

Caracterización no destructiva de recubrimientos superficiales sobre materiales no ferromagnéticos.

J. A. Marengo, M. Ruch, C. Spinosa.

Investigación Aplicada En Métodos No Destructivos (IAMEND) - Unidad de Actividad Ensayos Estructurales (ENDE) - Comisión Nacional De Energía Atómica (CNEA)
Av. del Libertador 8250 - (1429) - Buenos Aires - Argentina
marengo@cnea.edu.ar, ruch@cnea.edu.ar, spinosa@cnea.edu.ar



AR9800026

Las técnicas electromagnéticas se aplican para resolver diversos problemas en la industria. En metalurgia, la utilización de corrientes inducidas permite detectar defectos y caracterizar propiedades físicas en materiales y componentes. En particular, una de las aplicaciones es la medición de espesores de capas de recubrimientos aislantes sobre sustrato conductor. Se desarrolló en laboratorio un dispositivo para efectuar un análisis cuantitativo de estos espesores. En la calibración del mismo se utilizó un tornillo micrométrico. Los espesores a medir estaban en un rango entre 0 y 100 μm . La implementación de tal sistema involucró el diseño de los sensores de medición, la construcción de los mismos, el estudio de sus características (frecuencia de trabajo, resolución, sensibilidad, etc.) y la puesta a punto del sistema mecánico y del circuito electrónico de generación de señal y medidas, usados para la realización de la tarea.

Electromagnetic non-destructive techniques are usually applied to solve many inspection problems in industry. In particular, eddy currents are used for the detection of defects and the characterization of physical properties of metallic materials and components. One such application is the measurement of thickness of non conductive layers on a conducting substrate. A laboratory device for the quantitative determination of those thicknesses was developed at our laboratory. It works in the range from 0 to 100 μm and was calibrated with a micrometre screw. This task involved the design and construction of the sensors their characterization (working frequency, resolution, sensitivity, etc) and the setup of the mechanical system and the electronic signal generation and measurement circuit.

I. INTRODUCCIÓN

Se desarrolló un dispositivo para la medición, por corrientes inducidas, de espesores de recubrimientos aislantes, depositados sobre materiales conductores no ferromagnéticos.

Mediciones previas en anillos de Zircalloy-4, una aleación de base circonio sobre los que se había crecido capas de óxido en autoclave^(1,2), habían mostrado que, para espesores menores que 20 μm , las determinaciones por la técnica de corrientes inducidas y las realizadas con microscopía electrónica de barrido (MEB) diferían sólo en $\pm 2 \mu\text{m}$; diferencia que aumentaba para espesores mayores. No se pudo saber entonces si la discrepancia se debía a la geometría del campo magnético generado por el sensor o a variaciones de las propiedades electromagnéticas del Zircalloy-4 al aumentar su tiempo de permanencia en autoclave.

A fin de estudiar la causa de esta discrepancia y de extender el rango de medición, se diseñaron y construyeron sensores de igual geometría que en^(1,2) y se los montó sobre un tornillo micrométrico enfrentados a muestras planas de Zircalloy-4 sin óxido. Se fue variando la separación entre ambos, para caracterizarlos en distintos rangos, en función del desplazamiento del tornillo micrométrico.

II. ELEMENTOS TEÓRICOS

Las leyes de Maxwell que relacionan los campos magnéticos y eléctricos, la ley de Ohm y las relaciones

constitutivas indican que una corriente \mathbf{J} que circula por una bobina genera un campo magnético \mathbf{H}_p . Si esa corriente (y por lo tanto \mathbf{H}_p) es variable, y otra bobina está inmersa en ese campo, se inducirá sobre ella un campo eléctrico \mathbf{E} .

$$\begin{aligned}\vec{\nabla} \times \vec{H} &= \vec{J} + \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} & \vec{\nabla} \times \vec{E} &= -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} \\ \vec{J} &= \sigma \vec{E} & \vec{D} &= \epsilon \vec{E} & \vec{B} &= \mu \vec{H}\end{aligned}$$

En estas expresiones, \mathbf{D} es el desplazamiento eléctrico, \mathbf{B} la densidad de flujo magnético, σ la conductividad eléctrica, ϵ la permitividad dieléctrica y μ la permeabilidad magnética. La forma integral de la segunda ecuación

$$V_r = \oint_C \vec{E} \cdot d\vec{l} = \int_C \frac{\partial \vec{B}_p}{\partial t} \cdot d\vec{S} = -\frac{\partial \Phi_p}{\partial t}$$

muestra que la tensión inducida sobre la segunda bobina es igual a la variación temporal del flujo magnético producido por la primera. Cuando esa dependencia es armónica: $\Phi_p = \Phi_0 e^{i\omega t}$, resultará $V_r \propto -i\omega \Phi_p$. Si se dispone el conjunto de las dos bobinas (al que llamamos sensor) sobre una muestra conductora, se inducen corrientes en el material.

Estas dan lugar a otro flujo magnético Φ_m , el cual se opone al flujo primario según la ley de Lenz. De esta forma se establece en el espacio un flujo magnético de equilibrio $\Phi_e = \Phi_p - \Phi_m$ y sobre la bobina receptora se medirá una tensión $V_e \propto -i\omega \Phi_e$, que será menor que la medida en ausencia del material. En el caso en que el

material esté recubierto por una capa no conductora, el flujo magnético inducido en el metal, Φ_m , será menor, y en consecuencia la tensión sobre la bobina receptora resultará mayor. Tales argumentos permiten considerar a la tensión medida sobre la bobina secundaria del sensor como una indicación del espesor del recubrimiento. Dichos espesores se evaluarán a partir de una calibración.

III. CRITERIOS DE DISEÑO DEL SISTEMA

La construcción de un sensor que funcione en el rango de micrones ($10^{-6}m$) con trasducción electrónica lineal requiere condiciones de sensibilidad y estabilidad muy elevadas: núcleos y bobinados de reducido tamaño, cortes rectificadas y maquinados especiales para asegurar paralelismo, frecuencias de trabajo elevadas y de alta estabilidad. Para lograr lo último, el diseño se basó en un oscilador a cristal.

La figura 1 muestra la curva de respuesta de un sensor genérico y cómo se utiliza su frecuencia de resonancia para ser empleado en la función de detector.

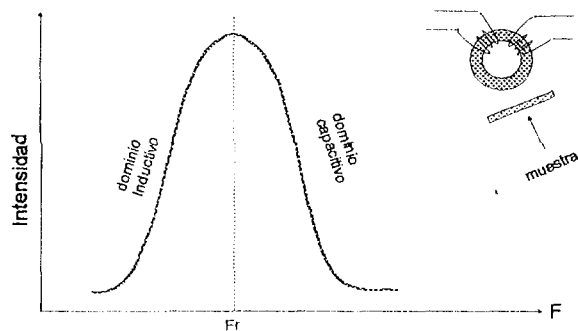


Figura 1. Curva resonante de un sensor toroidal.

En la parte superior derecha se ve el dibujo de un núcleo toroidal con dos bobinados, que constituye un transformador. Pensado en términos de primario y secundario, en estas condiciones, cualquier señal que ingrese por uno de sus dos bobinados, se transfiere al otro, sin pérdida apreciable, y sin ser interferido por la superficie conductora a la que se lo aproxima. Si en particular, el sistema es resonante a una determinada frecuencia, y la señal en cuestión se ajusta a tal valor, la transferencia entre sus devanados será total, y en esas condiciones ninguna interferencia exterior influirá sobre el sistema.

Si ese núcleo posteriormente fuere cortado como indica la figura 2, tendría una frecuencia de resonancia superior. Si se trabajare a esa nueva frecuencia de resonancia, estaríamos en la misma condición anterior, o sea: nula sensibilidad a perturbaciones del entorno próximo aunque ahora el factor de acoplamiento entre los bobinados sería menor. Habrá que combinar entonces dos factores que son decisivos en el desarrollo del presente trabajo: la forma de núcleos y arrollamientos, para la mejor concatenación del flujo inducido, y la sintonía subresonante del sistema para la optimización

de la sensibilidad. La figura 2 muestra que existe una zona de comportamiento lineal, apropiada para la condición de recepción, zona que se ha señalado como m_3 . Este trabajo se ha centrado en la búsqueda de esa zona, y el ajuste de los sensores a ella.

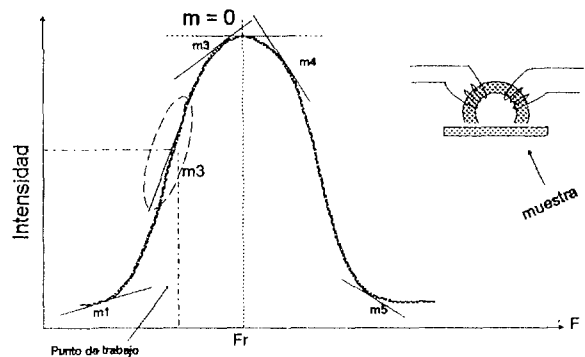


Figura 2. Curva resonante, pendientes y zona de trabajo.

IV. TRABAJO EXPERIMENTAL

Diseño y construcción de los sensores.

Para el armado de los sensores de medición se dispuso de núcleos de ferrite pertenecientes a dos lotes de permeabilidad magnética relativa $\mu_r = 300$ y $\mu_r = 900$, (según catálogo del proveedor). Sobre varios de ellos se bobinaron dos arrollamientos a modo de primario y secundario. Luego, se cortaron los núcleos en forma de herradura. Así preparados, los sensores fueron colocados en soportes de acrílico en forma de paralelepípedo obteniéndose una superficie de contacto entre el sensor y la muestra a estudiar, significativamente mayor que la de la sección del núcleo propiamente dicho. Se implementaron sondas con núcleos de 3,75 mm de diámetro externo, 1,75 mm de diámetro interno y 4,0 mm de largo. Se efectuó maquinado de precisión al conjunto y pulido de la cara de apoyo para asegurar paralelismo.

Implementación del sistema de medición.

Para seguir el esquema de trabajo empleado en ^(1,2) se usó como placa de referencia una lámina rectangular de Zircalloy-4 de 10 cm² de área y 1 mm de espesor. Cada una de las sondas fue fijada sobre la platina del tornillo micrométrico manual, que a su vez, fue fijado a una plataforma de baja deformación. Este sistema permitía un desplazamiento continuo con una carrera máxima de 2500 μm , aunque el rango explorado no superó los 250 μm .

Los sensores quedaban enfrentados a la placa conductora de referencia y conectados, a través de su primario, a la plaqueta del circuito oscilador a cristal que provee una señal senoidal de (5 ± 10^{-4}) MHz, y a un osciloscopio-multímetro digital FLUKE 97 (de ancho de banda 50 MHz) en cuya pantalla se observa la tensión inducida sobre el secundario. Este instrumento permite

visualizar lecturas numéricas con tres decimales en el rango de voltios. Dos fuentes estabilizadas, reguladas y regulables KEPCO alimentan el circuito en forma independiente para el oscilador y su amplificador-adaptador.

Mediciones realizadas

Se realizaron mediciones con todos los sensores, en un rango de distancias de 1000 μm , para la comprobación sistemática del montaje, aunque el rango de interés se centró en los 100 μm . Se efectuaron recorridos con pasos de: 100 μm , 50 μm , 20 μm , 10 μm , 5 μm , siempre en ese orden, para observar posibles desajustes del tornillo.

Para verificar los desplazamientos del tornillo micrométrico, se adosaron al sistema dos comparadores de resolución 10 μm y 1 μm respectivamente. Estos instrumentos, cuyo montaje se esquematiza en la figura 3, median en forma directa el lift-off en cada una de las pruebas. La figura 4 muestra el tornillo micrométrico.

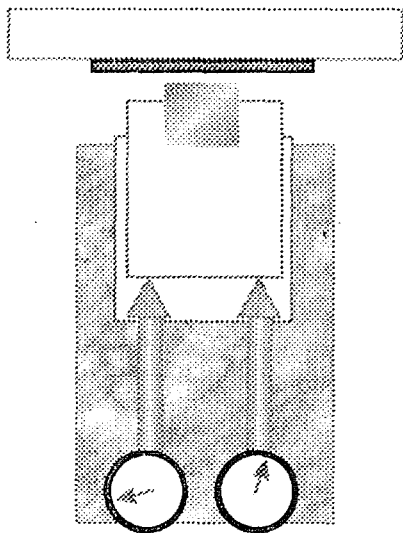


Figura 3. Vista en planta del montaje con la sonda y los comparadores.

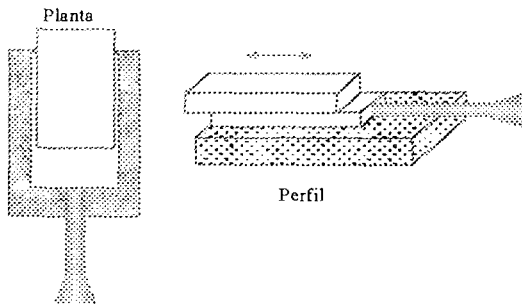


Figura 4. Vistas del tornillo micrométrico.

Se efectuaron varias series de medidas con cada uno de los sensores y ambos comparadores, a fin de observar la repetitividad en los valores de la tensión sobre la

bobina receptora. Las tensiones obtenidas con uno de los sensores de $\mu_r = 900$ se muestran en las figuras 5 a 7. En la primera, con diez pasos de 100 μm , se aprecia el comportamiento del transductor en un amplio rango de lift-off, lineal hasta los 300 μm .

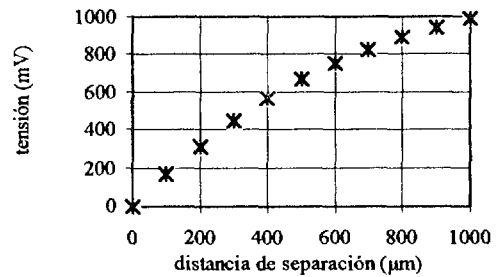


Figura 5. Mediciones con sonda de núcleo de permeabilidad $\mu_r = 900$ con pasos de 100 μm .

La figura 6 muestra las mediciones efectuadas con paso de 50 μm , donde se observa también el comportamiento lineal hasta 300 μm .

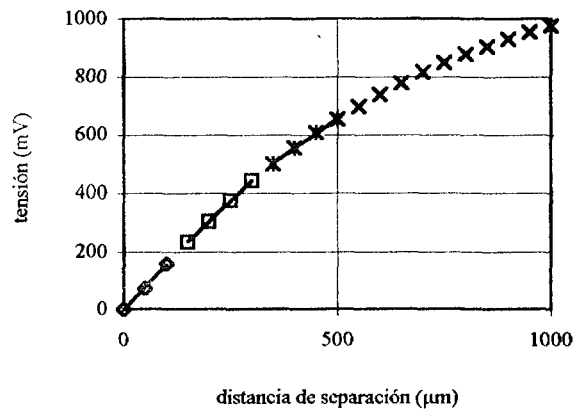


Figura 6.- Mediciones con paso de 50 μm y sonda de núcleo de permeabilidad $\mu_r = 900$.

Las mediciones con pasos de 50, 10 y 5 μm se ilustran en la figura 7. Se observa el buen ajuste de las distintas series.

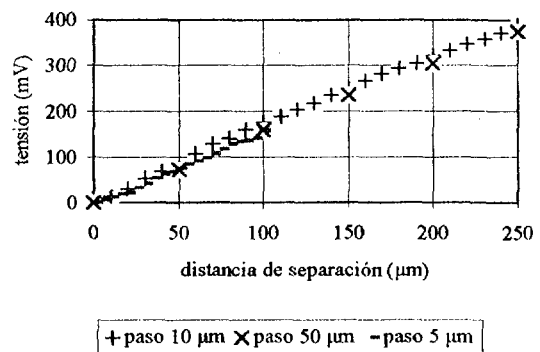


Figura 7. Mediciones con sonda de núcleo de permeabilidad $\mu_r = 900$ considerando distintos pasos para el comparador.

Se repitió el trabajo con un sensor cuyo núcleo tiene una permeabilidad relativa nominal $\mu_r = 300$.

Las mediciones obtenidas con paso de 100 μm , hasta la carrera máxima de 1000 μm se observan en la figura 8. El comportamiento de este transductor también es lineal hasta los 300 μm .

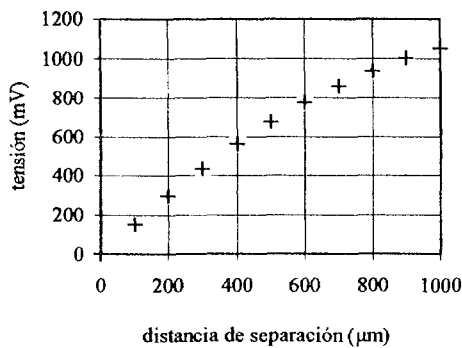


Figura 8. Mediciones con sonda de núcleo de permeabilidad $\mu_r = 300$ y paso de 100 μm .

La figura 9 muestra la tensión medida a pasos de 50 μm . Aquí también se observa un comportamiento lineal hasta los 300 μm .

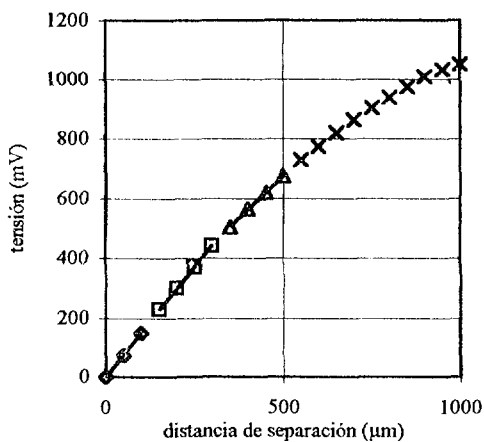


Figura 9. Mediciones con pasos de 50 μm y sonda con núcleo de permeabilidad $\mu_r = 300$.

Las mediciones con pasos de 50, 10 y 5 μm se ilustran en la Figura 10.

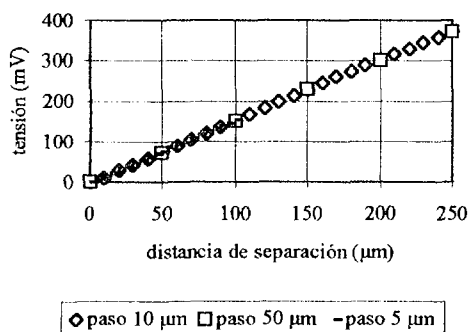


Figura 10. Coincidencia de curvas y valores.

Se observa el buen ajuste de todas las series. Cabe acotar que si bien el interés del trabajo se ha centrado en este caso, en el rango lineal del sensor, el resto de la escala puede emplearse para mediciones de mayores espesores levantando la curva de calibración adecuada.

IV. DISCUSION

Cabía esperar que las sondas armadas con núcleos de μ mayor, fueran más sensibles. Sin embargo, se observa en las figuras 5 a 10 que la diferencia resultó poco perceptible. Esta situación indicó la necesidad de verificar los valores de catálogo (3:1), para lo cual se dispuso un circuito para medir el μ_r de los núcleos. El esquema usado es el que se ilustra en la figura 11, en el que se trabajó en la frecuencia de 5 MHz.

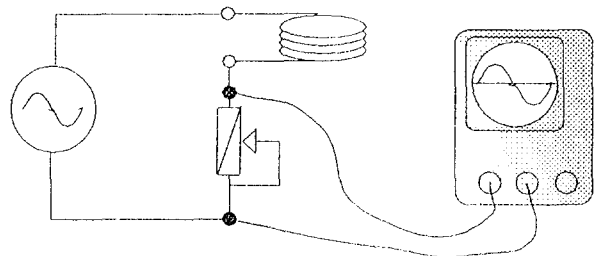


Figura 11. Circuito para medir el μ_r de los núcleos de cada partida.

De esta forma se trataba de medir el cociente de las permeabilidades relativas de los ferrites. Se encontró una relación de 1,86. (No se trató de medir el μ_0 , porque implicaba bobinar en núcleos completamente inertes y en vacío.) De todas maneras, las tensiones medidas no guardan la relación entre los μ .

El buen ajuste de las series repetidas con distintos pasos de comparadores y tornillo micrométrico muestran que el tambor del dispositivo mecánico no agrega errores sistemáticos cuando su paso es muy pequeño.

El sistema discrimina diferencias de 1 μm con un error máximo de 0,5 μm , el 5% de la mínima división de escala del comparador de 10 μm de paso. Mejores resultados pueden obtenerse con el mismo sistema, automatizando el movimiento de traslación con mecanismos adecuados, y un mejor sistema de control térmico. Desde ya, se tiene en cuenta la inclusión de los sensores en materiales de bajo coeficiente de dilatación térmica.

El comportamiento lineal hasta los 300 μm permite afirmar que el incremento de la diferencia entre los valores medidos por microscopía electrónica de barrido y por corrientes inducidas en ^(1,2) no se debe a la forma del campo magnético del sensor, sino que hay que buscarlo en variaciones en la composición del material durante su estadía en autoclave, que afectan su resistividad eléctrica. Una parte del trabajo futuro, la preparación de patrones adecuados, debe tener en cuenta este resultado.

En principio, cada sensor debe ser calibrado con materiales de distinta conductividad y certificado. En un ensayo real con este sistema, las mediciones son estáticas, las sondas apoyadas, en reposo y a presión constante sobre las muestras, permitiendo de este modo una mejor repetición de los valores leídos.

V. CONCLUSIONES

1. Se mejoró y calibró el sistema de trasducción electrónica presentado en ^(1,2), que mediante corrientes inducidas (CI) es capaz de detectar y cuantificar desplazamientos del orden del μm , para medir espesores de óxido.
2. Para la calibración con fleje de Zircalloy-4, los sensores se desplazaron sobre un tornillo micrométrico usando distintos pasos.
3. Se observó un comportamiento lineal de la tensión hasta una separación de $300 \mu\text{m}$.
4. El buen ajuste entre las distintas series de mediciones con cada sensor muestra que el sistema mecánico no agrega errores sistemáticos.
5. Se debe levantar la curva de calibración de cada sensor con materiales de distinta conductividad.
6. La discrepancia observada en ^(1,2) entre los valores medidos con MEB y con CI se debe a variaciones en

la conductividad eléctrica del Zircalloy-4 durante su tratamiento térmico en autoclave.

AGRADECIMIENTOS

Una especial dedicación al Sr. Andrés Acosta, quien fuera el realizador de la mecánica de precisión, y tuviera la paciente disposición de sus buenos trabajos.

Al Organismo Internacional de Energía Atómica por la financiación parcial de este trabajo mediante el Contrato de Investigación 6248 RB.

A nuestros correctores.

REFERENCIAS

1. Ruch M., Spinosa C., Marengo J.A., "Measurement of oxide layer thickness on Zircalloy-4 tubing", *Insight* 38(10), 707-710, oct. 1996.
2. Spinosa C., "Diseño, construcción y caracterización de un sensor para la medición de espesores de capas de óxido sobre la superficie interna de los canales de combustible de la Central Nuclear en Atucha I", Tesis de Licenciatura en Ciencias Físicas, FCEN-UBA, nov. 1995.
3. Libby H., "Introduction to Electromagnetic Nondestructive Test Methods", Wiley Interscience, 1971.
4. Ida N., "Numerical Modelling for Electromagnetic Nondestructive Evaluation", Chapman-Hall, 1995.
5. Blitz J., "Electrical and Magnetic Methods of Nondestructive Testing", Adam Hilger, 1991.