



Метрологическое обеспечение бесконтактных методов измерения толщины покрытий

Submitted 3.03.17
Accepted 21.03.17

Рассмотрены задачи измерения толщины покрытий, их основные характеристики, а также информативные и мешающие параметры при измерении толщины покрытий используемыми и перспективными бесконтактными методами НК. Проанализирована нормативная база по метрологическому обеспечению методов, в том числе бесконтактных, измерения толщины покрытий. Сформулированы предложения по разработке нормативных документов на рассмотренные бесконтактные методы измерения толщины покрытий, которые будут устанавливать требования к толщиномерам, мерам толщины покрытий, а также требования к их поверке и калибровке. Указаны меры, позволяющие обеспечить единство измерений в рассматриваемой области.

S. S. Golubev¹, N. I. Smirnova²

Metrological Assurance of Noncontact Methods of Coating Thickness Measurement

Today the thickness is one of the main parameters measured, determining the quality of the coatings. In some cases the measurement of the coating thickness should be performed using a non-contact non-destructive testing: eddy current, infrared thermography, X-ray (radiometric and fluorescent), β -back scattering. However, measuring instruments implementing the above methods can not be traceable to national primary standards, because these methods are indirect and calibration of measuring instruments must be carried out on the coating thickness standards with known stable factors affecting measurement accuracy the analysis of which for measuring tasks are performed.

The regulatory framework of metrological assurance of non-contact methods for measuring coating thickness are analyzed. The analysis showed that in the hierarchy scheme is not following type thickness gauges: dielectric coating on dielectric substrates; ferromagnetic coatings on dielectric substrates.

It is also found that the normative documents on the types and methods of nondestructive testing, which is set to the terms and definitions of the requirements, does not specify requirements for standards and measuring instruments involved in the transfer of units and implementing hierarchy scheme. Propositions for the development of normative documents to the non-contact methods for measuring coating thickness, which will establish the requirements for thickness gauge measures the thickness of coatings and the requirements for their verification and calibration are formulated.

To ensure uniformity of measurement of coating thickness non-contact methods is necessary except to impede the geometric also be sure to control the physical, electrical and thermal parameters measures the thickness for each of the non-contact method at the stages of manufacturing and verification of measuring instruments.

Keywords: thickness, coatings, coating thickness standards, non-contact, eddy-current, infrared thermography, x-ray, measurement.

Как известно, покрытия — это слои, искусственно полученные на поверхности металлических или неметаллических изделий, предохраняющие их от коррозии, износа или придающие им заданные функциональные свойства: прочность, износостойкость, теплозащита, радиопоглощение, антифрикционность и др. В зависимости от материала покрытия можно разделить на несколько основных групп:

металлические, неметаллические неорганические, лакокрасочные, пластмассовые, композиционные, покрытия из специальных материалов.

Толщина T покрытия нормируется для конкретных типов изделий и является одним из основных измеряемых параметров при выходном НК. В [1] указано, что задачи измерения T можно разделить по следующим сочетаниям покрытия/основание:

1. ферромагнитные электропроводящие покрытия на электропроводящих ферромагнитных основаниях;
2. неферромагнитные электропроводящие покрытия на электропроводящих ферромагнитных основаниях;
3. диэлектрические покрытия на электропроводящих ферромагнитных основаниях;
4. ферромагнитные электропроводящие покрытия на электропроводящих неферромагнитных основаниях;

**ГОЛУБЕВ
Сергей Сергеевич**
Заместитель Руководителя
Федерального агентства
по техническому
регулированию
и метрологии, Москва



**СМИРНОВА
Надежда Игоревна**
Инженер по метрологии
первой категории,
аспирантка ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И. Менделеева»,
Санкт-Петербург



¹ Federal Agency on Technical Regulation and Metrology, Moscow, Russia; golubev@gost.ru

² D. I. Mendeleev All-Russian Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia; nesterova.constant@gmail.com

5. неферромагнитные электропроводящие покрытия на электропроводящих неферромагнитных основаниях;
6. диэлектрические покрытия на электропроводящих неферромагнитных основаниях;
7. ферромагнитные электропроводящие покрытия на диэлектрических основаниях;
8. неферромагнитные электропроводящие покрытия на диэлектрических основаниях;
9. диэлектрические покрытия на диэлектрических основаниях.

Известна большая группа задач измерения толщины покрытий в производственных условиях, не допускающих или существенно ограничивающих возможность механического контакта первичных измерительных преобразователей с поверхностью изделий в процессе контроля. В связи с этим в настоящее время получают всё большее развитие методы, обеспечивающие бесконтактный режим измерения T , такие как вихретоковый фазовый, активный термографический, рентгеновские (радиометрические) флуоресцентный и по обратному рассеянию β -излучения. Дадим краткую характеристику этих методов НК применительно к указанным задачам измерения толщины покрытий.

Вихретоковый контроль основан на анализе взаимодействия собственного электромагнитного поля вихретокового преобразователя с электромагнитным полем вихревых токов, наводимых в контролируемом объекте (объекте и покрытии) и зависящих от электрофизических и геометрических параметров

основного металла и покрытия. В зависимости от задачи измерения и свойств материала основания и покрытия могут применяться различные функции изменения во времени электромагнитного поля (пробной энергии) и различные первичные информативные параметры, определяемые способом получения первичной информации. В практику бесконтактных измерений T прочно вошли вихретоковые толщиномеры, реализующие фазовый метод измерения, имеющий ряд преимуществ.

С использованием фазового метода вихретокового контроля возможно бесконтактное проведение измерений T :

- электропроводящих неферромагнитных покрытий на электропроводящих ферромагнитных основаниях;
- электропроводящих ферромагнитных покрытий на электропроводящих ферромагнитных основаниях;
- электропроводящих неферромагнитных покрытий на электропроводящих неферромагнитных основаниях.

На рис. 1. приведена структурная схема измерительного преобразователя, реализующего вихретоковый фазовый метод измерения толщины металлических покрытий на металлических основаниях [2].

Главным достоинством вихретокового контроля является возможность разработки преобразователей с частотой тока возбуждения от десятков герц до десятков мегагерц для измерения толщины покрытий в диапазоне от единиц микрометров до десятков миллиметров

с возможностью подавления влияния зазора между преобразователем и покрытием, шероховатости покрытия и основания, а также радиуса основания. К недостаткам следует отнести зависимость показаний от ряда мешающих параметров: электропроводности σ и магнитной проницаемости μ оснований и покрытий. Также имеется ряд ограничений по возможным сочетаниям покрытие — основание.

Тепловой контроль основан на анализе параметров тепловых полей контролируемых объектов. Бесконтактное измерение толщины покрытий может быть реализовано с использованием активного синхронного термографического метода. Этот метод [3], обобщенная схема которого представлена на рис. 2, позволяет производить измерение T :

- диэлектрических покрытий на металлических основаниях;
- диэлектрических покрытий на диэлектрических основаниях.

Достоинством метода является возможность бесконтактных измерений в диапазоне толщин от нескольких микрометров до 1 мм. Недостатком является зависимость результатов измерения от теплофизических (коэффициент теплопроводности λ , теплопроводность C , плотность ρ , коэффициент температуропроводности $a = \lambda / \rho C$, тепловая инерция $e = \lambda(C\rho)^{1/2}$, отражающая способность покрытия) и геометрических (в основном, шероховатость Rz) параметров покрытия и основания, а также от адгезии покрытия к основанию.

Радиационный контроль в основном использует фотонное (в том числе рентгеновское), нейтронное и электронное излучение.

Рентгеновский флуоресцентный метод — радиометрический метод НК, предназначенный для измерения T металлических тонких и сверхтонких покрытий на металлических и диэлектрических основаниях, особенно малоразмерных. Также применим для измерения многослойных покрытий. На рис. 3 представлена обобщенная схема измерительного преобразователя, реализующего рентгенофлуоресцентный метод измерения толщины покрытий.

С использованием радиометрического метода **обратного рассеяния β -частиц**, обобщенная схема первичного преобразователя которого представлена на рис. 4, можно производить измерение T :

- диэлектрических покрытий на металлических и диэлектрических основаниях;

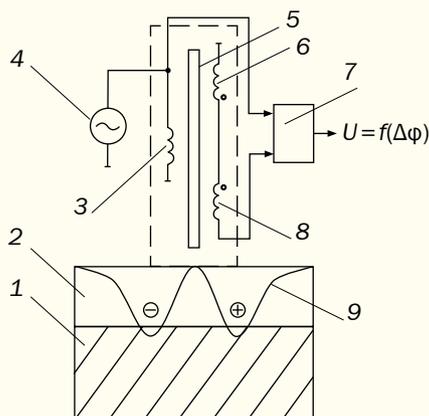


Рис. 1. Структурная схема вихретокового измерительного преобразователя, реализующего фазовый метод измерения толщины металлических покрытий на металлическом основании. 1 — основание, 2 — покрытие, 3 — обмотка возбуждения, 4 — генератор, 5 — ферритовый сердечник, 6 — компенсационная обмотка, 7 — фазовый детектор, 8 — измерительная обмотка, 9 — вихревой ток

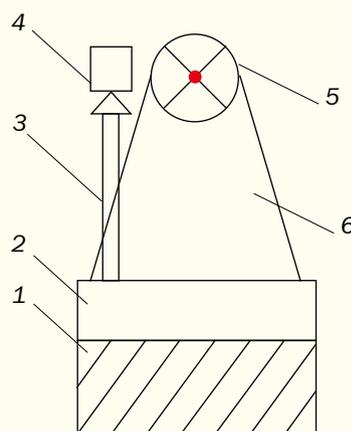


Рис. 2. Структурная схема измерительного преобразователя, реализующего активный синхронный термодинамический метод измерения толщины диэлектрических покрытий на металлических и неметаллических основаниях. 1 — основание, 2 — покрытие, 3 — инфракрасное излучение, 4 — термодинамический чувствительный элемент, 5 — лампа-вспышка, 6 — импульсный поток теплового излучения

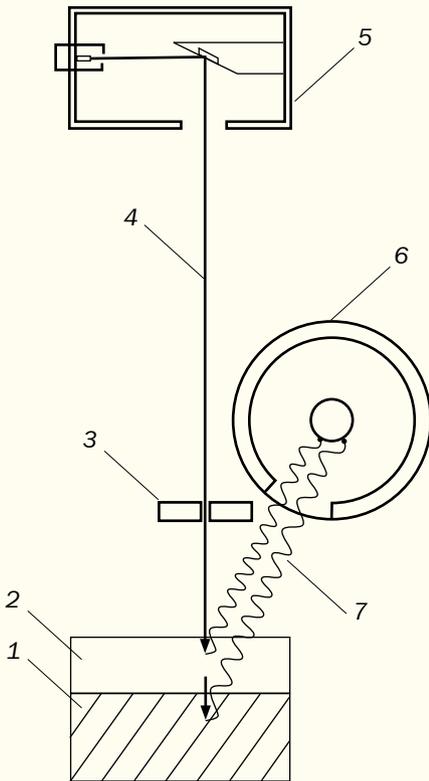


Рис. 3. Структурная схема измерительного преобразователя, реализующего рентгенофлуоресцентный метод измерения толщины покрытий: 1 — основание, 2 — покрытие, 3 — коллиматор, 4 — первичное рентгеновское излучение, 5 — рентгеновская трубка, 6 — детектор, 7 — вторичное рентгеновское излучение

• металлических (в том числе многослойных) покрытий на металлических и диэлектрических основаниях.

Метод позволяет проводить измерения в диапазоне от сотых долей до сотен микрометров.

Параметрами, влияющими на результаты радиометрических методов являются плотность ρ и атомный номер $N_{ат}$ материалов покрытия и основания, шероховатость Rz .

Все упомянутые бесконтактные методы измерения T защитных и функциональных покрытий являются косвенными. Это означает, что настройка (градуировка), поверка и калибровка средств измерения должны в соответствии с [4] осуществляться по эталонным мерам толщины, имитирующим измеряемый физический параметр (в данном случае T) в диапазоне его изменения при известных стабильных мешающих параметрах. Также следует учитывать, что каждый отдельно взятый метод решает ограниченный круг задач измерения T и характеризуется отличающимися мешающими параметрами.

Существующая Государственная поверочная схема для средств измерения (СИ) толщины покрытий в диапазоне от 1 до 20000 мкм, утверждённая в качестве рекомендации по метрологии Р50.2.006-2001 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений толщины покрытий

в диапазоне 1–20000 мкм», разработана ФГУП «ВНИИМС» взамен устаревшего ГОСТ 8.536-85. В соответствии с ней в качестве рабочих СИ применяют меры толщины и толщиномеры покрытий, сгруппированные по назначению в зависимости от вида материалов покрытий и оснований измеряемых объектов. На рис. 5 представлены девять типов толщиномеров из поверочной схемы.

Как следует из проведённого рассмотрения, в действующей поверочной схеме отсутствуют толщиномеры диэлектрических и ферромагнитных покрытий на диэлектрических основаниях.

В соответствии с действующей поверочной схемой [5] основным средством поверки толщиномеров покрытий являются эталонные меры толщины покрытий и установки для поверки магнитных и вихретоковых толщиномеров диэлектрических покрытий, пример которых представлен на рис. 6.

До 1988 г. на меры толщины распространялся ГОСТ 25177-82. Продление срока действия ГОСТ 25177 невозможно, т.к. некоторые его положения устарели и не соответствуют современным требованиям. Бесконтактные методы контроля, используемые при разработке измерительных преобразователей толщиномеров защитных и функциональных покрытий, основываются на зависимости какого-либо информативного параметра от T . Однако, как было указано,

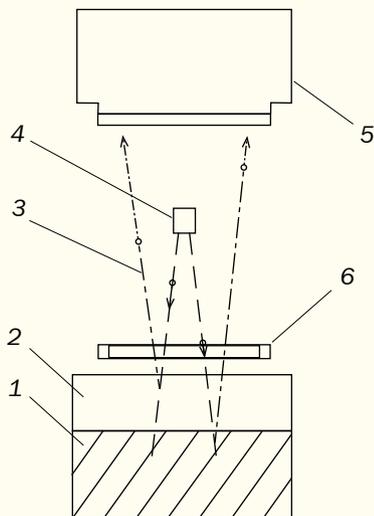


Рис. 4. Структурная схема измерительного преобразователя, реализующего метод измерения толщины покрытий по обратному рассеянию β -частиц: 1 — основание, 2 — покрытие, 3 — отраженные частицы, 4 — источник, 5 — регистратор, 6 — апертурное кольцо

Толщиномеры полупроводниковых покрытий на диэлектрических основаниях 5÷30 мкм $\Delta = 0,4 \div 1,0$ мкм	Толщиномеры диэлектрических покрытий на полупроводниковых основаниях 1÷5 мкм $\Delta = 0,4 \div 1,0$ мкм	Толщиномеры немагнитных токопроводящих покрытий на магнитных основаниях 4÷1 000 мкм $\Delta = 1,5 \div 100,0$ мкм
Толщиномеры немагнитных токопроводящих покрытий на немагнитных токопроводящих основаниях 2÷500 мкм $\Delta = 0,4 \div 20,0$ мкм	Толщиномеры магнитных покрытий на немагнитных токопроводящих основаниях 5÷100 мкм $\Delta = 0,4 \div 10,0$ мкм	Толщиномеры магнитных покрытий на магнитных основаниях 5÷100 мкм $\Delta = 0,5 \div 10,0$ мкм
Толщиномеры вихретоковые для диэлектрических покрытий на немагнитных токопроводящих основаниях 2÷20 000 мкм $\Delta = 1 \div 200$ мкм	Толщиномеры магнитные для диэлектрических покрытий на магнитных основаниях 2÷20 000 мкм $\Delta = 1 \div 200$ мкм	Толщиномеры немагнитных токопроводящих покрытий на диэлектрических основаниях трубчатых (диаметр 0,6 ÷ 1,5 мм) 5÷100 мкм $\Delta = 5,0$ мкм

Рис. 5. Рабочие средства измерений по поверочной схеме Р50.2.006-2001

Меры толщины немагнитных токопроводящих покрытий на магнитных основаниях 4÷1 000 мкм $\Delta = (0,1 + 0,025h)$ мкм	Меры толщины немагнитных токопроводящих покрытий на немагнитных токопроводящих основаниях 2÷500 мкм $\Delta = (0,3 + 0,025h)$ мкм	Меры толщины магнитных покрытий на немагнитных токопроводящих основаниях 5÷100 мкм $\Delta = (0,1 + 0,025h)$ мкм
--	---	--

Рис. 6. Эталоны 2-го разряда по поверочной схеме Р50.2.006-2001

информативные параметры зависят не только от измеряемой величины, но и от ряда мешающих параметров. Вместе с тем, в соответствии с действующей нормативной документацией, при изготовлении, калибровке и поверке существующих мер толщины контролируются только их геометрические параметры: толщина покрытия, разнотолщинность, шероховатость поверхности, без учёта мешающих параметров, которые непосредственно влияют на результат измерения бесконтактными толщиномерами, определяя при этом действительное значение T и неопределённость результата измерения. В связи с этим представляется необходимой разработка новых стандартов на меры толщины, а также совершенствование поверочной схемы или разработка нескольких локальных поверочных схем.

Анализ современной стандартизации по НК качества покрытий бесконтактными методами показал, что на сегодняшний день существуют нормативные документы на виды и методы НК, которые устанавливают требования к терминам и определениям, но не указаны требования к эталонам и средствам измерений, участвующим в передаче единицы и реализующим поверочную схему. Для устранения этого недостатка необходимо разработать нормативные документы на рассматриваемые бесконтактные методы измерения толщины покрытий, которые будут устанавливать требования к толщиномерам, мерам толщины покрытий, а также требования к их поверке и калибровке. Анализ зарубежного опыта в части стандартизации показал следующее:

- стандарт озаглавляется по типу или типам покрытий и оснований, для которых может применяться рассматриваемый метод измерения;
- указывается задача измерения, в данном случае — измерение толщины покрытия;
- указывается рассматриваемый метод измерения.

В качестве примеров укажем следующие стандарты: ISO 21968: Non-magnetic metallic coatings on metallic and non-metallic basis materials — Measurement of coating thickness — Phase-sensitive eddy-current method; ISO 2360: Non-conductive coatings on non-magnetic electrically conductive basis materials — Measurement of coating thickness — Amplitude-sensitive eddy-current method; ISO 2361: Electrodeposited nickel coatings on magnetic and non-magnetic substrates — Measurement of coating thickness — Magnetic method.

Однако, если мы более подробно рассмотрим эти стандарты, то увидим, что в них достаточно подробно описаны задачи измерения и физические основы метода. Но рассмотрение информативных и мешающих параметров и их влияние на результаты измерений носит описательный характер. Также нет четко изложенных требований к геометрическим и электрофизическим параметрам мер толщины покрытий, которые должны применяться для градуировки, поверки и калибровки толщиномеров. В стандартах отсутствуют схемы обеспечения прослеживаемости, без чего невозможна разработка поверочных схем.

Мешающие геометрические, физические, электрофизические и теплофизические параметры для каждого из бесконтактных методов должны контролироваться на этапах изготовления и поверки средств измерений в соответствии с представленной на рис. 7 схемой передачи размера единицы измеряемой величины T от мер к толщиномерам покрытий с учетом влияния мешающих параметров для каждого бесконтактного метода НК. В таком случае будет обеспечиваться метрологическая прослеживаемость.

Одним из вариантов решения рассматриваемой проблемы обеспечения единства измерений в области толщинометрии покрытий бесконтактными методами, а также координации работ метро-

логических служб, производителей и потребителей бесконтактных толщиномеров покрытий представляется необходимым разработка следующих стандартов:

1. Металлические покрытия на магнитных и немагнитных металлических основаниях. Измерение толщины покрытия вихретоковым фазовым методом.
2. Неметаллические покрытия на металлических и неметаллических основаниях. Измерение толщины покрытия активным синхронным термографическим методом.
3. Металлические и неметаллические покрытия на металлических и неметаллических основаниях. Измерение толщины покрытия β -отражения методом.
4. Металлические и неметаллические покрытия на металлических и неметаллических основаниях. Измерение толщины покрытия рентгено-флуоресцентным методом.

Каждый стандарт должен быть выпущен в трёх частях:

- часть 1. Метод измерения;
- часть 2. Поверка толщиномеров, которая должна содержать методику расчёта расширенной неопределённости результатов измерений;
- часть 3. Калибровка и поверка мер толщины покрытий, которая должна содержать основные условия, требования к производству мер толщины, описание поверки мер толщины и метрологической прослеживаемости, а также методику расчёта расширенной неопределённости результатов измерений при поверке.

На основании стандартов должны быть разработаны поверочные схемы и средства измерений для их реализации.

Литература

1. Бабаджанов Л.С., Бабаджанова М.Л. Метрологическое обеспечение измерений толщины покрытий. — М.: Изд-во стандартов, 2004.
2. ISO 21968:2005. Non-magnetic metallic coatings on metallic and non-metallic basis materials — Measurement of coating thickness — Phase-sensitive eddy-current method.
3. Бариска А., Райнке Н., Сясько В.А. Активный синхронный термодинамический метод измерения толщины диэлектрических покрытий. — В мире НК. 2016. Т. 19. № 1. С. 14–16.
4. Потапов А.И., Сясько В.А. Неразрушающие методы и средства контроля толщины покрытий и изделий. — СПб.: Гуманитика, 2009. — 904 с.
5. P50.2.006–2001 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений толщины покрытий в диапазоне измерений толщины покрытий в диапазоне 1–20000 мкм. — М.: Изд-во стандартов, 2001.

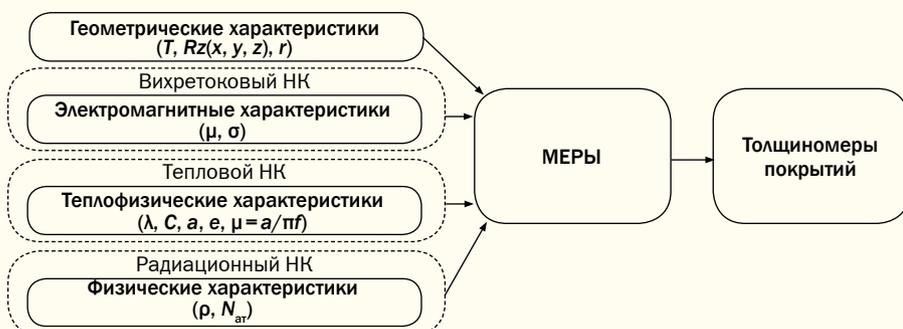


Рис. 7. Схема передачи размера единицы величины от мер к толщиномерам покрытий с учётом влияния мешающих параметров для каждого бесконтактного метода