Метод измерения толщины оксидного покрытия в процессе микродугового оксидирования

П. Е. Голубков, Е. А. Печерская, Н. В. Громков,
Т. О. Зинченко, Д. В. Артамонов, И. И. Кочегаров
ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет»
Пенза, Российская Федерация
pea1@list.ru

***Аннотация*. Предложен метод косвенных измерений толщины оксидных покрытий, полученных микродуговым оксидированием (МДО). В основу метода положено преобразование толщины покрытий в частоту импульсов. Представлена структура канала измерения толщины покрытий, а также структура и принцип работы частотного интегрирующего развертывающего преобразователя, который является основным узлом измерительного канала. Приведены результаты метрологического анализа измерительного канала толщины МДО-покрытий, получены функции преобразования «толщина – обратная емкость» и «емкость – частота импульсов», а также представлены аналитические выражения для оценивания погрешностей измерения толщины покрытия. измерения.**

Ключевые слова: микродуговое оксидирование; измерительный канал; толщина покрытия; ЧИРП; метрологический анализ; погрешность измерения

I. Введение

Микродуговое оксидирование (МДО) является перспективным способом поверхностной обработки вентильных металлов и сплавов, таких, как алюминий или титан, придающим изделиям из этих материалов высокие эксплуатационные характеристики: микротвердость, стойкость к износу и коррозии, жаростойкость и электроизоляционные свойства. Благодаря им, МДО-покрытия имеют очень широкую область применения во многих отраслях промышленности: автомобиле- и судостроение, авиация и ракетно-космической промышленность, беспилотные летательные аппараты, железнодорожное машиностроение и нефтегазовое оборудование, приборостроение, эндопротезирование в медицине и др.

Одной из основных проблем процесса МДО является обеспечение управляемости, которую можно решить двумя путями. Первый заключается в тщательной отработке технологии и сопряжен с затратами сырья, электроэнергии и времени, а подобранные таким способом оптимальные технологические параметры являются, в некоторой степени, случайными величинами. Второй путь подразумевает установление взаимосвязей между технологическими параметрами процесса МДО и свойствами МДО-покрытий с целью «предсказания» их эксплуатационных характеристик при различных режимах обработки и осуществления управляемого синтеза. Данный способ осложняется большим числом факторов [1]–[7], в совокупности влияющих на свойства МДО-покрытия, для анализа которых требуется разработка специализированного измерительного оборудования. В связи с этим авторами статьи [8] была предложена автоматизированная измерительная система управляемого синтеза МДО-покрытий, позволяющая измерять как параметры технологического процесса МДО, так и свойства МДО-покрытий, в том числе толщину.

В данной работе рассмотрен принцип работы и проведен метрологический анализ измерительного канала для определения толщины МДО-покрытий с помощью преобразования «толщина покрытия – частота импульсов».

II. Постановка задачи

Структура измерительного канала толщины МДО-покрытия представлена на рис. 1.

Очевидно, что при осуществлении управляемого синтеза измерение свойств МДО-покрытия должно выполняться одновременно с обработкой детали. Процесс МДО проводится в гальванической ванне (1), в которую погружены два электрода – анод (А) и катод (К), заполненной электролитом (наиболее распространенным электролитом является разбавленный водный раствор щелочи NaOH или KOH с добавкой жидкого стекла Na_2SiO_3). На ванну с источника технологического тока (ИТТ) подается высоковольтное (±600 В) биполярное импульсное воздействие. При этом в положительном полупериоде сигнала технологического тока на аноде формируется оксидная пленка (МДО-покрытие), а в отрицательном происходит ее частичное растворение и отвод заряда от анода.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-08-00425.

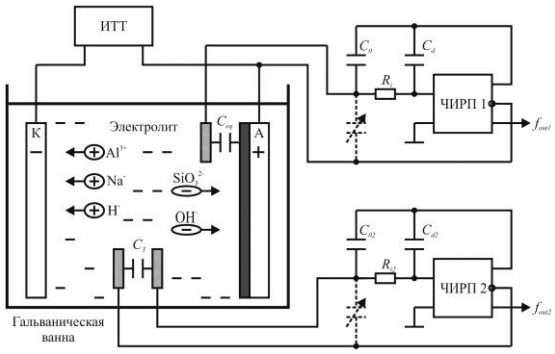

Рис. 1. Структура измерительного канала толщины МДО-покрытия (ИТТ – источник технологического тока, А – анод, К – катод, ЧИРП – частотный интегрирующий развертывающий преобразователь)

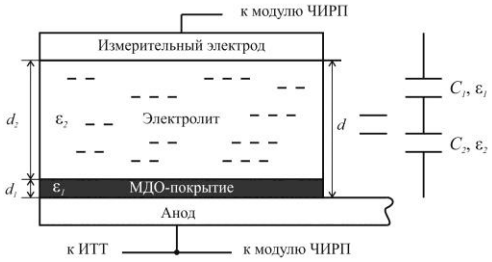

Рис. 2. Структура исследуемого конденсатора и его схема замещения

Для измерения толщины МДО-покрытий в гальваническую ванну вводится дополнительный электрод, расположенный на расстоянии *d* от анода. При этом систему «анод-покрытие-электролит-измерительный электрод» можно представить в виде конденсатора с двухслойным диэлектриком или как последовательное соединение двух конденсаторов *C1* и *C2* (Рис. 2).

Емкость C_{eq} такого конденсатора можно записать в виде:

$$C_{eq} = \frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2 \varepsilon_0 S}{\varepsilon_1 d_2 + \varepsilon_2 d_1}$$

где $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м – диэлектрическая постоянная, ε_1, d_1, ε_2, d_2 – диэлектрическая проницаемость и толщина МДО-покрытия и прослойки электролита соответственно, *S* – площадь измерительного электрода. С учетом того, что полная толщина диэлектрика двухслойного конденсатора равна $d = d_1 + d_2$, имеем:

$$C_{eq} = \frac{\varepsilon_1 \varepsilon_2 \varepsilon_0 S}{d_1 \left(\varepsilon_2 - \varepsilon_1\right) + \varepsilon_1 d} \qquad (1)$$

Емкость C_{eq} уменьшается с ростом толщины оксидного слоя.

При этом необходимо учитывать ряд особенностей процесса МДО, влияющих на результат измерения толщины. Во-первых, диэлектрическая проницаемость оксидного слоя не является строго постоянной величиной, а зависит от времени обработки, поскольку в течение процесса МДО происходит фазовый переход из аморфного оксида алюминия γ-Al_2O_3 в кристаллический (корунд) α-Al_2O_3. Во-вторых, диэлектрическая проницаемость электролита также зависит от времени, т.к. при протекании тока через электролит последний обедняется ионами, которые в виде оксидов становятся структурными элементами МДО-покрытия.

Кроме этого, в гальваническую ячейки погружаются еще два электрода – обкладки конденсатора *C3*, предназначенного для измерения емкости электролита,

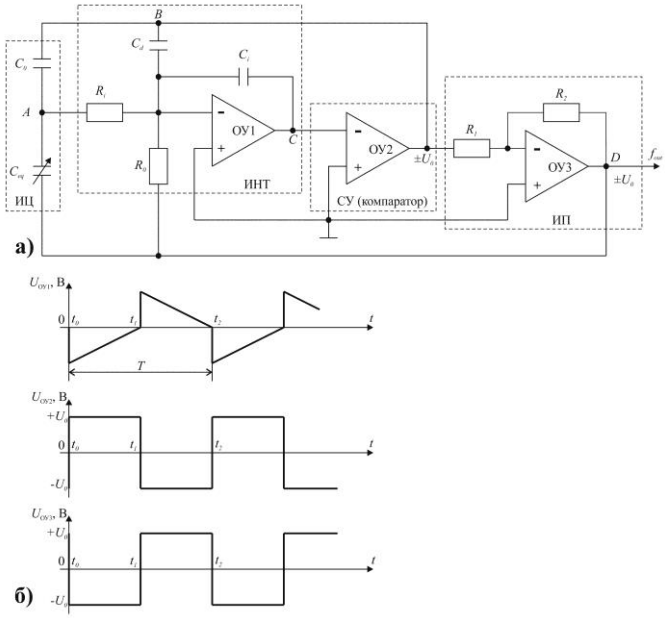

Рис. 3. Принципиальная электрическая схема ЧИРП (а) и временные диаграммы, поясняющие его работу (б) (ИЦ – измерительная цепь, ИНТ – интегратор, СУ – сравнивающее устройство (компаратор), ИП – инвертирующий повторитель, $U_{ОУ1}$, $U_{ОУ2}$, $U_{ОУ3}$, – выходные сигналы операционных усилителей

которая меняется в результате его выработки. Роль данного конденсатора в измерении толщины МДО-покрытия будет рассмотрена далее.

Для преобразования емкости в частоту используется частотный интегрирующий развертывающий преобразователь (ЧИРП) оригинальной конструкции (рис. 3, а) [9].

Схема ЧИРП содержит измерительную цепь ИЦ и модуль ЧИРП, выполненный в виде микросхемы и содержащий интегратор ИНТ, реализованный на операционном усилителе ОУ1, сравнивающее устройство СУ (компаратор на ОУ2) и инвертирующий повторитель ИП, выполненный на ОУ3. Отрицательные обратные связи, показанные пунктиром, могут использоваться для питания датчиков в зависимости от их типов и схем включения в ИЦ. ЧИРП имеет два входа (ИЦ и земля), и три частотных выхода – прямой, инверсный и повторитель, через который передается результирующий импульсный сигнал. ИЦ представлена делителем напряжения, содержащим исследуемый конденсатор

емкостью C_{eq} и эталонный конденсатор C_0, емкость которого известна (рис. 1). Прямой выход ЧИРП подключается к конденсатору C_0, а инверсный – к C_{eq}.

ЧИРП работает следующим образом (рис. 3, б). В момент времени t_0 напряжение на выходе компаратора (в точке *B*) равно $+U_0$, а на выходе ИП равно $-U_0$. При этом на выходе интегратора (в точке *C*) происходит скачок напряжения, пропорциональный отношению емкостей C_d/C_i:

$$U_{\text{int0}} = -2U_0 \frac{C_d}{C_i}$$

где U_{int0} – выходное напряжение интегратора в момент времени t_0, C_d и C_i – дозирующая емкость и емкость интегратора соответственно. На интервале времени ($t_0...t_1$) происходит интегрирование сигнала, поступающего с выхода ИЦ (в точке *A*), и импульсов с выхода ИП (точка *D*):

$$U_{\text{int01}} = \left(U_a \cdot \frac{1}{R_i C_i} + U_0 \cdot \frac{1}{R_0 C_i} \right) \cdot t$$

Здесь U_{int01} – выходное напряжение интегратора на интервале времени ($t_0...t_1$), t – время интегрирования. При этом напряжение U_a зависит от соотношения емкостей C_0 и C_{eq}:

$$U_a = -U_0 \left(1 - \frac{2C_0}{C_0 + C_{eq}} \right)$$

В момент времени t_1 выходное напряжение интегратора становится равным нулю, компаратор срабатывает, полярность напряжения на его выходе и в точке *D* меняется на противоположную, и процесс на интервале ($t_1...t_2$) повторяется с противоположным знаком.

После всех необходимых преобразований получаем выражение для частоты выходных импульсов ЧИРП в виде

$$f_{out} = \frac{1}{4R_0 C_d} + \left(\frac{C_{eq} - C_0}{C_0 + C_{eq}} \right) \cdot \frac{1}{4R_i C_d} = f_0 + \Delta f \qquad (2)$$

где C_{eq} рассчитывается согласно (1), f_0 – начальная частота, Δf – девиация частоты. Как показано на рис. 4, если $C_{eq} < C_0$, f_{out} уменьшается, а когда $C_{eq} > C_0$ – увеличивается.

III. Метрологический анализ измерительного канала толщины МДО-покрытий

A. Функции преобразования

Измерительный канал толщины МДО-покрытия включает три звена: первичный преобразователь "толщина – обратная емкость" (конденсатор с МДО-покрытием в качестве диэлектрика), преобразователь "обратная емкость – частота" (схема ЧИРП) и преобразователь "частота-код" (микроконтроллер).

Выразим из формулы (1) величину, обратную емкости:

$$\frac{1}{C_{eq}} = d_1 \cdot \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_1 \varepsilon_2 \varepsilon_0 S} + \frac{d}{\varepsilon_2 \varepsilon_0 S} = d_1 \cdot S_{dc} + \frac{1}{C_3}$$

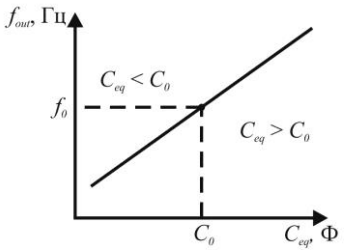

Рис. 4. Зависимость частоты выходных импульсов ЧИРП от емкости исследуемого образца C_{eq}.

где

$$S_{dc} = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_1 \varepsilon_2 \varepsilon_0 S}$$

чувствительность преобразователя "толщина – обратная емкость", а

$$C_3 = \frac{\varepsilon_2 \varepsilon_0 S}{d}$$

емкость конденсатора с электролитом в качестве диэлектрика толщиной $d = d_1 + d_2$. Из этого выражения можно получить функцию преобразования "толщина – обратная емкость" в виде:

$$d_1 = \left(\frac{1}{C_{eq}} - \frac{1}{C_3} \right) \cdot \frac{1}{S_{dc}} \qquad (3)$$

Следует отметить, что данное выражение справедливо только в том случае, если исследуемый конденсатор C_{eq} и конденсатор *C3* имеют одинаковую толщину диэлектрика и площадь обкладок.

Функция преобразования схемы ЧИРП задается выражением (2).

В составе измерительного канала толщины МДО-покрытий необходимо использовать два модуля ЧИРП – один предназначен для измерения емкости исследуемого образца C_{eq}, а другой – емкости конденсатора *C3*. Таким образом, для каждого ЧИРП будем иметь свою выходную частоту. Эти частоты затем подаются на два цифровых входа микроконтроллера, преобразуются в код по определенному алгоритму, и далее, в соответствии с формулой (3), программно рассчитывается толщина.

Выходной сигнал второго ЧИРП можно использовать также для определения выработки электролита.

B. Расчет погрешностей измерения

Принципы метрологического анализа измерительных каналов изложены, например, в работе [10]. Ниже представлены результаты расчета погрешностей измерения толщины МДО-покрытий по методике, описанной в [11]. Относительную погрешность измерения толщины δd_1 определим с помощью выражения (3):

$$\delta d_1 = \delta S_{dc} + \delta\left(\frac{1}{C_{eq}} - \frac{1}{C_3}\right)$$

Здесь δS_{dc} – относительная погрешность чувствительности преобразователя "толщина – обратная емкость", а второе слагаемое – относительная погрешность первого множителя в выражении (3). Преобразовав, получим:

$$\delta d_1 = \delta C_3\left(\frac{C_3}{C_3 - C_{eq}} + 1\right) + \delta C_{eq}\left(\frac{C_{eq}}{C_3 - C_{eq}} + 1\right) + \\ + \delta\varepsilon_2\left(\frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} + 1\right) + \delta\varepsilon_1\left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} + 1\right) + \delta S$$

где δC_{eq}, $\delta C3$, $\delta\varepsilon_1$, $\delta\varepsilon_2$ и δS – относительные погрешности емкости исследуемого образца, конденсатора *C3*, диэлектрических проницаемостей МДО-покрытия и прослойки электролита и площади измерительного электрода соответственно. Поскольку измерение емкости конденсатора C_{eq}, а фактически, параллельно включенных конденсаторов *C1* и *C2*, производится одним измерительным преобразователем, то предельные инструментальные погрешности измерения относительных диэлектрических проницаемостей будут одинаковыми, обозначим их $\delta\varepsilon$. С учетом этого получаем:

$$\delta d_1 = \delta C_3\left(\frac{C_3}{C_3 - C_{eq}} + 1\right) + \delta C_{eq}\left(\frac{C_{eq}}{C_3 - C_{eq}} + 1\right) + \\ + \delta\varepsilon\left(\frac{2\varepsilon_2}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} + 1\right)$$

где выражения в скобках

$$\left(\frac{C_3}{C_3 - C_{eq}} + 1\right), \left(\frac{C_{eq}}{C_3 - C_{eq}} + 1\right), \left(\frac{2\varepsilon_2}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} + 1\right)$$

представляют собой весовые коэффициенты, с которыми погрешности измерения $\delta C3$, δC_{eq}, $\delta\varepsilon_1$ соответственно влияют на погрешность измерения толщины.

IV. Выводы и заключение

Использование преобразования «толщина покрытия – частота импульсов» позволяет измерять толщину МДО-покрытий без прерывания МДО-обработки, что облегчает задачу установления взаимосвязи толщины МДО-покрытия с технологическими параметрами процесса МДО. Кроме того, измерение толщины данным методом дает возможность одновременного определения выработки электролита с помощью конденсатора *C3*.

Разработанная схема ЧИРП является универсальной, и может использоваться с различными датчиками в зависимости от их типов и схем включения. Одним из преимуществ такой конструкции является возможность подключения выхода ЧИРП к цифровому входу микроконтроллера, что позволяет освободить выводы АЦП для других задач и упрощает схемотехническую реализацию измерительного преобразователя.

Список литературы

[1] Darband G., Aliofkhazraei M., Hamghalam P., Valizade N. Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications // J. of Magnesium and Alloys. 2017. Vol. 5. P. 74–132.

[2] Wei F., Zhang W., Zhang T., Wang F. Effect of variations of Al content on microstructure and corrosion resistance of PEO coatings on Mg-Al alloys // J. of Alloys and Compounds. 2017. Vol. 690. P. 195-205.

[3] Mohedano M., Arrabal R., Mingo B., Pardo A., Matykina E. Role of particle type and concentration on characteristics of PEO coatings on AM50 magnesium alloy // Surf. & Coat. Technol. 2018. Vol. 334. P. 328-335.

[4] Dehnavi V., Luan B.L., Liu X.Y., Shoesmith D.W., Rohani S. Correlation between plasma electrolytic oxidation treatment stages and coating microstructure on aluminum under unipolar pulsed DC mode // Surf. & Coat. Technol. 2015. Vol. 269. P. 91-99.

[5] Xia Q., Wang J., Liu G., Wei H., Li D., Yao Zh., Jiang Zh., Chen Ch. Effects of electric parameters on structure and thermal control property of PEO ceramic coatings on Ti alloys // Surf. & Coat. Technol. 2016. Vol. 307. P. 1284-1290.

[6] Cheng Y., Wang T., Li Sh., Cheng Y., Cao J., Xie H. The effects of anion deposition and negative pulse on the behaviours of plasma electrolytic oxidation (PEO) – A systematic study of the PEO of a Zirlo alloy in aluminate electrolytes // Electrochimica Acta. 2017. Vol. 225. P. 47–68.

[7] Golubkov P.E., Pecherskaya E.A., Shepeleva Y.V., Martynov A.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Methods of applying the reliability theory for the analysis of micro-arc oxidation process // IOP Conf. Series: J. of Phys.: Conf. Series. 2018. Vol. 1124 P. 1-6, 081014.

[8] Golubkov P.E., Pecherskaya E.A., Karpanin O.V., Shepeleva Y.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Automation of the micro-arc oxidation process // IOP Conf. Ser: J. of Phys.: Conf. Series. 2017. Vol. 917. P. 1-6, 092021.

[9] Vasil'ev V.A., Gromkov N.V., Joao A.J. The structure of the universal micromodule of the integrating scanning frequency converter // in Dynamics of Systems, Mechanisms and Machines (Dynamics), Omsk, 2016. Art. no. 7819105.

[10] Alekseev V.V., Gosteva D.R., Korolev P.G., Akolzin A.I. Metrological research of measuring channels of a personal navigation system // Proceedings of the IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering, 2019, 8656725, pp. 413-415.

[11] Pecherskaya E.A., Zinchenko T.O., Golubkov P.E., Pecherskiy A.V., Fimin A.V., Nikolaev K.O. Modeling of Dependence of Dielectric Parameters of Double–layer Ferroelectric Structure on Temperature and Layers Thickness // in Moscow Workshop on Electronic and Networking Technologies (MWENT-2018), Moscow, 2018. P. 1-4.