



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06.07.78
(21) (PV 4520-78)

(40) Zveřejněno 31.10.79
(45) Vydáno 30.09.83

199461

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 25 F 3/14

(75)

Autor vynálezu

Landa Václav ing. a
Pechman Miloš ing., Praha

(54)

ZAPOJENÍ ELEKTRICKÉ ČÁSTI ZAŘÍZENÍ PRO SELEKTIVNÍ LEPTÁNÍ METALOGRAFICKÝCH VÝBRUSŮ

Vynález se týká zapojení elektrické části zařízení pro selektivní leptání metalografických výbrusů a snímání potenciodynamických nebo intenziostatických křivek, jehož funkční část je spojena s elektrickou částí kabelem. Zařízení je určeno zejména pro automatické snímání metalografických výbrusů, nebo pro automatické snímání jejich potenciodynamických křivek (proud - potenciál) na připojeném souřadnicovém zapisovači.

Z hlediska všeobecné fyzikálně-chemické aplikace se potenciostaty používají v různých oborech a slouží při studiu rychlosti a řízení elektrodových dějů, pro snímání polarizačních křivek kovových materiálů, pro studium koroze kovů při zvolených potenciálech, pro selektivní vylučování a anodické rozpouštění, při elektrolýze organických látek a podobně. V současné době se potenciostaty v tuzemsku nevyrábějí a existují jen v několika laboratorních prototypch, popřípadě jsou dováženy. Funkce uvedených zařízení je jednodušší a tato vykazují různé nedostatky; například nedostatečný výstupní proud, malý rozsah referenčního napětí. Měření lze provádět pouze ručně bod po bodu přičemž se užívají mechanicky poháněné můstky, jako Kohlrauschův duben nebo spirálový potenciometr, které se používají jako zdroj referenčního napětí, nebo je nutno používat externí generátory funkce, které často pro tak pomalé děje nevyhovují nebo je nutno užívat poměrně drahé z dovozu. Rovněž úpravy

struktury na výbrusech kovových materiálů, se provádějí buď chemickými činidly, elektrolytickým leštěním a leptáním, vakuovým, iontovým, nebo potenciostatickým leptáním a zahříváním na vzduchu. Uvedené metody nejsou univerzální a lze je s výhodou použít pouze v určitých vymezených případech.

Potenciostatické leptání metalografických výbrusů je jednou z velmi progresivních metod vyvolání struktury zkoumaného materiálu. Dovoluje nejen stejně kvalitní naleptání celé řady výbrusů ze stejného materiálu, ale v četných případech selektivní leptání vybraných strukturních součástí, což je důležité v kvantitativní metalografii, zvláště při používání monitorových analyzátorů obrazu.

Funkční část zařízení, tzv. leptací buňka, je provedena například podle autorského osvědčení č. 176440, a je ovládána elektronickým zařízením. Vlastní elektronické zařízení, pracující ve spojení s uvedenou leptací buňkou s příslušnými elektrodami, je přístroj pro studium a kontrolu kovových materiálů a pro sledování elektrodoových dějů při kontrolovaných potenciálech. Způsob měření se provádí převážně potenciostatickou metodou, t.j. metoda měření závislosti proudu na napětí, kde nezávislá veličina - potenciál - je konstantní a její průběh se měří řízeně a dostaneme tzv. potenciostatickou křivku.

Naproti tomu, pro některé účely je výhodný i způsob měření za konstantního proudu, tzv. intenziostatická křivka. Při známém potenciostatickém leptání metalografických výbrusů dochází ke značným nepřesnostem při měření, k rozkmitání celého elektrického okruhu, k častému přerušení elektrického okruhu vlivem plynových bublinek a podstatnou nevýhodou stávajících zařízení je rovněž zdlouhavá manipulace jak při umístění výbrusu do leptací buňky, tak při vlastním měření a snímání dynamických křivek.

Uvedené nevýhody odstraňuje zapojení elektrické části zařízení pro selektivní leptání metalografických výbrusů a snímání potenciodynamických nebo intenziostatických křivek podle vynálezu. Funkční část zařízení je spojena s elektrickou částí kabelem. Podstata vynálezu spočívá v tom, že vstupní obvod je tvořen prvním operačním zesilovačem o vysokém vstupním odporu, na jehož výstup jsou za sebou napojeny druhý operační zesilovač, třetí operační zesilovač a koncový proudový výkonový zesilovač, který je přes proudové měřidlo a kalibrační přepínač propojen na zpětnovazební odpor. Zpětnovazební odpor je zpětně spojen se vstupem do součtového bodu porovnávacího obvodu prvního operačního zesilovače, do kterého je současně připojen výstup elektronického rampového zdroje s volitelným referenčním napětím v rozsahu od -5 V do + 12 V a volitelnou časovou strmostí jeho lineárního napěťového vzrůstu. Elektronický rampový zdroj je napojen na napěťové měřidlo. Výstup koncového proudového výkonového zesilovače je v průběhu leptání propojen přes časové relé, jehož spínací doba je volitelná. Podle dalšího význaku je v průběhu měření připojena na kalibrační přepínač leptací buňka s elektrodami. Podle posledního význaku vynálezu je pro intenziostatický způsob měření připojen na přepnutý přepínač funkce normálový odpor.

Zapojení podle vynálezu umožňuje poměrně široké možnosti použití zařízení, přičemž manipulace s ním je velmi jednoduchá. Jedná se zejména o rychlé a stejnoměrné naleptání řady výbrusů, jednoduchou obsluhu a funkci. Rovněž je možno zcela automaticky provádět animání potenciodynamických křivek, nebo po přepnutí provozovat zařízení ve funkci intenziostatu, t.j. při konstantním proudu, závislém na připojeném normálovém odporu. Na základě sejmutých potenciodynamických křivek lze provádět leptání vzorků ve zvolených potenciálech automaticky a při určených časových expozicích. Nastavení leptacího potenciálu nebo výchozího napětí referenčního rampového zdroje lze volit plynule v rozsahu od -5 V do + 12 V a strmost růstu tohoto napětí možno volit v rozmezí 1, 3, 6 nebo 12 minut. Časový spínač, ovládající dobu leptání, lze nastavit v rozsahu 1 až nejméně 400 sekund.

Příkladné provedení zapojení podle vynálezu u zařízení pro selektivní leptání a snímání potenciodynamických křivek metalografických výbrusů je schematicky znázorněno na přiloženém výkresu blokového zapojení jednotlivých funkčních elektronických obvodů tohoto zařízení.

Zapojení zařízení pro selektivní leptání metalografických výbrusů a snímání potenciodynamických nebo intenziostatických křivek sestává z elektrické a funkční části, propojených vzájemně kabelem. Elektrická část zařízení sestává z elektronických obvodů, tvořících regulační soustavu výstupního napětí nebo proudu. Vstupní obvod tvoří první operační zesilovač 1 o vysokém stupni odporu MOS, který pracuje jako porovnávací obvod a impendanční převodník. Na první operační zesilovač 1 je za sebou napojen druhý operační zesilovač 2 a třetí operační zesilovač 3 napětí a koncový proudový výkonový zesilovač 4, který je přes proudové měřidlo 6 a kalibrační přepínač 10 propojen na zpětnovazební odpor 11. Zpětnovazební odpor 11 je spojen zpětně se vstupem do součtového bodu porovnávacího obvodu prvního operačního zesilovače 1. Do prvního operačního zesilovače 1 je současně připojen výstup elektronického rampového zdroje 5. Elektronický rampový zdroj 5 má referenční napětí libovolně stavitelné na konstantní hodnotu v rozsahu například od -5 do + 12 V a/nebo tento napěťový rozsah probíhá z výchozího bodu ve čtyřech určených intervalech 1, 3, 6 nebo 12 minut, přičemž výstupní hodnota tohoto napětí je udávána napěťovým měřidlem 13. Výstupní proud je s výhodou současně ovládán časovým relé 14, jehož spínací dobu lze volit například v rozsahu 1 až nejméně 400 sekund.

Na zařízení lze s výhodou připojit pomocí kalibračního přepínače 10 v poloze měření funkční část, tj. leptací buňku s elektrodami P, R a V, popřípadě při přepnutí přepínačem 15 funkce připojit normálový odpor 17 a změnit tak funkci zařízení na intenziostatický způsob měření. Funkční část zařízení, tj. leptací buňka provedená podle vynálezu čs. autorského osvědčení č. 176540, je zde znázorněna pouze schematicky pro názornost připojených elektrod. Elektrická ovládací část přístroje, což je regulační soustava, je založena na servoelektrickém řízení výstupního napětí nebo proudu. Velikost výstupní veličiny možno nastavit buď na konstantní hodnotu ručně, nebo měnit podle časového programu změnou referenčního napětí, které dodává elektronický rampový zdroj 5.

Referenční napětí rampového zdroje 5 se porovnává v porovnávacím obvodu se skutečným napětím mezi vzorkem 8 a referenční kalomelovou elektrodou 7. Regulační odchylka se zesílí v dalších stupních prvního, druhého a třetího operačního zesilovače 2,3,4 výkonově tak, aby výstupní veličina (proud $\max = 1 \text{ A}$), přiváděná přes proudové měřidlo 6 na pomocnou platinovou elektrodu 9, tuto odchylku zmenšovala na trvalé chybové vstupní napětí. Tato trvalá regulační odchylka je nepřímě úměrná celkovému zesílení v otevřené regulační smyčce zesilovacího řetězu. Regulační řetězec se skládá z prvního operačního zesilovače 1 se vstupem MOS-FET, který pracuje jako porovnávací obvod a převodník impedance, z druhého operačního zesilovače 2 o konstantním zesílení a ze třetího operačního zesilovače 3, který pracuje jako napěťový budič proudového výkonového zesilovače 4. Výstupní proud se vede přes rozpínací kontakt h_1 časového relé 14 a proudové měřidlo 6 a přes kalibrační přepínač 10 na zpětnovazební odpor Rzv 11 při kalibraci poloha I kalibračního přepínače 10, nebo při měření poloha II kalibračního přepínače 10 do funkční části na příslušné elektrody leptací buňky. K těmto elektrodám je připojen souřadnicový zapisovač 12. Zpětnovazební napětí je, vznikající při kalibraci na zpětnovazebním odporu Rzv 11, nebo při měření na referenční kalomelové elektrodě 7, se vede zpět na porovnávací obvod do sčítacího bodu prvního operačního zesilovače 1, kde vytváří vstupní chybové napětí Δe , neboť do téhož bodu je současně přivedeno referenční napětí z elektronického rampového zdroje 5 jehož velikost lze libovolně nastavit na konstantní hodnotu nebo lineárně měnit se zvolenou strmostí v závislosti na čase. Jeho velikost udává napěťové měřidlo 13. Časové relé 14 ovládá výstupní proud při potenciostatickém intenziostatickém leptání vzorku 8 ve zvoleném časovém intervalu. Přepínač 15 funkce umožňuje přepnout zařízení z funkce potenciostatu poloha P na funkci intenziostaticu poloha I tím, že se do série se vzorkem 8 připojí normálový odpor R_N 17.

Elektronické obvody jsou napájeny ze stabilizovaného síťového zdroje 16 stejnosměrného napětí. Příkladem zapojení tohoto zařízení a osazení tuzemskými monolitickými integrovanými obvody a operačními zesilovači, představuje přístroj s vysokými parametry, dobrou stabilitou a linearitou a účelným vysoce efektivním využitím při zpracování metalografických výbrusů.

Zařízení podle vynálezu umožňuje tyto základní funkce:

Příklad 1

Snímání potenciostatické polarizační křivky se provádí tak, že po připojení elektrodového systému leptací buňky sestávající z referenční kalomelové elektrody 7, vzorku 8 a pomocné platinové elektrody 9, a souřadnicového zapisovače 12 a po vložení zkoumaného vzorku 8 se nastaví elektronický rampový zdroj 5 na výchozí hodnotu například -4 V . Potom se přepne kalibrační přepínač 10 z polohy kalibrace (I) do polohy měření (II) a vybaví se tlačítkem "Start" elektronického rampového zdroje 5. Při zvolené strmosti časového průběhu 1, 3, 6 nebo 12 minut referenčního napětí je poté snímána automaticky celá polarizační křivka. Po skončení zápisu lze stlačením startovacího tlačítka

ka vrátit elektronický rampový zdroj 5 skokem do výchozí hodnoty referenčního napětí -4 V.

Příklad 2

Potenciostatické leptání vzorku 8. Podle záznamu potenciostatické křivky daného materiálu ve zvoleném elektrolytu se naleznou oblasti rozpouštění strukturních složek, vyjádřené v mV. Po nastavení tohoto potenciálu na elektronickém zdroji 5 a po zvolení vhodné leptací doby časového relé 14, stisknutím tlačítka "Čas" probíhá leptání vzorku 8, v daném časovém intervalu potenciostaticky. Poté lze provést sérii leptání stejných výbrusů vložení vzorku 8 do leptací buňky a stisknutím tlačítka "Čas".

Příklad 3

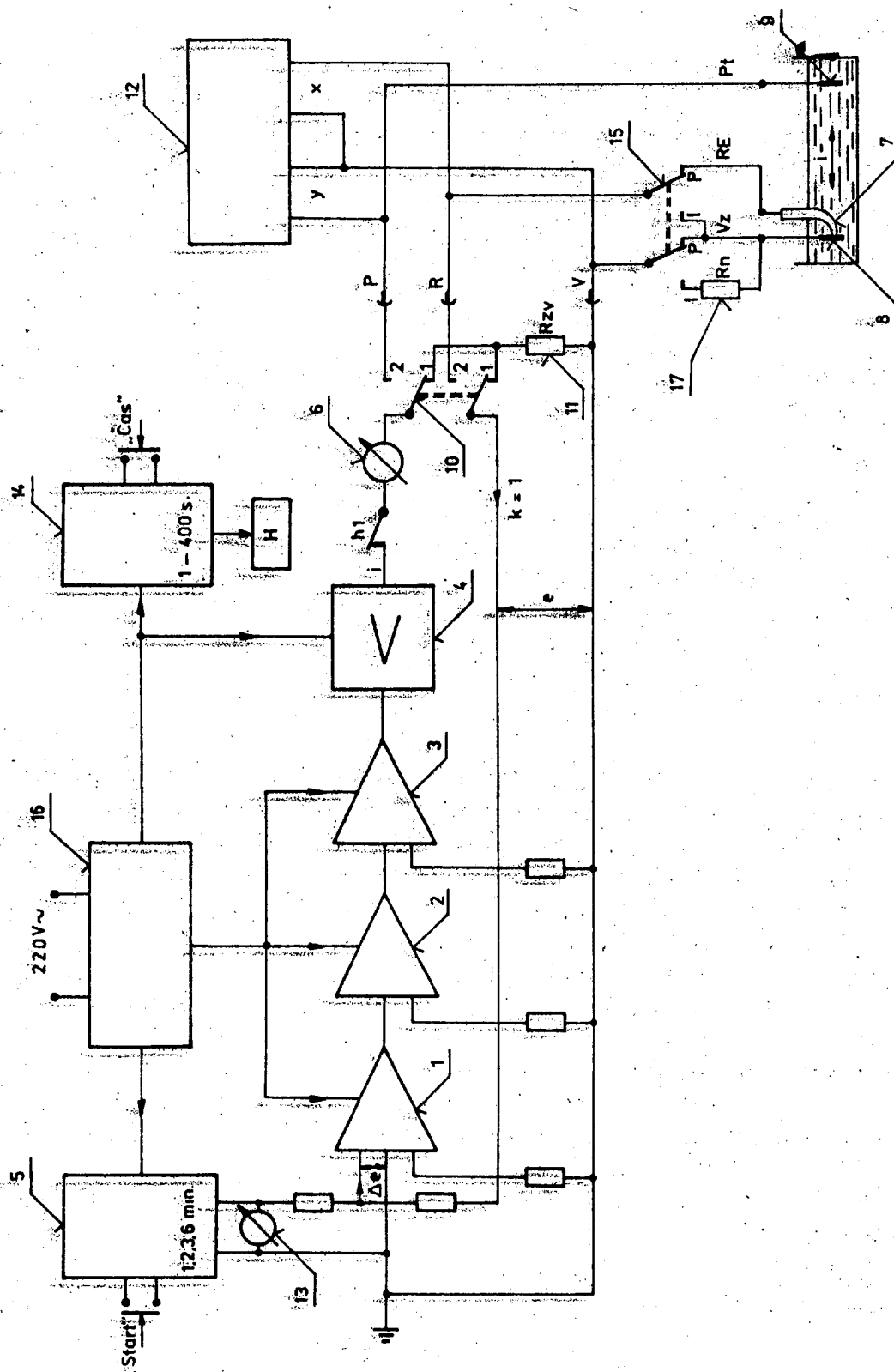
Intenziostat - přístroje možno provozovat ve funkci intenziostatu přepnutím přepínače 15 funkce z polohy (P) do polohy (I). Tím se zapojí mezi svorky R a V normálový odpor, například 100 Ω.

Žádaný proud se nastaví buď pomocí referenčního napětí elektronického rampového zdroje 5, nebo po stisknutí tlačítka "Start" se získá proud lineárně vzrůstající ve zvoleném časovém intervalu, a tím se leptá vzorek 8 buď při konstantním proudu, nebo se snímá intenziostatická křivka v závislosti na lineárně vzrůstajícím proudu.

Předmět vynálezu

1. Zapojení elektrické části zařízení pro selektivní leptání metalografických výbrusů a snímání potenciodynamických nebo intenziostatických křivek, jehož funkční část je spojena s elektrickou částí kabelem, vyznačené tím, že vstupní obvod je tvořen prvním operačním zesilovačem (1) o vysokém stupni odporu, na jehož výstup jsou napojeny za sebou druhý operační zesilovač (2), třetí operační zesilovač (3) a koncový proudový výkonový zesilovač (4), který je přes proudové měřidlo (6) a kalibrační přepínač (10) propojen na zpětnovazební odpor (11), který je zpětně spojen se vstupem do součtového bodu porovnávacího obvodu prvního operačního zesilovače (1), do kterého je současně připojen výstup elektronického rampového zdroje (5) s volitelným referenčním napětím v rozsahu od -5 V do + 12 V a volitelnou časovou strmostí jeho lineárního napětového vzrůstu a napojeným na napětové měřidlo (13), přičemž výstup koncového proudového výkonového zesilovače (4) je v průběhu leptání propojen přes časové relé (14), jehož spínací doba je volitelná.
2. Zapojení podle bodu 1, vyznačené tím, že v průběhu měření je na kalibrační přepínač (10) přes přepínač (15) připojena leptací buňka s elektrodami.

3. Zapojení podle bodu 2, vyznačené tím, že pro intenziostatický způsob měření je na přepnutý přepínač (15) funkce připojen normálový odpor (17).



Obr. 1