

## БЕСКОНТАКТНЫЕ РАДИАЦИОННЫЕ МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Сясько В.А.

ООО «Константа», г. Санкт-Петербург

Радиационный неразрушающий контроль – это вид неразрушающего контроля, основанный на регистрации и анализе ионизирующего излучения после его взаимодействия с объектом контроля. Радиационный контроль в основном использует фотонное (в том числе рентгеновское), нейтронное и электронное излучение.

Радиометрический метод является одним из методов радиационного вида неразрушающего контроля. Это метод радиационного неразрушающего контроля, основанный на измерении одного или нескольких параметров ионизирующего излучения после его взаимодействия с объектом контроля.

Радиационная толщинометрия – радиометрический метод неразрушающего контроля, предназначенный для измерения толщины или поверхностной плотности материала. Метод основан на измерении параметров ионизирующего излучения, возникающего в результате взаимодействия первичного ионизирующего излучения с контролируемым материалом покрытия и основания.

### РАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ (РЕНТГЕНОВСКИЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ) МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ТОЛЩИНЫ ПОКРЫТИЙ

В основе рентгеновского флуоресцентного метода измерений лежит явление фотоэлектрического взаимодействия (фотоэффекта), представляющего собой взаимодействие кванта электромагнитного излучения с энергией атома  $E_0$ .

При облучении атома фотонами с высокой энергией (возбуждаю-

щим первичным излучением рентгеновской трубки) происходит поглощение энергии рентгеновского фотона  $E_\phi$  одним из электронов внутренней оболочки атома.

При этом  $E_\phi > E_u$ , где  $E_u$  – энергия ионизации. Электрон покидает атом, на внутренних орбиталях образуется дырка, которая через миллионные доли секунды заполняется электроном из внешних орбиталей (происходит рекомбинация, при которой вакантное место внутренней оболочки заполняется электроном с внешней оболочки).

Этот переход сопровождается испусканием энергии в виде вторичного рентгеновского фотона – этот феномен и называется флуоресценция (спектр излучения вторичного рентгеновского излучения лежит в диапазоне между ультрафиолетовым и гамма-излучением). Энергия рентгеновской флуоресценции (энергия испускаемого фотона)  $E_{рф} < E_u$ .

В общем случае, у атома несколько электронных оболочек (орбиталей). Существует целый набор возможных переходов на освободившееся место на внутренней оболочке с внешних электронных оболочек. Энергия испускаемого вторичного фотона определяется разницей между энергией начальной и конечной орбиталей, между которыми произошел переход электрона.

Длина волны испускаемого фотона связана с энергией формулой

$$E_{рф} = E_1 - E_2 = hc/\lambda,$$

где  $E_1$  и  $E_2$  – энергии орбиталей, между которыми произошел пе-

реход электрона,  $h$  – постоянная Планка,  $c$  – скорость света,  $\lambda$  – длина волны испускаемого (вторичного) фотона.

Из выше сказанного следует, что длина волны флуоресценции является индивидуальной характеристикой каждого элемента таблицы Менделеева и называется характеристической флуоресценцией.

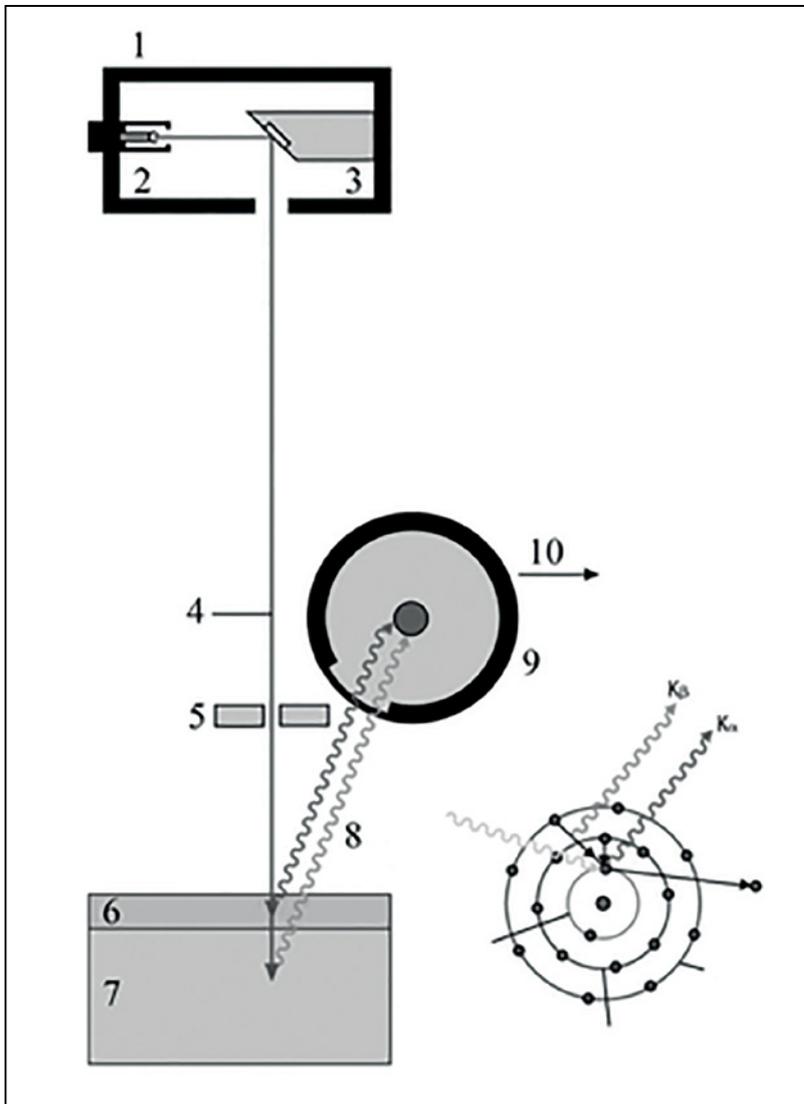
При рассмотрении процессов измерения следует учесть следующее: энергия химических связей в молекулах столь мала, по сравнению с энергией рентгеновских фотонов, что химические соединения можно рассматривать как смеси.

В то же время интенсивность (число фотонов, поступающих за единицу времени) излучения пропорциональна концентрации (количеству атомов) соответствующего элемента.

Это дает возможность элементного анализа вещества: определение количества атомов каждого элемента, входящего в состав образца (определение химического состава различных материалов) и измерение толщины покрытий из однородных материалов.

Таким образом, рентгено-флуоресцентная толщинометрия покрытий основана на анализе спектрального распределения характеристического рентгеновского излучения, возникающего в результате взаимодействия первичного рентгеновского излучения с материалами покрытия и основания.

По мере увеличения толщины покрытия интенсивность его характеристического излучения



**Рисунок 1.** Первичный измерительный преобразователь с объектом измерения: 1 – рентгеновская трубка, 2 – катод, 3 – анод, 4 – первичное рентгеновское излучение, 5 – коллиматор, 6 – слой покрытия, 7 – материал основы объекта измерения, 8 – вторичное рентгеновское излучение от покрытия и основания, 9 – детектор, 10 – электрические импульсы (первичная измерительная информация).

экспоненциально растет, а интенсивность характеристического излучения основания падает.

Этот неразрушающий метод, практически не требующий подготовки образцов, охватывает диапазон элементов от малых атомных чисел до урана, и позволяющий измерять концентрации от 0,1 до 100 %, оптимален для измерения толщины металлических покрытий (в том числе из драгоценных и дорогостоящих металлов), наносимых на ферро- и неферромагнитные элект-

ропроводящие, а также диэлектрические основания, особенно малоразмерные.

Измерительные приборы и системы, построенные с использованием рентгеновского флуоресцентного метода, состоят из первичного измерительного преобразователя и устройств обработки первичной измерительной информации и отображения результатов измерения.

Первичный измерительный преобразователь включает в

свой состав следующие блоки и устройства (рисунок 1):

- источник рентгеновского излучения с коллиматором;
- устройство для позиционирования контрольных образцов (изделий);
- детектор.

Нагретый катод рентгеновской трубки испускает электроны. При ускорении регулируемым высоким напряжением электроны бомбардируют анод из вольфрама или молибдена. Кинетическая энергия электронов преобразуется в тормозное излучение.

Также генерируется характеристическое рентгеновское излучение. Первичное излучение является суммой этих двух излучений. Его максимальная энергия может достигать десятков кэВ.

С использованием коллиматоров заданной формы (квадратных, круглых и так далее) выделяется часть потока излучения.

Это позволяет создать зону измерения необходимой формы и размеров (минимальные зоны до нескольких мм в диаметре). Первичное рентгеновское излучение возбуждает материалы покрытия и основания для генерации рентгеновского флуоресцентного излучения. Рентгеновское флуоресцентное излучение преобразуется в электрический сигнал детектором излучения, например счетной ксеноновой трубкой.

В этом случае рентгеновское флуоресцентное излучение ионизирует атомы ксенона, освобождая электроны, которые ускоряются и движутся к находящейся в центре счетной трубки проволоке, имеющей высокий потенциал. Число освободившихся электронов пропорционально энергии рентгеновского флуоресцентного излучения.

# I ИСПЫТАНИЯ И КОНТРОЛЬ

Удары электронов в проволоку преобразуются в электрические импульсы с помощью электрометрического усилителя. Амплитуда импульсов пропорциональна энергии излучения.

Также характеристикой излучения является частота их появления. Эти два параметра являются первичными информативными.

В настоящее время используются детекторы следующих типов: на основе газовой ионизационной камеры, работающей в токовом режиме; на основе скintилляционного кристалла, сочлененного с ФЭУ, работающего в счетном или токовом режиме.

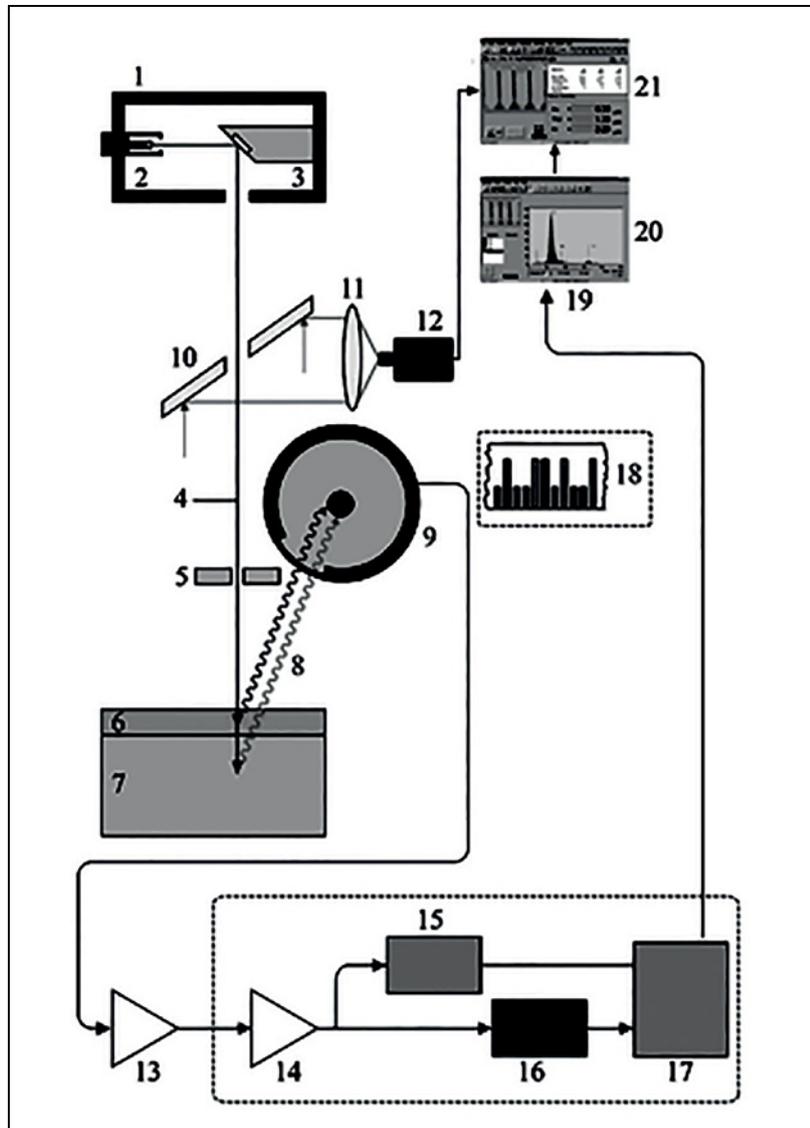
Обобщенная структурная программно – аппаратная схема рентгено-флуоресцентного толщиномера представлена на **рисунке 2**.

Представленная на **рисунке 2** обобщенная схема содержит следующие аппаратные модули: первичный измерительный преобразователь, устройство обработки первичной измерительной информации (вторичный измерительный преобразователь); видеоизмерительная система.

Также схема содержит программные модули: модуль расчета и построения спектрограммы и модуль расчета толщины покрытия.

Микрокомпьютер производит подсчет числа импульсов (интенсивности излучения – числа импульсов в единицу времени) с разделением их по энергетическому спектру с индикацией на экране монитора. Распределение энергии, содержащейся в полученном спектре (**рисунк 3**) несет информацию о составе образца.

Интенсивность спектральной линии покрытия является одной из мер толщины покрытия (второй мерой будет являться интенсивность спектральной линии



**Рисунок 2.** Обобщенная структурная программно – аппаратная схема рентгено-флуоресцентного толщиномера: 1 – рентгеновская трубка, 2 – катод, 3 – анод, 4 – первичное рентгеновское излучение, 5 – коллиматор, 6 – слой покрытия, 7 – материал основы объекта измерения, 8 – вторичное рентгеновское излучение, 9 – детектор, 10 – зеркало, 11 – оптическая система, 12 – цифровая видеокамера, 13 – предварительный усилитель, 14 – основной усилитель, 15 – амплитудный анализатор, 16 – счетчик, 17 – микрокомпьютер (микроконтроллер), 18 – электрические импульсы (первичный информативный параметр), 19 – измерительная информация, 20 – спектрограмма, 21 – результат измерения.

основания). Чем выше энергия рентгеновской флуоресценции для элемента, тем правее будет соответствующая линия спектра (согласно закону Мосли, энергия растет пропорционально атомному числу элемента, то есть линии более тяжелых элементов будут правее). При измерении многослойных покрытий обычно видны распределения энергий в спектрах

излучения всех имеющихся покрытий, элементы, составляющие покрытия, а также спектр материала основания.

Интенсивность спектральных линий материала наружного покрытия растет с увеличением его толщины, поскольку при этом увеличивается число излучающих атомов.

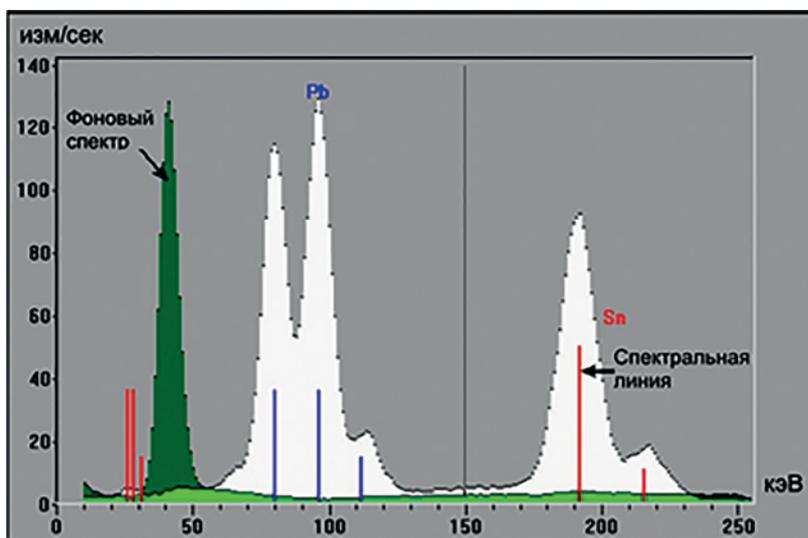


Рисунок 3. Распределение энергии в спектре излучения, принятого детектором.

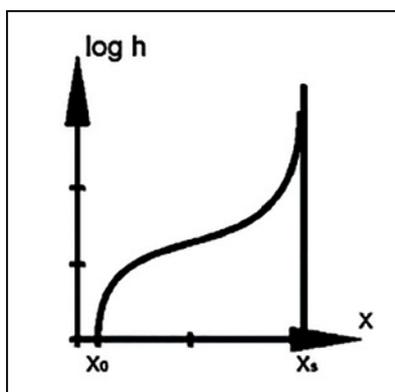


Рисунок 4. Пример логарифмической градуировочной характеристики (зависимости результата вычисления толщины покрытия  $h$  от частоты отсчетов импульсов  $x$ , пропорциональной интенсивности вторичного излучения, с выхода усилителей).

В то же время, излучение атомов покрытий, расположенных под внешним слоем покрытия, и материала основания – уменьшается.

Позиционирование объекта контроля относительно коллиматора и детектора осуществляется с применением автофокусирующейся цифровой видеокамеры.

Программные модули расчета и построения спектрограммы и расчета толщины покрытия предназначены для обработки первичной измерительной информации

по сложным алгоритмам, обеспечивающим достоверность измерений. Программные продукты должны содержать:

- картины спектров элементов, которые необходимо будет анализировать (в общем случае это порядка двадцати четырех спектров элементов);
- картины спектров элементов покрытий при их послойном нанесении в зависимости от толщины каждого из слоев;
- картины спектров элементов покрытия в сочетании с картинами спектров элементов, входящих в состав основания, в зависимости от толщины покрытия или толщины слоев покрытий;
- градуировочные характеристики (зависимость интенсивности вторичного рентгеновского излучения от толщины покрытия для заданных элементов) для покрытий в сочетании с аналогичными зависимостями для вторичного рентгеновского излучения основания (рисунок 4).

Программный модуль расчета и построения спектрограммы выполняет обработку измерительной информации с выходов счетчи-

ка и амплитудного анализатора. Результатом его работы является протокол (файл), содержащий информацию о спектральной картине принятого вторичного излучения.

Программный модуль расчета толщины покрытия обрабатывает информацию, полученную с использованием программного модуля расчета и построения спектрограммы с учетом предварительно введенной информации о параметрах контролируемого изделия (материалы и число слоев покрытия, материал основания) и выполненной калибровки, а также информации с цифровой видеокамеры. Результатом его работы является расчет толщин слоев покрытия.

Для проведения измерений конкретных сочетаний покрытие/основание в заданном диапазоне толщин покрытий толщиномеры перед проведением измерений должны быть откалиброваны с применением соответствующих калибровочных образцов. Калибровочные образцы представляют собой набор, включающий:

- калибровочный образец основания (пластину без покрытия, идентичную или близкую по своим физическим характеристикам и химическому составу материалу основания контролируемых деталей);
- калибровочные образцы основания с покрытием, соответствующим по своему химическому составу материалу покрытия. Толщины покрытий должны перекрывать диапазон измеряемых толщин покрытий конкретных деталей;
- калибровочные образцы с многослойными покрытиями, сочетания, химические характеристики и толщины которых соответствуют параметрам измеряемых толщин покрытий с разбивкой по диапа-

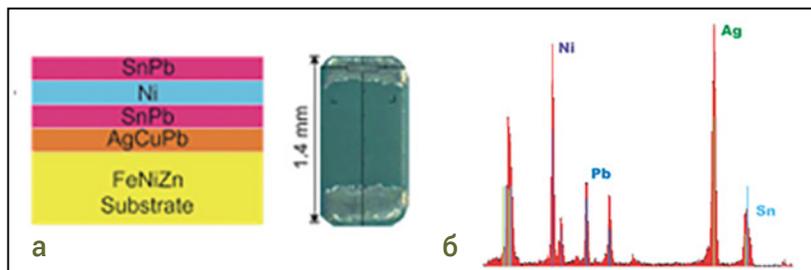


Рисунок 5. Ферритовый модуль памяти и структура покрытие/основание (а) и его спектральная характеристика (б).

зонам возможных сочетаний их толщин.

Проведение измерений с использованием рентгено-флуоресцентных толщиномеров имеют некоторые особенности. Отметим основные из них.

В приборах используется рентгеновское излучение и высокое напряжение на некоторых узлах. Только строгое соблюдение инструкций по эксплуатации и общих требований по работе с оборудованием данного класса сделает вашу работу безопасной и эффективной.

При калибровке следует правильно указывать марки материалов покрытий и оснований, диапазоны контролируемых толщин.

Правильно выбирать калибровочные образцы.

Следуя инструкции, устанавливать объекты контроля на стол,



Рисунок 7. Внешний вид прибора X – Strata980.

задавать напряжение на рентгеновской трубке и другую служебную информацию.

Следить за технологическим процессом проведения калибровки и измерений.

В качестве примера рассмотрим задачу измерения, практически не решаемую с использованием других методов.

В электронной промышленности остро стоит проблема контроля качества изделий с малыми габаритами, например, ферритовых модулей памяти (рисунок 5).

Необходимо измерять несколько слоев покрытий на изделии, размеры которого порядка 1,5 x 1 мм. Покрытие модуля состоит из четырех слоев – двух слоев олово-свинцового припоя, разделенных никелем, и одного слоя проводящей пасты, также содержащей свинец.

Благодаря малой зоне измерения (диаметром несколько мкм), высокочувствительным преобразователям и мощному программному обеспечению с большим набором картин спектров различных сочетаний покрытий рентгено-флуоресцентные толщиномеры позволяют производить измерение толщин всех слоев покрытия.

Ведущие позиции среди производителей рентгено-флуоресцентных приборов, выполняющих функции спектроанализаторов и



Рисунок 6. Внешний вид системы Fischerscope X-RAY XDAL.

толщиномеров защитных покрытий, занимают следующие фирмы: *Helmut Fischer, Oxford Instruments, Roenanalytik, Quantum Equipment, Skyray XRF.*

Для понимания назначения, областей применения и особенностей рассмотрим продукцию указанных выше производителей.

*Helmut Fischer.* Немецкая фирма – производитель толщиномеров покрытий самого различного назначения, в том числе, использующих рентгено-флуоресцентный метод. Фирма выпускает большую номенклатуру оборудования для рентгено-флуоресцентного анализа изделий и покрытий, в том числе для измерения их толщины.

*Fischerscope X-RAY XDAL.* Рентгено-флуоресцентная совмещенная система для измерения толщины покрытий и анализа состава материалов. Программно-аппаратный комплекс для автоматического быстрого измерения очень тонких многослойных систем покрытий (в составе с программным продуктом WinFTM V6).

Система позволяет производить анализ по 24 элементам в многослойных системах покрытий (до 4 – 5 слоев). Системы покрытий могут тестироваться на соответствие толщины и состава каждого из слоев. Система позволяет производить измерения на изделиях с контактной поверхностью менее 1 мм. Основное назначение – проведение измерений в микроэлек-



Рисунок 8. Внешний вид многофункционального прибора Thick-800.

тронной промышленности, где большой объем составляют дорогостоящие покрытия – золото, кадмий, палладий и другие. Система позволяет производить измерение толщины цветного золота, наносимого на каратное золото. Одно из главных отличий – приемлемые габариты и удобство в работе, программное обеспечение имеет большую библиотеку спектров и градуировочных характеристик. Наличие программно-управляемого стола и цифровой видеосистемы высокого разрешения упрощает работу. Система может быть укомплектована требуемыми калибровочными образцами.

Контролируемые материалы – от алюминия до урана. Коллиматоры обеспечивают диаметр зоны измерения от 0,1 до 0,6 мм.

*Oxford Instruments.* Английская фирма – разработчик и производитель широкой гаммы приборов неразрушающего контроля.

*X – Strata980.* Прибор для проведения анализа материалов и измерения толщины покрытий из золота и платины (в том числе многослойных) в электронной промышленности, а также гальванических покрытий всех типов. Прибор имеет встроенный компьютер, представляет собой законченное изделие. Удобен и прост в эксплуатации.



Рисунок 9. Внешний вид прибора EcoMaster.

*Skyray XRF.* Американский производитель систем рентгено-флуоресцентного анализа.

*Thick-800.* Прибор для измерения толщины гальванических покрытий. Позволяет измерять толщину большой номенклатуры защитных покрытий. Имеет трехкоординатный стол для позиционирования деталей с цветной видеосистемой. Обеспечивает минимальный размер зоны измерения 0,1x0,5 мм. Программный продукт позволяет выполнять статистическую обработку измерительной информации.

*Roenganalytic.* Немецкий производитель рентгеновского оборудования.

*EcoMaster.* Универсальный прибор для измерения толщины покрытий (в том числе многослойных) в ювелирной и электронной промышленности. Позволяет производить измерение практически всех покрытий, наносимых гальваническим способом. Имеет программно управляемый установочный стол. Диаметр зоны измерения может изменяться от 0,1 до 0,3 мм. Имеет цветную видеосистему высокого разрешения. Прост и удобен в работе.

## ВЫВОДЫ

Многофункциональные приборы на основе рентгеновского флуоресцентного метода позволяют производить измерение толщины одно- и многослойных покрытий в диапазоне толщин от нескольких нанометров до десятков микрометров с точностью, удовлетворяющей нужды современных высокотехнологичных производств, включая гальванические. Отличительной чертой является бесконтактность и малый диаметр зоны измерения, что необходимо при измерении толщины металлических покрытий на миниатюрных и сложнопрофильных изделиях.

## СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ

Владимир Александрович Сясько – д.т.н., генеральный директор ООО «Константа», г. Санкт-Петербург  
Тел.: +7 (812) 372-29-03 (04)  
office@constanta.ru