МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Національний університет «Запорізька політехніка»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторної роботи № 3
«Контроль якості плазмових покриттів» з дисципліни «Наплавлення та напилення» для студентів спеціальності 131 «Прикладна механіка» всіх форм навчання

2019

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи № 3 «Контроль якості плазмових покриттів» з дисципліни «Наплавлення та напилення» для студентів спеціальності 131 «Прикладна механіка» всіх форм навчання / Укл.: Ю.М. Савонов, О.Є. Капустян – Запоріжжя: НУ «Запорізька політехніка», 2019. - 18 с.

Укладачі: Ю.М. Савонов, канд. техн. наук, доцент
О.Є. Капустян, старш. викл.;
Рецензент: М.І. Андрущенко, канд. техн. наук, доцент
Редактор: І.П. Аверченко
Відповідальний за випуск: О.Є. Капустян

Затверджено
на засіданні кафедри ОТЗВ
Протокол №15 від 22.05.2019 р.

Рекомендовано
до видання НМК ІФФ
Протокол №8 від 20.06.2019 р.

ЗМІСТ

1 МЕТА РОБОТИ 4
2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ 4
3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНОСТІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ 11
4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ 11
5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ 12
6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ 12
7 ЗМІСТ ЗВІТУ 14
РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА 15
Додаток А 17

1 МЕТА РОБОТИ

Практично ознайомитися з основними існуючими методами контролю якості і оцінки характеристик плазмонапилених покриттів.

2 ЗАГАЛЬНІ ВІДОМОСТІ

Контроль якості продукції – це необхідний елемент технології, який забезпечує її надійність у вимогах промислового виробництва, отримання об'єктивних результатів проведених науково-дослідних робіт.

Багатофакторність процесу плазмового напилення обумовлює його чутливість до мінімальних відхилень у режимах формування, збільшує значення елементу контролю якості покриттів.

Існуючі методи контролю якості плазмових покриттів поділяються на руйнуючі та неруйнуючі. До числа неруйнуючих відносяться:

- контроль зовнішнього вигляду покриття;
- вимірювання товщини;
- визначення шорсткості;
- визначення зносостійкості методом шкрябання;
- визначення наскрізної поруватості на основах із залізних, мідних та нікелевих сплавів;
- деякі засоби оцінки міцності зчеплення.

Інша група методів контролю відноситься до категорії руйнуючих та здійснюється, головним чином, при випробуваннях зразків покриттів та дослідних деталей при відпрацюванні оптимального технологічного режиму. До основних показників якості плазмових покриттів, які визначаються при цьому, відносяться: величина міцності зчеплення (на відрив, згин, зсув), поруватість (загальна, відкрита, наскрізна), зносостійкість (стосовно до реальних умов роботи виробу), макро- та мікротвердість покриття. Крім того, в залежності від технічних вимог до виробу з покриттям, може виникати потреба у визначенні стійкості до окислювання та корозії, термостійкості, теплопровідності, коефіцієнту термічного

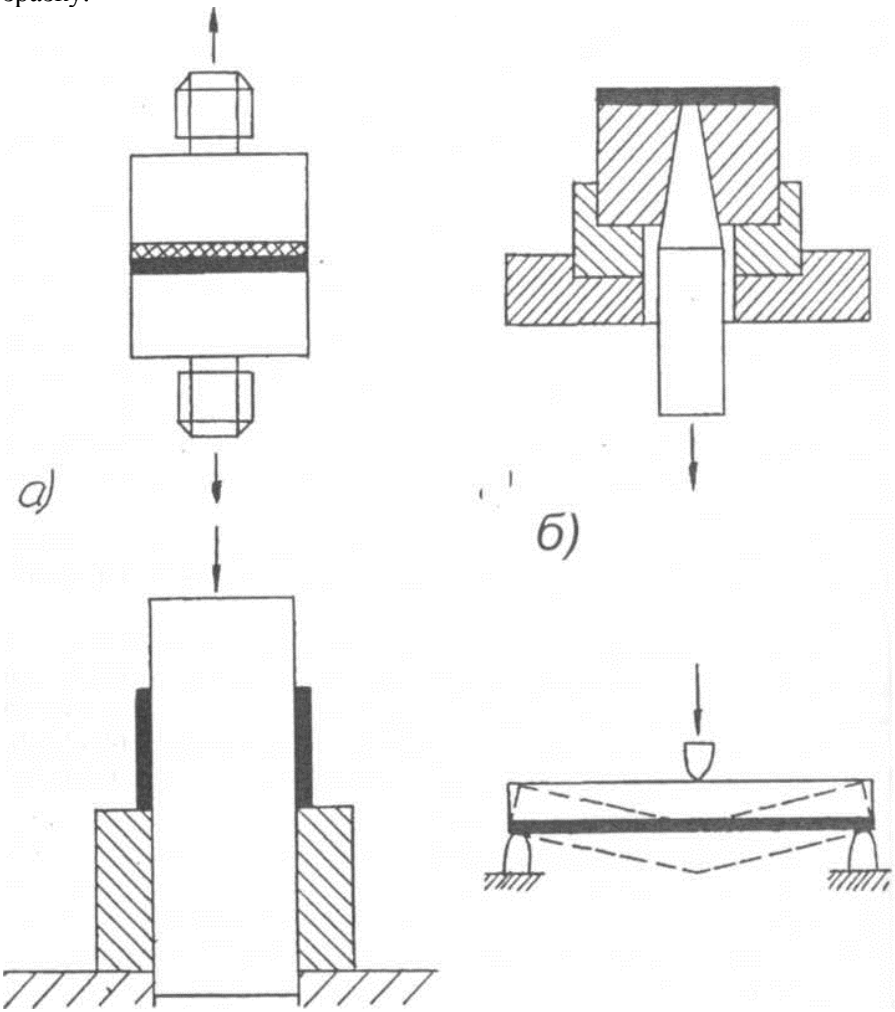
розширення, гарячої твердості, міцності матеріалу покриття на розрив, стиск, згин, утомленої міцності системи основа-покриття, оптичних, електричних, електрофізичних та інших характеристик покриття.

Для визначення товщини покриття використовують вимірюючі інструменти, вагові засоби, спеціальні товщиноміри та інші засоби. При вимірюванні товщини покриття необхідне знання початкових розмірів напилюванного виробу. При визначенні товщини покриттів на складних поверхнях невеликих виробів, наприклад, газотурбінних лопаток, використовують вагові засоби. Для цього повинна бути відома початкова маса виробу і розмір напилюваної поверхні. Ваговий засіб дозволяє визначати середню товщину покриття. Найбільш простим є визначення товщини покриття за допомогою спеціальних приладів – товщиномірів (магнітних та вихороструменевих). Такі прилади настроюють на один чи кілька матеріалів покриттів.

При зовнішньому огляді покриття контролюється загальний стан поверхні напилення, вона порівнюється з еталонами, визначається наявність зовнішніх дефектів: тріщин, сколів, спучень, відшарувань і т.і. Для більш ретельного огляду використовують лупи із збільшенням до 10 крат і більше.

Для визначення міцності зчеплення на зразках-свідках у більшості випадків застосовують методику випробувань на відрив покриття від основи, при чому найбільш поширені варіанти випробувань міцності методами клейового з'єднання та складеної підкладки, переважно з використанням штифтів різноманітної конфігурації та розмірів (рис. 2.1 а,б). У випадку застосування клейової методики можуть бути використані загальні положення ГОСТ 14760-69 по випробуванням міцності з'єднання при відриві. Основні недоліки методики полягають у обмеженні верхньої границі вимірювання міцністю клейового з'єднання (для епоксидних клеїв – 30…50 МПа), а також у проникненні клею у пори покриття (аж до самої підкладки) та змінювання, таким чином, значень міцності. Випробуваннями показано, наприклад, що в покриттях з діоксиду цирконію клей може проникати на глибину більшу 0,3 мм. Цей недолік може бути в значній мірі усунутий при використанні плівочних клеїв (типу ВК-3) замість рідких. Крім того, тільки в деяких випадках характер відриву однозначний (адгезійний, когезійний, по клейовому з'єднанні), частіше це комбінація двох або навіть трьох варіантів, що перешкоджує інтерпритації отриманих результатів.

Клейова методика не дозволяє проводити випробування при високих температурах. Дані при клейовій методиці залежать від діаметру зразку.



а) – відрив клеєних зразків (клейова методика); б) – витягування штифта із зразка (штифтова методика); в) – зсув покриття на циліндричному зразку; г) – згинання зразку по площині.

Рисунок 2.1 - Схеми методів випробувань міцності зчеплення покриття з підложкою

Згідно з ГОСТ 14760-69 та зарубіжним стандартам, що передбачають визначення міцності зчеплення покриттів таким методом, діаметр шайби, на яку наносять покриття, дорівнює 25 мм.

При використанні штифтової методики, матеріал покриття при витягуванні штифта піддається впливу як відриваючих, так і зрізуючих навантажень. Навіть при високій точності ковзаючої посадки проміж поверхнею штифта та основою, утворюється вільна ділянка покриття, на якому виникає концентрація напружень, що викликають руйнування покриттів при порівняно низьких значеннях навантаження. Тому такий метод визначення міцності зчеплення дає занижені дані.

Вимірювання границі міцності зчеплення методом зсуву практично проводять на циліндричних зразках. Покриття, що досліджуються напилюють на центральну частину зразку, яка по ковзаючій посадці входить в матрицю. При втисненні зразку з покриттям в матрицю під дією дотичних напружень відбувається відрив покриття (рис. 2.1,в). Необхідно ураховувати, що отримані результати будуть відрізнятися від дійсних значень, бо при такому методі вимірювання в покритті можуть діяти не тільки зусилля зсуву.

Дані по міцності зчеплення, отримані різними методами не зіставляються і досить часто суперечать одне одному, тому умови та методи вимірювання завжди вказуються. Якісну оцінку міцності зчеплення дає згин зразка по площі (рис. 2.1, г).

У такому випадку по куту згину, при якому у покритті виникає тріщина, оцінюють його міцність зчеплення з основою. Зразок спирається кінцями на дві опори, а навантаження прикладають у центрі. Оцінку міцності зчеплення можна проводити не тільки у момент з'явлення тріщини в покритті, але і по місцю її з'явлення, а також по розміру площі зразку, на якій покриття відійшло.

Практично використовуються також вимірювання міцності зчеплення методом шкрябання, циклічного ударного навантаження, видавлюванням.

Іншою характеристикою плазмових покриттів, підлягаючих постійному контролю є поруватість. Цей посередній показник умов напилення, є параметром оптимізації процесу, крім того безпосередньо впливає на ефективність захисних властивостей покриття (стійкість виробу з покриттям зносу та корозії), його тепло- та електропровідності, механічним та іншим характеристикам.

Загальноприйнятою методикою визначення поруватості є методика гідростатичного зважування (ГОСТ 18898-73 та ГОСТ 9378-75. Однак, при цій методиці, особливості структури напилених покриттів, а також малі розміри зразків приводять до великих похибок (до 100 % і більше).

Метод гідростатичного зважування змінюється, якщо при визначенні величин поруватості використовують зразок покриття відокремлений від основи. Для цього напилення здійснюють на гладку знежирену поверхню, або поверхню оброблену пересиченим розчином повареної солі. Відокремлені зразки треба висушити, вилучити залишки солі. На бік покриття тонким шаром наносять лак ХВ. Після цього зразок висушують. Зважування здійснюють на аналітичних вагах типу АДВ-200М.

Відкриту поруватість визначають по формулі:

$$П_{від} = \frac{P_4 - P_2}{(P_4 - P_3) - (P_2 - P_1)\dfrac{\rho_р}{\rho_{пл}}}. \qquad (2.1)$$

Закриту поруватість по формулі:

$$П_{закр} = \frac{(P_2 - P_1)\rho_{пл} - (P_2 - P_1)\rho_р - \rho_{пл}\dfrac{\rho_{пл}\rho_р}{\rho_{зр}}}{(P_4 - P_3)\rho_{пл} - (P_2 - P_1)\rho_р}; \qquad (2.2)$$

де P_1 - маса сухого зразку у повітрі (без лаку);

P_2 - маса сухого зразку у повітрі з шаром лаку;

P_3 - маса зразку із захисною плівкою у рідині;

P_4 - маса зразку із захисною плівкою, насиченого рідиною, у повітрі;

$\rho_{зр}$ – густина компактного матеріалу зразку;

$\rho_р$ – густина рідини;

$\rho_{пл}$ – густина захисної плівки лаку (визначається додатковим гідростатичним зважуванням).

Густину захисної плівки визначають по формулі:

$$\rho_{пл} = \frac{M_1}{M_1 - M_2}\rho_р. \qquad (2.3)$$

де M_1 – маса плівки, зваженої у повітрі;
M_2 – маса плівки, зваженої у рідині;
$\rho_р$ – густина рідини.

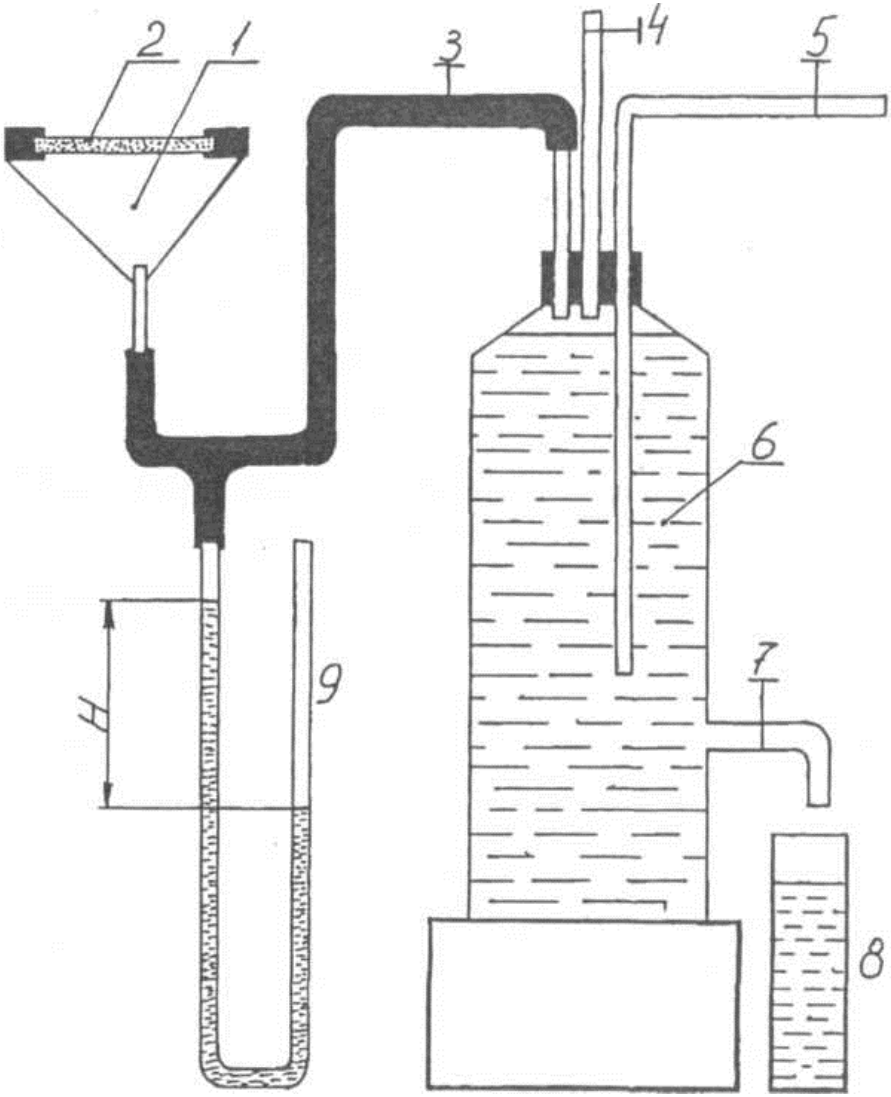
Оцінку поруватості проводять і по величині газопроникнення покриття. Газопроникнення покриття визначають на спеціальному пристрої (рис. 2.2). Покриття 2 відокремлюють від основи, обробляють його у формі мембрани з площиною А, затискують у спеціальні обойми і з використанням парафіну чи пластиліну, для того, щоб уникнути небажаного витікання. Відкривають вентиль 4, через трубу 5, ємність 6 заповнюють водою до фіксованого рівня. Потім закривають вентиль 4 та 5, відкривають крани 3 та 7. вода з ємності 6 витікає у мензурку 8, при цьому тиск в ємності падає нижче атмосферного, що утворює перепад тиску на зразку. Під дією цього перепаду через пори зразку надходить атмосферне повітря. Потім крани встановлюють таким чином, щоб на манометрі 9 додержувався постійний перепад тиску , таким чином течія повітря отримує стаціонарний характер. За допомогою мірної мензурки визначають об'єм води V, яка витекла з ємності за фіксований інтервал Т. Отже, за цей час Т об'єм повітря, яке надійшло у ємність, також дорівнює V. Якщо позначити товщину зразку покриття через h, то газопроникнення можна подати у виді:

$$P = \frac{h \cdot V}{A \cdot H \cdot T}. \qquad (2.4)$$

Міцність зчеплення розраховується по формулі:

$$\sigma = \frac{4P}{\pi D^2}; \text{ МПа} \qquad (2.5)$$

де Р – руйнуюче зусилля, Н;
D – діаметр зразків, мм^2.



1 – обойма; 2 – зразок покриття; 3,4,5,7 – вентилі; 6 – ємність з водою; 8 – мензурка; 9 – манометр.

Рисунок 2.2 - Пристрій для визначення газопроникнення покриття

3 КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ ДЛЯ САМОПЕРЕВІРКИ І КОНТРОЛЮ ПІДГОТОВЛЕНОСТІ СТУДЕНТІВ ДО РОБОТИ

3.1. Основні показники якості плазмових покриттів.

3.2. Руйнуючі та неруйнуючі методи контролю.

3.3. Особливості та призначення клейового і штифтового методів визначення міцності зчеплення.

3.4. Основні методи вимірювання поруватості покриттів.

3.5. Газопроникнення покриття, як властивість для визначення поруватості.

4 МАТЕРІАЛИ, ІНСТРУМЕНТ, ПРИЛАДИ, ОБЛАДНАННЯ

1. Клей епоксидний «ЕДП» ТУ6-15-1070-82.
2. Зразки плазмонапилених покриттів, підготовлені шліфи.
3. Набір надфілів.
4. Набір еталонів шорсткості ГОСТ 9.402-80.
5. Лупа ЛІП-7^{X} 10^{X} ГОСТ 25706-83.
6. Вимірювальна лінійка 0-500 ГОСТ 427-75.
7. Штангенциркуль 0-125 ГОСТ 01.01-87.
8. Мікрометри 0-25; 25-50; 50-75 ГОСТ 6507-78.
9. Мікротвердомір ПМТ-3 ГОСТ 10717-75.
10. Ваги аналітичні спеціалізовані.
11. Пристрій по визначенню газопроникнення покриття спеціалізований.
12. Мікроскоп металографічний МІМ-7 ГОСТ10510-80.
13. Профілограф-профілометр типу А1 ГОСТ 19299-73 та ГОСТ 19300- 73 моделі 252.
14. Машина розривна УММ-5 ГОСТ 7855-84.

5 ВКАЗІВКИ З ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ

Сумлінно виконувати усі вимоги техніки безпеки згідно з існуючою інструкцією у лабораторії зварювання плавленням.

6 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

Ознайомитися з загальними відомостями.

Візуально за допомогою лупи оцінити якість отриманих плазмових покриттів на відсутність сколів, відшарувань, спучень, тріщин і т.і.

Оцінити шорсткість плазмонапилених покриттів з використанням набору еталонів шорсткості.

Виміряти товщину покриттів на зразках, визначити відносну нерівномірність напилення. Отримані дані знести в таблицю експериментальних даних (таблиця 6.1).

Таблиця 6.1 – Результати неруйнуючих методів контролю якості, твердості, мікротвердості покриття

№ деталі (клеймо)	Матеріал основи	Матеріал покриття	Наявність дефектів покриття: тріщини, сколи, відшарування	Середня товщина покриття, мкм	Шорсткість покриття	Твердість покриття (шкала і число твердості)	Мікротвердість покриття (підшару і шару), кг/мм

Виміряти твердість плазмонапилених покриттів з використанням твердоміра СТК-2;

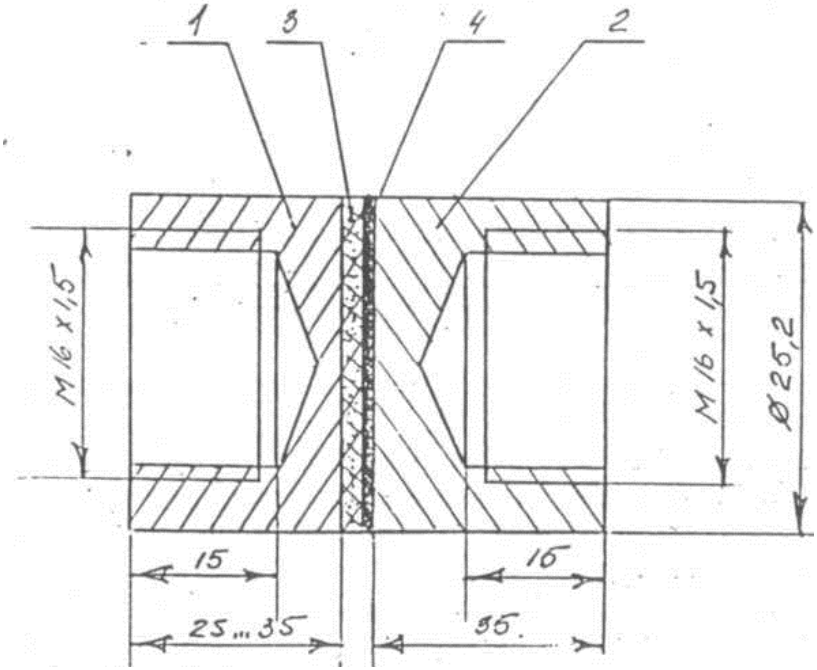
Виміряти мікротвердість підшару та робочого шару на отриманих шліфах використовуючи мікротвердомір ПМТ-3 та мікроскоп металографічний МІМ-7.

Отримані дані занести в табл. 6.1.

Підготувати зразки (рис. 6.1) з напиленим покриттям та зразки без покриття – «супутники»:

– робочу поверхню «супутника» піддати струмінно-абразивній обробці;

– знежирити плазмонапилену поверхню робочого зразку та склеїти її з торця зразка «супутника» епоксидним клеєм.



1 – зразок з покриттям; 2 - зразок «супутник»; 3 – покриття; 4 – клей

Рисунок 6.1 - Зразок у зборі для випробування міцності зчеплення покриття з основою на відрив

Провести випробування отриманих зразків на визначення міцності зчеплення покриттів з основою по клейовій методиці:

- провести випробування на розрив з використанням машини розривної УММ-5. Навантаження зразку повинно бути повільним і безперервним. Час від початку навантаження до моменту відриву покриття не менш 10 с;

- розрахувати значення міцності зчеплення по формулі (2.5).

Дані отримані на зразках, які відірвалися по клейовому шару не розглядаються. Результати випробувань занести до табл. 6.2.

Виміряти густину і поруватість плазмонапиленої поверхні

методом гідростатичного зважування (варіант зіставлення ваги сухого і просоченого відокремленого покриття):

- зважити сухий зразок з нанесеним шаром лаку на аналітичних вагах;
- провести просочення зразку у воді і зважити його. Повторити операцію через фіксований інтервал часу.
- визначити дійсну масу мокрого зразку; розрахувати відкриту та закриту поруватості; густину захисної плівки по формулам 2.1-2.3;

Таблиця 6.2 – Результати випробувань міцності зчеплення

№ деталі	Площа напилення	Руйнуюче зусилля, Н/кгс	Міцність зчеплення, МПа	Характер руйнування	Примітки

Отримані дані занести до табл. 6.3.

Отримані дані порівняти з табличними даними та проаналізувати можливу помилку у звіті.

Ознайомитися з методом визначення газопроникання плазмонапиленого покриття, спостерігаючи за практичною демонстрацією процесу викладачем на пристрої

Таблиця 6.3 – Результати визначення густини та поруватості плазмонапиленого покриття

№	Матеріал основи	Матеріал покриття	Вага сухого зразку, г	Дійсна вага мокрого зразку, г	Поруватість, %		Густина покриття, г/см^3
					загальна	відкрита	

Оформити результати роботи та скласти звіт.

7 ЗМІСТ ЗВІТУ

1. Назва і мета роботи.
2. Рис. 2.1а та рис. 2.3.
3. Схема пристрою для вимірювання газопроникнення напилених покриттів (рис. 2.2).
4. Стислий опис призначення, характеристик, принципу роботи

обладнання, що застосовується.

5. Отримані дані у вигляді табл. 6.1-6.3.
6. Висновки по роботі.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Хасуй А.А. Техника напыления. М.: Машиностроение, 1975. -640 с.

2. Борисов Ю.С., Борисова А.Л. Плазменные порошковые покрытия. К.: Техника. – 1986. - 275 с.

3. Кудинов В.В., Иванов В.М.. Нанесение плазмой тугоплавких покрытий. М.: Машиностроение, 1981. - 192 с.

4. Инструкция технологическая. Покрытия износостойкие. Нанесенные методом плазменного напыления на детали нитепроводящей гарнитуры. РД-27-69-887-86. М.: 1986. - 43 с.

5. Руководящие технические материалы. Подготовка поверхности перед нанесением покрытий газотермическим напылением. РТМ-2-87, Киев, 1987. - 52 с.

7. Разиков М.И., Толстов И.А. Справочник мастера наплавочного участка, М.: Машиностроение, 1966. - 200 с.

8. Анциферов В.Н. Порошковая металлургия и напыленные покрытия. Учебник для вузов. / Под ред. Митина В.С.- В.Н. Анциферов, Г.В. Бобров, Л.К. Дружинин и др. / -М. -: Металлургия, 1987, - 792 с.

9. Корж В.М. Нанесення покриття: Навчальний посібник / За редакцією академіка НАН України К.А.Ющенка,// Корж В.М., Кузнецов В.Д., Борисов Ю.С., Ющенко К.А. – К.: Аристей, 2005, 204 с.

10.Ройк И.Л. Нанесение защитных покрытий в вакууме./ Ройк И.Л., Колтунова Л.Н., Федосов С.Н. / - М.: Машиностроение, 1976, 37 с.

11.Борисов Ю.С. Газотермические покрытия из порошковых материалов. / Борисов Ю.С., Харламов Ю.А.,Сидорченко С.Л., Ардатовская Е.Н./ - Киев: Наукова думка, 1987, 544 с.

12.Шиліна О.П. Газотермічна обробка матеріалів. Навчальний посібник. / О.П. Шиліна, А.Ю. Осадчук/ ВДТУ, 2004. 72 с.

13.Шиліна О.П. Газотермічні покриття. Навчальний посібник./ О.П. Шиліна, А.Ю. Осадчук/ ВНТУ, 2007.

Додаток А

Таблиця А.1 – Твердість покриттів з різних матеріалів

Матеріал покриття	Твердість по Роквеллу		Мікротвердість (навантаження 50 кГс), кг/мм
	Шкала	Число твердості HRC	
Алюміній	Н	50	58
Мідь	В	65	142
Тантал	А	65	1585
Молібден	С	34	–
Вольфрам	А	50	500 – 700
Двооксид цирконію	Б	96	–
Оксид алюмінію	С	55	1535

Таблиця А.2 – Густина і поруватість покриттів з різних матеріалів

Матеріал	Густина, г/см^3	Поруватість, %
Al_2O_3 (T = 100° C)	3,3 – 3,5	8,8
Al_2O_3 (T=1000° C)	3,7 – 3,8	5,6
Mg Al_2O_4	3,32	6,2
ZrO_2 (T = 100° C)	4,0 – 5,0	15 – 19
ZrO_2 (T = 1000° C)	4,5 – 5,2	9 – 16
TiC	4,1 – 4,9	11
ZrC	-	20
Al	-	8
Cu	-	19
Mo	11,2	11
W	17,3	14,5

Таблиця А.3 – Міцність зчеплення різних покриттів з основою при $T_0 = 20^o C$

Матеріал		σ, МПа
покриття	основи	
Сталь Ст.3	Сталь Ст. 3, струмінно-абразивна обробка	24,4
65Г	-	26,6
12Х18Н9Т	-	24,5
NiCr	-	35,8
Mo	-	19,7
W	-	22,4
Сталь Ст.3	Сталь Ст. 3, шліфування	8,9
65Г	Сталь Ст. 3	8
Сталь 12Х18Н9Т	-	18,3
NiCr	-	33,6
Mo	-	17
W	-	16,6
Al_2O_3	Сталь 45	10,2
ZrO_2	-	14,5
Ni (80 %) + Al (20 %)	-	84,5
Al	-	44
Сплав Ni (80 %) + Al (20 %) + CrC (75 %)	-	85