

Ocena grubości warstw chromowych na stali i staliwie z wykorzystaniem metody prądów wirowych

Evaluation of chromium plated thicknesses on steel and cast steel using the eddy current method

Streszczenie

W ramach niniejszej pracy opracowano procedurę nieniszczącą, ilościową oceny grubości warstw chromowych. Do tego celu wykorzystano metodę prądów wirowych, w zakresie analizy fazoczułej, czyli oceny zmian kąta fazowego impedancji w funkcji grubości warstwy. Taka analiza stosowana jest w przypadku pomiarów grubości warstw przewodzących w zakresie grubości od kilku do kilkuset mikrometrów, wytworzonych na podłożu przewodzącym. Celem właściwej kalibracji parametrów pomiaru, zaprojektowano i wykonano po dwa zestawy próbek referencyjnych z warstwami chromowymi o grubości 15, 30 i 45 μm na podłożu ze stali stopowej 15HM oraz na staliwie węglowym L-200. Z obydwu zestawów próbek pobrano wycinki do badań metalograficznych, które pozwoliły na bezpośredni pomiar grubości warstwy na przygotowanych zglądach. Wyniki tych pomiarów potraktowano jako wartości referencyjne do dalszych badań. Warstwy chromowe uzyskano w procesie nakładania chromu technicznego metodą galwaniczną, przy parametrach zapewniających uzyskanie założonych grubości. Otrzymane wyniki pozwoliły potwierdzić możliwość ilościowej oceny warstw chromowych z dokładnością do 5 μm , z zastosowaniem komercyjnego urządzenia defektoskopowego przeznaczonego do badań metodą prądów wirowych.

Słowa kluczowe: warstwy chromowe; pomiar grubości; prądy wirowe

Abstract

The work has developed non-destructive, quantitative evaluation of the thickness of chrome layers. For this purpose, the method of vortex currents in the phase-phase analysis was used, i.e. the assessment of phase angle change impedance as a function of layer thickness. Such analysis is used for conductive layer thickness measurements in the thickness range of several to several hundred micrometers produced on a conductive substrate. For the correct calibration of the measurement parameters, two sets of reference samples with 15, 30 and 45 μm thick chromium plating on a 15HM alloy steel base and L-200 carbon steel castings were designed and constructed. Both sets of specimens were sampled for metallographic studies, which allowed to directly measure the thickness of the layer on prepared drawings. The results of these measurements were treated as reference values for further investigations. Chromium layers were received in the process of the galvanic chromium plating, at the parameters which give the assumed thicknesses. The obtained results confirmed the possibility of quantitative evaluation of chrome layers to the nearest 5 μm , by using a commercial defectoscope device for eddy current testing.

Keywords: chromium layers; thickness measurement; eddy current

Wstęp

Nieniszczące metody pomiaru grubości warstw i powłok opierają się na wykorzystaniu różnic właściwości fizykochemicznych, np. magnetycznych, elektrycznych, przewodnictwa cieplnego lub pochłaniania promieniowania jonizującego samej powłoki oraz podłoża, na które powłoka została nałożona. Pomiar mają charakter względny (porównawczy) i wymagana jest kalibracja urządzenia pomiarowego na zestawie próbek wzorcowych o ustalonym zakresie grubości warstwy. Metody magnetyczne z uwagi na prostotę i powtarzalność

stanowią podstawowe narzędzie w nieniszczących pomiarach grubości warstw i powłok. W zależności od doboru odpowiedniej techniki można mierzyć warstwy niekonduktywne lub konduktywne (najczęściej nieferromagnetyczne) na różnego rodzaju podłożach, głównie metalicznych. Warunkiem koniecznym jest zachowanie znaczącej różnicy w przewodności elektrycznej pomiędzy materiałem warstwy i podłoża (min. 1 S/m). Metoda prądów wirowych, która wykorzystuje zjawisko indukcji magnetycznej i zaliczana jest do metod

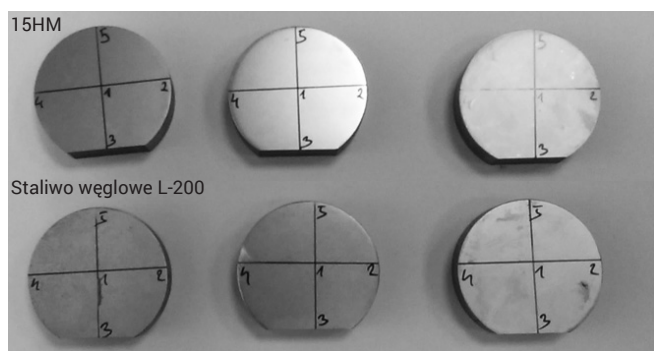
Dr inż. Dominik Kukla – Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN; **dr inż. Maciej Szwed** – Politechnika Warszawska; **dr hab. inż. Maciej Roskosz, prof. AGH** – AGH Akademia Górniczo-Hutnicza.

Autor korespondencyjny/Corresponding author: dkukla@ippt.pan.pl

magnetycznych, oprócz zastosowań w defektoskopii stwarza także szerokie możliwości w ocenie warstw zarówno pod kątem zmian grubości [1,2] jak i ich twardości [3]. Najczęściej ocenie podlegają warstwy o charakterze adhezyjnym, gdzie mamy do czynienia z wyraźną granicą podziału warstwa/podłoże i takim przypadkiem jest warstwa Cr uzyskana w procesie anodowania na podłożu metalicznym. Możliwa jest także identyfikacja zmian w grubości twardości warstw dyfuzyjnych, np. po nawęglaniu lub hartowaniu indukcyjnym. W tym przypadku jednak badanie ma charakter wyłącz- nie jakościowy.

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 rysunku 1 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. 1. Zestawy próbek referencyjnych z warstwą chromu o zakładanej grubości 15, 30 i 45 μm na stali 15HM oraz staliwie węglowym L200

Fig. 1. Set of reference samples with 15, 30 and 45 μm thick chromium plated reference layer on 15HM steel and cast carbon steel L200.

Pomiary grubości warstw badania

Mikroskopia

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

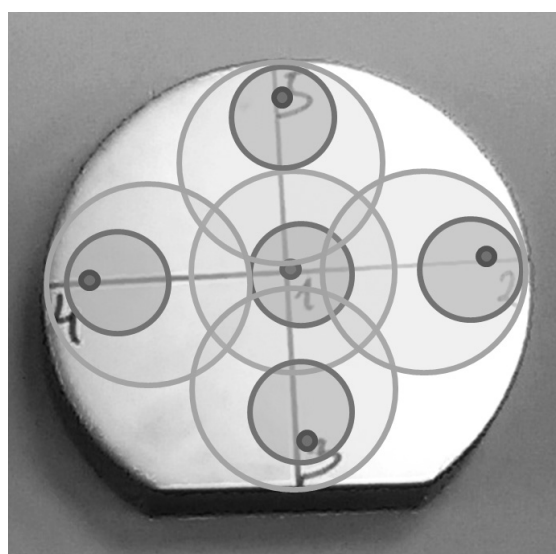
Mierniki magnetyczne

Do pomiaru grubości metodami nieniszczącymi opartymi o zjawisko indukcji magnetycznej wykorzystano mierniki komercyjne ULTRAMETR A91 oraz ELCOMETER. Pomiaru dokonano po wcześniejszej kalibracji urządzeń wg wskazań producenta, w pięciu miejscach na każdej próbce, w obszarach zdefiniowanych na rysunku 1 oraz szczegółowo na rysunku 2. 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 (rys. 2)

Prądy wirowe

Badania z wykorzystaniem metody prądów wirowych wykonano za pomocą defektoskopu NORTEC 600 firmy OLYMPUS oraz dwóch sond palcowych (pencil probes) o zakresie częstotliwości $50\div 500$ kHz oraz $1\div 6$ MHz. Do badań użyto dwóch częstotliwości: 500 kHz, dla której głębokość wnika- nia prądów wirowych w materiał warstwy wynosi ok. 250 μm oraz 5 MHz, dla której głębokość ta jest równo ok. 80 μm . Częstotliwość 5 MHz jest bardziej uzasadniona dla pomiarów grubości warstwy w zakresie $15\div 45$ 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 wnika- nia niż mierzona grubość warstwy. Na rysunku 2 pokazano miejsca wykonania pomiarów oraz wielkość obszarów pomiarowych w zależności od zastosowanej metody oraz przedstawiono użyte w każdej metodzie sondy.

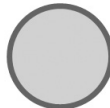
Jak można zauważyć na powyższym rysunku, różnice w średnicach obszarów wzbudzenia są znaczne, od 1,9 mm dla wiroprądowej sondy palcowej, poprzez 10 mm sondy ELCOMETE, do 19 mm urządzenia ULTRAMETER.



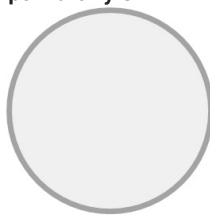
Obszar pomiarowy sondy ołówkowej



Obszar pomiarowy ELCOMETER



Obszar pomiarowy ULTRAMETER



Rys. 2. Zakresy pomiarowe grubości oraz ich rozmiary dla zastosowanych metod oceny grubości warstw chromowych

Fig. 2. Measurement ranges of thicknesses and their sizes for the methods used to evaluate the thickness of chrome layers

Wyniki badań i ich analiza

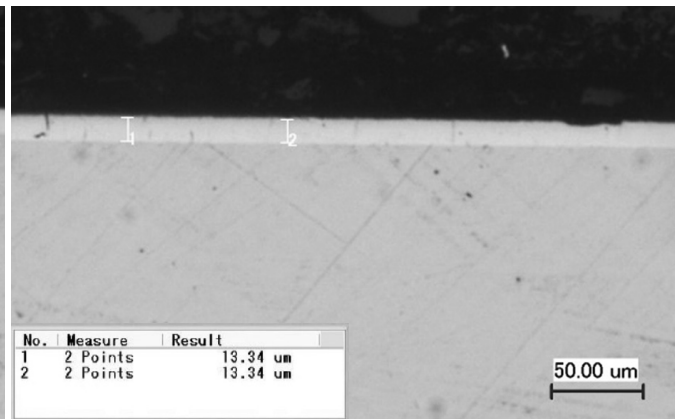
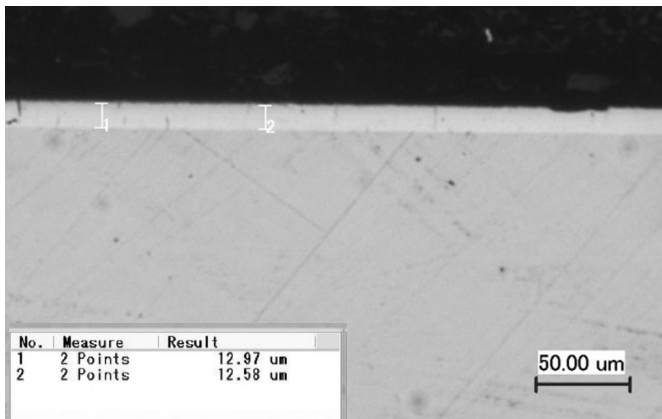
Badania metalograficzne

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. 3÷5) oraz staliwa (rys. 6÷8) pokrytych warstwą chromu. Na zdjęciach naniesiono markery pozwalające ocenić grubość warstwy w wybranych miejscach przekroju próbki.

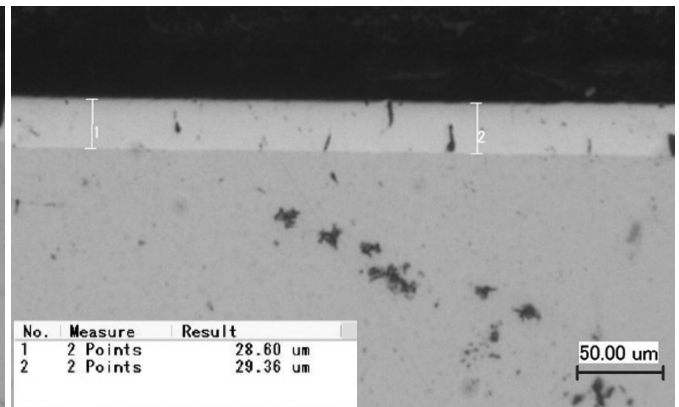
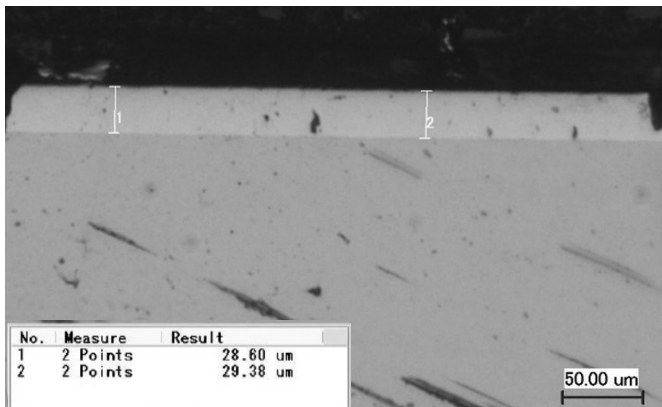
Na zdjęciach przekrojów poprzecznych próbek z warstwą widać jej adhezyjny charakter, co daje możliwość precyzyjnego pomiaru grubości warstwy zarówno na pokazanych zdjęciach, jak i z wykorzystaniem nieniszczących metod magnetycznych.

Na podstawie wyników uzyskanych z obserwacji zglądów można stwierdzić, że dobrane parametry procesu chromowania 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



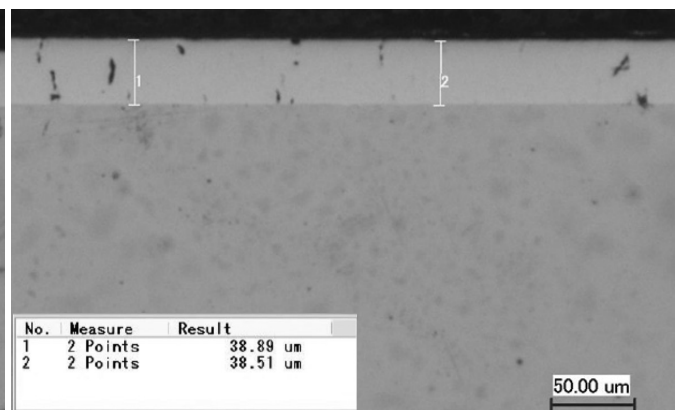
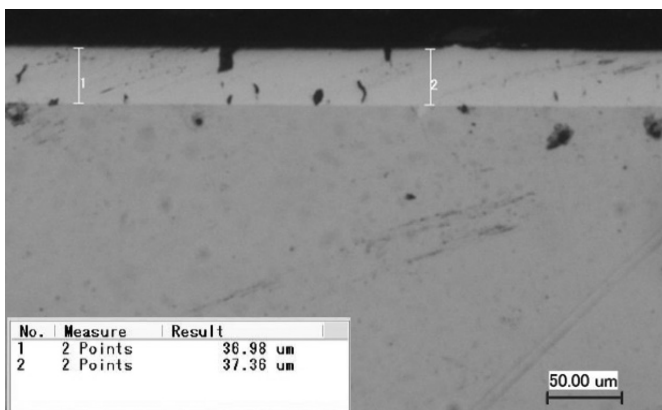
Rys. 3. Grubości warstwy o nominalnej grubości 15 µm, na stali 15HM

Fig. 3. Thickness of layer with a nominal thickness of 15 µm, on 15HM steel



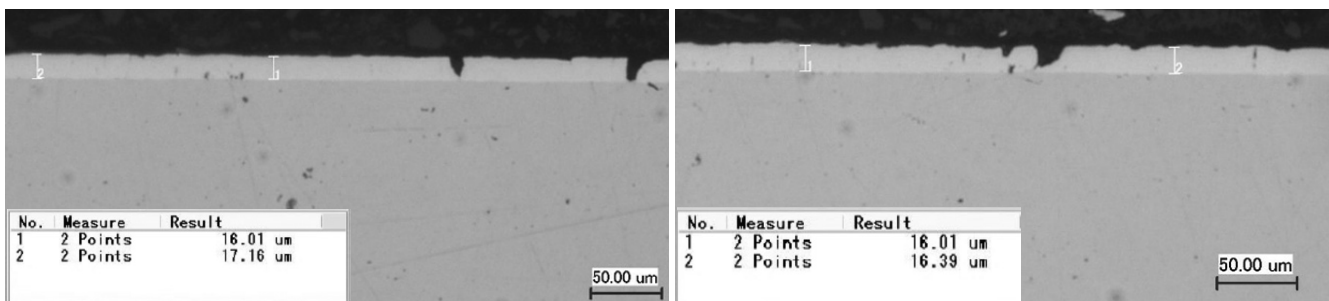
Rys. 4. Grubości warstwy o nominalnej grubości 30 µm na stali 15HM

Fig. 4. Thickness of layer with a nominal thickness of 30 µm, on 15HM steel

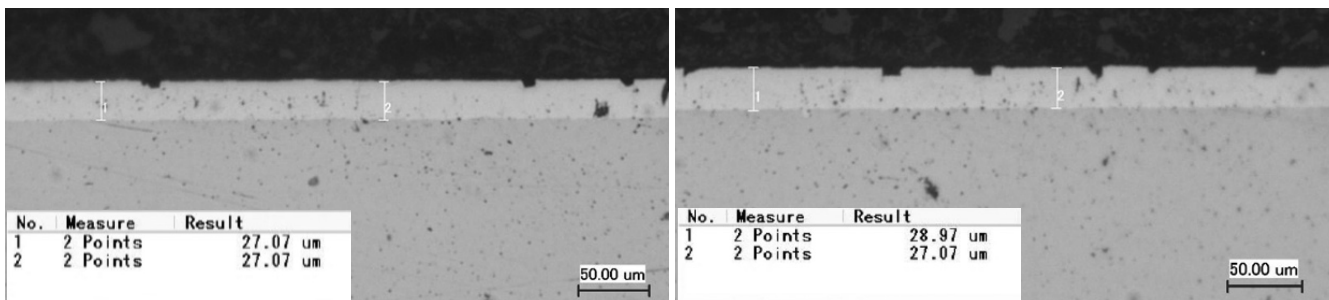


Rys. 5. Grubości warstwy o nominalnej grubości 45 µm na stali 15HM

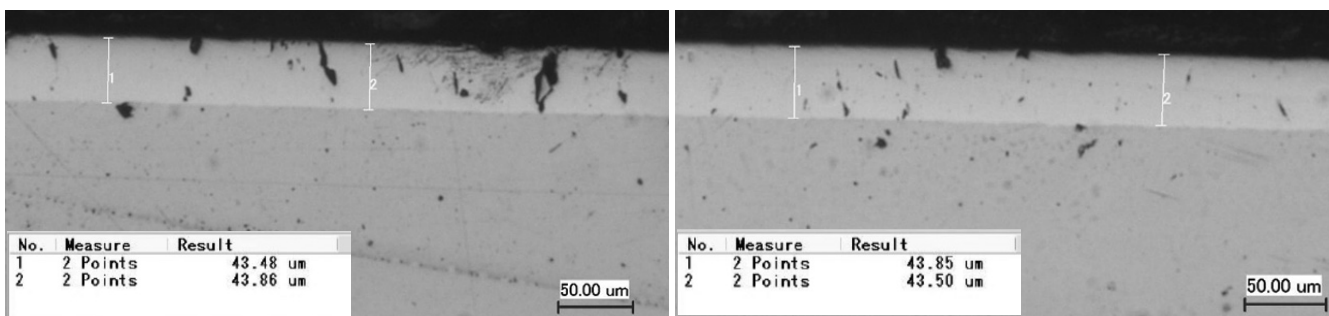
Fig. 5. Thickness of layer with a nominal thickness of 45 µm, on 15HM steel



Rys. 6. Grubości warstwy o nominalnej grubości 15 µm na staliwie węglowym L200
 Fig. 6. Thickness of layer with a nominal thickness of 15 µm, on cast carbon steel L200



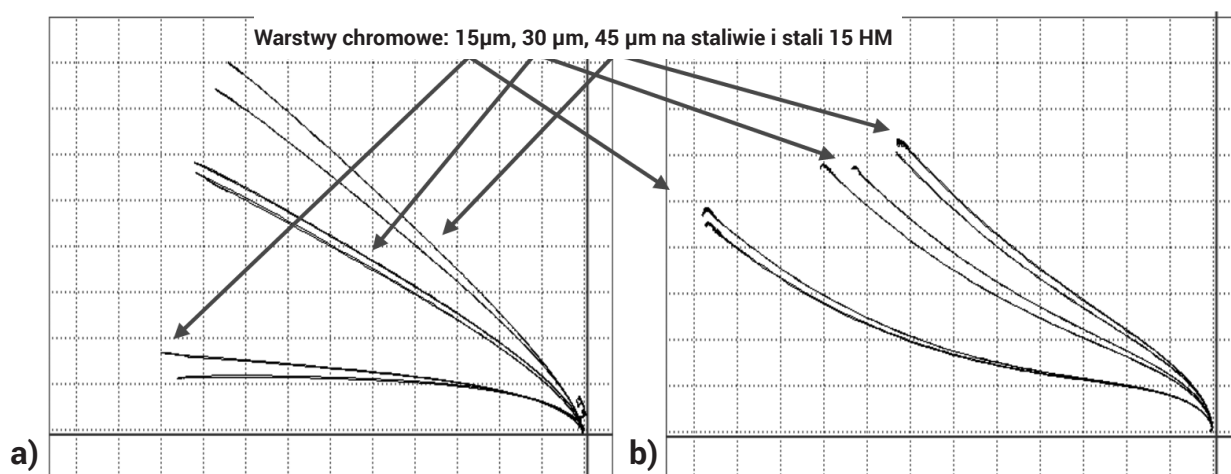
Rys. 7. Grubości warstwy o nominalnej grubości 30 µm na staliwie węglowym L200
 Fig. 7. Thickness of layer with a nominal thickness of 30 µm, on cast carbon steel L200



Rys. 8. Grubości warstwy o nominalnej grubości 45 µm na staliwie węglowym L200
 Fig. 8. Thickness of layer with a nominal thickness of 45 µm, on cast carbon steel L200

wraz z wartością odchylenia standardowego przedstawiono w tabelicy I. 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 5 MHz (rys. 9).

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



Rys. 9. Trajektorie zmian impedancji dla obu zestawów próbek o nominalnej grubości warstwy 15, 30 i 45 µm dla częstotliwości prądu magnesowania: a) 5 MHz, b) 500 kHz
 Fig. 9. Trajectories of impedance changes for both sets of samples with a nominal layer thickness of 15, 30 and 45 µm for a magnetizing current of: a) 5 MHz, b) 500 kHz

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

Table I. Results of thickness measurements of chrome layers obtained by various techniques and results of phase angle measurements from the “lift-of” distance line by means of vortex currents for individual samples

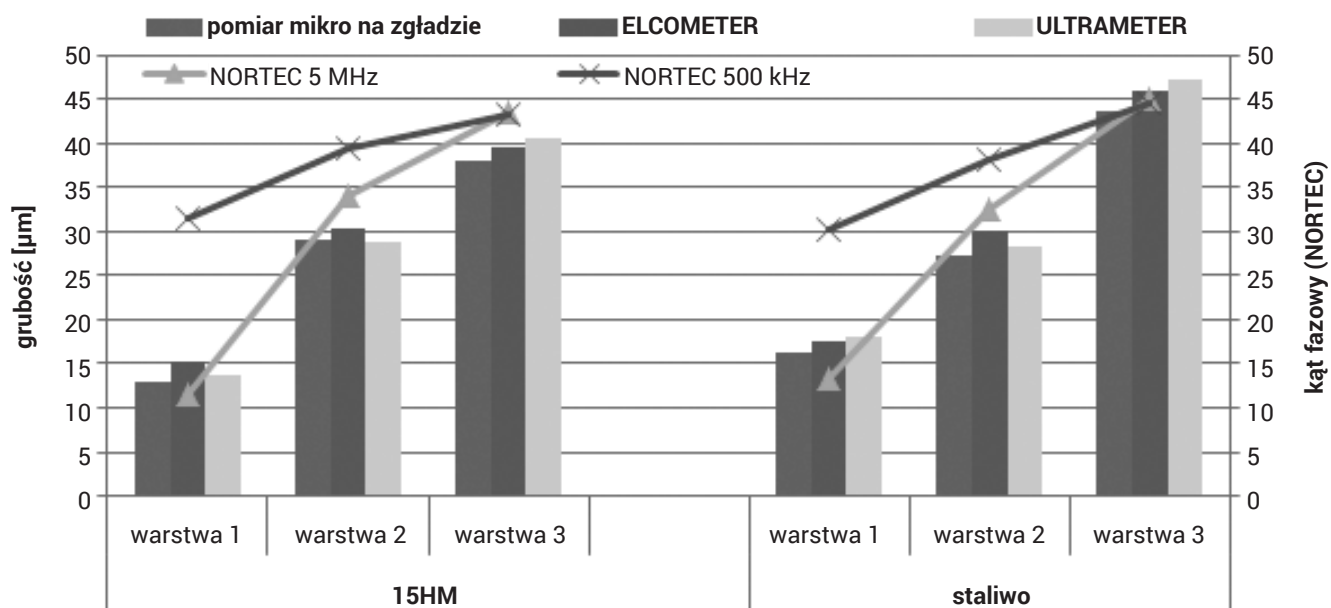
Technika/urządzenie pomiarowe	Założone grubości warstw	warstwa Cr na 15 HM			warstwa Cr na STALIWO		
		15 μm	30 μm	45 μm	15 μm	30 μm	45 μm
mikroskopia	grubość	13,06	28,99	37,94	16,39	27,30	43,67
	SD	0,31	0,39	0,79	0,47	0,39	0,18
ULTRAMETER	grubość	13,70	28,90	40,60	18,00	28,40	47,20
	SD	0,81	0,66	0,80	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

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.

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 rysunku 10. 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 500 kHz, ale zależność kąta fazowego od grubości pozostała właściwa.

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 mierzonej przekroju wartość odchylenia wynosi średnio (dla wszystkich próbek) 0,5 μm . 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 prądowirowym, wielkość obszaru jest najmniejsza (średnica sond w zależności od częstotliwości od 1,9 mm do 2,5 mm), co stwarza możliwość wykorzystania tej techniki w ocenie grubości warstw małych detali lub elementów o dużym rozwinięciu powierzchni.



Rys. 10. Zestawienie wyników pomiarów grubości z wynikami pomiarów kąta fazowego sygnału prądowirowego

Fig. 10. Summary of thickness measurement results with the results of phase angle measurements of the eddy current signal

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 prądowirowego. 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.

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

Literatura

- [1] Hinken J. H., Barenthin B., Halfpaap J., Moebes C., Wrobel H.T., Ziep C.N., Hekli M.I.: Thickness Measurement of Chromium Layers on Stainless Steel Using the Thermoelectric Method with Magnetic Readout (TEM), The e-Journal of Nondestructive Testing, ISSN: 1435-4934 May 2005, Issue Vol. 10 No. 05.
- [2] Makarov A.V., Gorkunov E.S., Malygina I.Yu., Kogan L.Kh., Savrai R.A. and Osintseva A.L.: 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] Kukła D., Piotrowski L., Szwed M.: Ocena twardości warstw nawęglanych i hartowanych indukcyjnie na stali AMS 6414 z zastosowaniem magnetycznych technik nieniszczących, Przegląd Spawalnictwa Vol. 88, Nr 10, 2016.
- [4] Dybiec C., Nakonieczny A., Włodarczyk S.: 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.
- [5] Dybiec C., Nakonieczny A., Włodarczyk S.: Sposób nieniszczącego pomiaru grubości powłok metalowych na materiałach przewodzących, Zgłoszenie patentowe P-380080
- [6] PN-EN ISO 2360:2006 Powłoki nieprzewodzące na podłożu niemagnetycznym przewodzącym elektryczność – Pomiar grubości powłok – Metoda amplitudowa prądów wirowych