

Особенности контроля толщины многокомпонентных покрытий радиационными методами с использованием бета-излучения

В. С. ПАРНАСОВ

Рассмотрены дополнительные погрешности при контроле толщины покрытий, которые возникают из-за многокомпонентности состава материалов покрытия и подложки и могут существенно повлиять на применимость бета-альбедного метода измерения. Найден усовершенствованный, более точный способ измерения толщины покрытия переменного состава бета-альбедным методом.

There are shown some additional errors during the control of coating thickness, due to multicomponent composition of coating material and substrate which can substantially influence the application of beta-albedo measuring method. Advanced, more accurate method of measuring thickness of coating of variable composition was found by beta-albedo method.

Измерение толщины многокомпонентных покрытий заключается в оценке суммарной интенсивности обратнорассеянного излучения от объекта контроля, которое включает слагаемые от каждого из элементов в зависимости от его атомного номера. При этом измерение этой интенсивности может быть проведено с использованием детекторов, например, сцинтилляционных. В этом случае о толщине покрытия судят по суммарной интенсивности флуоресцентного излучения всех составляющих его элементов.

Нестабильность относительного состава сложных покрытий изменяет суммарную интенсивность флуоресцентного излучения вследствие разного избирательного возбуждения элементов с меньшим атомным номером флуоресцентным излучением элементов с большим атомным номером.

Рассмотрим измерение толщины четырехкомпонентного покрытия типа Ni—Cr—Al—Y на деталях их жаропрочного сплава ЖС-6У.

Обычно альбедный толщиномер покрытий состоит из первичного измерительного преобразователя (ПИП) и блока обработки информации (БОИ).

Проанализируем влияние на точность полученных результатов контроля атомных номеров покрытия и подложки и их стабильности.

Расчет эффективных атомных номеров материалов покрытия и подложки, с учетом колебания состава, дает $Z_{эфф} = 25,10 \dots 25,70$ для покрытия, $Z_{эфф} = 30,95 \dots 32,14$ для подложки.

Так как даже в наихудшем случае разность атомных номеров не меньше пяти единиц, а толщина покрытий лежит в пределах 20—50 мкм [1], задача контроля толщины покрытия решается с помощью бета-альбедных толщиномеров [2]. Однако из-за многокомпонентности состава материалов покрытия и подложки возникают дополнительные погрешности, которые могут существенно повлиять на применимость того или иного метода измерения, в том числе и бета-альбедного.

Определим влияние неоднородности состава покрытия на примере эмпирических кривых, полученных для реальных ПИП, но перед этим коротко остановимся на механизме возникновения дополнительной погрешности.

Рассмотрим известную модель функционирования

$$x = -A_1 \ln[(n_\infty - n_x)/(n_\infty - n_0)],$$

где x — результат измерения толщины или поверхностной плотности покрытия; A_1 — постоянный коэффициент, зависящий от состояния подложки и покрытия, а также используемого источника; n_0 — средняя частота импульсов от ПИП при измерении на подложке без покрытия; n_∞ — средняя частота импульсов при толщине покрытия больше толщины насыщения («бесконечная» толщина; как правило, $x_\infty > 3A_1$); n_x — средняя частота при измерении покрытия.

Дополнительная погрешность возникает из-за того, что состав покрытия и подложки в точке измерения отличается от тех, для которых были измерены n_0 и n_∞ . При этом возникают значительные погрешности Δn_{z0} и Δn_{zx} .

Вводя обозначение

$$n_H = (n_\infty - n_x)/(n_\infty - n_0), \quad (1)$$

получаем $x = -A_1 \ln n_H$ и $\delta_x = \Delta x/x = \Delta n_H/(f \ln n)$.

Величину Δn_H определим частным дифференцированием

$$\Delta n_H = \left| \frac{\partial n_H}{\partial n_\infty} \right| \Delta n_\infty + \left| \frac{\partial n_H}{\partial n_0} \right| \Delta n_0 + \left| \frac{\partial n_H}{\partial n_x} \right| \Delta n_x$$

или, подставив (1):

$$\Delta n_H = \frac{|n_x - n_0|}{(n_\infty - n_0)^2} \Delta n_\infty + \frac{|n_x - n_\infty|}{(n_\infty - n_0)^2} \Delta n_0 + \frac{1}{|n_\infty - n_0|} \Delta n_x.$$

Переходя к дисперсиям, получаем:

$$\sigma_{n_H} = \sqrt{\left[\frac{n_x - n_0}{(n_\infty - n_0)^2} \right]^2 \sigma_{n_\infty}^2 + \left[\frac{n_x - n_\infty}{(n_\infty - n_0)^2} \right]^2 \sigma_{n_0}^2 + \left[\frac{1}{(n_\infty - n_0)} \right]^2 \sigma_{n_x}^2}$$

В итоге

$$\delta_x = \frac{k}{\ln \left(\frac{n_\infty - n_x}{n_\infty - n_0} \right)} \sqrt{\left[\frac{n_x - n_0}{(n_\infty - n_0)(n_\infty - n_x)} \right]^2 \sigma_{n_\infty}^2 + \frac{1}{(n_\infty - n_0)^2} \sigma_{n_0}^2 + \frac{1}{(n_\infty - n_x)^2} \sigma_{n_x}^2},$$

где $k=1 \dots 3$ в зависимости от выбранного доверительного интервала.

Относительные погрешности результатов измерения, определенные нестабильностью состава покрытия или подложки:

$$\delta_{xZ_0} = \frac{1}{|n_\infty - n_0|} \frac{k \sigma_{nZ_0}}{\ln \left(\frac{n_\infty - n_x}{n_\infty - n_0} \right)}; \quad (2)$$

$$\delta_{xZ_\infty} = \frac{k \sigma_{nZ_\infty} |n_x - n_0|}{|(n_\infty - n_0)(n_\infty - n_x)| \ln \left(\frac{n_\infty - n_x}{n_\infty - n_0} \right)}. \quad (3)$$

Для определения средних квадратических отклонений частот n_0 и n_∞ из-за нестабильности эквивалентного атомного номера Z (соответственно σ_{nz_0} и σ_{nz_∞}) необходимо воспользоваться так называемой Z -зависимостью ПИП, описывающей среднюю частоту импульсов n как функцию от Z исследуемой поверхности: $n=f(Z)$. С учетом $\Delta n_z \cong f'(Z)\Delta Z$, переходя к дисперсиям, получаем:

$$\begin{aligned} \sigma_{nz_0} &\cong f'(Z_0)\sigma_{Z_0}; \\ \sigma_{nz_\infty} &\cong f'(Z_\infty)\sigma_{Z_\infty}; \\ \sigma_Z &= \sqrt{\sum_{i=1}^n (Z_i\sigma_{0i})^2}, \end{aligned} \quad (4)$$

где σ_{0i} — среднее квадратическое отклонение концентрации i -го элемента.

Таким образом, для оценки доли относительной погрешности измерения, обусловленной нестабильностью состава покрытия и подложки, необходимо определить Z -зависимость для выбранного ПИП и ее производную и значения в точках $Z=Z_0$ и $Z=Z_\infty$, по заданным отклонениям концентраций элементов найти средние квадратические отклонения $Z_{эфф}$ и затем по (2) или (3) рассчитать соответствующую относительную погрешность измерения толщины покрытия или поверхностной плотности.

Так как Z -зависимость в общем виде аналитического описания не имеет, в качестве примера рассмотрим несколько реальных Z -зависимостей.

Измерения проводили с использованием первичных измерительных преобразователей БДБХ-1К4, УДЛБ-1К и ДОТ-2 от трех толщиномеров покрытий: РТВК-3К, РТВК-2К и «Бета-микрометр-2» [2].

Были сняты экспериментальные зависимости интенсивности обратнорассеянного излучения от атомного номера Z подложки на указанных ПИП. Для их аппроксимации применяли эмпирическое выражение

$$f(Z) = f(13,6) \{1 + C_1 [f(28)/f(13,6) - 1] (Z - 13,6)^m [1 + C_2 (Z - 13,6)^m]\}.$$

Производная Z -зависимости имела вид

$$f'(Z) = f(13,6) \{m C_1 [f(28)/f(13,6) - 1] (Z - 13,6)^{m-1} [1 + 2C_2 (Z - 13,6)^m]\}.$$

Значения коэффициентов C_1 , C_2 и m приведены в табл. 1.

Таблица 1

ПИП	C_1	C_2	m
БДБХ-1К4	0,12121	-0,00245	0,6952
РТВК-2К	0,03838	4,21419	0,3269
ДОТ-2С	0,11450	-0,009611	0,8436

Согласно (4) рассчитаем средние квадратические отклонения $Z_{эфф}$.

Используя аппроксимации $f(Z)$ и $f'(Z)$, найдем значения n_0 и n_∞ и соответствующие значения средних частот. Результаты расчетов для трех типов ПИП представлены в табл. 2 в виде средних квадратических отклонений частот, обусловленных нестабильностью состава.

ПИП	Материал	Z	σ_Z	$f(Z)$	$f'(Z)$	σ_{nz}	$\sigma_{nz}, \%$
БДБХ-1К4	ЖС-6У Покрытие	31,545	0,291	1581,6	25,5	7,420	0,47
		25,4	0,285	1414,3	29,2	8,322	0,59
РТВК-2К	ЖС-6У Покрытие	31,545	0,291	1974,1	39,9	11,611	0,59
		25,4	0,285	1708,6	46,9	13,387	0,78
ДОТ-2С	ЖС-6У Покрытие	31,545	0,291	15924	400,2	116,458	0,78
		25,4	0,285	13280	463,2	132,012	0,99

Таблица 2

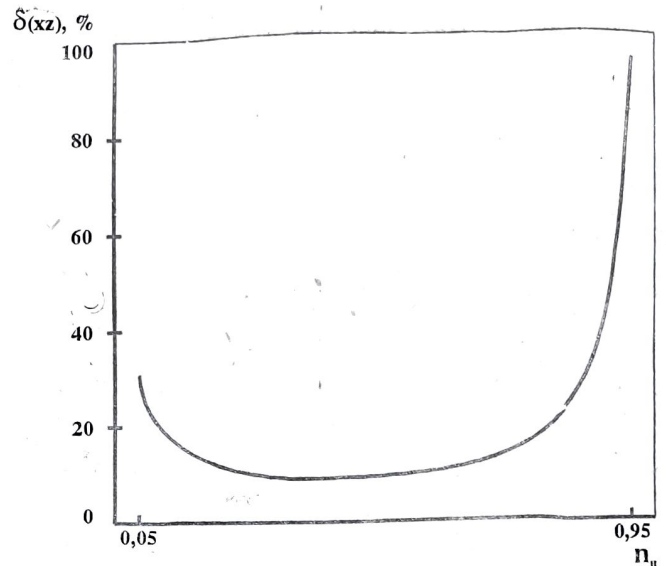


Рис. 1. Погрешность, обусловленная нестабильностью состава основания и покрытия

По приведенным в табл. 2 данным с учетом найденных по (2) и (3) значений δ_{fz} была рассчитана составляющая погрешности δ_{xz} как функция нормированной средней частоты n_n по (1) (см. рис. 1). Основным фактором, препятствующим использованию бета-альбедного метода (как и рентген-альбедного) для измерения толщины данного вида покрытий, является то, что состав покрытия образца (и Z_∞ соответственно), на котором было измерено n_∞ , отличается от состава покрытия в точке измерения, которому соответствовало бы значение \hat{n}_∞ (и \hat{Z}_∞) (\hat{n}_∞ — конкретная принадлежность точки измерения изделию из смеси).

Положение осложняется тем, что на Z_∞ , кроме состава, влияет также механическая обработка [2, 3] поверхности (ΔZ достигает 0,5 единиц), поэтому, даже если допустить, что удалось решить задачу определения состава покрытия (\hat{Z}_∞) в точке измерения (рентгенофлуоресцентным способом, например) с достаточной точностью, расхождение между \hat{n} и n_∞ останется и будет вносить дополнительную погрешность в результат измерения.

Тем не менее в пределах бета-альбедного метода можно снизить влияние колебаний состава покрытия на результат измерения его толщины.

Рассмотрим усовершенствованный способ измерения толщины покрытия переменного состава бета-альбедным методом. Суть его заключается в определении n_∞ непосредственно в точке измерения и исключении тем самым составляющей погрешности δ_{xz_∞} .

В основе способа лежит то, что глубина проникновения β -частиц и, соответственно, толщина «бесконечно толстого» слоя зависят от энергии выбранного бета-источника. Следовательно, если измеряется толщина покрытий в каком-то диапазоне с помощью источника энергии E_1 , то можно найти

источник энергией E_2 ($E_2 < E_1$), для которого толщина покрытий во всем диапазоне измерений будет соответствовать «бесконечной». Если с использованием источника энергией E_2 провести ряд измерений (не менее двух) на образцах с различными Z и толщиной, соответствующей «бесконечности», и в точках, где определяется Z_∞ , то путем интерполяции можно найти значение \hat{Z}_∞ .

В случае линейной интерполяции и двух измерений

$$Z_\infty = Z_1 + (Z_2 - Z_1)(n_\infty Z_\infty E_2 - n_\infty Z_1 E_2) / (n_\infty Z_2 E_2 - n_\infty Z_1 E_2). \quad (5)$$

Выполнив затем такие же измерения на тех же образцах, но с источником энергией E_1 , найдем оценку $n_\infty(Z_\infty, E_1)$, которую необходимо использовать в расчетах результата измерения вместо n_∞ . В случае линейной интерполяции

$$n_\infty(Z_\infty, E_1) = n_\infty(Z_1, E_1) + [n_\infty(Z_2, E_1) - n_\infty(Z_1, E_1)] \frac{Z_\infty - Z_1}{Z_2 - Z_1}. \quad (6)$$

Подставив значение Z , из (5) получим:

$$n_\infty(Z_\infty, E_1) = n_\infty(Z_1, E_1) + (n_\infty Z_2 E_1 - n_\infty Z_1 E_1) [n_\infty(Z_\infty, E_2) - n_\infty(Z_1, E_2)] / (n_\infty Z_2 E_2 - n_\infty Z_1 E_2). \quad (7)$$

Выражение (7) позволяет сделать вывод, что для оценки выражения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ нет необходимости знать точные значения Z_1, Z_2 и образцов. Это дает возможность в качестве образцов использовать материалы с примесями, сплавы и т. д. (при соблюдении условия однородности по поверхности). Для покрытия Ni—Cr—Al—Y в качестве образцов можно рекомендовать образцы из марганца ($Z=25$) и железа или стали ($Z \approx 26$).

Для применения данного способа определения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ непосредственно в точке измерения существенным может оказаться то, каковы погрешность определения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ и допустимые погрешности измерения средних частот, входящие в правую часть (7).

Погрешность определения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ имеет две составляющие: погрешность из-за дважды проводимой интерполяции Z -зависимостей и погрешность, возникающую из-за погрешностей измерения средних частот.

Чтобы оценить влияние погрешности интерполяции, воспользуемся эмпирическими аппроксимациями Z -зависимостей двух ПИП—БДБХ-ИК4 (источник E_2 — прометий-147) и БДБХ-ИК4 (источник E_1 — таллий-204), что соответствует измерению толщины покрытий Ni—Cr—Al—Y в диапазоне толщин 20—50 мкм. Проведем численный анализ относительной погрешности определения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ по формуле

$$\delta n_\infty(Z_\infty, E_1) = [n_\infty(Z_\infty, E_1) - n_\infty(Z_\infty, E_1)] \times 100 / n_\infty(Z_\infty, E_1),$$

где $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ находятся по Z -зависимости ПИП БДБХ-ИК4.

Из этих зависимостей следует, что при достаточно близко расположенных Z_1 и Z_2 (разность в 2—4 единицы) относительная погрешность оценки $n_\infty(Z_\infty, E_1)$, обусловленная интерполяцией (даже линейной), не превышает 0,002 %, что на 2—3 порядка меньше погрешности, обусловленной колебаниями состава покрытия.

Вопрос о влиянии относительных погрешностей измерения средних частот рассмотрим в следующей постановке: каковы должны быть допустимые относительные погрешности измерения $n_\infty(Z_1, E_1)$, $n_\infty(Z_2, E_1)$, $n_\infty(Z_1, E_2)$, $n_\infty(Z_2, E_2)$ и $n_\infty(Z_\infty, E_2)$, чтобы относительная погрешность вычисленного на их основе значения $n_\infty(Z_\infty, E_1)$ была по крайней мере вдвое меньше, чем погрешность n_∞ , обусловленная флуктуациями состава покрытия. В приближении предположим, что все рассматриваемые относительные погрешности одинаковы и равны δn . Проводя частное дифференцирование (7) и переходя к суммированию дисперсий, получаем полное выражение для доли относительной погрешности $\delta n(Z_\infty, E_1)$, обусловленной погрешностью измерения средних частот, которое в общем виде запишется как

$$\delta n(Z_\infty, E_1) = \rho(Z_\infty) \delta n.$$

Из этих примеров следует, что при $Z_1 < Z_\infty < Z_2$ для достижения поставленного выше условия

$$\delta n(Z_\infty, E_1) / n < 0,5 \delta n_Z$$

Объект измерения	Источник излучения E_1 Pm-147		Источник излучения E_2 Sr-90+Y-90	
	обозначение сигнала	значение сигнала	обозначение сигнала	значение сигнала
Основание — сталь P18	$n_0(E_1)$	1638	$n_0(E_2)$	5772
Композиция 1	$n_\infty(E_1)$	1357	$n(x, E_2)$	5361,3
Композиция 2	$n_\infty(E_1)$	1357	$n(x, E_2)$	5102,6
Композиция 3	$n_\infty(E_1)$	1357	$n(x, E_2)$	5091
Вспомогательный образец Cr	$n(Z_1, E_1)$	1291	$n(Z_1, E_2)$	3953
Композиция 4	$n_\infty(E_1)$	1494,8	$n(x, E_2)$	5520
Композиция 5	$n_\infty(E_1)$	1495	$n(x, E_2)$	5368
Композиция 6	$n_\infty(E_1)$	1495	$n(x, E_2)$	5248,4
Вспомогательный образец Ni	$n(Z_1, E_1)$	1438	$n(Z_1, E_2)$	4602
Вспомогательный образец латунь	$n(Z_2, E_1)$	1541	$n(Z_2, E_2)$	5022

Таблица 4

Поверхностная плотность медной фольги x_0 , г/м ²	Нормированный сигнал $N(x, E_2)$
Основа — ст. P118	0,0000
82,0	0,0989
137,2	0,1553
210,1	0,2479
336,4	0,3840
382,6	0,4245
457,2	0,4979
540,0	0,5532
584,0	0,5830
704,7	0,6585
1140,0	0,8638
Медь (массив)	1,0000

необходимо измерять частоты с относительной погрешностью не выше 0,001. Технически это достижимо, но при использовании источников с невысокой активностью и средних частотах импульсов (порядка 10000 в секунду) время измерения каждой величины должно быть не менее 100 с или порядка 600 с на одно значение $n(Z_\infty, E_1)$.

При реализации описываемого способа в качестве источника бета-излучения E_1 можно использовать источник электронного излучения на основе радонуклида Cd-109 ($E_1=88$ кЭв) или источник бета-излучения на основе Pm-147 ($E_1=220$ кЭв), для которых насыщение интенсивности потока обратнорасеянного бета-излучения достигается при толщинах соответственно более 40 и 150 г/м². Нормированная градуировочная характеристика $x = f[N(x, E_2)]$ толщиномером с источником бета-излучения на основе Tl-204 ($E_2=0,76$ МэВ) или Kr-85 ($E_2=0,67$ МэВ) позволяет проводить измерения толщины покрытия в диапазоне 40—220 г/м², а с источником бета-излучения на основе Sr-90+Y-90 ($E_2=2,2$ МэВ) — в диапазоне 80—1200 г/м². Для получения нормированной градуировочной характеристики можно использовать аттестованные стандартные образцы поверхностной плотности покрытия или металлической фольги — имитаторы покрытия с атомным номером, близким к эффективному значению атомного номера многоэлементного покрытия Z , так как градуировочная характеристика, связывающая толщину покрытия x в единицах поверхностной плотности (г/м²) и нормированный сигнал $N(x, E)$, справедлива для покрытий с атомным номером Z в некотором интервале $\Delta Z = \pm 5$. Следовательно, она применима для измерения толщины многоэлементного покрытия переменного состава. Для покрытий переменного состава с Z от 22 до 34 получить градуировочную характеристику толщиномером можно использованием стальных, никелевых или медных фольг. В качестве вспомогательных образцов целесообразно выбирать материалы с достаточно близкими атомными номерами, число образцов устанавливается из требований обеспечения

$N(x, E_2)$, о.е.

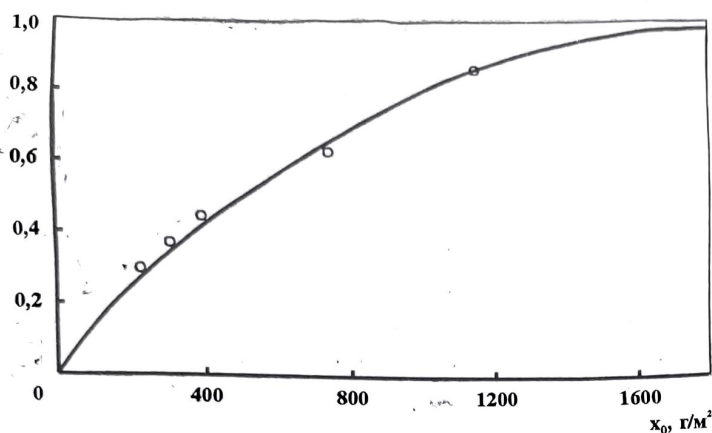


Рис. 2. Градуировочная характеристика толщиномера ТПРУ-1

Таблица 5

Номер композиции	Материал фольги	x_0 , г/м ²	Используемая пара вспомогательных образцов	Рассчитанные значения			Относительная погрешность $(x-x_0)/x_0$, %
				$n_\infty(E_2)$	$N(x, E_2)$	x , г/м ²	
1	Ст. 08 КП	236,6	Cr ($Z_1=24$) Ni ($Z_2=28$)	4244,4	0,2689	228,3	-3,5
2	То же	400,0	То же	4244,4	0,4382	395,3	-1,1
3	»	408,0	»	4244,4	0,4458	403,9	-1,0
1	»	236,6	Cr ($Z_1=24$) СтП18 ($Z_0=34,4$)	4307,4	0,2814	239,4	1,2
2	»	400,0	То же	4307,4	0,4578	417,4	4,4
3	»	408,0	»	4307,4	0,4657	427,0	4,7
4	Cu	210,1	Ni ($Z_1=28$) Латунь ($Z_2=29,4$)	4810	0,2620	222,2	5,8
5	То же	382,6	То же	4810	0,4382	395,0	3,3
6	»	540,0	»	4810	0,5442	527	-2,4

точности измерения. В этом случае значение интенсивности насыщенного потока $n_\infty(E_2)$, необходимого для реализации способа, можно рассчитать по соотношениям (5) — (7). Если проведено два измерения толщины покрытий с атомными номерами Z_1 и Z_2 с использованием источника энергией E_1 , получены значения $n(Z_1, E_1)$ и $n(Z_2, E_1)$, выполнено третье измерение на исследуемом покрытии и найдено значение $n_\infty(E_1)$, то, применив интерполяционный многочлен первой степени, можно рассчитать приближенное значение атомного номера исследуемого покрытия в точке измерения:

$$Z = Z_1 + (Z_2 - Z_1) [n_\infty(E_1) - n(Z_1, E_1)] / [n(Z_2, E_1) - n(Z_1, E_1)].$$

Были выполнены измерения стальных (сталь марки 08КП, $Z=26$) и медных ($Z=29$) покрытий на стальном основании марки Р18 ($Z=34,4$) широкодиапазонным толщиномером покрытий ТПРУ-1 [2] с преобразователями, содержащими Ртм-147 и Sr-90+Y-90. Образцы с покрытиями переменного состава имитировали созданием композиций, содержащих основание из стали Р18 и стальных и медных фольговых покрытий, наложенных на основание. Измеренные интенсивности потоков обратнорассеянного бета-излучения источников Ртм-147 и Sr-90+Y-90 приведены в табл. 3.

Градуировочная характеристика толщиномера $x = f[N(x, E_2)]$ была получена для медного покрытия на стали Р18 с использованием аттестованных медных фольг (результаты приведены в табл. 4 и на рис. 2).

Для нахождения x шести измеренных композиций использовали график градуировочной зависимости по данным табл. 4. Эта характеристика применима для реализации способа при атомных номерах многоэлементного состава с $Z = 29 \pm 5$.

Результаты определения поверхностной плотности стальных и медных фольговых покрытий для измеренных композиций представлены в табл. 5.

Относительная погрешность в пределах 1—6 %, полученная в этих экспериментах, соответствует требованиям к современной аппаратуре технологического контроля многокомпонентных покрытий, наносимых на ответственные изделия авиационной техники.

Таким образом, применение бета-альбедных методов для контроля многокомпонентных покрытий выгодно в силу относительной простоты и дешевизны реализующих их технических средств. Однако интегральные методы типа бета- и рентген-альбедных чувствительны к колебаниям составов подложки и покрытия, а также к эффектам обработки поверхности. Чтобы снизить влияние этих эффектов, можно воспользоваться способом измерения с помощью двух источников бета-излучения с последующим определением градуировочного значения интерполяцией. Снижение эффекта нестабильности состава в 2—3 раза возможно (например, на базе РТВК-3К после соответствующей модификации программы), однако препятствием является значительное время измерения. Чтобы уменьшить это время, можно использовать в качестве источника низкоэнергетического излучения рентгеновскую трубку и пропорциональный счетчик или полупроводниковый детектор в качестве устройства регистрации. Можно также применить бета-источники с большей активностью, но при этом необходимо решить вопросы, связанные с радиационной безопасностью.

ЛИТЕРАТУРА

- Сулима А. М., Шулов В. А., Ягодкин Ю. Д. Поверхностный слой и эксплуатационные свойства деталей машин. — М.: Машиностроение, 1988.
- Румянцев С. В., Парнасов В. С. Применение бета-толщиномеров покрытий в промышленности. — М.: Атомиздат, 1980.
- Тумулькан А. Д. и др. // Радиационное приборостроение. — М.: Атомиздат, 1971. — Вып. 1. — С. 3.

Методы контроля толщины покрытий на изделиях авиационной техники

В. С. ПАРНАСОВ

Рассмотрены характерные особенности контроля толщины многокомпонентных покрытий, используемых в авиационной технике, радиационными методами с применением рентгеновского излучения.

Characteristic features of thickness control of multicomponent coatings used in aircraft construction by radiation methods using X-radiation.

В основу классификации металлических и неорганических неметаллических покрытий по ГОСТ 9.306—85 [1] положен способ их получения: катодное восстановление, анодное окисление; химический; горячий; диффузионный; термическое напыление; вакуумный; контактный; контактно-механический; катодное распыление; вжигание; эмалирование и плакирование.

Такая классификация не свободна от недостатков хотя бы по той причине, что многие используемые в промышленных и лабораторных масштабах способы не включены в общий перечень (например, пиролиз, электронно-лучевое испарение в вакууме, магнетронное распыление, химические транспортные реакции и т. д.).

В машиностроении наибольшее распространение получили цинковые, кадмиевые, хромовые, никелевые, оловянные, медные и серебряные покрытия, а также покрытия из других благородных и редких металлов. Требования, предъявляемые к покрытиям, и правила их приемки устанавливает заказчик.

Для однокомпонентных покрытий важным их свойством, которое можно контролировать с определенной степенью точности, является толщина. Во-первых, в стандартах на нанесение гальванических покрытий определяют требуемую толщину, во-вторых, покрытие должно выдерживать определенные эксплуатационные испытания, а также быть испытанным на адгезию слоя и пористость.

Многие покрытия, например, серебро, золото, родий, требуют подслоя из меди, латуни или никеля, а при защитно-декоративной отделке — даже двух подслоев (например, медь+никель+хром) и внешнюю защиту лаком. В этом случае измеряют толщину каждого слоя отдельно.

Контроль толщины слоя покрытия осложняется тем, что электроосажденные металлы и сплавы обладают сильно искаженной кристаллической решеткой с большим количеством дефектов упаковки и могут содержать примеси. Их электрическая проводимость и магнитная проницаемость зависят от режима электролитического осаждения, который может меняться во время самого технологического процесса покрытия.

Плотность тонких покрытий из электроосажденных металлов может быть меньше плотности самого металла покрытия при большой его толщине (например, плотность золотого покрытия равна половине плотности золота в слитке). Поэтому для получения достоверных результатов измерения толщины гальванических покрытий при подготовке и аттестации контрольных образцов и

мер толщины, которыми снабжаются толщинометры покрытий, необходимо учитывать методику их изготовления и аттестации.

Разнообразие составов материала основы и технологий нанесения покрытий привело к разработке и использованию на практике различных методов измерения толщины и качества покрытий, которые обуславливаются природой основного материала и покрытия (ферромагнитное, диэлектрическое и т. д.), видом дополнительной обработки основы (высокая температура, холод) и т. п.

Классификация методов, предназначенных для измерения толщины покрытий, приведена в табл. 1 [2—5].

В зависимости от принятого метода измерения могут быть получены данные о средней или локальной толщине покрытия.

Средняя толщина покрытия зависит от ряда технологических факторов: плотности тока и продолжительности нанесения покрытий при электролизе, плотности потока электронов и температуры расплава металлов, подлежащих нанесению при горячей технологии, формы детали, состава сплавов, раствора и т. п. Она может быть определена расчетным

способом с учетом влияния перечисленных факторов. Существуют также экспериментальные методы определения средней толщины покрытия взвешиванием детали до и после нанесения или растворения покрытия.

Локальная толщина покрытий может значительно отличаться от средней ее величины. Изменчивость локальной толщины покрытия зависит от формы детали, рассеивающей способности электролитного раствора или электронно-лучевой пушки и других причин. Существует ряд методов определения локальной толщины покрытия. Наличие множества видов покрытий и основ требует использования различных типов измерительных приборов. Выбор типа прибора или метода зависит от вида и формы покрытия и основы, а также от их толщины. Решающим фактором при выборе прибора может оказаться допустимость или недопустимость разрушения покрытия (или детали в целом) при проведении измерения.

Из-за большого числа комбинаций покрытие—основание и бесконечного числа образцов, требующих измерений, область применения методов очень велика. По этой причине каждый конкретный слу-

Таблица 1

Метод измерения	Тип метода	Точность, %	Примечание
Разрушающий	Физический:		
	металлографический (метод шлифа)	$\pm (3-10)$	А
	профилографический	± 3	А
	гравиметрический (весовой)	± 10	—
	Химический:		
	съёмный	± 10	—
капельный	$\pm (20-30)$	—	
струйно-периодический	$\pm (10-15)$	—	
Электрохимический:			
кулонометрический	$\pm (5-10)$	А, П	
Неразрушающий	Магнитный:		
	отрывной	± 10	П
	электромагнитный	± 5	П
	вихретоковый	± 5	П
	Радиационный:		
	альбедный	± 4	П
	рентгенофлуоресцентный	± 4	П
	Ультразвуковой	± 10	—
	Термоэлектрический	± 12	—
	Пробивного напряжения	± 15	—
Оптические методы	$\pm (3-5)$	—	

Примечание: А — арбитражный, П — перспективный.

Покрытие	Подложка									
	Алюминий и сплавы	Сталь	Нержавеющая сталь (5 % Fe)	Цинк	Никель	Магний и сплавы	Медь и сплавы	Нейзильбер	Серебро	Пластмассы, стекло, керамика
Свинец	5, 6, 7	1, 3, 5, 6, 7	1, 6	2, 6	5, 6	6	5, 6, 7	5, 6	2, 6	2, 6
Олово	6, 7	1, 3, 5, 6, 7	1, 6	6	6	6	5, 6, 7	5, 6, 7	(2)	2, 6
Золото	5, 6	5, 6	5, 6	5, 6	6	6	5, 6	5, 6	5	2, 6
Серебро	6, 7	5, 6, 7	5, 6	5, 6	6	6	5, 6, 7	5, 6, 7	—	2, 6
Кадмий	5, 6, 7	1, 3, 5, 6, 7	2, 6	6	(5), 6, 7	6	2, (5), 6	(5)	2	6
Медь	5, 6, 7	1, 3, 5, 7	(2)	5, 7	5, 7	4, 6	(2)	5	6	1, 3, 5, 6, 7
Латунь	6, (7)	1, (5)	(2)	5	5	4, 6	2, 5	5	6	6
Хром	6, 7	1, 3, 5, 7	4	5, 6	6, 7	6	4, 6, 7	7	6	6, 7
Никель	1, 2, 5, 7	1, 2, 5, 7	1	1, 2	(1)	1	1, 2, 5, 7	1, 2, 5	1	1, 2, (5), 6, 7
Электролитический никель	6	1, 6	2	2	1	6	6	1	2, 6	6
Палладий	6	1, 6	6	6	6	6	(2), 6	6	(2)	6
Родий	6	1, 6	6	6	6	6	2, 6	6	2	6
Цинк	(5), 6, (7)	1, 3, 5, 7	6	2	(5), 6, 7	6	5, 6, 7	6	6	6, 7
Анодно-окисные	4, 5, 6	—	—	—	—	4, 6	—	—	—	—
Лакокрасочное	4, 6	1, 3, 6	4, 6	4, 6	1, 2	4, 6	4, 6	4, 6	4, 6	6

Обозначения: 1 — магнитный или электромагнитный; 2 — индукционный; 3 — индуктивный; 4 — токовихревой; 5 — оптический; 6 — радиометрический (в том числе рентгеновский); 7 — химический или кулонометрический; () — измерения возможны с трудностями или при некоторых модификациях приборов.

чай должен быть рассмотрен отдельно.

Для облегчения поиска метода контроля для конкретной комбинации покрытия—основание при плоских контролируемых поверхностях составлена табл. 2, по которой можно определить рекомендуемые методы контроля для наиболее распространенных составов материалов подложки и покрытия. Если возможно использование нескольких методов, то необходимо выбирать их исходя из точностных характеристик конкурирующих методов, а также из геометрических параметров измерительных преобразователей (датчиков), определяе-

мых условиями доступа к месту контроля, формой и размером контролируемой детали. При этом конкурирующие методы могут быть использованы как дополнительные, повышающие надежность контроля для ответственных изделий авиационной техники.

ЛИТЕРАТУРА

- ГОСТ 9.306—85. ЕСЗКС. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Обозначения.
- Кудзене Б. Методы измерения толщи-

ны покрытий. — Вильнюс: ЛитНИИИТ, 1983.

- Румянцев С. В., Парнасов В. С. Применение бета-толщиномеров покрытий в промышленности. — М.: Атомиздат, 1980.
- Валитов А. М.—З., Шилов Г. И. Приборы и методы контроля толщины покрытий. — М.: Машиностроение, 1970.
- Бунж З. А., Вейц Б. Н., Ядченко Л. Н. Радиоизотопные рентгенофлуоресцентные толщиномеры покрытий. — М.: Атомиздат, 1979.

Контроль толщины и дефектов при диагностике трубопроводов

Л. С. БАБАДЖАНОВ

Показано, что повреждения трубопроводов, приносящие большой ущерб экологии и экономике, можно во многих случаях предупредить, выполняя диагностику и контроль таких параметров, как толщина стенок труб и защитных покрытий, дефектов и коррозионных поражений. Приведены новые средства измерений указанных параметров.

It's shown that the pipeline damages may be prevented by using of diagnostic and monitoring of coatings and pipes thicknesses, defects, including corrosion. Some new measuring instruments for these diagnostic and monitoring are exposed.

Значительная удаленность месторождений нефти и газа от пунктов их переработки и потребления, а также экспортные поставки способствовали развитию трубопроводного транспорта в России, который по объему поставок этих видов сырья занимает третье место после железнодорожного и автомобильного [1]. Кроме того, трубопроводы являются основным средством доставки

горячей и холодной воды, широко применяются в канализационных и вентиляционных системах, пневмотранспорте и т. п. Без преувеличения можно считать этот вид транспорта наиболее важным для нормального функционирования экономики и социальной сферы государства.

Общая протяженность трубопроводов в стране исчисляется сотнями тысяч

километров. Для трубопроводов применяют в основном стальные трубы в широком диапазоне диаметров от нескольких миллиметров до одного метра и более. В некоторых случаях используют и неметаллические трубы (в химической, пищевой и других отраслях).

Наибольшая производительность трубопроводного транспорта достигается

при условии его непрерывной работы. На это направлены усилия службы эксплуатации.

Основными причинами остановки работы трубопроводов являются профилактические мероприятия по обслуживанию составляющих звеньев трубопровода, плановые ремонтные работы, повреждение труб и других звеньев трубопровода.

Рассмотрим одну из этих причин — повреждение труб, которую можно считать непредсказуемой и наиболее опасной для экологии, приводящей к наибольшим потерям, в особенности, в случае транспортировки нефти, нефтепродуктов, газа, химических веществ, горячей воды и т. п. В этом случае, наряду с ущербом от прекращения подачи транспортируемых веществ потребителям и потерями от выброса в окружающую среду, огромный ущерб несет общество вследствие затрат на очистку почвы и водоемов, а также восстановление экологической обстановки. Так, для частичной ликвидации последствий аварии в 1994 г. нефтепровода в Коми потребовалось более 150 млн. долл. и еще предстоят дополнительные расходы на полное восстановление экологической обстановки.

Огромные потери несет водное хозяйство, где из-за износа труб прямой ущерб в 1994 г. оценивается почти в 70 трлн. р. [1], не считая затрат на ликвидацию неблагоприятных воздействий.

К сожалению, в настоящее время не известны полные обобщенные данные по экономическим потерям общества от аварий на трубопроводах.

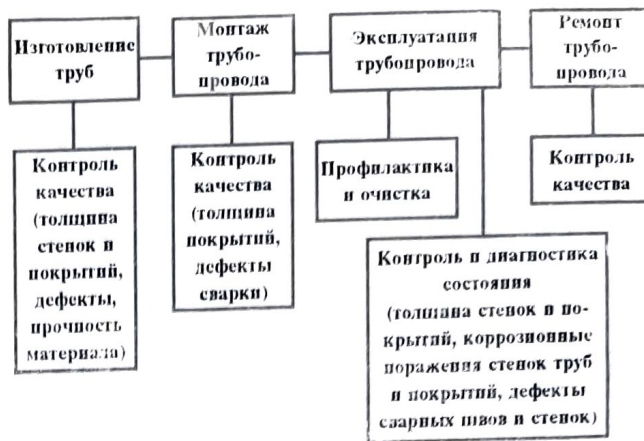
Необходимые затраты по предотвращению аварий на трубопроводах составляют немалую сумму, однако они оправданы, поэтому во многих странах созданы и успешно функционируют специальные службы инспекции и диагностики трубопроводов, например фирма «Бритиш газ».

Основными причинами аварий на трубопроводах являются внешнее воздействие на трубопровод, конструктивные и технологические ошибки при его создании, недостаточная прочность труб, недостаточная толщина стенок и защитных покрытий на трубах, дефекты труб и сварных швов, износ труб от транспортируемого вещества, коррозионное поражение.

Внешнее воздействие случайного или преднамеренного характера, а также конструктивные и технологические ошибки могут быть предотвращены организационными мероприятиями, остальные же причины являются техническими, и для их обнаружения и устранения необходим научно-инженерный подход с использованием соответствующих технологий, методов и средств диагностики и контроля.

Из многочисленных видов дефектов, достаточно полно рассмотренных в специальной литературе, наиболее опасны те, которые вызывают ослабление механических свойств материала трубы и снижают защитные свойства покрытий и поверхностей, в частности, недостаточная толщина стенок труб и защитных покрытий, качество покрытий, механические свойства материала трубы, дефекты в виде трещин, раковин, коррозионных язв и т. п. Одни из них образуются в процессе изготовления труб,

Технологическая цепочка создания и эксплуатации трубопровода



другие появляются при монтаже трубопроводов и их эксплуатации.

Рассмотрим технологическую цепочку создания и эксплуатации трубопровода без учета применяемой арматуры, компрессорных станций, контрольно-регулирующих пунктов и других элементов трубопроводного транспорта, которые при повреждениях наносят ущерб в меньшей степени (см. рисунок). Основные этапы технологической цепочки: изготовление труб — контроль их качества — монтаж трубопровода — контроль качества монтажа — профилактические работы и очистка трубопровода — плановый ремонт — периодический контроль и диагностика состояния трубопровода в процессе эксплуатации.

Основные контролируемые параметры: толщина стенок труб, толщина защитных металлических и изоляционных покрытий, дефекты труб и сварных соединений, механические свойства материала труб.

В настоящее время достижения науки и техники в России и за рубежом позволяют обеспечить высокий уровень выполнения всех этапов приведенной выше технологической цепочки. В частности, повышение долговечности и износостойкости труб достигается применением специальных марок сталей, повышенной прочностью и нанесением специальных покрытий [2]. Для упрочнения самого уязвимого места трубопровода — сварного шва — дополнительно наносят цинково-алюминиевое покрытие на шов и, кроме того, эпоксидное покрытие на внутреннюю поверхность труб. По такой технологии уже производят трубы на заводе «Нижневартовскнефтегаз». Существуют и другие подходы для повышения качества труб.

Разработано и успешно применяется неразрушающее средство контроля дефектов труб для собранного трубопровода в виде снаряда-дефектоскопа, который позволяет определять размер дефекта в стенке трубы, его расположение по окружности и местоположение по длине с погрешностью не более 1,5 м на дистанции в десятки километров. На этой основе созданы компьютерные системы инспекционного контроля за состоянием трубопровода, проводятся диагностика трубопровода и своевременный ремонт.

Для контроля толщины изоляционных покрытий газопроводов созданы неразрушающие толщинометры с пределами измерений до 15 мм с погрешностью менее 5%. Они имеют малые габарит-

ные размеры, автономное питание, применяются в эксплуатации и используются для контроля как в стационарных условиях на участках нанесения покрытий, так и непосредственно на трассе.

Для контроля качества труб в процессе их изготовления разработан и прошел сертификацию в Госстандарте России вихревой дефектоскоп ВД-40П, позволяющий обнаруживать дефекты в трубах с условным диаметром от 0,8 мм с погрешностью не более 10% при скорости перемещения трубы от 0,3 до 5 м/с [3].

Для выявления трещин и коррозионных поражений на трубах и других изделиях из магнитных и немагнитных металлов разработан портативный переносный электромагнитный дефектоскоп ВД-95Р. Особенность прибора — возможность выявления дефектов под слоем изоляционных покрытий, ржавчины и загрязнений толщиной до 5 мм, а также под слоем металла до 3 мм. Этот дефектоскоп имеет автономное питание и удобен для периодической диагностики трубопровода в процессе эксплуатации.

Существуют и другие ранее разработанные контрольно-измерительные приборы, которые можно успешно применять для диагностики и контроля на всех этапах рассмотренной выше технологической цепочки.

Следует добавить, что для указанных средств измерений разработано соответствующее метрологическое обеспечение, являющееся основой правильности и точности измерений.

Существующие технологии и контрольно-измерительные приборы не всегда проходят сертификацию, поэтому их внедрение будет встречать препятствия. До настоящего времени их внедрение проходило в основном благодаря энтузиазму отдельных руководителей и специалистов и зачастую бессистемно, поэтому в целом не дало должного эффекта, о чем свидетельствуют не прекращающиеся аварии на трубопроводах.

Например, опыт общения с системой Газпрома показал, что многочисленные участки по эксплуатации и ремонту газопроводов оснащены разнотипными средствами контроля одного назначения, часто устаревших конструкций, и не для всех контролируемых параметров, что не способствует полноценному контролю.

В последние годы все же намечаются некоторые сдвиги. В частности, определенную активность в исправлении сло-

жившейся ситуации проявляет Горгостехнадзор, который создал специальную службу диагностики (АОЗТ «ДИЭКС»), оснащается необходимыми средствами контроля, готовит специалистов и уделяет большое внимание метрологическому обеспечению и сертификации средств контроля.

Этот пример не типичен, хотя и существует в настоящее время научно-техническая основа для создания эффективной типовой системы контроля и диагностики состояния, прогнозирования и управления эксплуатацией трубопроводного транспорта в соответствии с приведенной технологической цепочкой, начиная с изготовления труб с заданными физико-механическими свойствами и кончая плановыми ремонтными работами.

Зарубежный опыт показывает, что существующие диагностические системы, предназначенные для контроля состояния трубопроводов во время профилактических остановок, хотя и не охватывают всю технологическую цепочку, од-

нако весьма эффективны и пользуются спросом, поэтому создание более совершенной системы несомненно полезно.

Проблема предупреждения поврежденных трубопроводов, наносящих значительный для бюджета страны ущерб, имеет важное значение, поэтому должна решаться целенаправленно на основе общегосударственной программы, которую условно можно было бы назвать «Программа обеспечения безопасности трубопроводного транспорта».

В рамках этой программы можно использовать имеющиеся в стране разработки в области контроля параметров, обеспечивающих надежность и безаварийность работы трубопроводов. О некоторых разработках сказано выше. Их технический уровень не уступает зарубежному, поэтому целесообразно их производство и внедрение для контроля трубопроводов.

Составными частями этой программы могут стать программы, разработанные в Госстандарте России, в частности

«Программа по развитию системы обеспечения единства измерений толщины и поверхностной плотности покрытий».

Таким образом, проблема предупреждения поврежденных трубопроводного транспорта актуальна для экономики страны; имеются научно-технические основы для решения проблемы контроля таких значимых параметров трубопроводов, как толщина стенок и покрытий, дефекты. Проблема предупреждения поврежденных трубопроводов является межотраслевой и должна решаться на основе государственной программы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ромейко В. С. // Строительная газета. — 1995. — № 11.
2. Сорокин Г. М. // Газовая промышленность. — 1994. — № 9.
3. Бабаджанов Л. С. и др. // Измерительная техника. — 1995. — № 10. — С. 37.

621.317.39.084.1

Прибор для бесконтактных измерений толщины диэлектрических пластин

Г. П. ЕРОШЕНКО, С. Н. ЛЮБАЙКИН, Н. К. ШАРУЕВ, Л. Е. КАЛЕТА

Приведены результаты испытаний прибора при разбраковке стеклянных пластин для жидкокристаллических индикаторов и контроле толщины ленты оконного стекла в процессе его изготовления. Использованный емкостный метод обеспечивает высокую точность и бесконтактность измерения в реальном масштабе времени.

Test results of new device in process of sorting of glass plates for liquid cristal indicators and control of window glass tape thickness during the manufacturing are shown. Capacitance method used in that device gives accurate and contactless measurements in a real-time.

В основу данного прибора положена конструкция емкостных преобразователей аналогичных устройств, предназначенных для измерения геометрических параметров электрических проводов [1], стеклянных трубок [2] и волокон [3].

Преимущество этих измерителей состоит в том, что они имеют относительно большие размеры измерительной зоны и электроды преобразователей не касаются поверхностей контролируемых объектов, что позволяет проводить бесконтактные измерения даже при самых неблагоприятных условиях технологических процессов. В частности, измеритель диаметра диэлектрических волокон [3] имеет измерительную зону ± 1 мм при зазоре между рабочими электродами 4...5 мм, а измеритель диаметра стеклянных трубок — ± 2 и 10...15 мм, соответственно. Так, в известном измерителе диаметра оптического волокна [4] допускается колебание волокна не более $\pm 0,2$ мм при зазоре между электродами конденсатора, равном нескольким миллиметрам, в результате чего относительный размер измерительной зоны уменьшается примерно на порядок.

Измерительный конденсатор описываемого авторами прибора, представляющий собой трехточечный емкостный преобразователь, по принципу работы идентичен емкостному датчику, представленному в описании прибора для разбраковки стеклянных трубок. Однако отличительной конструктивной особенностью у него является измерительный электрод 6, (рис. 1), который имеет не прямоугольную, а цилиндрическую форму с фаской 5 на его кромке размером $1,5 \text{ мм} \times 45^\circ$.

Применение фасок на электродах емкостных измерителей — принципиально новое решение, так как в этом случае обеспечивается формирование равномерного электростатического поля в измерительной зоне. Смещение контролируемого объекта в

ее пределах не вызывает превышения допустимой величины погрешности измерения. Причем необходимый размер зоны достигается в результате выбора оптимальных конструктивных размеров емкостных измерителей, осуществляемого методом математического моделирования [5].

Емкость такого конденсатора при внесении в его измерительную зону диэлектрической пластины определяется выражением

$$C = \frac{0,089\epsilon_0 SK}{d - \delta(1 - 1/\epsilon T_M)_\xi} \quad (1)$$

где ϵ — относительная диэлектрическая проницаемость материала измеряемой пластины; S — площадь измерительного электрода, см^2 ; $K = F(d, S, \xi, L, n \times \varphi)$ — коэффициент, учитывающий неравномерность напряженности поля в измерительной зоне; L — длина охранной зоны, см ; ξ — зазор между измерительным и охранным электродами, см ; $n \times \varphi$ — размер фаски на кромке измерительного электрода, мм/град ; d — зазор между пластинами конденсатора, см ; δ — толщина измеряемой пластины, см ; $\epsilon_0(T, W, p)$ — диэлектрическая проницаемость воздушного заполнения конденсатора, где T, W, p — температура, влажность и давление воздуха окружающей среды; T_M — температура материала, из которого изготовлено контролируемое изделие, $^\circ\text{C}$.

Анализ влияния мешающих факторов показал, что погрешность измерения при выбранном диапазоне измерения толщины пластин $\Delta\delta$ может быть снижена за счет увеличения d . Но при этом уменьшается равномерность поля в измерительной зоне, что влечет за собой необходимость расширения охранной зоны L , т. е. габаритных размеров прибора. В этом случае можно уменьшить S , но тогда снизится чувствительность прибора.

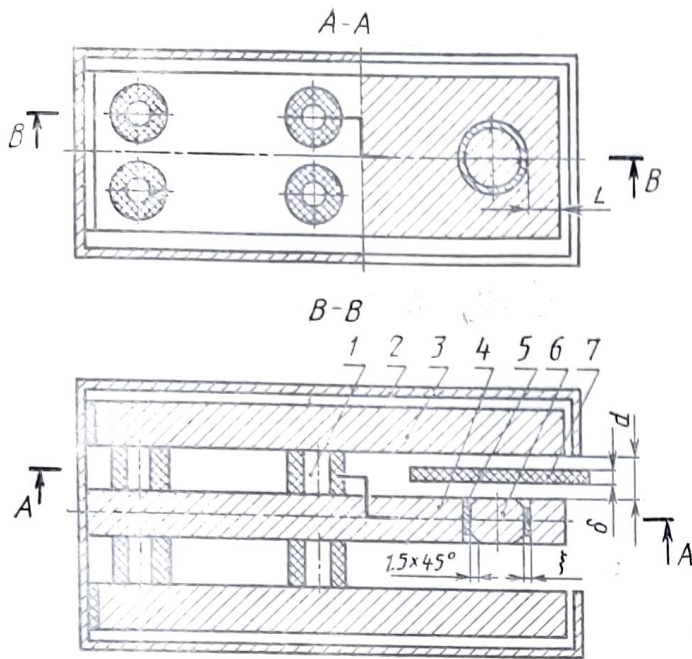


Рис. 1. Конструкция емкостного преобразователя:

1 — изолирующие шайбы; 2 — экран; 3 — высокопотенциальный электрод; 4 — охранный электрод; 5 — фаска; 6 — измерительный низкопотенциальный электрод; 7 — контролируемое изделие

Кроме того, при изменении d изменяются и так называемые «краевые» условия, зависящие от формы скругления краев измерительного электрода.

Проведенный анализ с применением метода математического моделирования позволил выбрать основные размеры конденсатора d , S , ξ , L , $n \times \varphi$, исходя из их влияния на погрешность измерения не более, чем $\pm 0,1\%$.

Экспериментальные исследования были проведены на специально изготовленных конденсаторах с различными конструктивными размерами: $S=0,13$ и $1,13$ см²; $d=0,6$ см; $L=6,5$ см; $\xi=0,2$ см; $n \times \varphi=0; 0,5; 1,0$ и $1,5$ мм $\times 45^\circ$.

Первоначально исследуемая стеклянная пластина зажималась в специальную оправку микрометрического столика и располагалась параллельно высокопотенциальному электроду 3. Затем пластину плавно перемещали к низкопотенциальному измерительному электроду 6. Отсчет показаний прибора снимался через каждые 0,5 мм.

Как видно из полученных зависимостей (см. рис. 2), поле наиболее неравномерно в конденсаторах с электродами без фасок.

Наибольший размер измерительной зоны с допустимой погрешностью $\pm 0,1\%$ получен в конденсаторах с фасками на электродах $0,5$ мм $\times 45^\circ$. При электроде с площадью $S=0,13$ см² размер зоны равен 3 мм, при электроде с $S=1,13$ см² — 4,5 мм. Тогда как при отсутствии фасок размер зоны равнялся 1,3 и 2,3 мм, соответственно.

Таким образом, в результате выбора оптимальных конструктивных размеров конденсаторов погрешность измерения в заданной зоне может быть снижена до допустимых пределов.

Погрешности, обусловленные условиями окружающей среды, характеризуются изменением площади измерительного электрода S , зазора d и диэлектрической проницаемостью воздушного заполнения конденсатора ϵ_0 . Для обычных условий эксплуатации: $\Delta T = \pm 2,4$ °C, $\Delta W = 8\%$, $\Delta p = 1,6$ кПа $-\Delta \epsilon_0 = 2 \cdot 10^{-5}$. Поскольку функциональная зависимость C от ϵ_0 в приведенной формуле прямо пропорциональна, то погрешность, обусловленная изменением окружающей среды, равна $2 \cdot 10^{-3}\%$. Изменение зазора d в результате теплового расширения пренебрежимо мало. Это обеспечивается применением в качестве прокладок между охранным и высокопотенциальными электродами керамических шайб, а крепление низкопотенциального электрода внутри охранный с зазором ξ выполнено с применением эпоксидной смолы.

Влияние температуры на ϵ зависит от марки стекла каждого контролируемого изделия. Поэтому необходимо проводить калибровку прибора при переходе на контроль изделий с другим ϵ . В наших исследованиях при разбраковке стеклянных пластин это влияние не обнаружено. Однако влияние температуры T_m при контроле толщины ленты стекла в процессе его

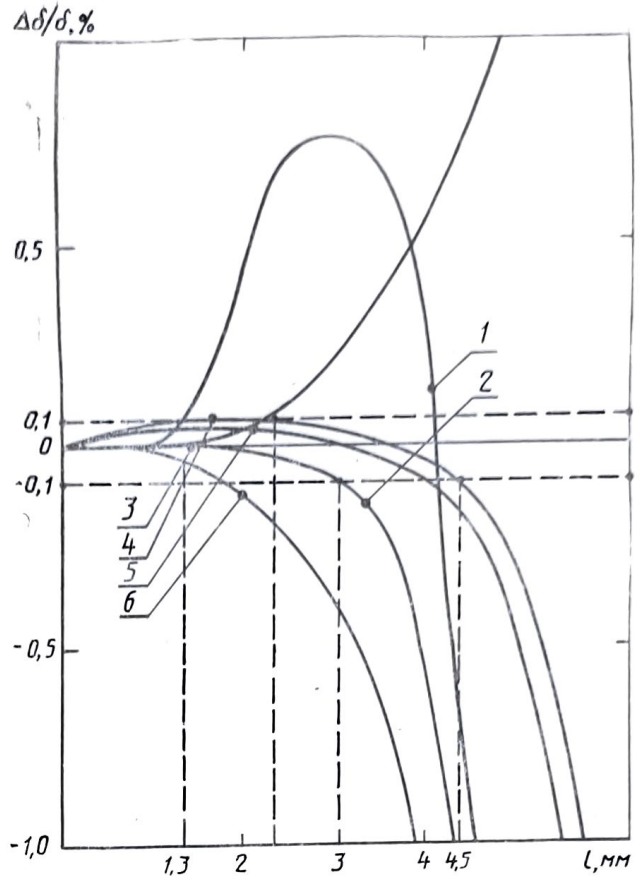


Рис. 2. Зависимость погрешности измерения толщины $\Delta \delta / \delta, \%$ от смещения контролируемой пластины в измерительной зоне l , мм для преобразователей с различными конструктивными размерами измерительного электрода, где кривые 1 и 2 — при $S=0,13$ см², $n \times \varphi=0$ и $0,5$ мм $\times 45^\circ$; кривые 3—6 при $S=1,13$ см², $n \times \varphi=0, 0,5, 1,0$ и $1,5$ мм $\times 45^\circ$, соответственно

производства необходимо учитывать обязательно, если прибор установлен ближе 10 м от выхода ленты из печи. Суммарная погрешность измерительной схемы [1, 2] не превышает 0,31%.

Для производственных испытаний были изготовлены два прибора, которые отличались между собой лишь величиной зазора d .

Прибор с зазором $d=1$ см был использован при разбраковке по толщине стеклянных пластин для жидкокристаллических индикаторов перед их сборкой в пакеты. Предварительно прибор калибровали по одной из эталонных пластин $\delta=0,03; 0,07; 0,1; 0,15$ и $0,2$ см, для каждой из которых по формуле (1) был проведен расчет нелинейности прибора.

Погрешность прибора за счет нелинейности в диапазоне измерения толщины ± 10 мкм не превысила $\pm 0,085\%$, а суммарная погрешность ± 5 мкм.

Прибор с зазором $d=1,5$ см был испытан на линии изготовления по методу флоат-процесса оконного стекла. Блок преобразователя подводили сбоку к движущейся ленте стекла после ее отбортовки. Измерения проводились в полосе шириной 50 мм, но не ближе 10 мм к краю ленты. Погрешность измерения не превысила $\pm 0,05$ мм.

Особенно эффективно применение прибора при промежуточном контроле в производстве изделий со сложным технологическим процессом (микромануальные пластины, подложки для микросхем). При соответствующем изменении формы низкопотенциального электрода 6 прибор может настраиваться на измерение клина и коробления пластин. Частично эта проблема решена при контроле смещений оптического волокна [3, 4] во время его производства и токоведущей жилы нагревательных проводов [1]. Возможность использования одного генератора для питания нескольких емкостных преобразователей [1] позволяет разработать на базе описанного измерителя устройство контроля толщины ленты стекла по всей ее ширине 2—2,5 метра. Электрическая схема прибора в этом случае лишь дополняется коммутатором выходных сигналов преобразователей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ерошенко Г. П., Любайкин С. Н., Шаруев Н. К. Прибор бесконтактного контроля параметров проводов. (Информ. листок № 55—94). — Саратов: ЦНТИ, 1994.

2. Шаруев Н. К. //Измерительная техника. — 1993. — № 1. — С. 63.
3. Алексенко Е. В. и др. // Измерительная техника. — 1991. — № 8' — С. 14.
4. Е.П.В. (Е.П.) № 017410117, 1986.
5. Патент РФ № 2006788.

Особенности контроля толщины многокомпонентных покрытий радиационными методами с использованием рентгеновского излучения

В. С. ПАРНАСОВ

Рассмотрено измерение толщины многокомпонентных покрытий с использованием обратно-рассеянного низкоэнергетического рентгеновского излучения. Определено, что колебание состава покрытий оказывает влияние на результат измерения толщины вследствие изменения поглощающей способности материала покрытия при измерении по обратно-рассеянному или по флуоресцентному излучению элемента подложки, а также взаимного влияния элементов покрытия на выходящий из покрытия поток излучения.

Measuring of multicomponent coatings thickness performed using back-scattering low energy X-rays is discussed. It was revealed that variation of composition of coatings effects the results of thickness measuring due to changes in absorption power of coating material at measuring by back-scattered or fluorescence radiation of substrate element as well as mutual effect of coating elements on radiation flow which outcomes from the coating.

Основным свойством покрытия, определяющим пригодность его эксплуатации в соответствии с назначением, является его толщина, нахождение которой даже при однокомпонентном материале покрытия довольно сложная задача. Для неразрушающего контроля могут использоваться различные физические методы, основанные на преобразовании измеряемого параметра в электрический или оптический сигнал и полезная информация претерпевает некоторые преобразования.

Известно множество методов неразрушающего контроля толщины покрытий (магнитных, электромагнитных, радиационных, оптических и других), применяемых в промышленности, из которых наиболее универсальным является радиационный.

Радиометрические толщиномеры покрытий, обеспечивающие бесконтактный непрерывный технологический контроль непосредственно в процессе нанесения покрытий при высокой температуре или в вакууме, в ряде случаев являются практически единственными приборами, контролирующими качество продукции. Кроме того, они универсальны (применимы

почти для любого сочетания материалов покрытий и подложек) и обладают относительно высокой точностью измерения при контроле деталей практически любой формы и любого химического состава.

Однако этот метод обладает одним значительным недостатком: в случае использования излучения радиоактивных нуклидов, его излучение нельзя «выключать» в промежутки времени между измерениями, а его энергетические параметры нельзя изменить. Эти проблемы могут быть решены при использовании для толщинометрии покрытий (особенно многокомпонентных) рентгеновских приборов, основанных на регистрации как обратнорассеянного, так и характеристического излучения, возбуждаемого излучением рентгеновских аппаратов. Высокая интенсивность излучения источников на основе рентгеновских трубок, возможность управления энергией излучения и его выключением, а также высокая избирательность и простота аппаратной реализации способствуют широкому распространению рентгеновских приборов в технологическом контроле, в частности — в толщинометрии покрытий. Однако до настоящего времени не проработан ряд теоретических и практических вопросов, касающихся применения рентгеновской толщинометрии для конкретных материалов покрытий и подложек. Это касается выбора режимов работы рентгеновских излучателей, материала анода и характера анодных и детекторных фильтров.

Определим в общем виде интенсивность вторичного излучения, рассеянного многокомпонентным покрытием, имеющим смесь элементов с атомными номерами Z_1, Z_2, \dots, Z_n . Для упрощения введем следующие ограничения: интенсивность первичного и вторичного излучений измеряется на поверхности покрытия; рассматривается только излучение $k_{\alpha 1}, k_{\beta 2}, k_{\beta 1}$ -линий; первичное излучение и излучение, вызывающее избирательное возбуждение, являются монохроматическими; принимаются во внимание флуоресценции первого и второго порядка возбуждения.

Геометрия расчета показана на рис. 1. Узкий пучок первичного излучения с энергией E_0 падает на покрытие толщиной d_n по нормали к его поверхности, вторичное излучение направлено под углом ψ к плоскости покрытия. Направление оси z совпадает с направлением пучка первичного излучения, а поверхность объекта контроля лежит в плоскости XOY . Первичное излучение, поглощаясь в слое z_1, z_1+dz_1 , возбуждает в нем линию j элемента k , концентрация которого в смеси — C_k . Часть этого излучения с энергией E_{jk} , распространяясь по всем направлениям, выходит из матери-

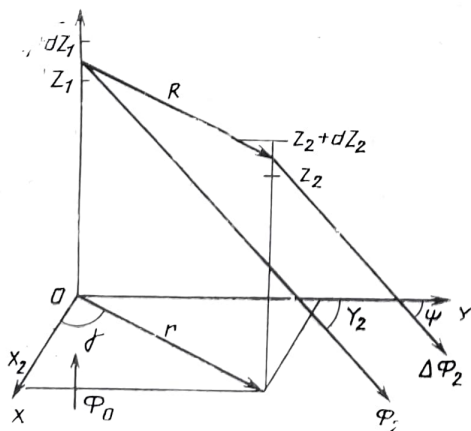


Рис. 1. Геометрия расчета интенсивности флуоресцентного излучения покрытия

ала покрытия (интенсивность флуоресценции первого порядка), а часть возбуждает в слое $z_2, z_2 + dz_2$ линию i элемента l с концентрацией C_l . Излучение, возникшее в слое $z_2, z_2 + dz_2$ и вышедшее из покрытия, составляет интенсивность флуоресценции второго порядка.

Обозначим: Φ — интенсивность первичного излучения у поверхности покрытия; Φ_2 и $\Delta\Phi_2$ — интенсивности линий возбуждения, связанные соответственно с непосредственным возбуждением первичным излучением и эффектом избирательного возбуждения; μ, μ_j, μ_i — массовые коэффициенты ослабления первичного излучения, линии j , вызывающей избирательное возбуждение и линии i , возбуждаемой линией j ; τ_k, τ_{ji} — массовые сечения фотоэффекта, соответственно квантов первичного излучения на элементе k и квантов линии j на элементе l ; E, E_{jk}, E_{jl} — энергии первичного излучения, излучения линии j элемента k и линии i элемента l ; $S_k, \omega_k, S_l, \omega_l$ — величины K -скачка и выхода флуоресценции элементов k и l ; P_{jk}, P_{il} — вероятности испускания линии j элемента k и линии i элемента l ; ρ_n — плотность покрытия.

Интенсивность j -й линии флуоресценции первого порядка возбуждения для произвольного элемента покрытия k запишем в виде [1]:

$$\Phi_{2k} = \Phi \frac{C_k \tau_k (S_k - 1) \omega_k P_{jk} E_{jk}}{4\pi S_k (\mu_0 + \mu_j / \sin\psi) E} \times \{1 - \exp[-\rho_n d_n (\mu + \mu_j / \sin\psi)]\},$$

где $\mu = \sum_{q=1}^n \mu_q C_q$, $\mu_j = \sum_{q=1}^n \mu_{jq} C_q$; n — количество элементов покрытия, возбуждаемых первичным излучением.

Суммарную интенсивность флуоресценции первого порядка получим суммированием по индексам k и j :

$$\Phi_2 = \sum_{k=1}^n \sum_{j=1}^s \Phi_{2k}^j,$$

где s — количество линий возбуждения исследуемого покрытия.

Дифференциальную интенсивность i -й линии элемента l , возбуждаемой j -й линией элемента k в объеме $dV = dx_2 dy_2 dz_2$, выразим так:

$$d\Phi_{2kl}^i = \Phi_2^2 \frac{\tau_k \tau_{ji} (S_k - 1) (S_l - 1) \omega_k \omega_l P_{jk} P_{il}}{16\pi^2 S_k S_l E} \times \frac{1}{C_k C_l E_{il} \exp(-\mu_j z_1) dz_1 R^2(z_1, x_2, y_2, z_2)} \times \exp[-\rho_n \mu_j R(z_1, x_2, y_2, z_2)] \exp(-\rho_n \mu_i z_2 / \sin\psi) dV,$$

где $R = \sqrt{x_2^2 + y_2^2 + (z_1 - z_2)^2}$, $\mu_i = \sum_{q=1}^n \mu_{iq} C_q$.

Учитывая цилиндрическую систему координат и интегрируя по углу ψ , получим

$$\Delta\Phi_{2kl}^i = \frac{\Phi_2^2 \rho_n^2}{8\pi} \int_0^{d_n} \exp(-\mu_j \rho_n z_1) dz_1 \times \int_0^\infty \frac{\exp(-\mu_j \rho_n \sqrt{r^2 + (z_1 - z_2)^2})}{r^2 + (z_1 - z_2)^2} \times r dr \int_0^{d_n} \exp(-\mu_i \rho_n z_2 / \sin\psi) dz_2,$$

где $f = \frac{\tau_k \tau_{ji} (S_k - 1) (S_l - 1) \omega_k \omega_l P_{jk} P_{il} C_l E_{il}}{S_k S_l E}$.

Суммарная интенсивность флуоресценции второго порядка получается суммированием по индексам k, l, j, i :

$$\Delta\Phi = \sum_{k=1}^n \sum_{l=1}^n \sum_{j=1}^s \sum_{i=1}^s \Delta\Phi_{2kl}^i.$$

Затем производится численное интегрирование этого выражения с использованием формул Гаусса. При верхнем пределе интегрирования по r , равном трем длинам пробега квантов спектральной линии в материале покрытия, погрешность интегрирования не превышает 5%.

Относительный вклад избирательного возбуждения в суммарную интенсивность флуоресценции определяется по отношению $e_\Phi = \Delta\Phi_2 / \Phi_2$.

По аналогичной методике определяется поток числа квантов k -флуоресценции первого N_2 и второго ΔN_2 порядка возбуждения, а также относительного вклада $e_N = \Delta N_2 / N_2$ избирательного возбуждения в суммарный поток флуоресценции. Влияние относительного содержания элементов в покрытии на суммарную интенсивность линий возбуждения и поток флуоресценции покрытия можно оценить (в процентах) по соотношениям

$$\delta_\Phi = \left(\frac{\Phi_2}{\Phi_{2s}} - 1 \right) 100, \quad \delta_{e_\Phi} = \left(\frac{\Phi_2 + \Delta\Phi_2}{\Phi_{2s} + \Delta\Phi_{2s}} - 1 \right) 100;$$

$$\delta_N = \left(\frac{N_2}{N_{2s}} - 1 \right) 100, \quad \delta_{e_N} = \left(\frac{N_2 + \Delta N_2}{N_{2s} + \Delta N_{2s}} - 1 \right) 100, \quad (1)$$

где $\delta_\Phi, \delta_N, \delta_{e_\Phi}, \delta_{e_N}$ — относительные флуктуации интенсивности и потока флуоресценции соответственно без учета и с учетом вклада избирательного возбуждения; $\Phi_2, \Delta\Phi_2, N_2, \Delta N_2$ — суммарные интенсивности и потоки флуоресценции первого и второго порядка возбуждения. Индекс s означает, что соответствующее значение вычислено для образца, относительно которого определяются флуктуации.

Вклад избирательного возбуждения e_Φ определяется, по крайней мере, тремя обстоятельствами: типом покрытия (интервалом уровней энергий k -краев поглощения элементов, входящих в его состав), поверхностной плотностью m и соотношением концентраций элементов в покрытии. Наиболее сильно этот эффект проявляется в покрытиях с близкими атомными номерами (около двух единиц), когда возбуждение флуоресценции второго порядка обусловлено действием всех наиболее ярких линий k -спектра $k_{\alpha 1}, k_{\alpha 2}, k_{\beta 1}$. В этом случае доля интенсивности флуоресценции, обусловленная избирательными эффектами, может достигать 30—40%. С уменьшением различия атомных номеров элементов покрытия

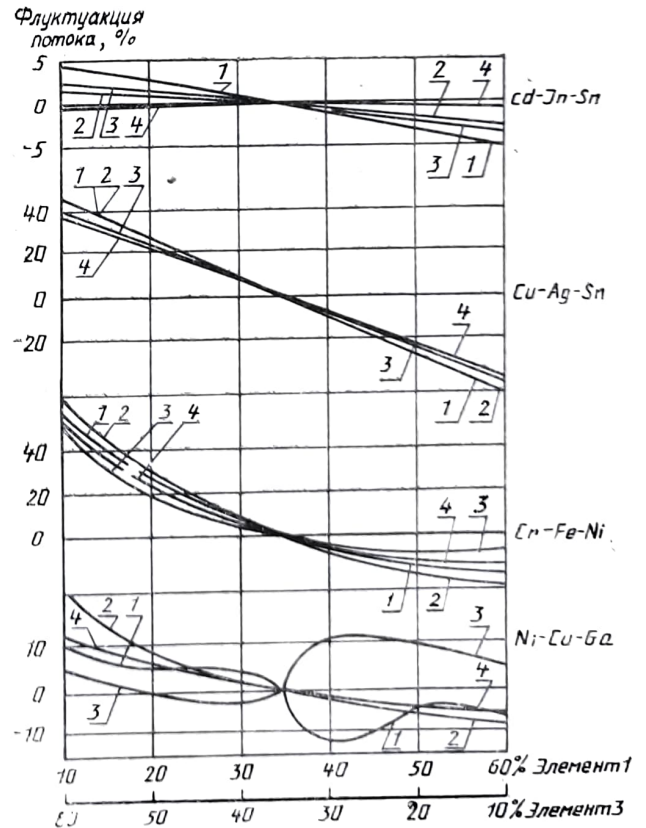


Рис. 2. Зависимость флуктуаций суммарного потока флуоресценции (в процентах) для δ_Φ (1), δ_{e_Φ} (2), δ_N (3), δ_{e_N} (4) от изменения состава трехкомпонентных сплавов

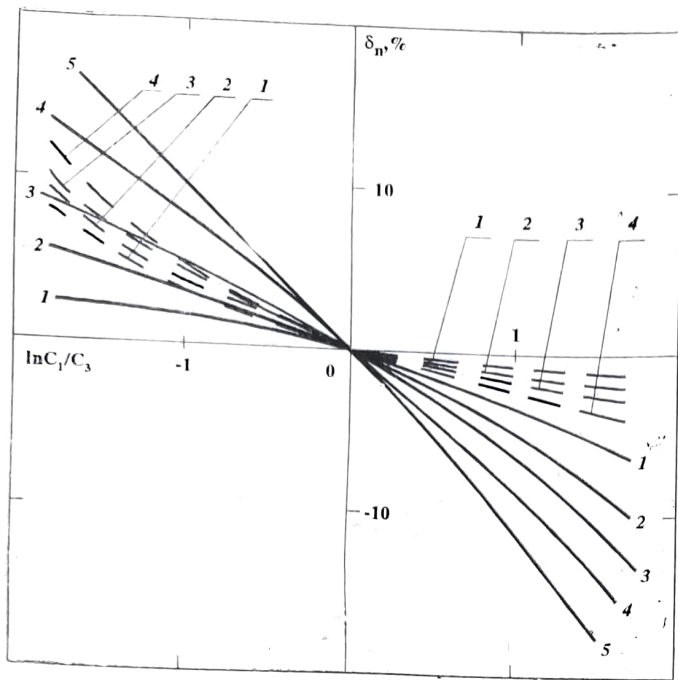


Рис. 3. Зависимость флуктуаций потока флуоресценции вторичной мишени от логарифма отношения концентраций крайних элементов покрытий:

пунктир — покрытие Ni—Cu—Ga; сплошная — покрытие Cu—Ag—Sn; 1—5 — материал мишеней соответственно из V, Cr, Mn, Fe, Co. Поверхностная плотность покрытий 10 мг/см²

происходит сближение уровня энергии k -краев поглощения, в результате чего в процессе дополнительного возбуждения участвуют менее яркие линии k -спектра, и вклад избирательного возбуждения падает. То же происходит и при большом различии атомных номеров элементов покрытия, когда избирательные эффекты еще менее заметны.

Если сравнить зависимости относительного вклада избирательного возбуждения в суммарную интенсивность флуоресценции от поверхностной плотности для покрытий Ni—Cu—Ga, Cr—Fe—Ni, Cd—In—Sn и Cu—Ag—Sn состава 10—30—60%, наиболее сильно выражен вклад избирательного возбуждения для покрытий Ni—Cu—Ga и Cr—Fe—Ni.

На рис. 2 приведены графики результатов относительных флуктуаций интенсивности и потока флуоресценции (в процентах) при изменении состава покрытия, вычисленные по соотношениям (1) без учета и с учетом вклада избирательного возбуждения. Флуктуации определялись относительно образцов рассматриваемых покрытий состава 35—30—35%.

Перераспределение концентраций осуществлялось только между «крайними» элементами для всех покрытий, что является наиболее благоприятным случаем с точки зрения точности контроля.

Как следует из графиков на рис. 2, варьирование состава в сравнительно больших пределах не приводит к заметному изменению интенсивности и потока суммарной флуоресценции лишь для покрытия Cd—In—Sn, в остальных случаях они значительно больше.

Вклад избирательного возбуждения для Cr—Fe—Ni покрытия увеличивает флуктуацию, в остальных случаях наоборот — уменьшает, причем если для оценки возможности контроля Cu—Ag—Sn вкладом избирательного возбуждения можно пренебречь (достаточно использовать значения интенсивности и потока флуоресценции первого порядка возбуждения), то для покрытий Cr—Fe—Ni, Cd—In—Sn и Ni—Cu—Ga такой учет необходим. Для всех рассматриваемых покрытий влияние вариаций состава на величину суммарного потока числа квантов флуоресценции выражено меньше, чем на величину интенсивности.

Уменьшить влияние флуктуаций состава на погрешность измерения толщины покрытия можно использованием способа

измерений, при котором излучение покрытия направляется на вторичную мишень, после чего регистрируется только флуоресцентное излучение мишени [2].

Физической основой эффективности возбуждения элементов покрытия первичным излучением от их атомного номера (как Z^5) и эффективности элемента покрытия мишени от атомного номера излучающего элемента покрытия (как E^{-3}). Таким образом, первая из этих зависимостей возрастает с ростом атомного номера элементов покрытия. При этом элементу с большим атомным номером соответствует и большая энергия характеристического излучения. Вторая зависимость убывает с ростом атомного номера элемента покрытия, т. е. элемент покрытия с большей энергией с меньшей эффективностью возбуждает материал мишени. Предполагая, что материал вторичной мишени содержит только один излучающий элемент и ее толщина является слоем насыщения для линий флуоресценции этого элемента, аналитическое выражение для потока j -й линии флуоресценции мишени, возбуждаемой излучением i -й линии элемента покрытия n , можно выразить в виде

$$N_{mj} = N_{ni}^n \frac{\omega_q^M (s_q^M - 1) p_j^M \tau_i^M}{4\pi s_q^M} \frac{1}{(\mu_{im}/\sin\Phi_M) + (\mu_{jm}/\sin\Phi_M)}$$

где индекс m соответствует материалу мишени; p_j^M — вероятность радиационного перехода с испусканием линии j элемента мишени; τ_i^M — массовый коэффициент истинного поглощения линии i -го элемента покрытия n в элементе мишени; μ_{jm} — массовый коэффициент ослабления линии j элемента мишени в материале мишени; s_q^M — скачок поглощения для q уровня материала мишени; N_{ni} — поток излучения i -го элемента покрытия.

Суммированием по индексам n, i, j получим полный поток флуоресценции, возбуждаемый излучением покрытия

$$N_M = \sum_{n=1}^N \sum_{i=1}^s \sum_{j=1}^s N_{mj}$$

Относительные флуктуации флуоресцентного излучения мишени находятся по соотношению

$$\delta_M = \frac{N_M - N_{M.об}}{N_{M.об}} 100,$$

где $N_{M.об}$ — поток флуоресценции мишени, возбуждаемый излучением образца покрытия, относительно которого определялись флуктуации.

Экспериментальные данные приведены на рис. 3, где изображены зависимости флуктуаций потока флуоресценции вторичной мишени от логарифма отношения концентраций крайних элементов покрытий Ni—Cu—Ga и Cu—Ag—Sn. Материал вторичных мишеней выбирался из диапазона $23 \leq Z \leq 26$ для первого типа покрытий и $23 \leq Z \leq 27$ — для второго.

Указанный способ может использоваться при измерении толщины покрытий, включающих различные элементы. Принимая во внимание сложности, связанные с регистрацией длинноволнового рентгеновского излучения, использование его наиболее целесообразно при контроле покрытий, содержащих элементы с атомными номерами не менее 28 единиц. Таким образом, применение этого метода для контроля толщины составов Ni—Cr—Al—Y при больших колебаниях составов составляющих (более 20%) нецелесообразно.

ЛИТЕРАТУРА

1. Забродский В. А. Применение обратно-рассеянного рентгеновского излучения в промышленности. — М.: Энергоатомиздат, 1989.
2. А. с. 1160239 СССР/В. А. Забродский, О. А. Сидуленко/Открытия, Изобретения. — 1985. — № 21.