone w tablicy 3 na str. 53 chropowatość R_a powłok jest znaczna i stanowi od 20 do 50% grubości powłoki (grubość powłoki TiN została oszacowana na $0,7 \mu\text{m}$ a jej chropowatość na $0,37 \mu\text{m}$). Rodzi się pytanie, jaka była głębokość wnikania wgłębnika i które warstwy obejmowała. To samo pytanie dotyczy modelu symulacji pomiaru mikrotwardości: na jaką głębokość wchodził zamodelowany ostrosłup diamentowy i czy zamodelowano również chropowatość powierzchni powłoki (rys.29)? Pytania te rodzą się, gdy porównamy wartości mikrotwardości powłok dwu i trójwarstwowych TiN+(Ti,Al,Si)N (1920HV) i TiN+(Ti,Al,Si)N+(Al,Si,Ti)N (2100HV), z mikrotwardością pojedynczej powłoki TiN (2270HV). Generalnie grubsze powłoki wielowarstwowe powinny mieć większą mikrotwardość, natomiast powyższe pomiary wykonane przez Doktoranta wykazują tendencję odwrotną.

2. Również pomiary naprężenia w powłokach nie wydają się zbyt dokładne i wymagają szerszego wyjaśnienia. Jak pisze sam Doktorant na str.63: *występowało nakładanie się w większości przypadków refleksów materiału podłoża i refleksów poszczególnych składników badanych materiałów, co uniemożliwiło uzyskanie poprawnych wyników pomiarów i wyznaczenie wartości naprężeń dla zastosowanej techniki badawczej*. Z powyższego wynika, że głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego mogła przekraczać grubość powłoki, co wykluczyło możliwość wyznaczenia rzeczywistej wartości naprężenia w poszczególnych warstwach, a nawet w całej powłoce. Jak pokazano w tablicy 4 ta sama powłoka TiN+(Ti,Al,Si)N na różnych podłożach wykazuje bardzo różne wartości naprężenia od -548MPa na podłożu $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{ZrO}_2$ do $-3321,6\text{MPa}$ na podłożu CM. Doktorant nie przedstawił fizycznej interpretacji tych wyników i nie podał, jaka była głębokości wnikania promieniowania rentgenowskiego w badane próbki. W publikacjach dotyczących podobnego typu powłok można znaleźć stwierdzenie, że pierwsza warstwa na podłożu wykazuje dodatnie naprężenia rozciągające, a dopiero kolejne powłoki zewnętrzne wykazują korzystne ujemne naprężenia ściskające [L.W. Żukowska, A. Śliwa, J. Mikuła, M. Bonek, W. Kwaśny, M. Sroka, D. Pakuła- Finite element prediction for the internal stresses of (Ti,Al)N coatings]. Doktorant nie zinterpretował wpływu grubości warstwy i rodzaju podłoża na naprężenia w powłokach. Czy zastosowany model symulacji numerycznej może być pomocny do wyjaśnienia tych efektów?
3. W części dotyczącej symulacji komputerowych Doktorant podał, że właściwości materiałowe narzędzi przyjął na podstawie danych literaturowych oraz katalogu MatWeb, nie wskazując źródeł. Nie przedstawił opisu zastosowanej metodyki obliczeń, przytaczając jedynie nazwę zastosowanego programu, na zasadzie „czarnej skrzynki”. Jest wiadomym, że wykorzystany przez Niego system ANSYS pozwala rozwiązać prawie wszystkie zagadnienia inżynierskie zdefiniowane przez operatora, ale podane przez Doktoranta zdefiniowanie zagadnienia jest bardzo uproszczone i obejmuje dwa zdania. Możemy się domyślić, że badane naprężenia własne w powłokach wywołało ich ochłodzenie z temperatury osadzania na podstawie podanej na str.48 informacji: *zmianę temperatury procesu PVD odzwierciedla proces chłodzenia próbki z 560°C do temperatury otoczenia*. Podobnie domyślamy się, że symulacja pomiaru mikrotwardości polegała na wprowadzaniu wgłębnika w próbkę na podstawie podanej na str. 49 informacji: *Nałożono obciążenie wstępne równe $98,1\text{N}$, a następnie obciążenie całkowite, które wynosiło 588N* . To wszystko. Przedstawione na rys. 66-76 rozkłady symulowanych naprężeń i odkształceń są niejasno opisane i nieczytelne. Przy zachowaniu naturalnych rozmiarów próbek, rozkład naprężenia w warstwach jest mało widoczny na tle obszernego podłoża. Doktorant nie przedstawił analizy błędów i dokładności symulowanych wartości naprężeń i mikrotwardości przedstawionych w tablicy 4.

Recenzent przytoczył powyższe uwagi dotyczące dokładności wyznaczenia mikrotwardości i naprężenia w powłokach, ponieważ te dwa parametry są podstawą pozytywnej weryfikacji

poprawności opracowanego przez Doktoranta modelu i symulacji komputerowych z wykorzystaniem metody elementów skończonych. Na podstawie testu Studenta korelacji danych pomiarowych i symulowanych Doktorant dowiódł poprawności swojego modelu.

Jeżeli chodzi o ocenę jakości opracowania całej rozprawy należy przyznać, że napisana jest poprawnym i logicznym językiem, ale zabrakło jej końcowej edycji, co objawia się licznymi „literówkami”, błędami gramatycznymi i interpunkcyjnymi. Te uwagi i spostrzeżenia zostały przekazane Doktorantowi do wykorzystania przy opracowaniu przyszłych publikacji.

W podsumowaniu należy stwierdzić, że rozprawa zawiera wszystkie wymagane prawem elementy oraz napisana jest poprawnym i jasnym językiem. Mimo wskazanych powyżej zastrzeżeń o charakterze dyskusyjnym należy uznać, że Doktorant zrealizował zaplanowany program badań i osiągnął założony cel pracy. Uzyskał potwierdzenie tezy badawczej oraz uzyskał zaplanowane wyniki. Na uznanie zasługuje Jego dobra znajomość inżynierii materiałowej w odniesieniu do zaawansowanych metod obróbki powierzchniowej, nakładania powłok metodą PVD na narzędzia skrawające, jak również metod badań materiałoznawczych, takich jak pomiary naprężenia i właściwości mechanicznych materiałów oraz metod badań mikrostruktury: mikroskopii elektronowej i rentgenowskiej analizy dyfrakcyjnej. Na podkreślenie zasługuje ponadto opanowanie metody elementów skończonych oraz programów inżynierskich Ansys i Solidworks2023. Należy również podkreślić, że Doktorant uzyskane wyniki przedstawił w sposób obiektywny, nawet gdy nie zawsze były one zgodne z przyjętymi założeniami.

Wniosek końcowy

Przedstawione powyżej uwagi dyskusyjne nie umniejszają dorobku pracy i jej pozytywnej oceny. Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska **mgr inż. Rafała Dziwisa** stanowi wykonane na wymaganym poziomie naukowym opracowanie zagadnienia, określonego tezą i celem pracy. Posiada bezpośrednie odniesienie do światowego dorobku w zakresie badań wielowarstwowych powłok PVD w przemyśle narzędziowym i wzbogaca go o nowe wyniki. Spełnia wszystkie wymagania stawiane pracom doktorskim. Stawiam więc wniosek o dopuszczenie pracy doktorskiej **mgr inż. Rafała Dziwisa** do publicznej obrony.

