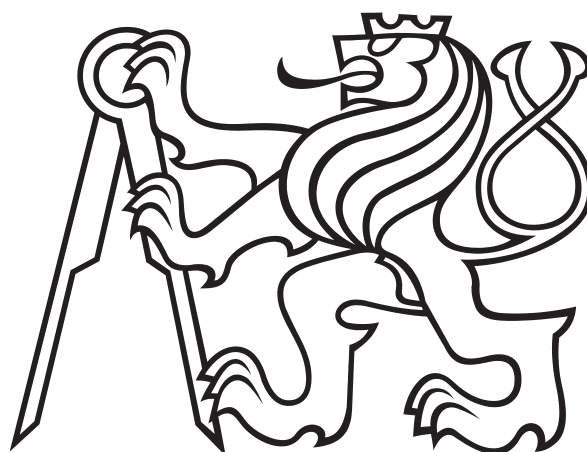


ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ



Bakalářská práce

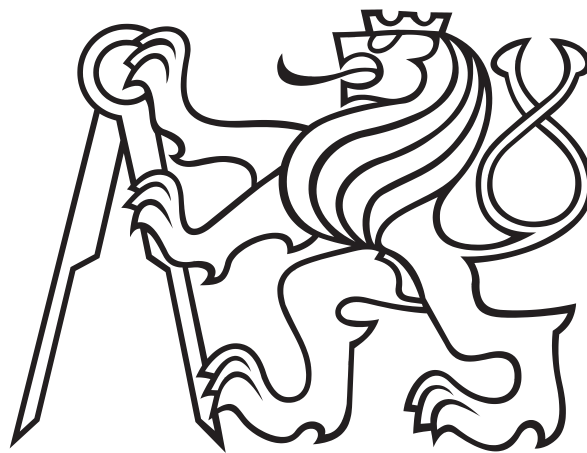
2015

Martin Horák

České vysoké učení technické v Praze

Fakulta elektrotechnická

katedra telekomunikační techniky



Bakalářská práce

Měřič tloušťky silných vrstev niklu

Autor: Martin Horák

Vedoucí práce: Ing. Bc. Lukáš Vojtěch, Ph.D.

květen 2015

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta elektrotechnická

katedra telekomunikační techniky

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Student: **Horák Martin**

Studijní program: Komunikace, multimédia a elektronika
Obor: Síťové a informační technologie

Název tématu: **Měřič tloušťky silných vrstev niklu**

Pokyny pro vypracování:

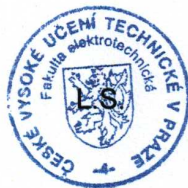
Navrhněte a zrealizujte měřič silných vrstev niklu s využitím magnetických měření. Měřicí sonda musí odolávat chemickému prostředí s hodnotou pH 4, teplotám do 80°C a musí pracovat pouze s jednou stranou analyzovaného materiálu. Navrhněte a zrealizujte též potřebnou elektroniku pro vizualizaci naměřených hodnot. Proveďte a vyhodnoťte kontrolní měření na vedoucím práce dodaných vzorcích Vámi navrženým měřičem.

Seznam odborné literatury:

- [1] Placko D.: Fundamentals of Instrumentation and Measurement, ISTE 2007, ISBN: 1-905209-39-8.
- [2] Haasz, V.; Sedláček, M.: Elektrická měření. Přístroje a metody (2. vydání). Monografie ČVUT, Praha 2005. ISBN: 80-01-02731-7.
- [3] Ripka, P.; Típek, A.(ed.): Modern Sensors Handbook. ISTE 2007, ISBN: 978-1-905209-66-8.
- [4] Dokumentace Unimetra (přístroje pro zjišťování kvality a tloušťky povrchových úprav). Dostupné na: http://www.unimetra.cz/soubory_materialy/99_1.pdf [on-line].

Vedoucí: Ing. Lukáš Vojtěch, Ph.D.

Platnost zadání: do konce letního semestru 2015/2016



prof. Ing. Boris Šimák, CSc.
vedoucí katedry

prof. Ing. Pavel Ripka, CSc.
děkan

V Praze dne 12. 12. 2014

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem zadanou bakalářskou práci „Měříč tloušťky silných vrstev niklu“ zpracoval sám s přispěním vedoucího práce a konzultanta a používal jsem pouze literaturu v práci uvedenou. Dále prohlašuji, že nemám námitek proti půjčování nebo zveřejňování mé bakalářské práce nebo její části se souhlasem katedry.

Jako autor této bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s jejím vytvořením, jsem neporušil autorská práva třetích osob a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb.

V PRAZE DNE 1. 5. 2015

.....

(Martin Horák)

Poděkování

Chtěl bych poděkovat panu Ing. Bc. Lukáši Vojtěchovi, PhD. za odborné vedení práce a cenné rady, které mi pomohly tuto práci vytvořit.

Anotace

Tento bakalářská práce se zabývá metodami měření tloušťek vrstev pomocí jednostranného měření. Hlavním cílem práce je analýza spolehlivosti a přesnosti měření za pomoci zvolené metody.

Klíčová slova

Nikl, měření tloušťky, reluktance

Abstract

This bachelor thesis deals with methods for measuring thickness of layers using one side measurements. Main goal of thesis is to analyze the reliability and precision of chosen method.

Key words

Nickel, thickness measurements, reluctance

Obsah

Úvod	6
1 Metody měření tloušťek materiálů	7
1.1 Metoda optické interakce	8
1.1.1 Interferenční metoda	8
1.1.2 Elipsometrická metoda	9
1.2 Elektrické metody	9
1.2.1 Metoda vířivých proudů	9
1.2.2 Magneticko-indukční metoda	11
1.2.3 Odporová metoda	11
1.2.4 Rezonanční metoda	13
1.2.5 Reluktanční metoda	15
2 Statistika malých výběrů dat	16
2.1 Zvláště malé výběry dat	16
2.1.1 Analýza dvou vzorků	16
2.1.2 Analýza tří vzorků	16
2.2 Malé výběry dat - Hornův postup	17
3 Praktická část	19
3.1 Měřicí sonda	19
3.1.1 Popis měřicí sondy	19
3.1.2 Měření se sondou	21

3.2	Měřicí soustava	27
3.2.1	Popis měřicí soustavy	27
3.2.2	Měření s měřicí soustavou	30
3.3	Závěr měření	31
	Závěr	34
	Seznam literatury	35

Obrázky

1-1	Princip interferenční metody	8
1-2	Elipsometrická metoda	9
1-3	Principiální zapojení, magneticko-induktivní metoda	11
1-4	Odporová metoda	12
1-5	Schéma zapojení - rezonanční metoda	13
1-6	Výstupní závislost - rezonanční metoda	14
1-7	Reluktanční metoda	15
3-1	Rozměry jádra	20
3-2	Měřicí sonda	20
3-3	Ukázka měřených vzorků	21
3-4	Schéma zapojení měřicí sondy [9]	22
3-5	Měření 10 Hz/2 V bez latexové vrstvy	23
3-6	Měření 10 Hz/2 V s latexovou vrstvou	24
3-7	Měření 20 Hz/1 V bez latexové vrstvy	25
3-8	Měření 20 Hz/1 V s latexovou vrstvou	26
3-9	Schéma zapojení soustavy	27
3-10	Měřicí soustava.	27
3-11	Grafické rozhraní měření	28
3-12	Grafické rozhraní kalibrace	29
3-13	Kalibrační vzorek niklu	30
3-14	Kalibrace měření na frekvenci 10 Hz	30
3-15	Nelinearita na frekvenci 10 Hz	31

Seznam zkratk

USB

Universal Serial Bus

GUI

Graphical User Interface

ČSN-EN

Evropská norma převzatá do národního
systému norem ČR

Tabulky

2.1	Hornovy kvantily	18
3.1	Impedance cívek	19
3.2	Hloubka vniku	21
3.3	Měření 10 Hz/2 V bez latexové vrstvy	23
3.4	Měření 10 Hz/2 V s latexovou vrstvou	24
3.5	Měření 20 Hz/1 V bez latexové vrstvy	25
3.6	Měření 20 Hz/1 V s latexovou vrstvou	26
3.7	Tabulka kolísání úrovně výstupu	32
3.8	Výsledná závislost měření sondy	33
3.9	Výsledná závislost měření soustavy	33

Úvod

Problematika zabývající se aplikací vrstev materiálu na předměty je velice rozšířená v různých odvětvích průmyslu. Věnují se jí odborníci na optiku při navrhování anti-reflexních vrstev čoček, technologové navrhující ochranu konstrukcí před klimatickými podmínkami, až po inženýry navrhující miniaturní plošné obvody. Při každé aplikaci je důležité, aby nanášená vrstva splňovala parametry, které pro svoji správnou funkci musí mít. Jedním z podmínek, které musí vrstva splňovat, je právě její tloušťka. Pro měření je nezbytné vyvinout a zkonstruovat přesné, kompaktní a lehce použitelné měřicí přístroje, odpovídající technologickým požadavkům výroby příslušné vrstvy.

Každý materiál, který je nanášen, má své fyzikální vlastnosti jako je vodivost, permeabilita, permitivita. Z tohoto důvodu existuje mnoho technologií, umožňující různé principy měření. Každá technologie poté poskytuje různou přesnost a použitelnost na určité rozmezí tlouštěk vrstvy.

Cílem této práce je představit metody měření vrstev různých materiálů a vybrat nejvhodnější z nich pro měření galvanicky nanášené vrstvy niklu do tlouštěk řádově desetin milimetrů až milimetrů. V praktické části je vybraná metoda aplikována na měřicí sondu a provedena analýza vhodnosti a přesnosti měření pro zadané podmínky měření. Tato práce má dále za úkol zpracovat naměřená data, proto jedna kapitola práce je věnována zpracování dat pro kalibraci sondy a vizualizaci výsledných hodnot.

Kapitola 1

Metody měření tloušťek materiálů

Vlivem odlišných fyzikálních vlastností látek a potřeby měřit různé tloušťky vrstev, se používá několik metod [1], které se dají obecně rozdělit do dvou typů:

- Destruktivní

Vzorek je vlivem měření znehodnocen, a proto je tento typ měření nevhodný pro malosériovou výrobu či odlaďování tloušťky ve výrobě. I přes nevýhody je tato metoda užívána tam, kde nelze použít nedestruktivní zjištění tloušťky nebo kde není ekonomicky výhodné k ceně výrobků pořizovat měřicí přístroje.

- Nedestruktivní

U těchto měření nedochází ke zničení používaného vzorku. Nejčastěji se používají sondy, které jsou kalibrovány na daný materiál a konstrukci vzorku.

Dále se práce zabývá nedestruktivními metodami, používajícími ke změření tloušťky vrstvy pouze jednu stranu vzorku. Pro tento typ měření jsou vyráběny sondy, lišící se především možnými konfiguracemi uspořádání vrstev měřeného vzorku.

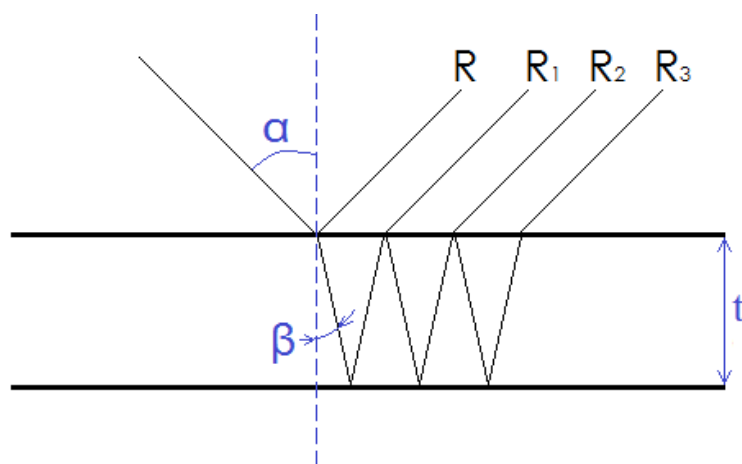
Základní konfigurace měřených materiálů jsou:

- Vodivá vrstva na nevodivém podkladu
- Nevodivá vrstva na vodivém podkladu
- Vodivá vrstva na vodivém podkladu
 - je vyžadována kalibrace od výrobce pro odrušení vlivu vodivého podkladu

1.1 Metoda optické interakce

1.1.1 Interferenční metoda

Tato metoda je založena na odlišné délce dráhy paprsků, které vytvoří na stínítku interferenční obrazec (obr. 1-1). Ze vzdáleností maxim a minim lze dopočítat tloušťku vrstvy. V praxi se využívá viditelné spektrum světla, resp. polychromatické bílé světlo [2]. Výsledná tloušťka t je poté vypočtena ze spektra odraženého světla, jelikož se vlivem interference dané vlnové délky světla odečtou či sečtou.



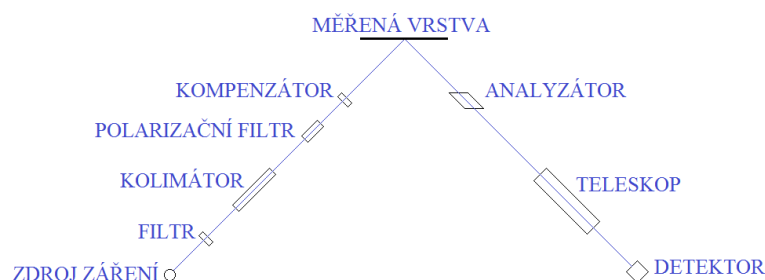
Obr. 1-1: Princip interferenční metody

$$\text{Maximum: } 2nd \cos \beta = (2k + 1) \frac{\lambda_0}{2} \quad (1.1)$$

$$\text{Minimum: } 2nd \cos \beta = k\lambda_0 \quad (1.2)$$

1.1.2 Elipsometrická metoda

U této metody se ze zdroje vysílá lineárně polarizovaný paprsek záření [2], který je od měřeného vzorku odražen. V detektoru jsou zjištěny amplitudy elipticky polarizovaných vln, které se odrazily a jejich fázový posuv. Z výsledných hodnot lze dopočítat tloušťku nanosené vrstvy. Tato metoda je vhodná pro neabsorbující, pro danou frekvenci průhledných vrstev s tloušťkou řádově desetin nanometrů.



Obr. 1-2: Elipsometrická metoda

1.2 Elektrické metody

Následující metody pracují na principu změny magnetického a elektrického pole v měřeném materiálu [3].

1.2.1 Metoda vířivých proudů

Tato metoda je založena na nepřímém měření amplitudy a fáze proudu, který je indukován ve vzorku .

Ze základních principů elektromagnetické indukce plyne, že prochází-li střídavý proud cívku, vybudí kolem cívky střídavé magnetické pole. Přiblížíme-li se s cívku do blízkosti vodiče, indukuje se do vodivého materiálu proud, který je kolmý na siločáry magnetického pole. Tento proud však vytváří vlastní magnetické pole, které ovlivňuje hlavní magnetický tok cívky, a tedy i její impedanci. Tohoto jevu se využívá také v oblasti defektoskopie, kde se sleduje fázový posuv odezev vířivých proudů při povrchovém nebo podpovrchovém defektu [4].

Jelikož vířivé proudy se soustřeďují u povrchu materiálu, pro měření je zavedena hodnota tzv. hloubky vniku, tedy hloubky, ve kterém klesne hustota vířivých proudů na hodnotu $1/e$. Pod touto vzdáleností je magnetické pole tak nepatrné, že nemá vliv na naměřenou hodnotu tloušťky. Velikost tohoto parametru je dána následující rovnicí:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{f\pi\sigma\mu}} \quad (1.3)$$

δ -standardní hloubka vniku [m], f -frekvence [Hz], σ -elektrická vodivost [S/m],
 μ -magnetická permeabilita [H/m]

Pro měření se nastavuje taková frekvence, aby hloubka vniku byla větší než tloušťka materiálu. Touto metodou lze zjišťovat tloušťku vrstvy na všech třech typech konfigurací vzorků s těmito podmínkami:

1. Izolant na elektricky vodivém podkladu

- poměr vodivostí $\delta_{povrch}/\delta_{podklad} < 0,65$
- při oddálení cívky od vzorku se rychle zmenšuje indukovaný proud ve vodivém materiálu

2. Elektricky vodivý povlak na izolantu

- poměr vodivostí $\delta_{povrch}/\delta_{podklad} > 1,5$
- jelikož v izolantu se neindukuje proud, podklad neovlivňuje výslednou hodnotu tloušťky

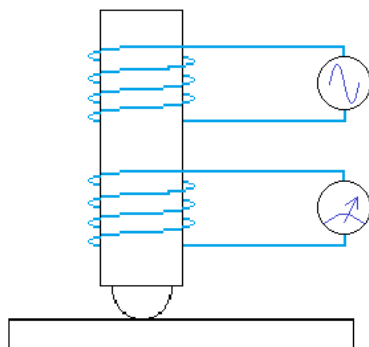
3. Elektricky vodivý povlak na elektricky vodivý podklad

- pro konkrétní měření lze kalibrací kompenzovat vliv podkladu

Nejčastěji se tato metoda používá pro měření vrstev vodivých a feromagnetických materiálů. V opačném případě lze měřit například měď, zinek, chrom, kadmium či cín na feromagnetických vzorcích. Tato metoda je nezávislá na drsnosti výrobku, avšak pro správné vyhodnocení tloušťky je nutná znalost vodivosti povlaku.

1.2.2 Magneticko-indukční metoda

Tato metoda je často používána u přístrojů spolu s metodou vířivých proudů. Při praktickém využití používá tato metoda dvě cívky. Jednu jako zdroj magnetického toku a druhou pro detekci změn intenzity magnetického pole při přiblížení k feromagnetickému materiálu. Při měření neferomagnetických vrstev se dává přednost této metodě z důvodu vyšší přesnosti $\pm 3\%$.



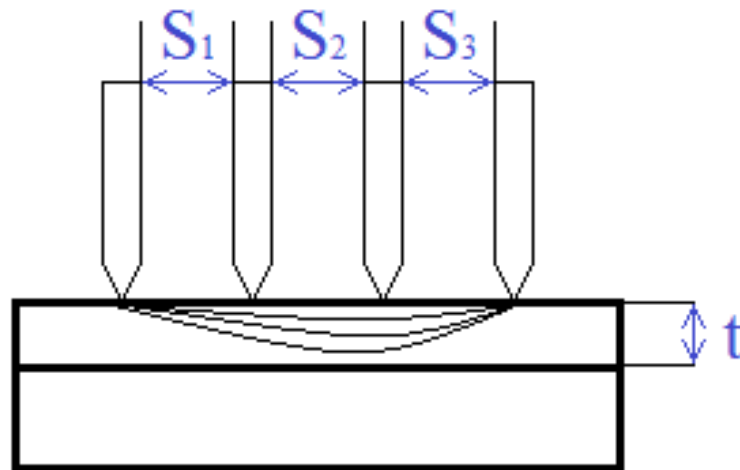
Obr. 1-3: Principiální zapojení, magneticko-indukční metoda

Hlavní předností této metody je nezávislost výsledků na vodivosti povlaku a podkladu, jelikož je využito pouze magnetických vlastností vzorku. Na rozdíl od metody vířivých proudů jsou měřené hodnoty závislé na drsnosti povrchu vzorku.

1.2.3 Odporová metoda

Sonda obsahuje čtyři hroty podle obrázku 1-4 dané normou [5]. Pro měření se využívá rozložení elektrického pole mezi prostředními hroty, na kterých se odečítá napětí.

Procházející proud neteče jen po povrchu, ale vniká do hloubky materiálu. Při vhodné vzdálenosti elektrod je protékající proud tloušťkou t omezen, tedy napěťový spád je poté funkcí tloušťky vzorku.



Obr. 1-4: Odporová metoda

Pro jednodušší výpočty norma počítá s rozložením elektrod tak, aby vzdálenosti $S_1 = S_2 = S_3 = S$. V případě této rovnosti lze zavést aproximaci:

$$t = \rho \frac{l}{V} \frac{\ln(2)}{\pi} \quad (1.4)$$

Tuto aproximace lze považovat za vyhovující v rozsahu $t/S < 0,5$.

1.2.4 Rezonanční metoda

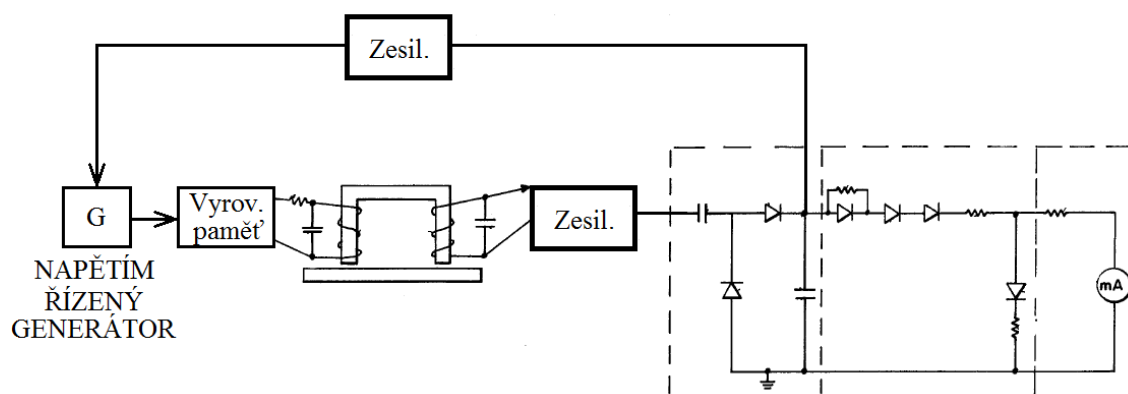
Metoda pochází z patentu z roku 1975 „Resonant Frequency Measuring Device for Gauging Coating Thickness“ [7] používající otevřeného jádra transformátoru k měření vodivých vrstev na vodivých magnetických nebo nemagnetických podkladech. Text patentu využívá elementárního poznatku, že vlivem přiblížení vodivého materiálu k otevřenému jádru transformátoru se mění reluktance R_m magnetického obvodu.

$$R_m = \frac{l}{\mu S} \quad (1.5)$$

Tedy podle Hopkinsonova zákona $Um = R_m \cdot \phi$ dojde nejen ke změně magnetického toku ϕ , ale i indukčnosti podle vzorce 1.6

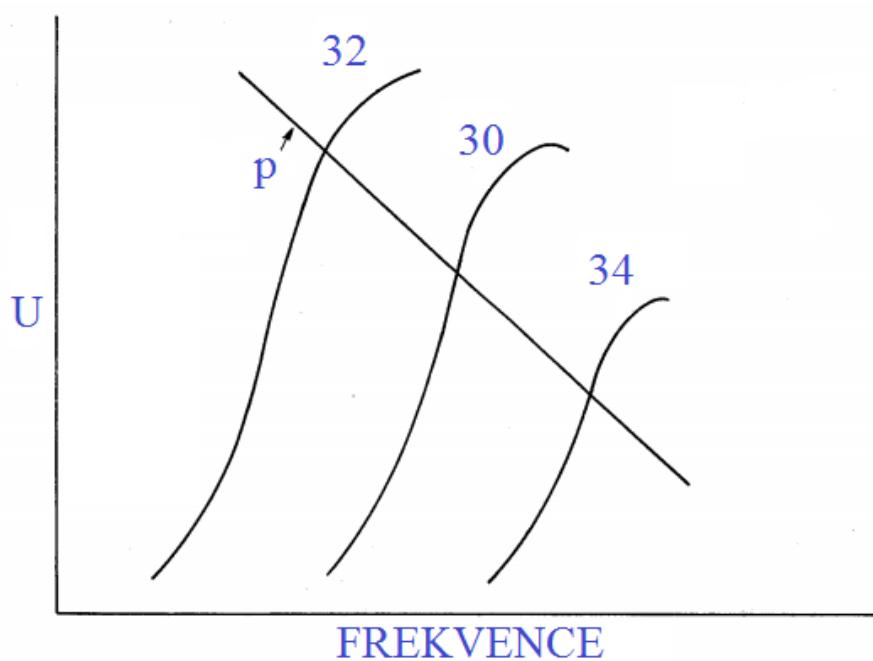
$$L = \frac{N\phi}{I} = \frac{N^2}{R_m} \quad (1.6)$$

Právě změna indukce je příčinou rozladění rezonančního obvodu, jehož součástí je transformátor. Pro zvýšení citlivosti je v obvodu zavedena zpětná vazba z výstupu na vstup. Celé měřicí schéma je znázorněno na obr. 1-5.



Obr. 1-5: Schéma zapojení - rezonanční metoda

Vyhodnocení tloušťky je založeno na změně rezonančního kmitočtu spolu s výstupním napětím. Obrázek 1-6 znázorňuje obecný průběh výstupního napětí, přičemž křivka 30 je průběh napětí při otevřeném jádru (maximální tloušťka), křivka 34 při spojení s podkladem (nulová tloušťka) a křivka 32 při měření paramagnetického materiálu. Výsledná závislost je dána přímkou **p**.



Obr. 1-6: Výstupní závislost - rezonanční metoda

1.2.5 Reluktanční metoda

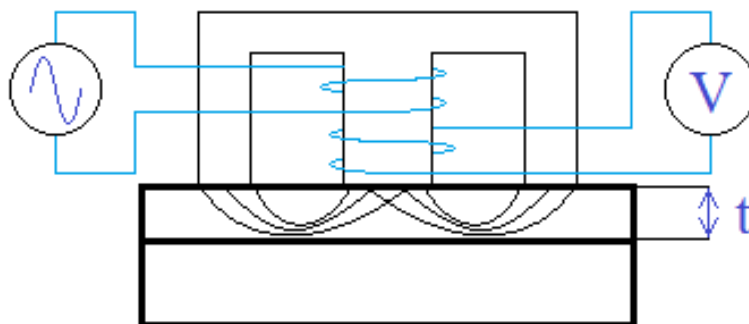
Princip této metody je modifikací metody rezonanční. Pro měření je také použito otevřeného jádra transformátoru, avšak změnu magnetického toku nezajišťuje vzduchová mezera v jádru, ale pouze velikost, resp. tloušťka přiloženého vzorku. Z tohoto důvodu materiál, jehož tloušťka je zjišťována, musí být feromagnetický.

Velikost magnetického toku v obvodu je omezoována dle Hopkinsova zákona reluktancí vzorku (vzorec 1.5). Měřenou veličinou je napětí indukované na sekundárním vinutí transformátoru, které je spjaté s magnetickým tokem vztahem:

$$U_{2m} = \omega N_2 \phi_{hm} \quad (1.7)$$

U_{2m} - maximální indukované napětí, ω - úhlová frekvence, N_2 - počet závitů sekundární cívky, ϕ_{hm} - hlavní maximální magnetický tok v jádru

Principiální zapojení měřicího transformátoru je vyobrazeno na obr. 1-7. Na primární cívku transformátoru je přiváděn harmonický signál a vlivem tloušťky vzorku t je indukováno napětí na sekundární cívce.



Obr. 1-7: Reluktanční metoda

Kapitola 2

Statistika malých výběrů dat

Jelikož součástí práce je i vyhodnocení výsledků dat, je tato kapitola věnována způsobům analýzy získaných dat. Je nutné na naměřené hodnoty, tedy na statisticky malý počet dat, aplikovat postup pro omezení výskytu náhodných chyb. Pro tyto případy existuje několik postupů, lišících se právě množstvím statistických dat [7].

2.1 Zvláště malé výběry dat

2.1.1 Analýza dvou vzorků

Pro dva vzorky je dán $100(1 - \alpha)\%$ interval spolehlivosti střední hodnoty μ jako:

$$\frac{x_1 + x_2}{2} - T_\alpha \frac{|x_1 + x_2|}{2} \leq \mu \leq \frac{x_1 + x_2}{2} + T_\alpha \frac{|x_1 - x_2|}{2} \quad (2.1)$$

T_α pro normální rozdělení je $T_\alpha = \cot \alpha \frac{n}{2}$, rovnoměrné rozdělení $T_\alpha = 1/(\alpha - 1)$.

2.1.2 Analýza tří vzorků

Pro tři vzorky existuje vlastní výpočet:

$$\bar{x} - T'_\alpha \frac{s}{\sqrt{3}} \leq \mu \leq \bar{x} + T'_\alpha \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (2.2)$$

Pro normální rozdělení je $T_{0,05} = 4,3$, rovnoměrné rozdělení $T_{0,05} = 5,74$.

2.2 Malé výběry dat - Hornův postup

Tento postup je vhodný pro měření se čtyřmi až dvaceti vzorky, přičemž je založen na pořádkových statistikách $x(i)$. Zákonitosti výpočtu této metody přesahují rámec této práce, proto se lze spokojit s tvrzením, že daný postup je matematicky podložen a lze přejít k parametrům pro výpočet statistických dat.

Jelikož se jedná o postup aplikovatelný na pořádkovou statistiku, je třeba nejprve dané vzorky vzestupně seřadit.

Základním parametrem této metody je tzv. hloubka pivotu pro n -prvkovou množinu dat, která je dána vztahem:

$$H = \frac{\text{int}(\frac{n+1}{2})}{2} \text{ nebo } H = \frac{\text{int}(\frac{n+1}{2} + 1)}{2} \quad (2.3)$$

Volí se tak, aby hloubka pivotu byla celé číslo. Toto číslo nám tedy definuje hranici rozptylu výsledné hodnoty, tedy dolní a horní pivot, určený jako:

$$x_{DOL} = x_H, \quad x_{HOR} = x_{n+1-H} \quad (2.4)$$

Odhadem parametru polohy výsledku je pivotová polosuma:

$$P_L = \frac{x_{DOL} + x_{HOR}}{2} \quad (2.5)$$

Hodnotu rozptýlení nám udává pivotové rozpětí:

$$R_L = x_{HOR} - x_{DOL} \quad (2.6)$$

Výsledná náhodná veličina T_L , vhodná k testování, má poté symetrické rozdělení.

$$T_L = \frac{x_D + x_H}{2x_H - x_D} \quad (2.7)$$

Interval spolehlivosti střední hodnoty μ je poté dán vztahem:

$$P_L - R_L t_{L,1-\alpha}(n) \leq \mu \leq P_L + R_L t_{L,1-\alpha}(n) \quad (2.8)$$

Parametr $t_{L,1-\alpha}$ je příslušný Hornův kvantil rozdělení T_L pro procentuální rozdělení $100(1 - \alpha)\%$. Přehled Hornových kvantilů je vyjádřen v tabulce 2.1.

	1 - α			
n	0,9	0,95	0,975	0,99
4	0,477	0,555	0,738	1,04
5	0,869	1,37	2,094	3,715
6	0,531	0,759	1,035	1,505
7	0,451	0,55	0,72	0,978
8	0,393	0,469	0,564	0,741
9	0,484	0,688	0,915	1,265
10	0,4	0,523	0,668	0,878
11	0,363	0,452	0,545	0,714
12	0,344	0,423	0,483	0,593
13	0,389	0,497	0,608	0,792
14	0,348	0,437	0,525	0,661
15	0,318	0,399	0,466	0,586
16	0,299	0,374	0,435	0,507
17	0,331	0,421	0,502	0,637
18	0,3	0,38	0,451	0,555
19	0,288	0,361	0,423	0,502
20	0,266	0,337	0,397	0,464

Tab. 2.1: Hornovy kvantily

Kapitola 3

Praktická část

Pro měření je zvolena reluktanční metoda, jelikož odpovídá požadavkům na parametry měřeného vzorku niklu. Měření je prováděno ve dvou fázích. První fáze obsahuje odzkoušení samotné technologie v laboratorním prostředí a zjištění vhodnosti této metody, přičemž v druhé fázi je vytvořena celá měřicí soustava pro uživatelsky přívětivější používání sondy.

3.1 Měřicí sonda

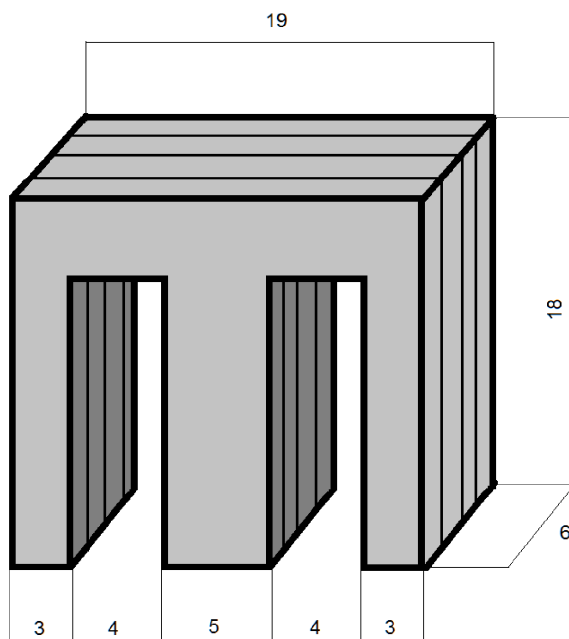
3.1.1 Popis měřicí sondy

Měření je prováděno na upraveném jádru transformátoru tvořeném E plechy (obr. 3-2). Indukčnost cívek je zjištěna LC můstkovým měřičem, viz. tab. 3.1

Hz	Primární vinutí		Sekundární vinutí	
	L [mH]	Z [Ω]	L [mH]	Z [Ω]
100	14,2	8,9	14,9	9,4
120	8,1	6,1	9,4	7,1
1000	14,2	9,1	4,9	93,3
10000	13,1	820,4	14,3	898,7

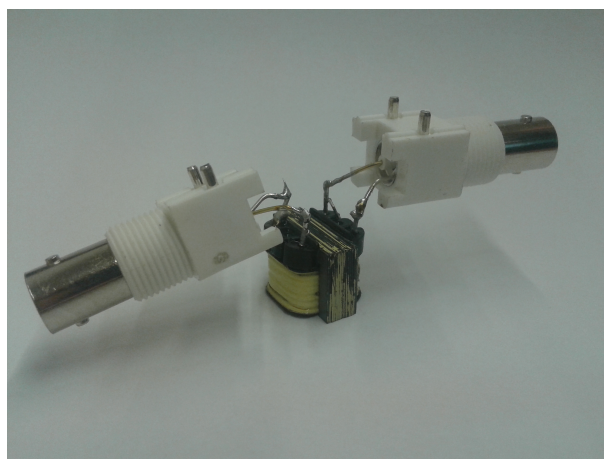
Tab. 3.1: Impedance cívek

Pro měření je vybrán oddělovací transformátor se stejným počtem závitů obou cívek. Jádro je přeskládáno a sestaveno pouze z plechů tvaru E, jejichž rozměry jsou znázorněny na obr. 3-1 (v milimetrech).



Obr. 3-1: Rozměry jádra

Výsledná podoba sondy je zobrazena na obrázku 3-2.



Obr. 3-2: Měřicí sonda

Dle předpokladu by měla frekvence, přiváděná na primární cívku transformátoru, být taková, aby hloubka vniku (vzorec 1.1) přesahovala měřenou tloušťku. Hodnoty hloubek vniku pro nikel pro vybrané frekvence jsou obsaženy v tabulce 3.2. Z těchto hodnot vyplývá, že pro dosažení měřitelnosti do 1,2 mm je nutné použít frekvenci okolo 10 Hz.

Frekvence [Hz]	5	10	20	50
Teoretická hloubka [mm]	1,797	1,271	0,899	0,568

Tab. 3.2: Hloubka vniku

Dle zadání je třeba ještě otestovat naměřené hodnoty při přidání latexové vrstvy, která sondu chrání proti chemickému prostředí. Tato vrstva představuje mezeru v magnetickém obvodu, tedy podle předpokladu by měla výslednou křivku závislosti ovlivnit pouze o konstantu, která se přičte ke křivce měření bez ochranné vrstvy.

3.1.2 Měření se sondou

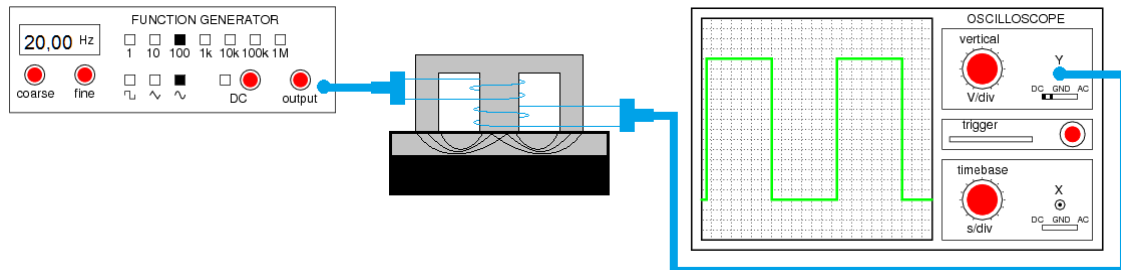
Měření je uskutečňováno výše popsanou sondou připojenou ke generátoru signálu Agilent 33220A a k osciloskopu Tektronix TDS 2002 20MHz, sloužícího pro odečet napětí špička-špička ze sekundární cívky. Jako vzorky jsou použity galvanicky poniklované plechy o velikosti přibližně 40 x 30 mm (obr. 3-3).



Obr. 3-3: Ukázka měřených vzorků

Konečné zapojení sondy je znázorněno na obrázku 3-4. Experimentálně bylo odzkoušeno několik frekvencí a velikostí napětí, avšak výsledné měření je prováděno pouze na hodnotách 20 Hz/1 V a 10 Hz/2 V. Ostatní závislosti nemají požadovanou strmost či dostatečně vysoké hodnoty výstupního napětí.

V průběhu testování byla provedena zkouška na dodatečnou ochranu sondy před agresivním prostředím přidáním latexové vrstvy obalující elektrodu. Z tohoto důvodu jsou měření pro dané parametry napětí a frekvence zopakovány s přidanou ochrannou vrstvou latexu o tloušťce 0,07 mm.

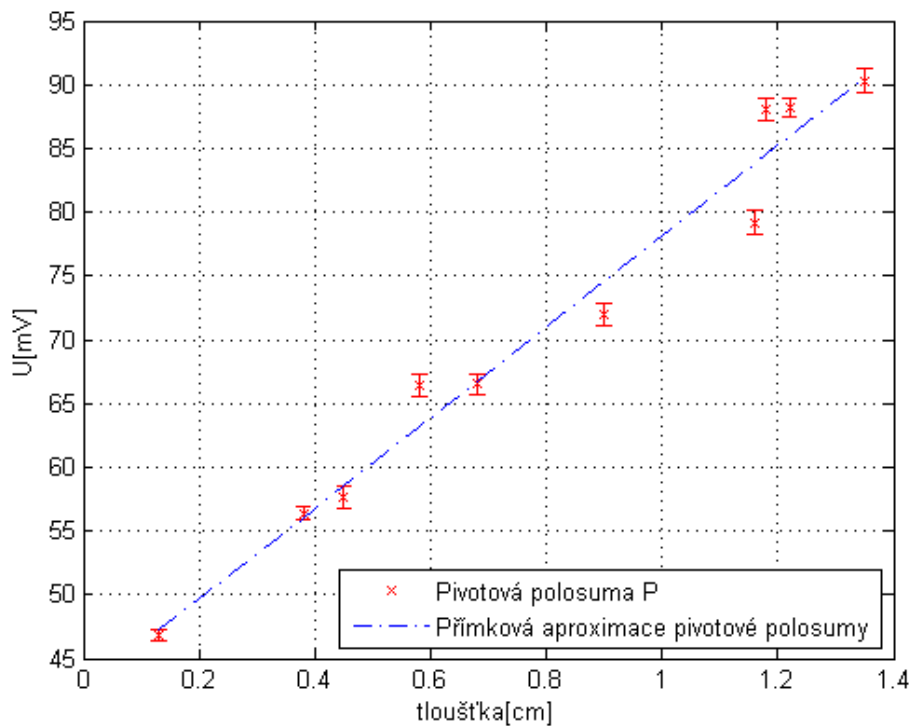


Obr. 3-4: Schéma zapojení měřicí sondy [9]

Na daných frekvencích jsou změřeny hodnoty pro každou tloušťku minimálně čtyřikrát a vyhodnoceny pomocí Hornovy statistiky. Výsledné hodnoty vykazují lineární závislost, proto je v následujících průbězích uvedena i přímková aproximace pivo-
tových polosum.

	Měření vzorky niklu									
Tloušťka[cm]	0,13	0,38	0,45	0,58	0,68	0,90	1,16	1,18	1,22	1,35
Dolní pivot	46,40	56,00	56,80	65,60	65,80	71,20	78,40	87,20	87,60	89,4
Horní pivot	47,20	56,80	58,40	67,20	67,20	72,80	80,00	88,80	88,80	91,20
Pivotová polosuma P	46,80	56,40	57,60	66,40	66,50	72,00	79,20	88,00	88,20	90,30
Pivotové rozpětí R	0,80	0,80	1,60	1,60	1,40	1,60	1,60	1,60	1,20	1,80
Hloubka pívotu				1	Hornův kvantil pro 0,95					0,555

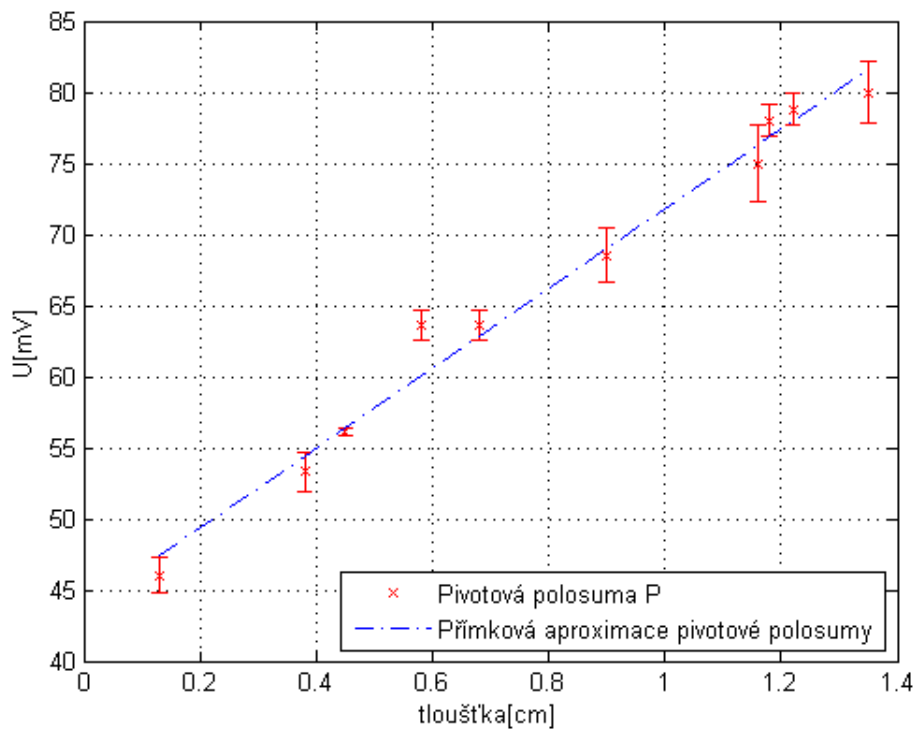
Tab. 3.3: Měření 10 Hz/2 V bez latexové vrstvy



Obr. 3-5: Měření 10 Hz/2 V bez latexové vrstvy

	Měřené vzorky niklu									
Tloušťka[cm]	0,13	0,38	0,45	0,58	0,68	0,90	1,16	1,18	1,22	1,35
Dolní pivot	45,60	52,80	56,00	63,20	63,20	67,80	74,00	77,60	78,40	79,20
Horní pivot	46,50	53,80	56,20	64,00	64,00	69,20	76,00	78,40	79,20	80,80
Pivotová polosuma P	46,05	53,30	56,10	63,60	63,60	68,50	75,00	78,00	78,80	80,00
Pivotové rozpětí R	0,90	1,00	0,20	0,80	0,80	1,40	2,00	0,80	0,80	1,60
Hloubka pívotu				2	Hornův kvantil pro 0,95					1,35

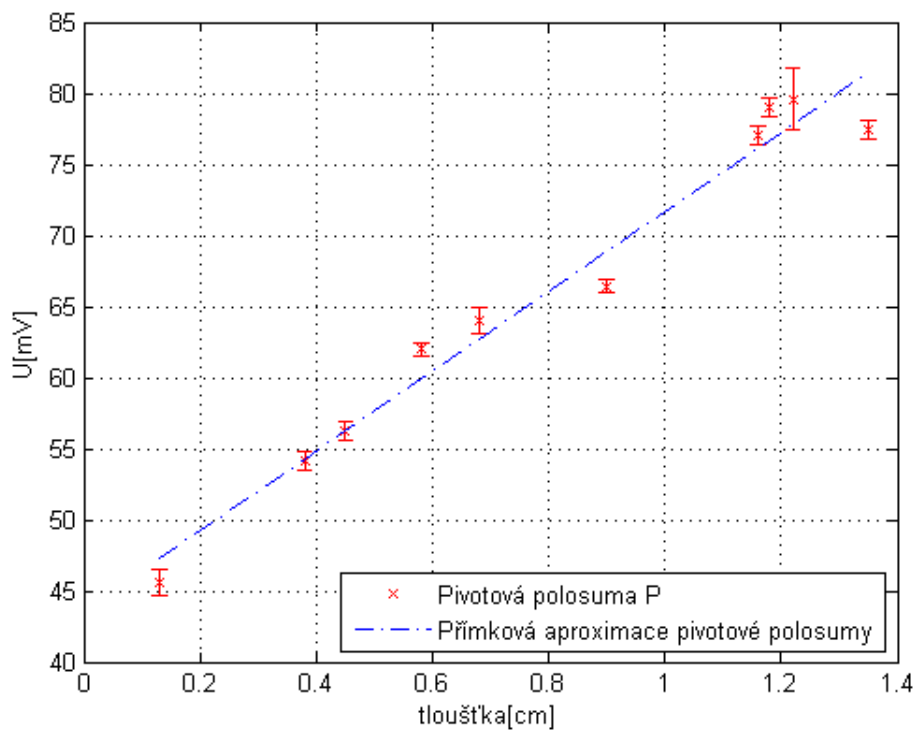
Tab. 3.4: Měření 10 Hz/2 V s latexovou vrstvou



Obr. 3-6: Měření 10 Hz/2 V s latexovou vrstvou

Měřené vzorky niklu										
Tloušťka[cm]	0,13	0,38	0,45	0,58	0,68	0,90	1,16	1,18	1,22	1,35
Dolní pivot	44,80	53,60	55,60	61,60	63,20	66,00	76,40	78,40	77,60	76,80
Horní pivot	46,40	54,80	56,80	62,40	64,80	66,80	77,60	79,60	81,60	78,00
Pivotová polosuma P	45,60	54,20	56,20	62,00	64,00	66,40	77,00	79,00	79,60	77,40
Pivotové rozpětí R	1,60	1,20	1,20	0,80	1,60	0,80	1,20	1,20	4,00	1,20
Hloubka pívotu				1	Hornův kvantil pro 0,95					0,555

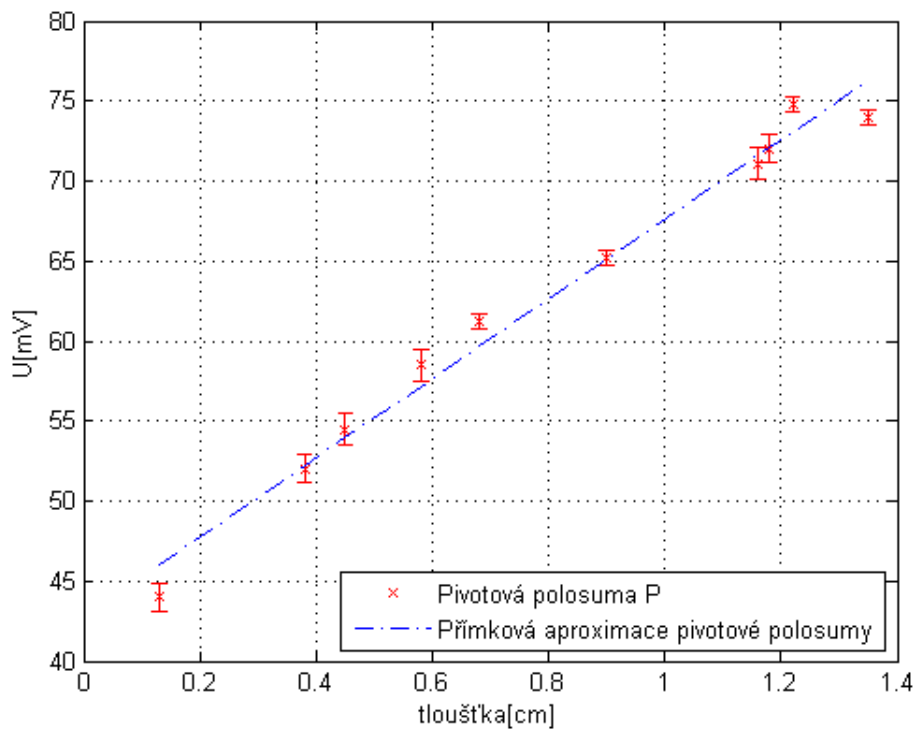
Tab. 3.5: Měření 20 Hz/1 V bez latexové vrstvy



Obr. 3-7: Měření 20 Hz/1 V bez latexové vrstvy

	Měřené vzorky niklu									
Tloušťka[cm]	0,13	0,38	0,45	0,58	0,68	0,90	1,16	1,18	1,22	1,35
Dolní pivot	43,20	51,20	53,60	57,60	60,80	64,80	70,20	71,20	74,40	73,60
Horní pivot	44,80	52,80	55,40	59,40	61,60	65,60	72,00	72,80	75,20	74,40
Pivotová polosuma P	44,00	52,00	54,50	58,50	61,20	65,20	71,10	72,00	74,80	74,00
Pivotové rozpětí R	1,60	1,60	1,80	1,80	0,80	0,80	1,80	1,60	0,80	0,80
Hloubka pivotu				1	Hornův kvantil pro 0,95					0,555

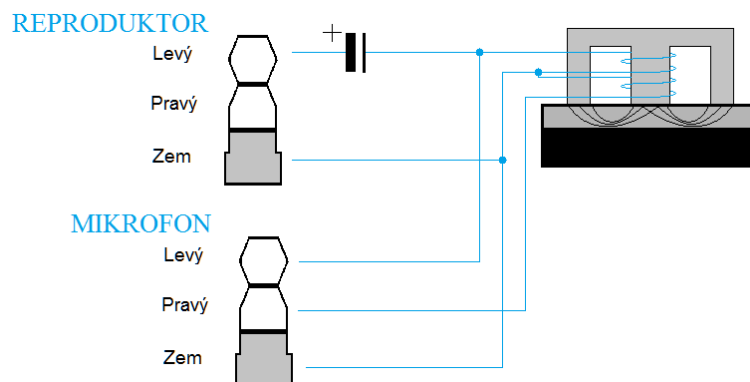
Tab. 3.6: Měření 20 Hz/1 V s latexovou vrstvou



Obr. 3-8: Měření 20 Hz/1 V s latexovou vrstvou

3.2 Měřicí soustava

3.2.1 Popis měřicí soustavy



Obr. 3-9: Schéma zapojení soustavy

Ze sondy popisované v kapitole 3.1 je následně sestrojena celá měřicí soustava, jejíž schéma zapojení je znázorněno na obr. 3-9. Ze sondy zalité do epoxidové pryskyřice byly vyvedeny výstupy mikrofonním kabelem (obr. 3-10).

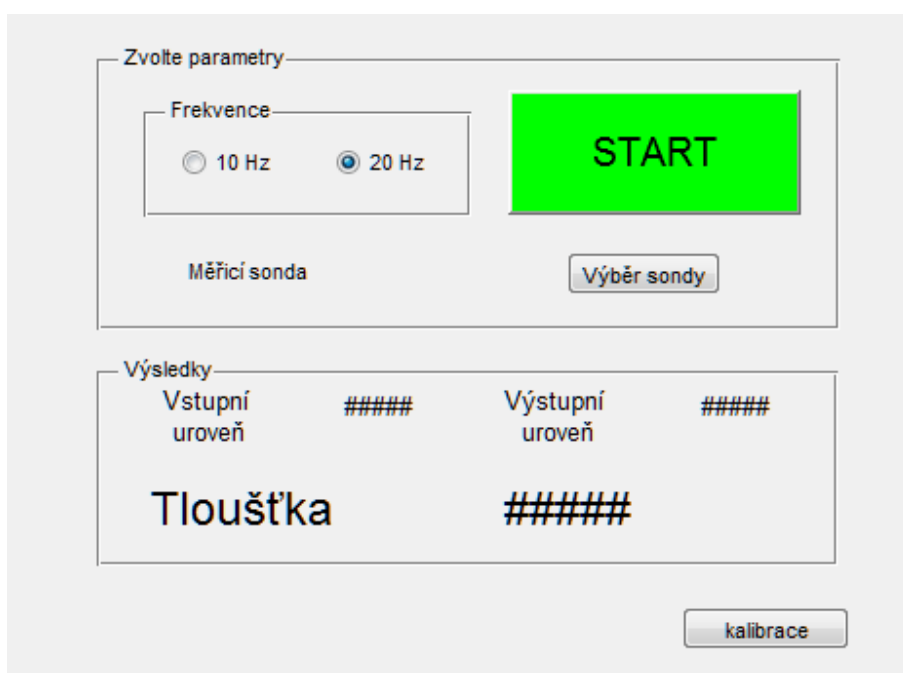


Obr. 3-10: Měřicí soustava.

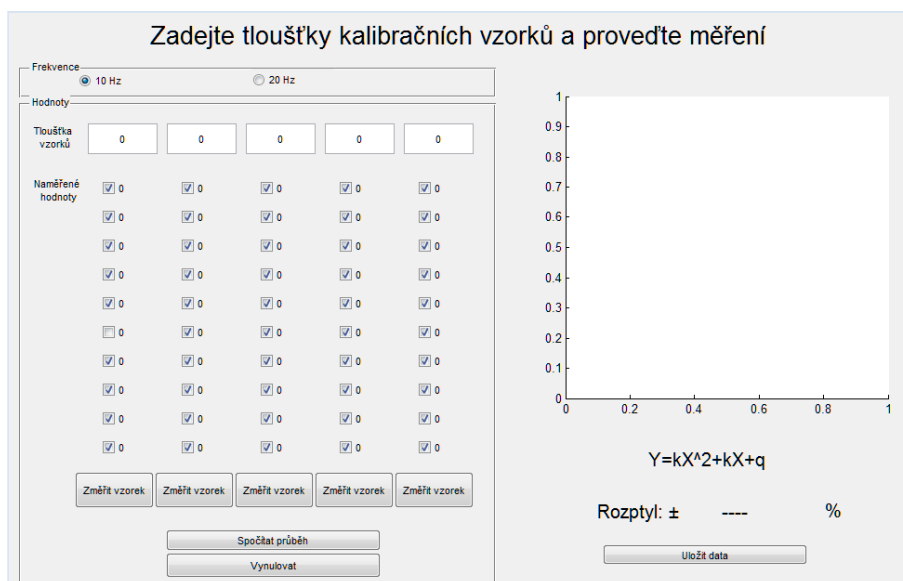
Pro usnadnění měření je soustava rozšířena o externí zvukovou kartu AXAGON ADA-15 USB, která nahradila generátor a osciloskop. Toto rozšíření umožňuje zpra-

covat získané hodnoty počítačem. Zvuková karta, vybavená stereo vstupem a výstupem, generuje harmonický signál přiváděný na vstup sondy. Tento signál je z důvodu možného kolísání napětí přiváděn dodatečně ještě na levý kanál vstupu karty a použit při výpočtu tloušťky. Pravý kanál vstupu karty zajišťuje měření úrovně signálu ze sondy.

Součástí této práce je i vytvořený software s GUI v programu MATLAB 2012, který obsahuje ovládání samotného měření (obr. 3-11) a kalibraci sondy (obr. 3-12). Obě tyto části programu pracují s navzorkovanou hodnotou vstupní a výstupní úrovně signálu zvukové karty, resp. jejich poměrem (výstup/vstup).



Obr. 3-11: Grafické rozhraní měření

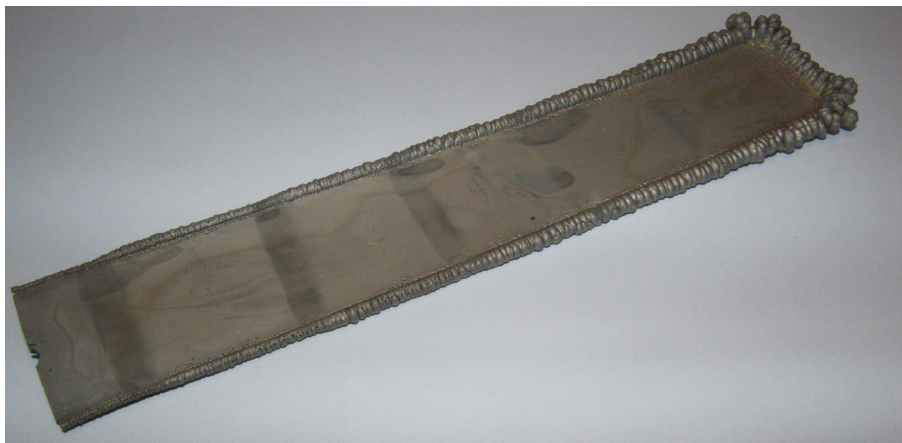


Obr. 3-12: Grafické rozhraní kalibrace

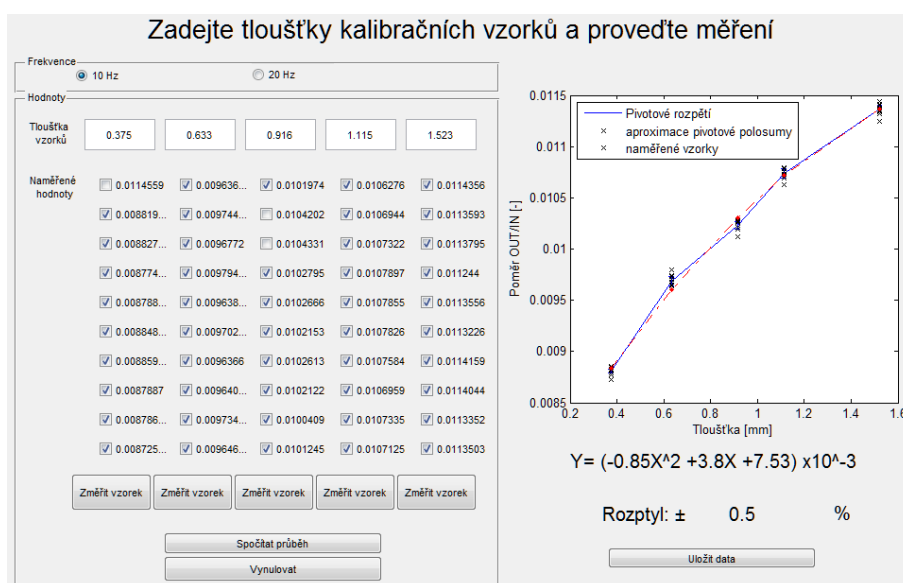
Kalibrační část programu obsahuje pole pro zadání pěti tloušťek niklu, na kterých se provádí kalibrace. Pro každou tloušťku je nutné provést minimálně čtyři měření, přičemž data, která vykazují náhodnou chybu, lze pomocí checkboxu dodatečně vyřadit. Po změření všech tloušťek a stisku tlačítka „Spočítat průběh“ se provede výpočet pomocí Hornovy statistiky, aproximace hodnot a zjištění maximálního rozptylu. Tato data lze zapsat do souboru a uložit stiskem tlačítka „Uložit jako“. Měřicí část programu využívá právě tyto soubory, které se vyberou pomocí tlačítka „Výběr sondy“.

3.2.2 Měření s měřicí soustavou

Měření je prováděno na kalibračním vzorku (obr. 3-13) s pěti tloušťkami do 1,5 mm, přičemž každá tloušťka je otestována desetkrát. Příklad uvedený na obr. 3-14 zobrazuje kalibraci na frekvenci 10 Hz na daném kalibračním vzorku.



Obr. 3-13: Kalibrační vzorek niklu



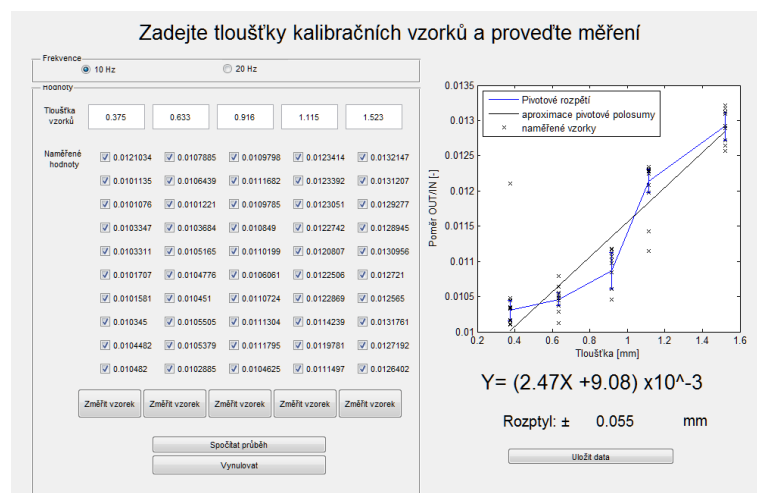
Obr. 3-14: Kalibrace měření na frekvenci 10 Hz

3.3 Závěr měření

Při měření samostatnou sondou byla zjištěna lineární závislost až do tloušťky přibližně 1,2 mm, kdy se napětí již dále s tloušťkou nezvyšovalo. Tento jev je způsoben velkou permeabilitou materiálu, který má, stejně jako v odporové metodě, při této tloušťce již malý magnetický odpor (reluktanci). Do této hloubky tedy neproniká magnetické pole, které by ovlivňovalo tok sekundární cívky.

Dále byl potvrzen předpoklad, že při použití ochranné vrstvy latexu dochází k posunutí závislosti o konstantu k , která odpovídá mezeře v magnetickém obvodu. Kromě toho však při použití ochranné vrstvy dochází i ke snížení strmosti přímky. Dále z výsledků vyplývá nutnost zajištění rovného povrchu měřeného vzorku v daném místě, jelikož vzduchová mezera v obvodu způsobí zkreslení výsledné hodnoty. Ze závislosti je zřetelná velká odchylka od aproximační přímky, která je dána především malými rozměry vrstvy niklu použité při měření a v neposlední řadě proměnnou tloušťkou jednotlivých vzorků.

Při měření se soustavou došlo k dlouhému odladování amplitudy přiváděné na vstup sondy, jelikož při větší nastavené amplitudě docházelo k výrazné hysterezní nelinearitě ve výstupní závislosti (obr. 3-15).



Obr. 3-15: Nelinearita na frekvenci 10 Hz

Při snížení amplitudy, kdy nelinearita již nebyla patrná, nevykazovala výstupní závislost dostatečnou strmost. Při následném proměření byla zjištěna přítomnost stejnosměrné složky napětí 1,5 V na výstupu zvukové karty. Tato složka, původně sloužící pro funkci kapacitního mikrofónu, způsobovala přesycení magnetického obvodu a následnou hysterezi ve výstupní závislosti. Problém byl vyřešen předřazením elektrolytického kondenzátoru o kapacitě $100 \mu F$ na vstup sondy (obr. 3-9).

Z výsledků měření se soustavou lze zjistit, že naměřená tloušťka vzorku přesahuje dříve zmiňovanou hodnotu 1,2 mm hloubky vniku pro frekvenci 10 Hz. Měřením bylo zjištěno, že sonda funguje i pro větší tloušťky, avšak s větším rozptylem hodnot. Z tohoto důvodu je vhodné nepoužívat sondu za hranicí přesahující tuto mez, jelikož dochází k promítnutí do rozptylu při samotném měření. Dále pro účel kalibrace na použitém vzorku bylo přistoupeno k testování každé tloušťky stejně natočenou sondou tj. jádrem rovnoběžně se vzorkem. Toto opatření kompenzuje vliv šířky a nerovností použitého kalibračního vzorku. Pro další zpřesnění dat byly výsledné hodnoty proloženy polynomem 2. stupně (obr. 3-14), jelikož v průběhu závislosti se objevoval mírný vliv hystereze. Dalším měřením byly zjištěny rozsahy přesnosti této metody.

První měření se zaměřilo na kolísavost výstupní hodnoty sondy během jednoho měření. Z výsledných hodnot, uvedených v tabulce 3.7, lze konstatovat, že maximální rozdíl v amplitudách odpovídá tloušťce 0,052 mm. Ve výsledné hodnotě je však tento rozptyl průměrován použitím efektivní hodnoty na data v celé délce měření, tedy maximální rozdíl se zmenší.

tloušťka [mm]	0,375	0,633	0,916	1,115
max. úroveň	0,0018	0,0019	0,0021	0,0023
min. úroveň	0,0016	0,0018	0,0019	0,0021
přepočtený rozdíl [mm]	0,049	0,044	0,052	0,050

Tab. 3.7: Tabulka kolísání úrovně výstupu

Druhým měřením byla zjištěna stálost výsledných hodnot, bez natáčení či pohybu se sondou mezi měřeními. Test obsahoval třicet hodnot jedné tloušťky vzorku a po zjištění rozptylu byla vypočtena odpovídající hodnota chyby tloušťky 0,025 mm.

Z provedeného měření jsou patrné závislosti výstupních hodnot na měřené tloušťce vzorku:

Závislost napětí U [mV] na měřené tloušťce x [mm]	
Frekvence 20 Hz, vstupní napětí 1 V	$U=42.59+35.55x$
Frekvence 20 Hz, vstupní napětí 1 V, ochrana	$U=43.79+28.03x$
Frekvence 10 Hz, vstupní napětí 2 V	$U=42.14+30.98x$
Frekvence 10 Hz, vstupní napětí 2 V, ochrana	$U=42.77+24.85x$

Tab. 3.8: Výsledná závislost měření sondy

Závislost poměru napětí P na měřené tloušťce t [mm] a odchylky [%]		
Frekvence 20 Hz	$(-1,25P^2 + 6,6P + 14,87)10^{-3}=t$	$\pm 0,5$
Frekvence 10 Hz	$(-0,85P^2 + 3,8P + 7,53)10^{-3}=t$	$\pm 0,4$

Tab. 3.9: Výsledná závislost měření soustavy

Závěr

V této práci jsou představeny základní metody nedestruktivního měření vrstev. Všechny popisované metody využívají pouze jednu stranu analyzovaného vzorku. V prvních kapitolách je věnována pozornost metodám pro měření tloušťek materiálů, ze kterých je poté vybrána ta nejvhodnější. Druhá kapitola je věnována analýze malých vzorků dat a Hornově statistice, která je použita v praktické části práce. V ní je vybrána metoda reluktanční, která vyhovuje zadaným podmínkám pro měřicí sondu. V této části je také popsána realizace dané metody a jsou zde naměřena data na vzorcích niklu. Z měření jsou vzaty dvě hodnoty frekvencí, na kterých byla aplikována Hornova statistika.

Pro zajištění přívětivosti měření je sonda rozšířena o zvukovou kartu, která nahrazuje generátor a osciloskop z předchozího měření. Tímto je zajištěna možnost zpracovávat naměřené hodnoty vytvořeným programem s grafickým rozhraním, který přepočítává data na tloušťku vzorku. Následně bylo vytvořeno prostředí pro kalibraci využívající Hornovu statistiku. Celá soustava byla otestována, zjištěna chybovost měření a odladěna pro správné měření tloušťek.

Závěrem je možno konstatovat, že zvolená metoda a následná realizace je vhodná pro měření dle zadání, tedy pro teplotu 80 °C a pH 4. V praxi je však nutné provést kalibraci pro měření v daném prostředí.

Seznam literatury

[1] ZÁHORSKÝ, Z. Měření tloušťky vrstev. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 39 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Petr Beneš, Ph.D. Dostupné z:

https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=9078

[2] BESHAIJOVÁ PELIKÁNOVÁ, PH.D., Ing. Ivana. Metody měření tloušťky tenkých vrstev. feld.cvut.cz [online]. 2006 [cit. 2015-01-27]. Dostupné z:

http://martin.feld.cvut.cz/~pelikano/vyuka/TEP/Urb/Predn_120106.pdf

[3] ŠROUB, Jan. Metoda vířivých proudů [online]. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2004 [cit. 2015-01-27]. Dostupné z:

www.cdm.cas.cz/czech/hora/vyuka/tdk/sem2004/EC_SROUB.doc. Semestrální práce.

[4] Elektromagnetické měření tloušťky galvanických povlaků. In: NDT1 KRAFT [online]. 2010 [cit. 27.1.2015].

Dostupné z: <http://www.ndtone.com/docs/prednaskaGalv.pdf>

[5] ČSN EN14571. Kovové povlaky na nekovových podkladových materiálech - Měření tloušťky povlaku: Odporová metoda. Praha: Český normalizační institut, 2006.

[6] SMOOT, WILLIAM, N.,. Resonant Frequency Measuring Device for Gauging Coating Thickness. [online] Příhl. 07.11.2007. MPT: G 01 N 27/72 (20060101), G01R 033/00 (), G01R 033/12 (), Čís. patentu 4,005,359. United States Patent and Trade-mark Office. [vid. 7 Květen 2015] dostupné na: <http://patft.uspto.gov/netacgi/nph-Parser?Sect2=PT01&Sect2=HITOFF&p=1&u=/netahtml/PT0/search-bool.html&r=1&f=G&l=50&d=PALL&S1=4005359.PN.&OS=PN/4005359&RS=PN/4005359k=M/odmL1L2>

[7] MELOUN, Milan; Jiří MILITKÝ. Kompendium statistického zpracování dat: metody a řešené úlohy včetně CD. Praha: Academia, 2002, 764 s. ISBN 80-200-1008-4.

[8] Haasz, V.; Sedláček, M.: Elektrická měření. Přístroje a metody (2. vydání). Monografie ČVUT, Praha 2005. ISBN: 80-01-02731-7.

[9] KUPHALDT, Tony R.. ibiblio.org [online]. [cit. 20.5.2015]. Dostupný na WWW: <http://www.ibiblio.org/kuphaldt/electricCircuits/Semi/03139.png>