

OCENA GRUBOŚCI WARSTW I POWŁOK Z WYKORZYSTANIEM PRĄDÓW WIROWYCH.

Dominik KUKLA, Mirosław WYSZKOWSKI
IPPT PAN, Warszawa
dkukla@ippt.pan.pl; mwyszkow@ippt.pan.pl

1. WSTĘP

Metody nieniszczące (NDT) stosowane do oceny grubości warstw i powłok wykorzystują różnice we właściwościach fizykochemicznych (m. in. właściwości magnetyczne, elektryczne), które występują między materiałem podłoża i materiałem warstwy lub powłoki. Pomiary wykonywane metodami nieniszczącymi mają charakter porównawczy i dlatego konieczna jest kalibracja urządzeń na wzorcach lub próbkach referencyjnych o zdefiniowanej grubości warstwy lub powłoki, potwierdzonej metodami niszczącymi.

Nieniszczące metody magnetyczne ze względu na powtarzalność wyników i łatwość pomiaru są najczęściej wykorzystywaną grupą metod, zarówno w defektoskopii jak i pomiarach grubości. Dokonując wyboru odpowiedniej techniki badawczej możliwa jest ocena grubości warstw niekonduktywnych oraz konduktywnych na podłożu metalicznym. W przypadku pomiaru warstw konduktywnych na podłożu konduktywnym, konieczna jest odpowiednia różnica przewodności elektrycznej i/lub przenikalności magnetycznej pomiędzy materiałami podłoża i warstwy. Najlepsze efekty uzyskuje się w przypadku powłok nieferromagnetycznych na podłożu ferromagnetycznym.

Metody nieniszczące z powodzeniem stosowane są do oceny grubości powłok, czyli warstw materiału naniesionych na podłożę w wyniku procesów fizycznych. Powłoki cechuje adhezyjny charakter połączenia z podłożem, co daje wyraźną granicę podziału pomiędzy materiałem warstwy i podłoża, łatwo rozpoznawalną technikami wykorzystującymi indukcję magnetyczną.

Dużo więcej problemów stwarza ocena grubości warstw, które mają charakter dyfuzyjny, a co za tym idzie występuje gradient stężenia, czyli identyfikuje się strefę pośrednią pomiędzy materiałem warstwy i podłożem. Taka sytuacja stwarza duże ograniczenia dla skutecznego wykorzystania ww. technik nieniszczących.

Metoda prądów wirowych opiera się na wykorzystaniu zjawiska indukcji magnetycznej. Ma ona szerokie zastosowanie, przede wszystkim w defektoskopii, czyli wykrywaniu wad powierzchniowych lub podpowierzchniowych, jak również w ocenie zmian grubości [1, 2] oraz twardości badanych materiałów [3].

2. METODY OCENY GRUBOŚCI WARSTW I POWŁOK

Pomiar grubości powłok oraz warstw wierzchnich jest istotny zarówno na etapie produkcyjnym, w celu kontroli jakości, jak i w warunkach eksploatacyjnych, gdzie konieczny jest monitoring grubości warstw, warunkujący bezpieczną pracę urządzeń i instalacji. Pomiary takie są powszechnie wykonywane m. in. w kontroli grubości powłok lakierniczych (przemysł samochodowy) warstw ochronnych typu TBC w silnikach odrzutowych, czy w przemyśle elektronicznym i elektrotechnicznym przy nakładaniu warstw galwanicznych. Podstawowy

podział metod pomiaru grubości wiąże się z kryterium zniszczenia. Pomiar bezpośredni grubości warstwy jest możliwy tylko na przekroju poprzecznym badanego detalu. Pozostałe metody, zarówno te niszczące jak i nieniszczące są metodami pośrednimi, w których grubość warstw oceniana jest na podstawie pomiaru innych parametrów, których wartość jest zależna od grubości. W zależności od cech warstwy oraz podłoża, a także uwzględniając wymagania odbiorcy i kryteria akceptacji, należy dobrać optymalną technikę pomiarową. Grubość powłok może być mierzona za pomocą poniższych metod:

- metody nieniszczące:
 - magnetyczna,
 - elektromagnetyczna,
 - prądy wirowe (*Eddy Current ET*),
 - spadek potencjału,
 - radiometryczna,
 - izotopowa
 - termoelektryczna
- metody niszczące:
 - mikroskopia,
 - profile twardości,
 - wagowa (całkowite rozpuszczenie).

Nieniszczące techniki pomiaru grubości powłok i warstw opierają się na identyfikacji różnic właściwości fizykochemicznych, np. magnetycznych, elektrycznych, przewodnictwa cieplnego lub pochłaniania promieniowania jonizującego materiału powłoki oraz podłoża, na którym powłoka została nałożona. Duża różnorodność powłok, zarówno przy uwzględnieniu wielu rodzajów podłoża sprawia, że pomiar ich grubości wymaga stosowania różnych metod, a więc i różnych przyrządów. Właściwości fizyczne zarówno powłoki jak i podłoża decydują o wyborze typu warstwowierza do pomiaru, a właściwie należałoby napisać - oceny grubości powłoki. Nie możemy bowiem technikami nieniszczącymi zmierzyć bezpośrednio wymiaru grubości czy też głębokości warstwy w jednostkach długości. Wymiar ten oceniamy czy szacujemy na podstawie algorytmu wiążącego mierzony parametr (zmianę parametrów impedancji, potencjału czy indukowanego pola) z długością.

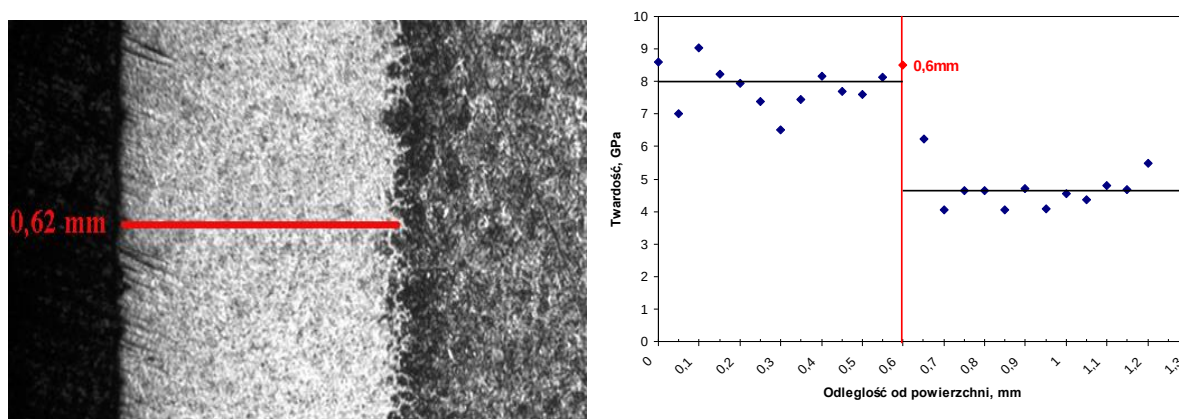
Ponieważ niemal wszystkie nieniszczące techniki pomiarowe mają charakter porównawczy (względny) konieczne jest poznanie jakościowych zmian mierzonych wartości na próbkach o znanych parametrach powłoki lub warstwy. Niezależnie od rodzaju metody i typu warstwowierza na wstępie na przedmiocie nie pokrytym powłoką wzorcuje się początek obranego zakresu pomiarowego. Następnie przy użyciu wzorca stałego (płytki z powłoką wzorcową) lub przy użyciu odpowiedniej folii wzorcowej położonej na tym samym nie pokrytym przedmiocie, wzorcuje się koniec danego zakresu pomiarowego. Po wywzorcowaniu początku i końca obranego zakresu pomiarowego można przystąpić do pomiarów grubości powłok, ale tylko na przedmiotach o wszystkich parametrach bardzo zbliżonych do parametrów płytki z powłoką wzorcową lub przedmiotu nie pokrytego, na którym poprzednio wykonane było wzorcowanie warstwowierza.

2.1. Metody Niszczące

Badania niszczące przeprowadzane są na specjalnie przygotowanych próbkach lub na gotowych elementach, które podczas badań ulegają zniszczeniu. Jedną z podstawowych metod badania grubości warstw jest metoda mikroskopowa. Polega ona na zmierzeniu pod mikroskopem grubości powłoki, która widoczna jest na odpowiednio wykonanym zglądzie metalograficznym przekroju poprzecznego próbki. Możliwy jest miejscowy pomiar oraz sprawdzenie, czy parametry procesu nakładania warstwy były odpowiednio dobrane, powłoka została nałożona równomiernie i jaki jest jej charakter. Pomiar może być wykonany

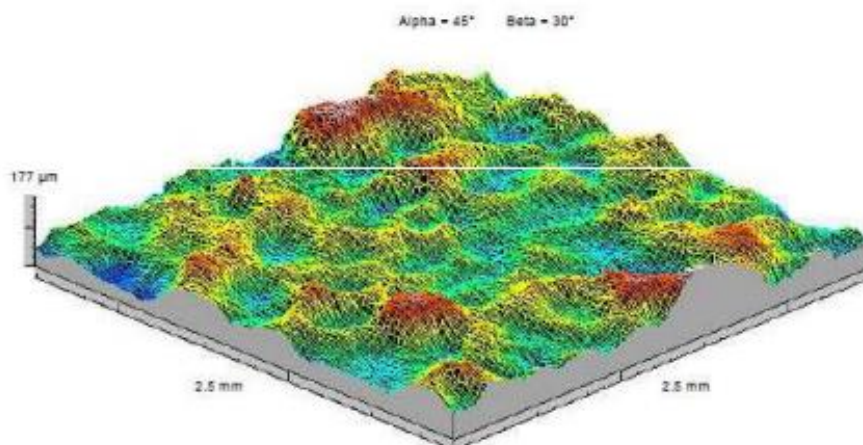
na powierzchni płaskiej, jak i profilowanej. Badania przy użyciu mikroskopii świetlnej stosuje się dla grubszych powłok metalowych, ceramicznych, lakierowych i tlenkowych, które zostały nałożone na podłoże metalowe. W celu dokładniejszego pomiaru grubości cieńszych warstw można zastosować elektronowy mikroskop skaningowy SEM. Ograniczeniem tej metody jest możliwość pomiaru grubości i oceny jej jednorodności tylko w jednym przekroju. W celu kontroli grubości na większych detalach wskazane jest wykonanie pomiarów na kilku przekrojach poprzecznych pobranych z obszarów reprezentatywnych lub wymagających szczególnej kontroli.

W przypadku warstw dyfuzyjnych, gdzie mamy do czynienia z gradientem właściwości i składu, metody mikroskopowe wspierane lub weryfikowane są poprzez profilowy pomiar mikrotwardości. Na przykład grubość warstw hartowanych, powstające w procesie obróbki cieplnej, zwiększających znacząco twardość obrabianych detali, można oceniać na podstawie identyfikacji ustalonej twardości, poniżej której możemy mówić o zaniku cech warstwy. Na rys. 1. Pokazano przykład pomiaru grubości warstw zahartowanej indukcyjnie na zgładzi przekroju poprzecznego (a) oraz weryfikacja tego pomiaru na podstawie wykonanego profilu mikrotwardości (b) [4].



Rys. 1. Grubość warstwy zahartowanej na trawionym zgładzie przekroju poprzecznego próbki (a) oraz profil twardości wykonany na tym zgładzie (b)

Grubość warstwy można zmierzyć również za pomocą metody profilometrycznej. Jest to metoda, która polega na wyznaczaniu różnicy między dwoma poziomami na profilogramie (rys. 2.), które odpowiadają powierzchni warstwy i podłoża.



Rys. 2. Profilogram. [5]<https://www.fizyka.umk.pl/~psz/wyk08.pdf>

Aby profilogram był dobrze wykonany, niezbędne jest dokładne przygotowanie próbki z warstwą do badań. Konieczne jest częściowe usunięcie nałożonej warstwy z części elementu tak, aby nie uszkodzić materiału podłoża. Metoda ta jest stosowana do pomiaru grubości w zakresie od $0,1\mu\text{m}$ (wymagana jest chropowatość poniżej 0,05). Metody profilometrycznej nie stosuje się w przypadku powłok miękkich.

Wśród niszczących metod oceny grubości warstw i powłok można jeszcze wymienić:

- Metodę wagową (całkowitego rozpuszczania) polegającą na rozpuszczeniu chemicznym lub elektrochemicznym powłok bez naruszenia metalu podłoża. Z różnicy ciężarów próbki przed rozpoczęciem rozpuszczania powłoki i po jej całkowitym usunięciu, znając ciężar właściwy powłoki i jej powierzchnię, oblicza się jej grubość. Metody tej nie można stosować do badania grubości powłok stopowych. W przypadku powłok pasywowanych należy przed przystąpieniem do badania usunąć warstwę chromianową.
- Metoda kroplowa polega na rozpuszczaniu powłoki roztworem nanoszonym po jednej kropli na to samo miejsce z każdorazowym pozostawieniem kropli na ten sam okres czasu, a następnie zdejmowaniu jej przez ścieranie kawałkiem waty lub ligniny. Czas po zostawianiu kropli na powierzchni badanej mierzy się sekundomierzem. Czynność tę powtarza się aż do odsłonięcia metalu podłoża. Metodę kroplową stosuje się do badania miejscowej grubości pojedynczych oraz wielowarstwowych powłok galwanicznych na powierzchniach płaskich i profilowanych, jeżeli promień krzywizny umożliwia utrzymanie się kropli. Nie zaleca się stosowania metody kroplekowej do powłok o grubości powyżej 20 kroplowej ze względu na zbyt długi czas pomiaru.
- Metoda strumieniowa polega na chemicznym rozpuszczaniu powłoki strumieniem roztworu o odpowiednio dobranym składzie i obliczeniu grubości miejscowej powłoki na podstawie łącznego czasu działania strumienia. Metoda wymaga prostej aparatury, składającej się z rozdzielacza połączanego z rurką szklaną zawierającą wewnątrz kapilarę, przez którą wypływa roztwór. Metodę strumieniową stosuje się do badania miejscowej grubości pojedynczych oraz wielowarstwowych powłok galwanicznych z wyłączeniem chromowych.
- Metoda kulometryczna polega na anodowym rozpuszczaniu powłoki na ściśle określonej powierzchni. Metoda oparta jest na prawach Faradaya, zgodnie z którymi ilość substancji rozłożonej elektrochemicznie pod działaniem prądu jest wprost proporcjonalna do ładunku elektrycznego, jaki przepłynął przez elektrolit oraz ilości różnych substancji wydzielonych przez jednakowy ładunek są proporcjonalne do ich równoważników chemicznych. W praktyce oznaczanie grubości powłoki metodą kulometryczną sprowadza się do zastosowania warstwomierza kulometrycznego wyposażonego w elektrodę cieczową. Metodą kulometryczną można mierzyć miejscową grubość większości powłok galwanicznych pojedynczych i wielowarstwowych na powierzchniach płaskich i profilowanych, o ile promień krzywizny pozwala na szczelne przystawienie uszczelki naczynka elektrolitycznego.

2.2. Metody Nieniszczące

Alternatywą dla badań niszczących jest grupa metod nieniszczących. W wielu przypadkach ważnym czynnikiem determinującym wybór metody diagnostycznej jest przeprowadzenie pomiaru, bez konieczności wyłączania badanego elementu z eksploatacji.

Wiąże się to głównie z aspektami ekonomicznymi (brak konieczności przerywania procesu) oraz skróceniem czasu badania. Podczas badania właściwości elementu nie ulegają zmianie. Podczas pomiarów grubości powłok, w zależności od przyjętej metody, ważne są parametry podłoża, jak: przewodność elektryczna, przenikalność magnetyczna, współczynnik odbicia/pochłaniania promieniowania jonizującego. Istotną rolę pełnią też cechy geometryczne: rozmiary powierzchni, grubość, chropowatość, kształt oraz promień krzywizny.

Magnetyczną metodę badań wykorzystuje się do miejscowego pomiaru grubości pojedynczych powłok (niemagnetycznych oraz wykonanych z niklu) oraz całkowitej grubości wielowarstwowych powłok niemagnetycznych, które zostały nałożone na podłoże magnetyczne [6,7]. W przypadku tej metody, wymagany jest dostęp jednostronny do elementu. Czynnikiem niezbędnym, jest różnica właściwości materiału podłoża oraz materiału warstwy (przewodność elektryczna i/lub przenikalność magnetyczna).

Badanie to, w zależności od konstrukcji przyrządowania, może polegać na:

- pomiarze siły potrzebnej do oderwania magnesu stałego lub elektromagnesu od przedmiotu pokrytego badaną powłoką,
- pomiarze siły, z jaką poprzez powłokę przyciągany jest magnes stały przez magnetyczne podłoże,
- pomiarze zmian strumienia magnetycznego w chwili ustawienia nabiegunków warstwomierza na przedmiocie pokrytym badaną powłoką.

Głównym ograniczeniem zastosowania jest mała grubość podłoża, kształt oraz chropowatość powierzchni badanego elementu.

Metodę elektromagnetyczną stosuje się do pomiaru miejscowej grubości wszelkich pojedynczych powłok niemagnetycznych naniesionych na podłoże magnetyczne oraz do wyznaczania sumarycznej miejscowej grubości wszelkich niemagnetycznych powłok wielowarstwowych naniesionych na podłoże magnetyczne. Metody tej nie należy stosować do pomiarów grubości ani pojedynczych ani wielowarstwowych powłok żelaznych, niklowych, kobaltowych oraz powłok wykonanych ze stopów magnetycznych. Zależnie od konstrukcji warstwomierza zasada pomiaru polega na:

- pomiarze napięcia indukowanego w uzwojeniu wtórnym czujnika,
- pomiarze zmian indukcyjności czujnika.

Metodę radiometryczną (β -odbiciową) stosuje się do pomiaru średniej lub miejscowej grubości powłok wykonanych z materiałów o znanym składzie chemicznym. Warunkiem koniecznym stosowania metody β -odbiciowej jest spełnienie trzech warunków:

1. grubość podłoża musi być większa od warstwy nasycenia dla danego izotopu i materiału,
2. grubość powłoki dla danego izotopu i rodzaju materiału musi być mniejsza od warstwy nasycenia,
3. minimalna różnica w liczbach atomowych Z podłoża i powłoki musi wynosić co najmniej 5.

Grubość warstwy nasycenia dla powszechnie stosowanych metali podłoża jest rzędu 30 - 80 μm , zaś tworzyw sztucznych i ceramiki 40 - 250 μm . Pomiar grubości powłok metodą β -odbiciową opiera się na wykorzystaniu różnic intensywności odbijania promieni β przez różne materiały.

Metodę termoelektryczną stosuje się do pomiaru miejscowej grubości niklowych powłok galwanicznych, nakładanych na stal, stal z podwarstwą miedzi, na miedź, mosiądz oraz na stopy Zn-Al. Wskazania zależne są od składu kąpieli i dlatego przyrząd musi być skalowany na wzorcach pokrytych powłoką niklową, nałożoną z takiej samej kąpieli jak powłoka na

badanych przedmiotach. Zasada pomiaru polega na wykorzystaniu zjawiska powstawania termoogniwa pomiędzy niklem a metalem podłoża lub niklem a metalem podwarstwy.

Pomiar grubości warstw, wykonanych zarówno z materiału wykazującego przewodnictwo elektryczne jak i nieprzewodzącego prądu, możliwy jest także przy użyciu **metody prądów wirowych**. Jest to metoda porównawczą wymagająca stosowania wzorców lub próbek odniesienia, na których grubość warstw określono innymi metodami badań nieniszczących lub niszczących. Pomiar cechuje się dużą dokładnością, dla materiałów warstwy i podłoża o znacznej różnicy przewodności (powyżej 1 S/m). Przed wykonaniem pomiarów, niezbędne jest określenie głębokości wnikania, w stosunku do wybranej częstotliwości prądu namagnesowania i odpowiedni dobór częstotliwości tak, aby głębokość wnikania w materiał była co najmniej dwa razy większa niż szacowana grubość warstwy. Głębokość wnikania dla zadanej częstotliwości prądu namagnesowania można wyznaczyć z poniższej zależności:

$$g = \frac{5 \cdot 10^2}{\sqrt{f \mu \gamma}} [mm],$$

gdzie:

g- umowna głębokość wnikania prądów wirowych [mm],

f- częstotliwość prądu namagnesowania [Hz],

γ - przewodność elektryczna warstwy [S/m],

μ - względna przenikalność magnetyczna warstwy.

Warunkiem skuteczności stosowania tej metody w przypadku oceny warstw konduktywnych jest różnica w przewodności elektrycznej pomiędzy warstwą i rdzeniem co najmniej 1 MS/m.

Do niektórych badań diagnostycznych, polegających na pomiarach grubości ścianki elementu, który uległ korozji albo erozji, stosuje się **metodę ultradźwiękową**. Jednocześnie może być wykonany pomiar grubości warstwy wierzchniej. Ultradźwięki to fale akustyczne o częstotliwości przekraczającej próg słyszalności ucha ludzkiego (około 16 kHz) do 100 MHz. Podczas nieniszczących badań ultradźwiękowych, wykorzystywane są własności sprężyste i jednorodność struktury oraz ich wpływ na rozchodzenie się fali ultradźwiękowej w materiale. Obserwuje się natężenie oraz zmiany kierunku oraz czas przechodzenia fali przez materiał. Istnieją kilka metod badań ultradźwiękowych: technika echa, cienia, rezonansu oraz Phased Array. Powierzchnia badanego elementu powinna cechować się małą chropowatością, by fala ultradźwiękowa nie uległa rozproszeniu podczas wejścia w materiał. Zaletami tej metody jest możliwość badania bardzo grubych i dużych elementów (maksymalne przepuszczanie ultradźwięków wynosi nawet 10 metrów), w zależności od pochłaniania fal ultradźwiękowych przez badany materiał oraz zastosowanej częstotliwości, szybkość badania oraz uzyskanych wyników. Metoda ta jest bardzo skuteczna i uniwersalna, jednak, by móc ją wykorzystać, wymagane jest specjalistyczne przeszkolenie oraz kwalifikacje [8].

Pomiary grubości warstw, prowadzone przy użyciu opisanych metod badań nieniszczących, to pomiary względne. Niezbędna jest kalibracja warstwowierzy na przygotowanych wcześniej wzorcach. Im dokładniejsze jest wzorcowanie tym otrzymane wyniki są dokładniejsze.

W praktyce przemysłowej najczęściej spotkać można urządzenia wykorzystujące zjawisko indukcji magnetycznej, z podziałem na dwie techniki:

- **Indukcji magnetycznej.** Metoda wykorzystująca dwie cewki magnetyczne, które zbliżone do ferromagnetyka wytwarzają zmienne pole magnetyczne. Zmiana tego pola związana jest z odległością między sondą a podłożem - w tym przypadku z grubością warstwy. Jedna z tych cewek wytwarza prąd magnetyczny. Sprężenie pomiędzy dwoma biegunami magnetycznymi jest miarą grubości warstwy. W dodatku, zmienne pole magnetyczne wytworzone przez ferromagnetyczną cewkę powoduje powstanie

indukcji elektromagnetycznej. W tego typu sondach używane są precyzyjne półprzewodniki oparte na efekcie Halla.

- **Prądów wirowych.** Metoda ta jest używana podczas mierzenia powłok nie przewodzących opartych na podłożach nie-ferromagnetycznych takich jak np. aluminium. Metoda ta wykorzystuje zjawisko indukcji elektromagnetycznej. Cewka zbudowana z drutu przewodząca zmienny prąd elektryczny produkuje pole magnetyczne, które zmienia kierunek wraz ze zmianą kierunku przepływu prądu. Kiedy sonda NFe znajduje się w pobliżu przewodzącego podłoża, generowane są prądy wirowe, które wywierają efekt na pole magnetyczne cewki. Efekt ten jest zależny od charakterystyki podłoża oraz odległości między sondą i podłożem - w tym przypadku grubością powłoki.

Metoda oparte na zjawisku indukcji pozwalają na precyzyjną oceną grubości powłok, oraz w niektórych przypadkach, warstwy materiału. Powłoka mająca charakter adhezyjny, co oznacza wyraźną granicę podziału pomiędzy materiałem rdzenia i materiałem na niego nałożonym. W przypadku warstw, które z założenia mają charakter dyfuzyjny, mamy do czynienia z gradientem składu chemicznego, co wpływa na dokładność oceny grubości warstwy. Tym niemniej prowadzone są z powodzeniem badania nad oceną m. in. warstw nawęglanych oraz hartowanych indukcyjnie [9,10].

3. KOMERCYJNE MIERNIKI GRUBOŚCI POWŁOK

W badaniach przemysłowych najczęściej stosuje się warstwomierze nieniszczące, które wykorzystując opisane wyżej metody pomiarowe oraz opracowane przez producentów algorytmy przeliczeniowe pozwalają na uzyskanie szybkiego wyniku w pomiarach grubości warstw i powłok. Do najczęściej stosowanych typów warstwomierzy można zaliczyć:

- Warstwomierze magnetyczne służą do pomiaru grubości powłok ochronnych niemagnetycznych (np. ocynk, lakier) na podłożach metalowych magnetycznych (np. stal, z wyjątkiem stali nierdzewnej niemagnetycznej); mają postać elektronicznej jednostki głównej zintegrowanej na sztywno z głowicą magnetyczną lub połączonej z tą głowicą odłączalnym lub nieodłączalnym kablem sygnałowym,
- Warstwomierze elektromagnetyczne (prądowirowe) służą do pomiaru grubości powłok ochronnych nieprzewodzących prądu elektrycznego na podłożach metalowych niemagnetycznych (np. aluminium, stal nierdzewna niemagnetyczna); mają postać elektronicznej jednostki głównej zintegrowanej na sztywno z głowicą prądowirową lub połączonej z tą głowicą odłączalnym lub nieodłączalnym kablem sygnałowym,
- Warstwomierze dualne (magnetyczno-prądowirowe) łączą możliwości obydwu wyżej wymienionych rodzajów warstwomierzy do powłok ochronnych na podłożach metalowych; mają postać elektronicznej jednostki głównej zintegrowanej na sztywno z podwójną głowicą magnetyczno-prądowirową lub połączonej z tą głowicą odłączalnym lub nieodłączalnym kablem sygnałowym; do jednostki głównej mogą być też podłączane dwie wymienne głowice - magnetyczna i prądowirowa,
- Warstwomierze ultradźwiękowe służą do pomiaru jednorodnych powłok ochronnych w trybie jedno- lub wielo-warstwy na podłożach metalowych (np. stal, aluminium) i niemetalowych (np. sztywne tworzywa sztuczne, guma, szkło, drewno, beton); mają najczęściej postać elektronicznej jednostki głównej połączonej kablem sygnałowym z głowicą ultradźwiękową.

Badania przy pomocy elektronicznych mierników pozwalają na ocenę grubości warstw na podłożach metalicznych. Są łatwe w obsłudze, nie wymagają specjalistycznego przeszkolenia operatora, mają małe rozmiary oraz są stosunkowo tanie w porównaniu z aparaturą wykorzystywaną w innych metodach. Cechują się dokładnością pomiarów oraz ich powtarzalnością [11].

Pomiary grubości warstw wierzchnich przy pomocy czujników indukcyjnościowych dokonuje się zazwyczaj po ich wcześniejszym wywzorcowaniu i przygotowaniu do pomiarów. Umożliwia to zwiększenie dokładności pomiaru i sprawdzenie, czy zastosowany czujnik jest sprawny a jego wskazania właściwe dla mierzonej powłoki. Wzorcowanie w miarę możliwości należy wykonać w tych samych warunkach w jakich będzie przeprowadzony pomiar grubości warstwy. W przypadku kiedy warunek taki nie może być spełniony stosuje się odmienne procedury. Jedną z nich jest metoda oparta na zastosowaniu do pomiaru folii o znanej grubości jako folii wzorcowej. Opiera się ona na założeniu, że dla większości przyrządów do pomiarów grubości warstw błąd spowodowany zmianą jakiegokolwiek parametru pomiaru, proporcjonalny jest do grubości powłoki [12].

Przed wykonaniem badania grubości warstwy wierzchniej oprócz wzorcowania należy sprawdzić czystość powierzchni badanego elementu oraz wzorców i w razie potrzeby usunąć wszelkie zanieczyszczenia bez naruszania materiału powłoki. Pomiary wielokrotne na określonym obszarze badanego elementu pozwalają sprawdzić powtarzalność wskazań przyrządu oraz grubość powłoki na badanym obszarze. W przypadku gdy powierzchnia badanej próbki jest chropowata lub wiadomo, że powłoka posiada różną grubość, wielokrotne powtarzanie pomiaru w różnych punktach pozwala wyeliminować rozbieżności wyników pomiarów

3.1. Źródła niepewności pomiarów czujnikami indukcyjnymi

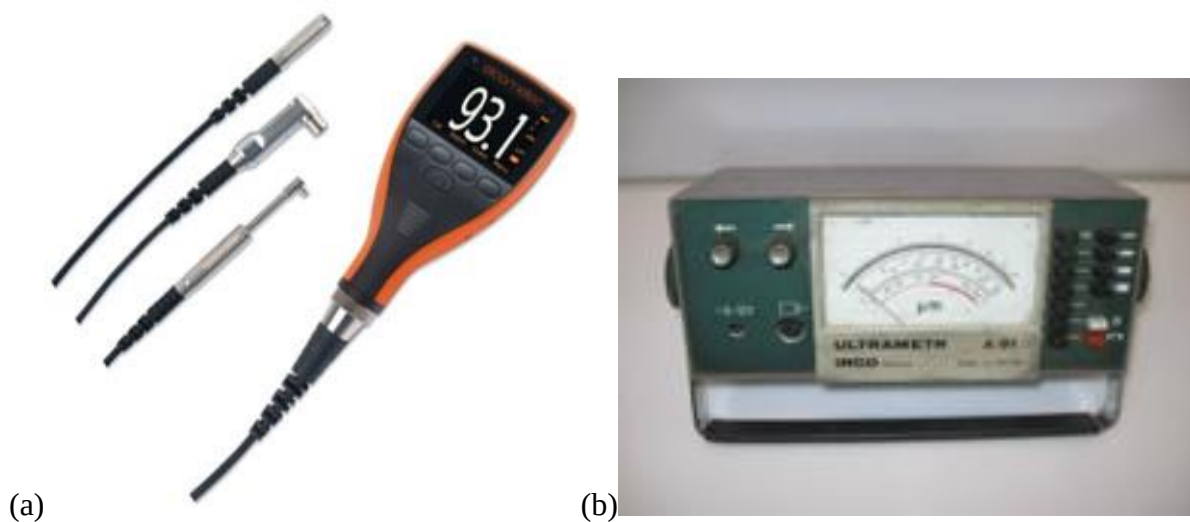
Podczas pomiarów istnieje wiele czynników zakłócających mających istotny wpływ na wyniki badań wśród których można wymienić:

- wpływ promienia krzywizny podłoża,
- wpływ zmian prądu magnesowania,
- wpływ przenikalności magnetycznej podłoża,
- wpływ przewodności elektrycznej właściwej powłoki i podłoża,
- wpływ efektu brzegowego i pola powierzchni,
- wpływ grubości podłoża,
- wpływ chropowatości powierzchni.

W pracy wykorzystano dwa typy mierników komercyjnych, różnych generacji:

Elcometer 456C, należący do grupy mierników, które pozwalają zmierzyć grubość warstw na podłożach ferromagnetycznych (stal węglowa) oraz nie-ferromagnetycznych (stale wysokostopowe, aluminium) w zależności od zastosowanego modelu oraz sondy. Elcometer 456C (rys. 3a) jest miernikiem grubości suchych powłok na podłożach metalicznych, zarówno na gładkich, jak i chropowatych oraz zakrzywionych. Zasada działania oparta jest na zjawisku indukcji magnetycznej. Urządzenie wymaga kalibracji przed każdym użyciem zgodnie z instrukcją producenta. Miernik ten pozwala na wykonanie ponad 70 odczytów na minutę, co pozwala skrócić czas kontroli grubości bez wpływu na dokładność pomiaru. Jego zakres pomiarowy wynosi od 0 do 31 mm, w zależności od zastosowanej sondy. Dokładność pomiaru to $\pm 1\%$.

Ultrametr A 91 (rys. 3b) jest to miernik służący do pomiaru grubości powłok, mierzoną wartością jest amplituda. Urządzenie wymaga kalibracji przed każdym użyciem zgodnie z instrukcją producenta na odpowiednich wzorcach. Pomiar może być realizowany na powierzchniach płaskich lub owalnych. Rozmiar sondy oraz obszaru wzbudzanego jest stosunkowo duży, co może wpływać na dokładność uzyskanych wyników.



Rys. 3. Miernik Elcometer 456C (a) oraz Ultrameter A91 (b)

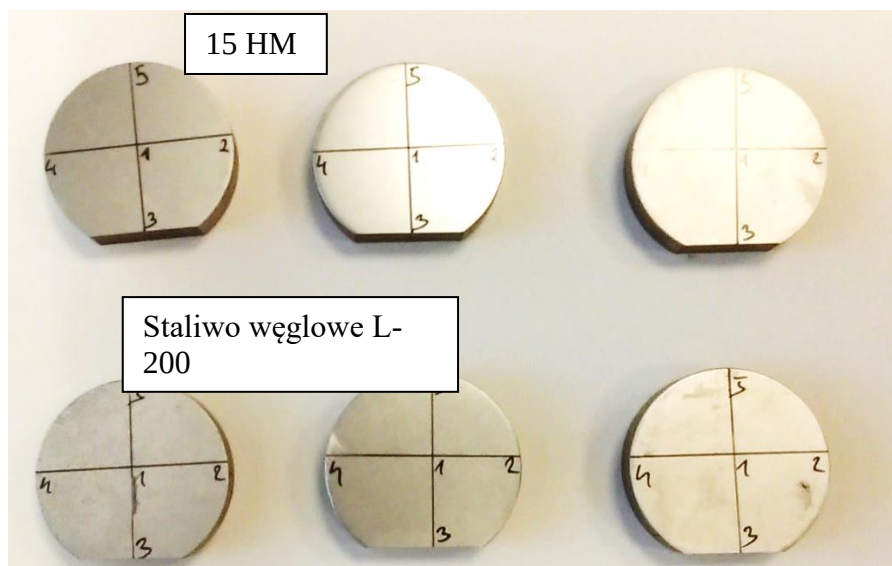
Ponadto do badań wykorzystano defektoskop prądowirowy **NORTEC 600** (rys. 4.) firmy OLYMPUS. Wykorzystując efekt oddalenia „lift off” przeprowadzono ocenę grubości warstw konduktywnych, w oparciu o zmiany kąta fazowego impedancji oraz niekonduktywnych, na podstawie analizy zmian amplitudy sygnału.



Rys. 4. Defektoskop NORTEC wraz zestykową sondą ołówkową

4. METODYKA BADAŃ

Badania przeprowadzono na zestawach trzech próbek ze stali niskostopowej 15HM oraz trzech próbek ze staliwa węglowego L-200 poddanych chromowaniu technicznemu przy parametrach procesu pozwalającym na uzyskanie założonych grubości 15, 30 oraz 45 μm . Na rys. 5. pokazano oba zestawy próbek, z naniesionymi oznaczeniami obszarów, w których wykonywano pomiary metodami nieniszczącymi. Z próbek tych pobrano wycinki do badań metalograficznych, które pozwoliły na bezpośredni pomiar rzeczywistej grubości warstwy na przygotowanych zglądach przekroji poprzecznych. Wyniki tych pomiarów potraktowano jako referencyjne do dalszych badań.



Rys. 5. Zestawy próbek referencyjnych z warstwą chromu o zakładanej grubości 15, 30 i 45 μm na stali 15HM oraz staliwie węglowym L200.

Mikroskopia

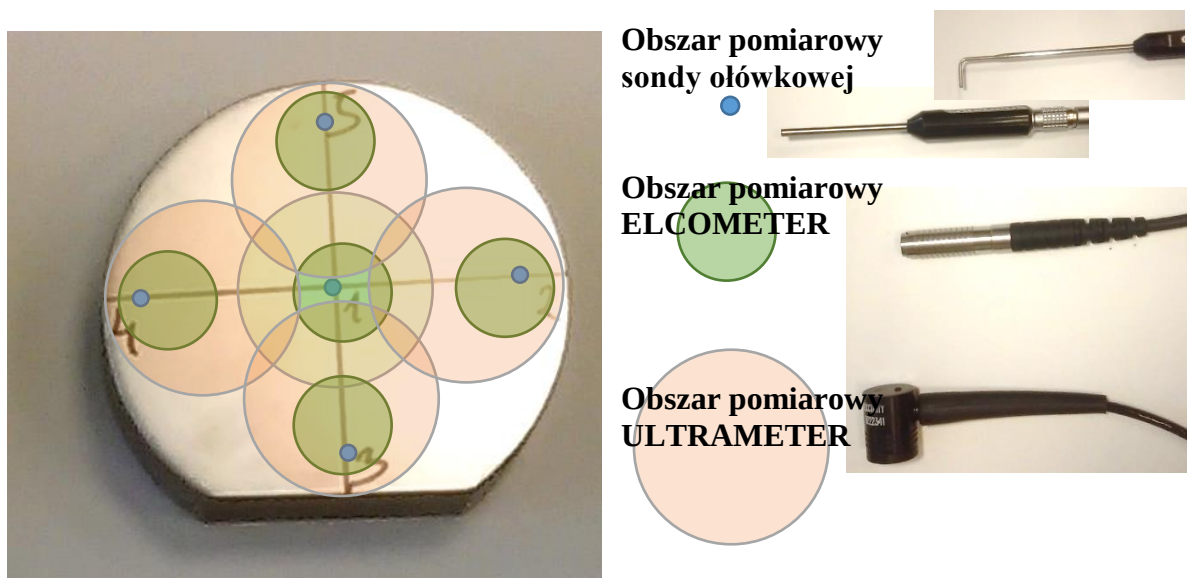
Badania mikrostrukturalne z zastosowaniem mikroskopii świetlnej realizowane były na nietrawionych zglądach przekroji poprzecznych, przy użyciu stacjonarnego mikroskopu cyfrowego Keyence VHX-600 umożliwiającego obserwacje przy powiększeniach 20x – 1000x. Dzięki temu ustalono rzeczywistą grubość warstwy w miejscach wykonania przekrojów.

Mierniki magnetyczne

Do pomiaru grubości metodami nieniszczącymi opartymi o zjawisko indukcji magnetycznej wykorzystano mierniki komercyjne ULTRAMETR A91 oraz ELCOMETER. Pomiaru dokonywano po wcześniejszej kalibracji urządzeń według wskazań producenta, w pięciu miejscach na każdej próbce, w obszarach zdefiniowanych na rys. 5 oraz szczegółowo na rys. 6. W każdym z tych punktów pomiar był wykonywany pięciokrotnie dla oszacowania powtarzalności pomiaru i wyznaczenia odchylenia standardowego. Potencjalne różnice w wynikach związane były z wielkością sondy pomiarowej i obszarem wzbudzenia, co pokazano na rys. 6.

Prądy wirowe

Badania z wykorzystaniem metody prądów wirowych wykonano za pomocą defektoskopu NORTEC 600 oraz dwóch sond palcowych (pencil probes) o zakresie częstotliwości 50-500kHz oraz 1-6 MHz. Do badań użyto dwóch częstotliwości: 500 kHz, dla której głębokość wnikania prądów wirowych w materiał warstwy wynosi ok. 250 μm oraz 5 MHz dla której głębokość ta jest równo ok. 80 μm . Częstotliwość 5MHz jest bardziej uzasadniona dla pomiarów grubości warstwy w zakresie 15- 45 μm , z jakim mamy do czynienia w tym przypadku, ponieważ wg. wytycznych [3,4] oraz norm [5] częstotliwość prądu magnesowania powinna zapewnić dwukrotnie większą głębokość wnikania niż mierzona grubość warstwy. Na rys. 6 pokazano miejsca wykonania pomiarów oraz wielkość obszarów pomiarowych w zależności od zastosowanej metody oraz przedstawiono użyte w każdej metodzie sondy.



Rys. 6. Zakresy pomiarowe grubości oraz ich rozmiary dla zastosowanych metod oceny grubości warstw chromowych

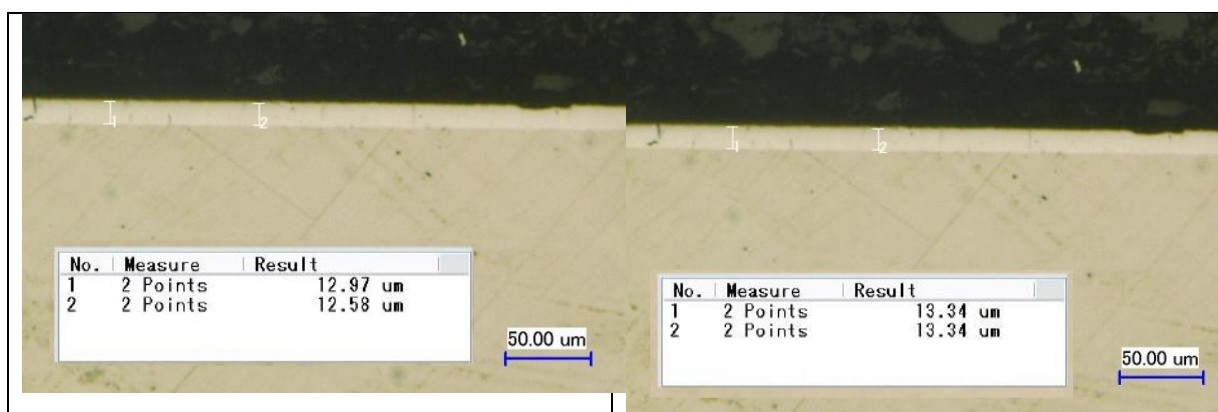
Jak można zauważyć na powyższym rysunku, różnice w średnicach obszarów wzbudzenia są znaczne, od 1,9 mm dla wiroprowadowej sondy palcowej, poprzez 10 mm sondy ELCOMETE, do 19 mm urządzenia ULTRAMETER.

5. WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

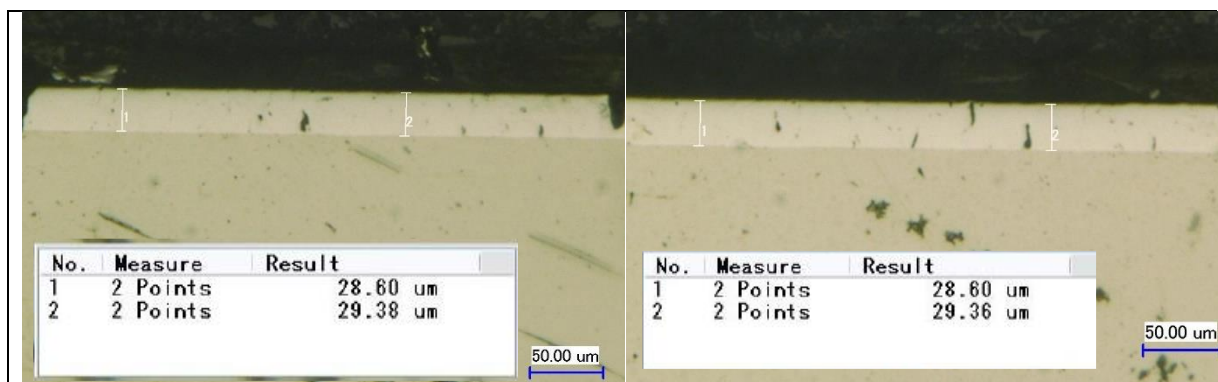
Badania metalograficzne

Ocena grubości warstw została w pierwszej kolejności przeprowadzona w sposób niszczący, na przekrojach poprzecznych próbek referencyjnych. Wartości uzyskane z pomiaru mikroskopowego stanowiły wartość bazową, które miały być potwierdzone w wyniku pomiarów nieniszczących z wykorzystaniem różnych procedur i technik pomiarowych.

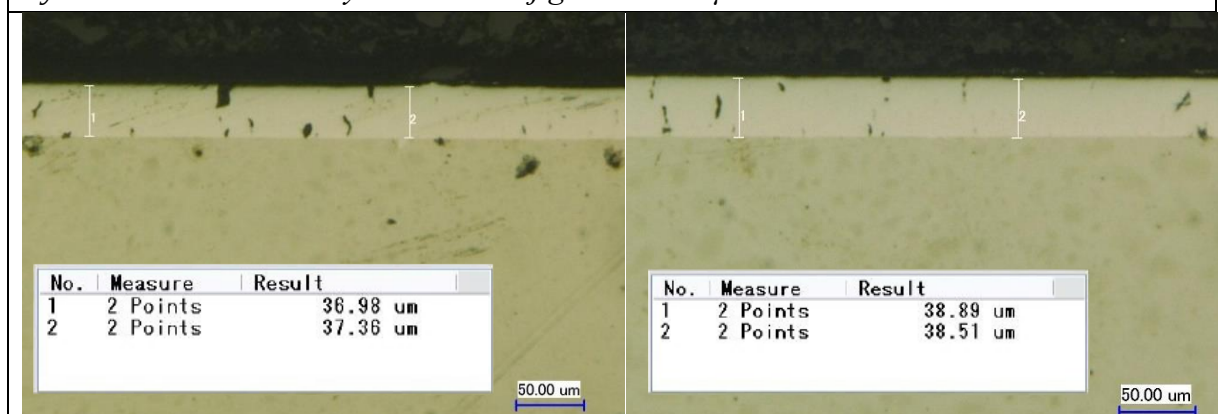
Na poniższych rysunkach przedstawiono zdjęcia zglądów przekroi poprzecznych próbek ze stali (Rys. 7-9) oraz staliwa (Rys. 10-12) pokrytych warstwą chromu. Na zdjęciach naniesiono markery pozwalające ocenić grubość warstwy w wybranych miejscach przekroju próbki.



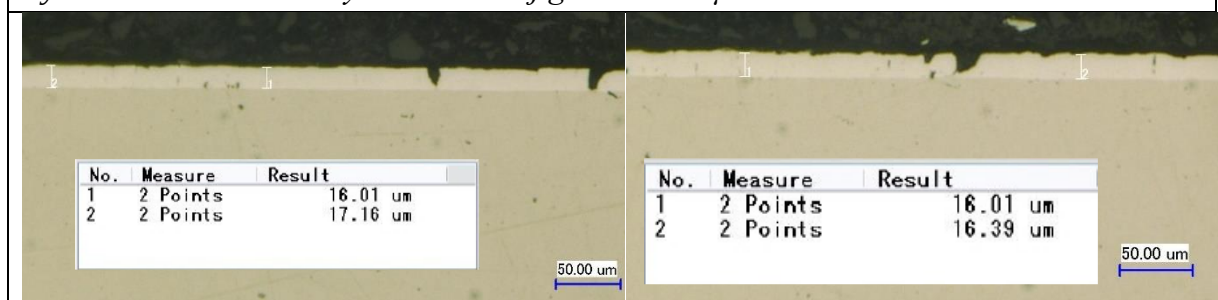
Rys. 7. Grubości warstwy o nominalnej grubości 15 μm , na stali 15HM



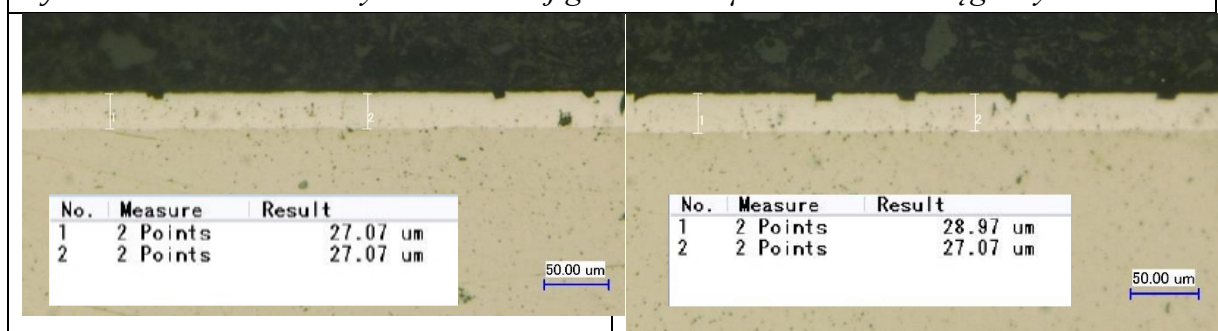
Rys. 8. Grubości warstwy o nominalnej grubości 30 µm na stali 15HM



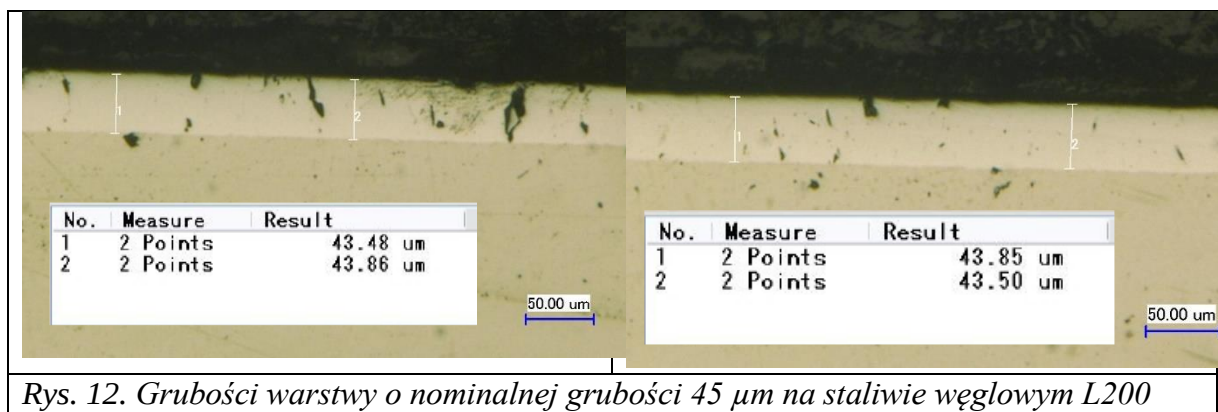
Rys. 9. Grubości warstwy o nominalnej grubości 45 µm na stali 15HM



Rys. 10. Grubości warstwy o nominalnej grubości 15 µm na stali węglowym L200

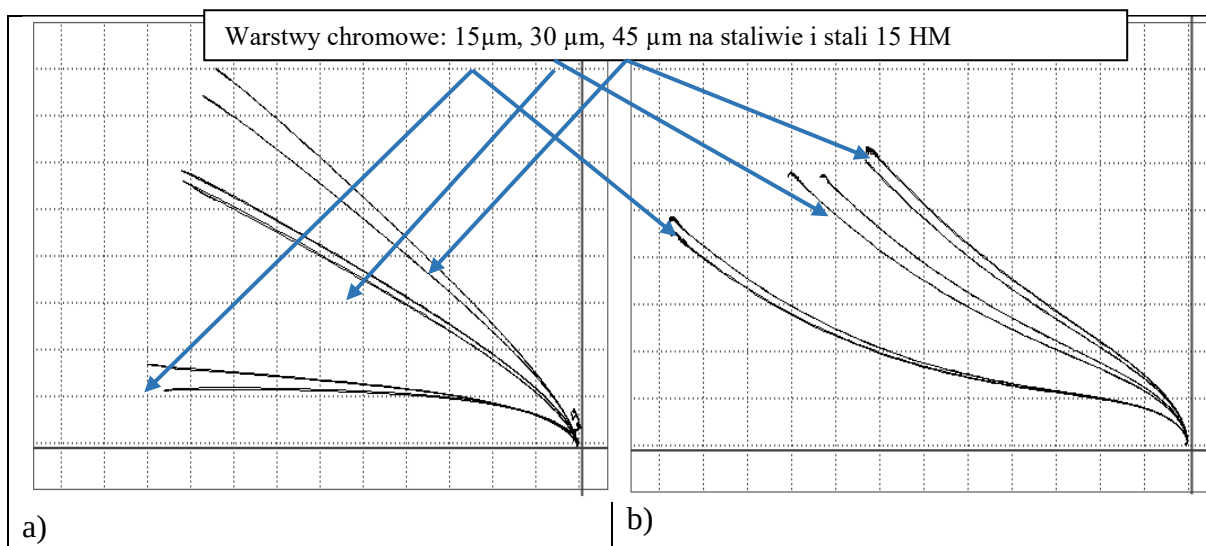


Rys. 11. Grubości warstwy o nominalnej grubości 30 µm na stali węglowym L200



Rys. 12. Grubości warstwy o nominalnej grubości 45 µm na staliwie węglowym L200

Na zdjęciach przekrojów poprzecznych próbek z warstwą widać jej adhezyjny charakter, co daje możliwość precyzyjnego pomiaru grubości warstwy zarówno na pokazanych zdjęciach jak i z wykorzystaniem nieniszczących metod magnetycznych. Na podstawie wyników uzyskanych z obserwacji zgłądów można stwierdzić, że dobrane parametry procesu chromowani technicznego nie były optymalne dla uzyskania założonych grubości. We wszystkich przypadkach wyniki pomiarów metodą niszczącą wykazują otrzymanie warstw o mniejszej od zakładanej grubości. Dalsze pomiary przeprowadzone z zastosowaniem komercyjnych mierników grubości, opartych na indukcji magnetycznej, częściowo potwierdziły ten wynik. Wszystkie uzyskane wyniki pomiarów wraz z wartością odchylenia standardowego przedstawiono w Tabeli 1. W tabeli zamieszczono także wyniki pomiaru kąta fazowego sygnału oddalenia „lift-of” uzyskanego metodą prądów wirowych dla poszczególnych próbek. Zmienne wartości tego parametru widać na obrazie z defektoskopu, dla częstotliwości 500 kHz oraz 5MHz (rys.13.)



Rys.13. Trajektorie zmian impedancji dla obu zestawów próbek o nominalnej grubości warstwy 15, 30 i 45 µm dla częstotliwości prądu magnesowania (a) 5MHz oraz (b) 500kHz

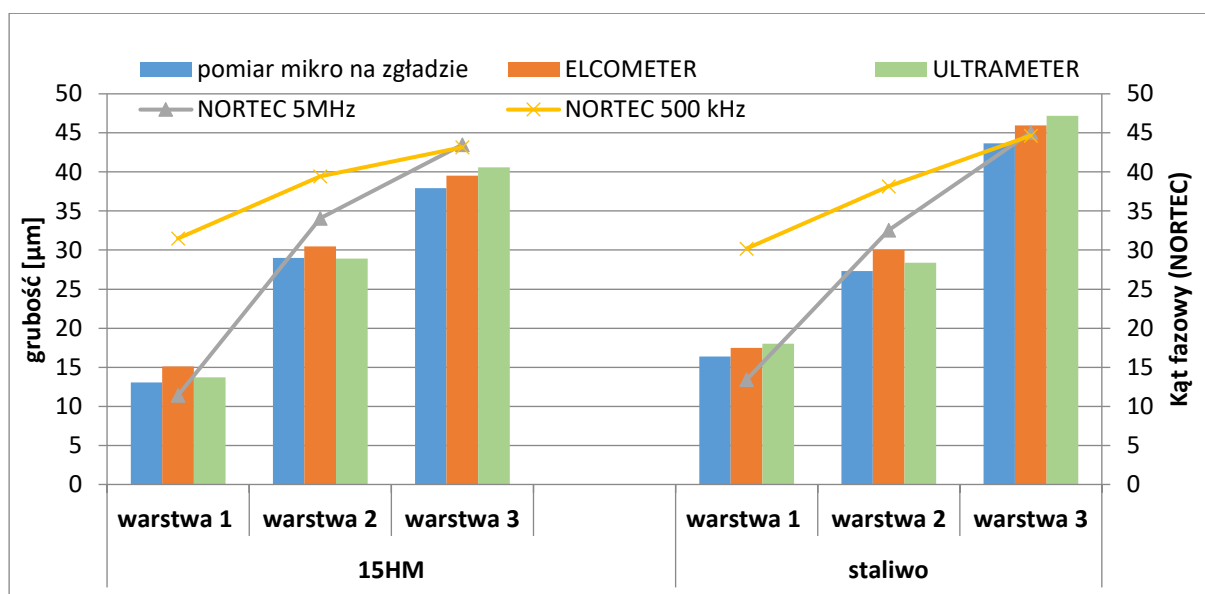
Zarejestrowane przebiegi impedancji wskazują na wyraźne różnice w ich nachyleniu, dzięki czemu możliwa jest identyfikacja różnic w grubości warstwy, a w oparciu o pomiar kąta, możliwa jest także ilościowa ocena tych zmian. Pomiar kąta odbywa się automatycznie, wraz z przyłożeniem sondy do powierzchni badanej i przy zastosowaniu odpowiedniego przeskalowania możliwa jest kalibracja ustawień defektoskopu (na podstawie wskazań z

dowolnej, zmierzonej warstwy), aby wartości mierzonego kąta były analogiczne do grubości warstwy wyrażonej w mikrometrach

Tablica. 1. Wyniki pomiarów grubości warstw chromowych uzyskanych różnymi technikami oraz wyniki pomiarów kąta fazowego od linii oddalenia „lift-of” metodą prądów wirowych dla poszczególnych próbek

		warstwa Cr na 15 HM			warstwa Cr na STALIWO		
Technika/urządzenie pomiarowe	Założone grubości warstw	15 μm	30 μm	45 μm	15 μm	30 μm	45 μm
mikroskopia	grubość	13,06	28,99	37,94	16,39	27,30	43,67
	SD	0,31	0,39	0,79	0,47	0,39	0,18
ULTRAMETER	grubość	13,70	28,90	40,60	18,00	28,40	47,20
	SD	0,81	0,66	0,80	0,55	0,49	1,17
ELCOMETER	grubość	15,48	30,86	39,27	17,35	30,40	45,62
	SD	0,79	0,47	1,81	0,92	0,98	0,66
NORTEC 500 kHz	Kąt fazowy	31,48	39,44	43,18	30,20	38,18	44,66
	SD	0,68	0,43	0,63	0,42	0,39	0,46
NORTEC 5 MHz	Kąt fazowy	11,42	34,08	43,50	13,42	32,56	45,06
	SD	0,35	0,50	1,10	1,45	1,33	0,49

Wartości grubości warstw uzyskane w bezpośrednim pomiarze na przekrojach poprzecznych zostały, w pewnym zakresie dokładności, uzyskane także w pomiarach metodami pośrednimi, co pokazano na wykresie, na rys. 14. Na wykresie tym pokazano także wyniki pomiarów kąta fazowego. Dla lepszego porównania skuteczności pomiaru metodą prądów wirowych, urządzenie pomiarowe zostało tak wyskalowane, aby wartość kąta fazowego uzyskanego na próbce z warstwą 45 μm na staliwie była równa grubości warstwy na tej próbce, czyli 45 °. Po takiej operacji uzyskano wartości kąta fazowego dla pozostałych warstw na staliwie odpowiednio: 32° i 13°, zatem wartości bardzo zbliżone do grubości wyrażonej w mikrometrach. Podobny efekt uzyskano dla warstw na stali 15HM. Dużo mniejszą dokładność korelacji uzyskano dla częstotliwości 500kHz, ale zależność kąta fazowego od grubości pozostała właściwa.



Rys. 14. Zestawienie wyników pomiarów grubości z wynikami pomiarów kąta fazowego sygnału prądowego.

Rozbieżności w uzyskanych wynikach, choć stosunkowo niewielkie, można uzasadniać znacznymi różnicami w wielkości obszaru poddawanego pomiarom. Odchylenie standardowe wyznaczone dla pomiarów mikroskopowych wskazuje na poziom jednorodności grubości warstwy chromowej. Tylko na mierzonym przekroju wartość odchylenia wynosi średnio (dla wszystkich próbek) $0,5 \mu\text{m}$. Zatem na całej powierzchni próbki można spodziewać się większych rozrzutów, które z kolei będą wpływać na wynik uzyskany miernikami magnetycznymi o różnej średnicy sondy pomiarowej. W przypadku oceny grubości warstwy opartej o korelację z wartościami kąta fazowego mierzonego na defektoskopie prądowym, wielkość obszaru jest najmniejsza (średnica sond w zależności od częstotliwości od $1,9 \text{ mm}$ do $2,5 \text{ mm}$), co stwarza możliwość wykorzystania tej techniki w ocenie grubości warstw małych detali lub elementów o dużym rozwinięciu powierzchni.

6. PODSUMOWANIE

W efekcie przeprowadzonych badań można stwierdzić skuteczność metody prądów wirowych nie tylko w identyfikacji zmian grubości warstw konduktywnych na podłożach metalicznych, ale także w ich ilościowej ocenie. Wykazano, że dysponując odpowiednio przygotowanymi wzorcami, można uzyskać wiarygodny i precyzyjny wynik pomiaru grubości warstwy na podstawie zmierzonych parametrów sygnału prądowego. Istotne jest przy tym określenie zakresu pomiarowego, (określonego przez próbki odniesienia) oraz właściwe dostosowanie do niego wartości częstotliwości prądu wzbudzenia w materiale warstwy. Ponadto, dzięki wykorzystaniu sond o małych średnicach, możliwa jest ocena grubości warstw w miejscach o małej powierzchni płaskiej, gdzie wykonanie pomiaru większością mierników indukcyjnych jest niemożliwe lub mało wiarygodne.

PODZIĘKOWANIA

Badania zrealizowano w ramach Programu Badań Stosowanych (nr projektu 245061), ze środków Narodowego Centrum Badań i Rozwoju.

LITERATURA

- [1] J. H. Hinken, B. Barenthin, J. Halfpaap, C. Moebes, H.t Wrobel, C.n Ziep, M.l Hekli; Thickness Measurement of Chromium Layers on Stainless Steel Using the Thermoelectric Method with Magnetic Readout (TEM); The e-Journal of Nondestructive Testing, May 2005, Issue Vol. 10 No.05.
- [2] A. V. Makarov, E. S. Gorkunov, I. Yu. Malygina, L. Kh. Kogan R. A. Savrai and A. L. Osintseva; Eddy-Current Testing of the Hardness, Wear Resistance, and Thickness of Coatings Prepared by Gas-Powder Laser Cladding; Russian Journal of Nondestructive Testing, 2009, Vol. 45, No. 11, pp. 797–805.
- [3] D. Kukła, L. Piotrowski, M. Szwed; Ocena twardości warstw nawęglanych i hartowanych indukcyjnie na stali AMS 6414 z zastosowaniem magnetycznych technik nieniszczących; Przegląd Spawalnictwa Vol 88, No 10 (2016).
- [4] Kukła D., Grzywna P., Kopeć M., Kowalewski Z.L., Assessment of hardened layer thickness for 40HNMA steel using eddy current method, INŻYNIERIA MATERIAŁOWA, ISSN: 0208-6247, DOI: 10.15199/28.2016.5.10, Vol.213, No.5, pp.263-266, **2016**
- [5] <https://www.fizyka.umk.pl/~psz/wyk08.pdf>
- [6] A. Lewińska- Romicka; Metody pomiaru grubości powłok; Badania nieniszczące, nr 4, 2014.
- [7] A. Lewińska- Romicka; Pomiary grubości powłok; Biuro Gamma; Warszawa, 2001.
- [8] A. Śliwiński; Ultradźwięki i ich zastosowanie; Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Warszawa, 2001.
- [9] A. Lewińska- Romicka; Badania materiałów metodą prądów wirowych; Biuro Gamma; Warszawa, 2001
- [10] D. Kukła, L. Piotrowski, M. Szwed; Ocena twardości warstw nawęglanych i hartowanych indukcyjnie na stali AMS 6414 z zastosowaniem magnetycznych technik nieniszczących; Przegląd Spawalnictwa Vol 88, No 10; 2016).
- [11] C. Dybiec, A. Nakonieczny, S. Włodarczyk; Prądy wirowe jedną z metod pomiarów grubości i przewodności elektrycznej warstw przewodzących nakładanych na metale i niemetale czasopismo Internetowe Badania Nieniszczące nr 3/2005, grudzień.
- [12] C. Dybiec, A. Nakonieczny, S. Włodarczyk; Sposób nieniszczącego pomiaru grubości powłok metalowych na materiałach przewodzących; Zgłoszenie patentowe P-380080.