

MÉTODO PARA EVALUACIÓN DE LA CONDUCTIVIDAD DE MUESTRAS DELGADAS POR CORRIENTES INDUCIDAS

A. Lois¹, H. Mendonça², M. Ruch²

¹ Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Gral. Pacheco - Argentina

² Grupo de Métodos Electromagnéticos - Investigación Aplicada en Métodos no Destructivos (IAMEND) - Unidad de Actividad Ensayos No Destructivos y Estructurales (ENDE) - Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA)
Av. del Libertador 8250 - (C1429BNP) - Buenos Aires - Argentina
e-mail: cbasicas@frgp.utn.edu.ar

Utilizando el método de ensayo por corrientes inducidas, a partir de la medición de la variación de impedancia de la bobina de ensayo, es posible inferir la conductividad eléctrica de un material conductor de la corriente eléctrica. El modelo que se aplica para esa inferencia exige una calibración del sistema con patrones de conductividad certificada. Las normas de ensayo exigen que el espesor de la muestra sea por lo menos 2,6 veces la profundidad de penetración d de las corrientes en ese material a la frecuencia de ensayo f , para que aquéllas se amortigüen totalmente en el interior de la muestra. Por otro lado, para que la sensibilidad del procedimiento a variaciones de conductividad sea alta, es recomendable que la frecuencia de ensayo sea relativamente baja. De esta manera funcionan los equipos comerciales de evaluación de conductividad.

Pero, a veces se requiere evaluar la conductividad de muestras cuyo espesor no supera la profundidad de penetración de las corrientes en ese material a las frecuencias de ensayo. En este caso, el modelo incorporado en esos equipos pierde validez. Para salvar esto, se propone la aplicación de un modelo que toma en cuenta el espesor finito de las muestras. Este modelo se ha programado en MATHEMATICA[®] y permite calcular la conductividad de muestras delgadas, de espesor conocido, a partir de mediciones de la variación de impedancia de una bobina, y del uso de patrones de conductividad.

The electrical conductivity of an electrical conductor can be non-destructively inferred from measurements of the change in the impedance of an eddy current coil. The model which is used for such an inference requires a calibration of the system with a set of certified conductivity standards. According to the standards regulating these tests, the thickness of the specimens should be at least 2.6 times the penetration depth d of the eddy currents in the material at the test frequency f , in order that the former are totally damped inside the specimen. On the other hand, if a high sensitivity to slight conductivity variations is necessary, the use of a rather low test frequency is advisable. That is the way commercially available conductivity devices operate.

But sometimes it is necessary to evaluate the conductivity of specimens the conductivity of which do not exceed the skin depth of the eddy currents in the material at the test frequencies. In such cases, the model included in those equipments is no longer valid. As a means of skipping this shortcoming, a model which considers the finite thickness of the specimens is proposed. This model has been programmed in MATHEMATICA[®] and is suitable for the calculation of the conductivity of thin specimens, the thickness of which is known, from measurements of coil impedance variations and the use of conductivity standards.

INTRODUCCION

El método de corrientes inducidas permite, entre otras cosas, evaluar en forma no destructiva la conductividad eléctrica de materiales conductores [1,2]. Las normas de aplicación [3] exigen que el espesor de la muestra sea por lo menos 2,6 veces la profundidad de penetración d de las corrientes en ese material a la frecuencia de ensayo f , para que el efecto del espesor de la muestra pueda despreciarse. A los efectos de calcular la profundidad de penetración la norma establece que:

$$d = \frac{503.3}{\sqrt{fs}}$$

donde f se expresa en Hz, s (conductividad eléctrica) en S/m y d en m. De aquí puede deducirse

que aumentando la frecuencia, la profundidad de penetración disminuye y podrían de esa manera ensayarse muestras delgadas, pero, para que la sensibilidad del procedimiento a variaciones de conductividad sea alta, es recomendable que la frecuencia de ensayo sea relativamente baja. Esta situación de compromiso complica las mediciones de muestras que son delgadas en comparación con la profundidad de penetración correspondiente a ese material.

El propósito de este trabajo es contribuir con un método analítico que pueda servir para la medición de la conductividad eléctrica de muestras delgadas mediante un ensayo de corrientes inducidas. Estos cálculos se basan en el bien conocido modelo de Dodd y Deeds [4], quienes proponen una solución analítica al problema de las corrientes inducidas en un material conductor

compuesto de dos capas y la representación de dicha solución en el plano de impedancias complejas.

Utilizando un equipo MAD8D™ se inducen corrientes eléctricas en las probetas y se obtienen lecturas correspondientes a las mismas para diferentes frecuencias, almacenándose dichas lecturas en un archivo informático. Estas lecturas contienen información sobre lift-off y conductividad y son la superposición de tres variables: el espesor de la capa de óxido, la conductividad eléctrica del material y el espesor de la probeta. Con el fin de analizar esta información se diseñó un software específico para leer el archivo generado por el MAD8D™ y, mediante un archivo intermedio, hacerlo legible por el software MATHEMATICA®. En dicho software se implementó el modelo de dos capas de Dodd y Deeds [4], creándose rutinas específicas para ello, con el que se determinan los valores analíticos de conductividad de las muestras.

Este trabajo es parte de un proyecto para medir por corrientes inducidas el espesor de la capa de óxido crecido sobre la superficie de componentes de un reactor hechas con Zircaloy-4 y la cantidad de hidrógeno incorporada por dichos componentes en servicio.

MATERIALES Y MEDICIONES

Se utilizaron muestras de espesor 1 mm de Zircaloy-4 que fueron preparadas por Perotti [5] durante 1998 y 1999, por medio de un tratamiento controlado en autoclave en LiOH a 340°C, procedimiento del cual resulta un crecimiento de capas de ZrO₂ sobre las muestras y la difusión de una gran cantidad de hidrogeno en la matriz, el cual precipita como plaquetas de hidruro de circonio. Se usaron también los patrones de calibración de conductividad de Zetec, Inc, cuyos valores de conductividad se detallan en la Tabla 1.

Material	Conductividad Si/m	Conductividad % IACS
100% IACS	58.0·10 ⁶	100
Standard 1	58.47·10 ⁶	100.57
Standard 2	17.39·10 ⁶	29.91
Standard 3	5.405·10 ⁶	9.296
Standard 4	2.036·10 ⁶	3.502
Standard 5	0.554·10 ⁶	0.953
Zry-4 ^[1]	1.392·10 ⁶	2.39
ZrH _{1.59} ^[6]	1.32·10 ⁶	2.27

Tabla 1
Conductividad y resistividad de patrones certificados

Para hacer las mediciones experimentales se utilizó un equipo MAD8D™ de Eddy Current Technology, Inc. y un equipo MIZ-22™ de Zetec, Inc.

El software MATHEMATICA®, versión 2.2.3, de Wolfram Research, Inc. se utilizó para programar las rutinas de cálculo.

CALCULOS

Este trabajo se basa en el modelo de dos capas de Dodd y Deeds [4] que obtiene soluciones analíticas para problemas del cálculo de impedancias de la sonda. La siguiente ecuación fue utilizada para calcular la impedancia normalizada:

$$Z_{nor} = \frac{j}{2} \frac{\int_0^\infty \frac{1}{a^5} I^2(r_2, r_1) \langle 2(l_2 - l_1) + a^{-1} Q \rangle da}{\int_0^\infty \frac{1}{a^5} I^2(r_2, r_1) \langle (l_2 - l_1) + a^{-1} \{ e^{-a(l_2 - l_1)} - 1 \} \rangle da}$$

donde:

$$Q = \{ 2e^{-a(l_2 - l_1)} - 2 + [e^{-2al_2} + e^{-2al_1} - 2e^{-a(l_2 + l_1)}] \} G$$

y

$$G = \frac{(a + a_1)(a_1 - a_2) + (a - a_1)(a_1 + a_2) \exp(2a_1 c)}{(a - a_1)(a_1 - a_2) + (a + a_1)(a_1 + a_2) \exp(2a_1 c)}$$

$$I(r_2, r_1) = a^2 \int_{r_1}^{r_2} r_0 J_1(ar_0) dr_0$$

$$a_i = \sqrt{a^2 + j\omega\mu\sigma_i}$$

Las constantes l_1, l_2, r_1, r_2 , corresponden a las dimensiones de la sonda, como se muestra en la Figura 1,

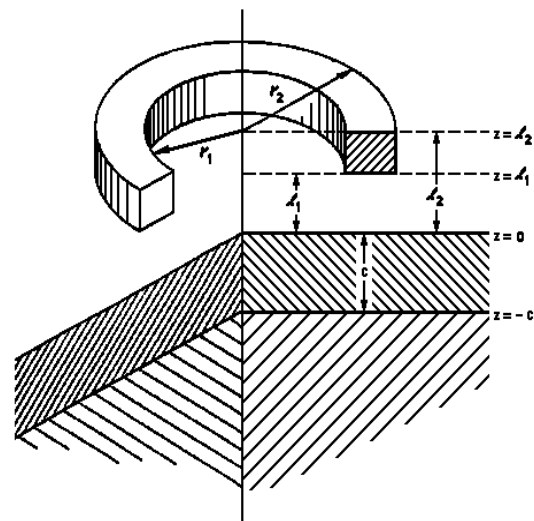


Figura 1.
Esquema de la disposición experimental ilustrando los parámetros usados en los cálculos.

y para los cálculos se utilizaron los valores correspondientes a la sonda que se usó en los experimentos.

Se desarrolló una rutina escrita en MATHEMATICA®, que es capaz de calcular impedancias de sonda utilizando el modelo mencionado. A fin de verificar el programa, se hicieron algunos cálculos, cuyos resultados se muestran en el gráfico de la Figura 2, el cual representa el plano de impedancia compleja. Los círculos en el gráfico de la Figura 2 representan las impedancias de sonda calculadas a 90 kHz, para diferentes valores de conductividad. Luego de seleccionar los valores de conductividad de los patrones 4 y 5, se calculó para ambos la curva de lift-off (circunferencias y cruces respectivamente en el gráfico de la Figura 2). Los mismos cálculos se repitieron para las otras tres frecuencias usadas en el trabajo experimental, es decir, 80, 120 y 160 kHz.

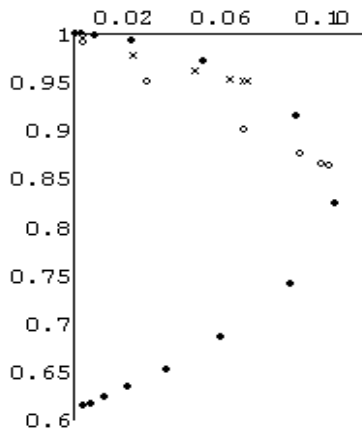


Figura 2. Plano de impedancia complejo calculado. Círculos: impedancias calculadas a 90 kHz, para diferentes valores de conductividad. Curvas de lift-off calculadas para los valores de conductividad de los patrones 5 (cruces) y 4 (circunferencias).

La información de las curvas de lift-off correspondientes a diferentes frecuencias fue obtenida con MAD8D™, y almacenada en archivos grabados en medio magnético. Con el objeto de analizar los datos experimentales con las herramientas teóricas diseñadas, se escribió un programa para leer los valores correspondientes a las tensiones medidas contenidas en los archivos generados por MAD8D™ y convertirlos a otro formato, compatible con MATHEMATICA®.

La Figura 3 representa, las tensiones medidas por MAD8D™, convertidas al formato intermedio y representadas por MATHEMATICA®. Las dos curvas de lift-off extremas corresponden a

los patrones 5 y 4 y las intermedias a curvas de muestras de Zircaloy-4 con diferente contenido de hidrógeno.

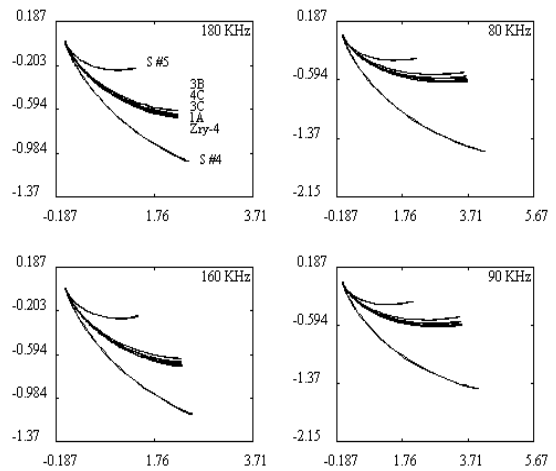


Figura 3. Tensiones medidas por el MAD8D y representadas por MATHEMATICA®. Unidades: volts.

Los datos adquiridos con el MAD8D™ y representados en la Figura 3 son los correspondientes a tensiones representadas en los ejes horizontal y vertical de la pantalla del monitor y, no necesariamente coinciden con las componentes real e imaginaria de la impedancia, las cuales son los ejes coordenados de la Figura 2. Para representar los datos medidos sobre el plano de impedancia en el cual se basan los cálculos matemáticos, se propone una transformación lineal, cuyos parámetros se determinan con MATHEMATICA®. Para esta determinación hacen falta seis puntos, tres de ellos medidos y tres calculados. Los tres puntos medidos son las tensiones correspondientes a los patrones de conductividad 4 y 5 y el punto de balance. Los tres calculados corresponden a los valores teóricos determinados por el modelo. De tal forma, se fijan tres puntos en el plano de impedancia y tres puntos en el plano de tensiones del monitor y, consecuentemente, los coeficientes de la transformación lineal pueden así determinarse. Una vez hecho esto, se usa una rutina también escrita en MATHEMATICA® para calcular numéricamente los valores desconocidos de conductividad.

RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 2 contiene los resultados de todos los experimentos y cálculos. La segunda y la tercer columna contienen los valores IACS leídos con el MIZ-22, obtenidos con una frecuencia de ensayo de

120 kHz y usando una sonda de tipo emisor/receptor. En el primer caso usando sólo una muestra (1 capa) y en el segundo apilando la muestra y dos chapitas de Zry-4 (2 capas). Las dos columnas siguientes contienen los valores de conductividad calculados a partir aquellos medidos. Se puede apreciar que los valores de conductividad aumentan al incrementar el número de capas. Calculando, de acuerdo a la norma [3],

$$d = 1,23 \text{ mm}$$
$$\text{y } 2,6d = 3,2 \text{ mm}$$

Las tres columnas de la derecha de la Tabla 2 muestran los valores de conductividad calculados con el software diseñado a partir de los datos adquiridos con MAD8D™ a 120 kHz, medidos con una muestra y dos de Zry-4 (3 capas), una muestra y una de Zry-4 (2 capas) y una muestra simple (1 capa). De esta forma, en todos los casos, la conductividad calculada disminuye con el incremento del número de capas, sin embargo, el valor calculado para la configuración de 3 capas es sólo un 10% menor que para la configuración de 1 capa. Posteriores mejoras en el software y en los métodos de adquisición de datos probablemente permitirán explicar la razón de este comportamiento.

CONCLUSIONES

El software que presentamos ofrece un método para el procesamiento de datos de corrientes inducidas para evaluar la conductividad eléctrica de muestras delgadas. Para reducir los efectos de la geometría sobre la conductividad calculada, que a su vez está relacionada con importantes propiedades de los materiales como su composición, es necesario continuar refinando los métodos de cálculo y de adquisición de datos experimentales.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue parcialmente financiado con fondos del Contrato de Investigación 6248 RB de la Agencia Internacional de Energía Atómica .

REFERENCIAS

- [1] V.S. Cecco, G. Van Drunen, F.L. Sharp, "Manual on eddy current method", Vol.1, Chalk River Nuclear Laboratories (1981).
- [2] Hugo Libby, "Introduction to Electromagnetic Nondestructive Test Methods" (Wiley-Interscience, 1971).
- [3] ASTM Standards: E 1004 – 91 Standard Test Method for Electromagnetic (Eddy-Current) Measurements of Electric Conductivity
- [4] C.V. Dodd, W.E. Deeds, "Analytical solutions to eddy-current probe-coil problems", J. Appl. Phys. 39, No 6, 1968, pp 2829-2838.
- [5] A. Perotti, "Evaluación no destructiva de capas de óxido sobre Zircaloy-4", Master Dissertation, Institute of Technology, San Martín University, Argentina, (1999).
- [6] P.W. Bickel, T.G. Berlincourt, "Electrical Properties of Hydrides and Deuterides of Zirconium", Phys. Rev. B, Vol. 2, No 12, 1970, pp. 4807-4813.
- [7] R.M. Rose, L.A. Shepard, J. Wulff, "Introducción a la Ciencia de Materiales, vol. 4: Propiedades electrónicas", (Limusa-Wiley S.A., 1968), pp. 92.

Espécimen	IACS % valores leídos con MIZ-22 1 capa	IACS % valores leídos con MIZ-22 3 capas	Conductividad calculada a partir de los valores IACS% 1 capa [Si/m]	Conductividad calculada a partir de los valores IACS% 3 capas [Si/m]	Conductividad calculada analíticamente 3 capas [Si/m]	Conductividad calculada analíticamente 2 capas [Si/m]	Conductividad calculada analíticamente 1 capa [Si/m]
Zry-4	1.593	2.337	$0.926 \cdot 10^6$	$1.359 \cdot 10^6$	$1.308 \cdot 10^6$	$1.344 \cdot 10^6$	$1.420 \cdot 10^6$
1A	1.563	2.317	$0.909 \cdot 10^6$	$1.347 \cdot 10^6$	$1.303 \cdot 10^6$	$1.341 \cdot 10^6$	$1.421 \cdot 10^6$
3C	1.514	2.289	$0.880 \cdot 10^6$	$1.331 \cdot 10^6$	$1.288 \cdot 10^6$	$1.330 \cdot 10^6$	$1.390 \cdot 10^6$
4C	1.489	2.284	$0.866 \cdot 10^6$	$1.328 \cdot 10^6$	$1.285 \cdot 10^6$	$1.325 \cdot 10^6$	$1.382 \cdot 10^6$
3B	1.397	2.233	$0.812 \cdot 10^6$	$1.298 \cdot 10^6$	$1.282 \cdot 10^6$	$1.309 \cdot 10^6$	$1.373 \cdot 10^6$

Tabla 2

Valores IACS medidos con MIZ-22, conductividad calculada a partir de los valores medidos,
conductividad calculada analíticamente a partir de los datos tomados con MAD8D