

Measurements of Metal Coating Thickness by Magnetic Methods. Assurance of Results Reliability under Conditions of Machinery Production

V. A. Syasko,
A. E. Ivkin

The factors defining metrological characteristics of magneto-inductive metal coating thickness gauges and reliability of measurements results with their use under conditions of machinery production are analyzed in the article.



О ДОСТОВЕРНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ТОЛЩИНЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ МАГНИТНЫМИ МЕТОДАМИ В УСЛОВИЯХ МАШИНОСТРОИТЕЛЬНЫХ ПРОИЗВОДСТВ

В России традиционно уделяется большое внимание вопросам метрологического обеспечения измерения толщины покрытий, в том числе металлических, большая часть из которых имеет высокую стоимость и малую толщину $h=2\text{--}20 \mu\text{m}$ [1]. На отечественном рынке представлена большая номенклатура отечественных и зарубежных магнитных (магнитоиндукционных и магнитостатических) толщиномеров металлических покрытий [2]. В руководстве по эксплуатации для каждого преобразователя, входящего в состав прибора, должны обязательно оговариваться типы контролируемых покрытий и оснований, предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерений (для импортных приборов — accuracy) Δh , диапазон из-

мерений h_{\max} , минимальные внутренний и наружный радиусы r изделий, диаметр D зоны измерения и допускаемая шероховатость $R_{z_{\max}}$ основания (покрытия), рабочий температурный диапазон.

В настоящее время у большинства ведущих производителей появились толщиномеры металлических покрытий с заявляемым пределом допускаемой основной абсолютной погрешности измерения $\Delta h < \pm[(0,005 + 0,01) h + 1] \mu\text{m}$ в области малых толщин. При этом подразумевается, что испытания приборов проводят в нормальных условиях на образцовых основаниях и рабочих эталонах (мерах толщины покрытий), идентичных тем, на которых определяли градуировочную характеристику [3]. Однако заявляемое значение Δh может вводить неподготовленных пользователей в заблуждение относительно достоверности результатов измерения в производственных условиях (под достоверностью результатов измерений будем понимать обеспечение погрешности измерений с заданной доверительной вероятностью в исследуемом диапазоне измерения).

Проанализируем соответствие заявляемых и реально обеспечиваемых (достижимых) метрологических характеристик магнитных толщиномеров защитных металлических покрытий в производственных условиях.

Метрологические характеристики толщиномеров определяются методом из-

мерений, построением измерительных преобразователей, используемыми алгоритмами преобразования и вычисления h по градуировочной характеристике. Существенное влияние оказывают мешающие параметры, действующие на измерительные преобразователи в процессах градуировки, калибровки и измерений. К геометрическим мешающим параметрам относятся: толщина основания T , диаметр зоны измерения D , радиус кривизны r и шероховатость R_z поверхности. Физические мешающие параметры включают: удельные электропроводности σ_1 , σ_2 и относительные магнитные проницаемости μ_1 , μ_2 покрытия и основания, температуру t , внешние электромагнитные поля и др.

Воздействие геометрических мешающих параметров

Шероховатость и кривизна поверхности. Для магнитоиндукционных преобразователей дополнительная погрешность измерения толщины металлических покрытий зависит от зазора Z , обусловленного R_z , и эквивалентного зазора Z^* , обусловленного r . Для оснований с регулярной шероховатостью при нормальном распределении погрешности измерения $6S = R_z/2,5$, где S — стандартное отклонение погрешности измерения для нормального закона распределения [2]. Например, при $R_z \approx 5 \mu\text{m}$ разброс результатов измерения ($\Delta h(R_z)$) будет порядка $\pm 1 \mu\text{m}$.

Сотрудники ЗАО «Константа»,
Санкт-Петербург:



Сясько Владимир Александрович
Генеральный директор, д. т. н.

Ивкин Антон Евгеньевич
Начальник отдела разработок, к. т. н.

При измерении покрытий в области малых толщин на цилиндрических изделиях радиусом r дополнительная погрешность измерений $\Delta h(r)$ носит аддитивный характер. Для преобразователей с диаметром зоны измерения $D=1,5 \pm 3$ мм погрешность $\Delta h(r) \approx (200+220)r^{-1.07}$, где r измеряется в миллиметрах, $\Delta h(r)$ — в микрометрах. Например, при изменении r от 10 до 7,5 мм значение $\Delta h(r)$ изменится с 9 до 12 мкм.

Диаметр зоны измерения и краевой эффект. Чувствительные элементы первичных преобразователей проектируются с внешними экранами из магнитомягких сталей. При этом можно утверждать, что D практически равен диаметру экрана преобразователя, а минимальное расстояние от экрана до края плоского изделия, при котором не возникает дополнительной погрешности, можно считать равным $(0,1-0,2)D$.

Толщина основания. Одной из главных характеристик основания является его минимальная толщина T_{min} , не влияющая на результат измерения. Для низкочастотных магнитоиндукционных и магнитостатических преобразователей $T_{min} \approx (0,3+0,4)D$ [4].

Воздействие физических мешающих параметров

Электропроводность основания и покрытия при измерении электропроводящих неферромагнитных покрытий на идентичных основаниях. Для низкочастотных магнитоиндукционных и магнитостатических преобразователей погрешность измерений не зависит от рассматриваемых параметров [2].

Магнитная проницаемость основания при измерении электропроводящих неферромагнитных покрытий на ферромагнитных основаниях. Информативный параметр магнитоиндукционных двухобмоточных трансформаторных преобразователей — изменение потокосцепления $\Psi(h)$, пронизывающего измерительную (вторичную) обмотку, обратно пропорциональное h и прямо пропорциональное μ_2 [4]:

$$\Psi(h) = \Psi_0 + \Psi_{vn}(h),$$

где Ψ_0 — потокосцепление при $h=\infty$; $\Psi_{vn}(h)$ — вносимое потокосцепление.

Для сталей характерен локальный разброс магнитных свойств. При этом разброс относительной магнитной проницаемости μ_2 для сталей, подвергнутых закалке и механической обработке, больше, чем для магнитомягких сталей. Для последних разброс μ_2 в пределах образца диаметром около 50 мм может достигать 10–20%. Для легированных сталей, подвергшихся закалке и шлифовке,

разброс μ_2 в поверхностном слое может составлять 40–80% [1].

Чтобы изучить влияние h и μ_2 на потокосцепление малогабаритных преобразователей, этот параметр измерительной обмотки рассчитывался методом конечных элементов [2]. На рис. 1 представлена зависимость $\Psi^*(h) = \Psi(h)/\Psi_0(h)$ в области малых толщин для преобразователя с диаметром зоны измерения $D=3$ мм при различных μ_2 . Локальный разброс магнитных свойств в области $\pm 50\%$ относительно среднего значения приведет к девиации показаний от $-1,5$ до $+0,7$ мкм. При меньших μ_2 для легированных сталей этот разброс будет существенно больше: в зависимости от марки материала от 1,5 до 4 мкм.

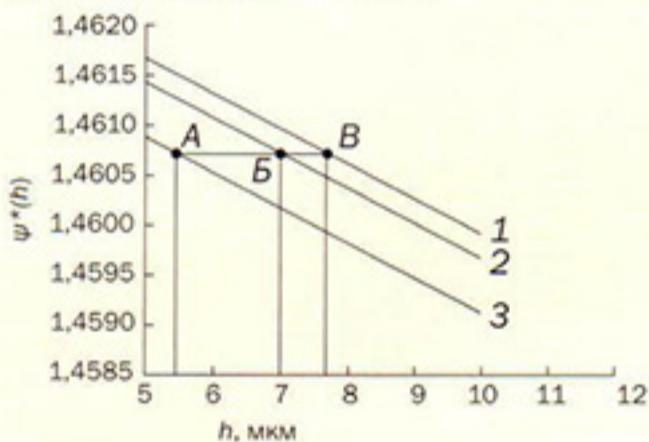


Рис. 1. Пример зависимости относительного потокосцепления $\Psi^*(h)$ при различной относительной магнитной проницаемости μ_2 стального основания. 1 — $\mu_2 = 2000$; 2 — $\mu_2 = 1500$; 3 — $\mu_2 = 1000$

Температура. В большинстве случаев для толщиномеров защитных покрытий в руководстве по эксплуатации оговаривается температура эксплуатации от -10 до $+40$ °С. Экспериментальные исследования влияния температуры для толщиномеров ведущих отечественных и зарубежных производителей выполнялись в диапазоне от -20 до $+40$ °С. В области малых толщин покрытий получены следующие температурные коэффициенты дополнительной составляющей погрешности $\Delta h(t)$, обусловленной влиянием температуры, для толщиномеров: «Константа K5» (Россия) — $0,06$ мкм/°С, «Elcometer 456» (Англия) — $0,13$ мкм/°С и «Positector 600» (США) — $0,38$ мкм/°С. Это означает, что при изменении температуры на 10 °С $\Delta h(t)$ составит примерно $0,6$ мкм — для «Константа K5», $1,3$ мкм — для «Elcometer 456», 4 мкм — для «Positector 600».

Внешние электромагнитные поля. Их источником являются силовые агрегаты (наводки промышленной сети частотой 50 и 100 Гц), преобразователи электро-приводов (импульсные наводки частотой до единиц килогерц) и коммуникационное оборудование (высокочастотные наводки). В зоне действия полей девиация показаний может превышать допускаемую абсолютную погрешность измере-

ний. Уменьшение их влияния достигается только проведением измерений с усреднением либо синхронизацией такта преобразования с периодом сетевого напряжения ($20, 40$ или 80 мс).

Геометрические и магнитные свойства сердечников преобразователей.

Проблемы обеспечения стабильности метрологических характеристик магнитоиндукционных измерительных преобразователей во многом определяются характеристиками сердечников:

- температурной и временной стабильностью магнитных свойств;
- стабильностью размеров и формы контактной поверхности;
- стабильностью положения сердечника относительно обмоток и внешнего ферромагнитного экрана.

Сердечники первичных измерительных преобразователей магнитоиндукционных толщиномеров в большинстве случаев традиционно изготавливаются из магнитомягких сталей, основными требованиями к которым являются следующие:

- высокая относительная магнитная проницаемость μ для обеспечения заданной чувствительности;
- малая остаточная магнитная индукция B_r и малая коэрцитивная сила H_c ;
- линейность характеристики преобразования тока возбуждения в магнитную индукцию поля;
- малая температурная зависимость магнитных свойств.

Линейность передаточной функции измерительных преобразователей является отправной точкой реализации тестовых методов (например, метода образцовых мер) повышения точности измерений (уменьшения влияния мешающих факторов).

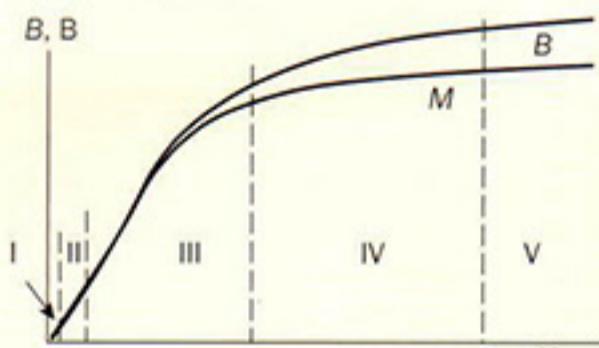


Рис. 2. Основные участки кривой намагниченности

Для магнитоиндукционных первичных измерительных преобразователей представляет практический интерес участок I (рис. 2), характеризующийся постоянной магнитной восприимчивостью (проницаемостью) $x_m = M/H = const$, $\mu_{nach} = (B/\mu_0 H) = const$. Намагничивание на этом участке осуществляется за счет обратимого упругого смещения доменных частиц и является линейным. Участки II–V являются нелинейными.

В качестве сердечников в большинстве случаев применяют магнитомягкие стали, пермалloy, магнитодиэлектрики и ферриты.

Главным отличием магнитомягких сталей является малая коэрцитивная сила и высокая магнитная проницаемость.

Оптимальным для построения магнитной системы магнитоиндукционных преобразователей является использование сердечников из чистого железа ($\mu_{\text{нч}} = 250 \pm 400$). Температурный коэффициент начальной относительной магнитной проницаемости $\mu_{\text{нч}}$ в температурном диапазоне от -40 до $+50^\circ\text{C}$ составляет $\approx 5 \cdot 10^{-4} \text{ град}^{-1}$. Изменение μ будет приводить к изменению коэффициента передачи и обуславливать появление дополнительной погрешности. Компенсация температурного дрейфа показаний может быть обеспечена с использованием тестовых методов обработки измерительной информации [2].

Важное значение для обеспечения заданных метрологических характеристик магнитоиндукционных толщиномеров имеет стабильность размеров и формы контактной поверхности сердечника.

При пересечении поверхности раздела участков магнитной цепи, имеющих отличающиеся значения магнитной проницаемости, линии магнитной индукции изменяют свое направление. Условием непрерывности соответствующих составляющих векторов B и H , а также условием преломления линий магнитной индукции (рис. 3) является выполнение условия $(\operatorname{tg}\alpha_1)/(\operatorname{tg}\alpha_2) = \mu_1/\mu_2$.

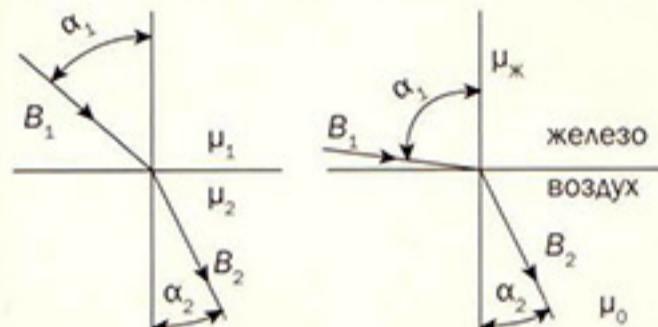


Рис. 3. Преломление линий магнитного поля на границе раздела сред с отличающимися магнитными свойствами

Для металлов $\mu = (50 \pm 600) \mu_0$, при этом можно считать, что силовые линии из сердечника и основания выходят под углами, близкими к нулю. Следовательно, вносимое потокосцепление $\Psi_{\text{вн}}$ (t, h), зависит от геометрических параметров, в том числе сердечника. В процессе интенсивной эксплуатации, особенно при измерениях на шероховатой поверхности большой твердости, происходит истирание не только защитного покрытия, но и основания сердечника (уменьшение высоты ℓ , образование плоской части и увеличение ее диаметра $\varnothing_{\text{пл}}$). Это приведет к увеличению вносимого коэффициента взаимоиндукции и изменению

картины силовых линий магнитного поля. Наклон градуировочной характеристики, особенно в области малых толщин, будет существенно увеличиваться, что будет приводить к погрешностям измерения толщины покрытия, даже при проведении двухточечной калибровки.

Истирание основания сердечников рождает важную проблему для цифровых толщиномеров покрытий. При малых толщинах покрытий получаемые коды будут увеличиваться и попадать в область «отрицательных» толщин градуировочной характеристики, что требует ее продления в область неопределенности. Она может быть выстроена там на основании каких либо гипотетических посылок и или экспериментальных исследований, причем необходимо учитывать, что ее крутизна должна существенно возрастать. Этот участок необходим, чтобы можно было проводить измерения с учетом каких-либо алгоритмов при истирании основания сердечника преобразователей, что следует из выше сказанного. Однако проведенные с рядом толщиномеров эксперименты показали, что даже в случае проведения двухточечной калибровки величина абсолютной погрешности все равно будет недопустимая. Так, при истирании $\Delta\ell = 30 \text{ мкм}$ в случае двухточечной калибровки в диапазоне $0-100 \text{ мкм}$, в точке $h = 30 \text{ мкм}$ погрешность измерения Δh составит $7-8 \text{ мкм}$. При калибровке в диапазоне $0-300 \text{ мкм}$ Δh составит 16 мкм . При использовании твердосплавных сердечников данная проблема также остается актуальной, также к ней добавляется необходимость учета температурного дрейфа и нелинейности характеристики.

Представление градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика преобразователей толщиномеров имеет вид функции, автоматически рассчитываемой по кодам $N(h)$, снимаемым на мерах толщины покрытий.

Чтобы обеспечить $\Delta h \leq \pm(0,01h + 1) \text{ мкм}$, градуировочную характеристику оптимально аппроксимировать полиномом $N(h) = kh^3 + mh^2 + nh + p$ по группам из четырех точек в пределах общего числа точек. Значения мер толщины для получения характеристики следует выбирать из ряда $0; 5-10; 16-20; 30; 40; 60; 80; 100; 125; 150; 175; 200$ и 250 мкм . В этом случае коэффициенты k, m, n, p рассчитываются для четырех групп. В области малых толщин погрешность аппроксимации Δh_a будет пренебрежимо мала. Соответственно, при доверительной вероятности $P=0,99$ в области малых толщин при $\Delta h \leq \pm 1 \text{ мкм}$ меры толщины

покрытий для градуировки должны быть изготовлены и аттестованы с погрешностью на уровне $\pm 0,3 \text{ мкм}$.

Градуировка и поверка преобразователей в составе толщиномеров

Преобразователи в области малых толщин чаще всего градуируются на мерах толщины покрытий из металлических материалов (рабочих эталонах 2-го разряда [3]) в нормальных условиях. В качестве таких эталонов применяют ступенчатые меры толщины покрытий в диапазоне $2-1000 \text{ мкм}$. Пределы допускаемых абсолютных погрешностей изготовления и аттестации рабочих эталонов 2-го разряда в соответствии с [3]: $\Delta h_{\text{рз}} \leq (0,1 + 0,3 + 0,025h) \text{ мкм}$. Основание меры должно иметь толщину больше T_{\min} . В настоящее время для аттестации ступенчатых мер толщины покрытий чаще всего используют оптиметрический или профилографический методы, обеспечивающие погрешность измерения на уровне $\pm (0,1 + 0,2) \text{ мкм}$ в области малых толщин, что допустимо.

Иногда в силу ряда причин не представляется возможным изготовление металлических мер толщины по [4], так как их характеристики не будут соответствовать реальным. В этой ситуации меры толщины производят из образцов реальной продукции по технологии изготовления шлифов согласно [6] или по методу шарового истирания [7]. В последнем случае погрешность измерения малых толщин $\Delta h_w \leq (0,1 + 0,3) \text{ мкм}$. Метод шарового истирания применим также для аттестации рабочих эталонов 2-го разряда. Его преимущество в том, что отсутствуют требования к плоскопарALLELНОСТИ сторон оснований, необходимой в случае использования оптиметров. Физические характеристики материалов мер толщины покрытий и оснований следует выбирать в соответствии с методом измерения, применяемом в конкретном толщиномере.

При изготовлении металлических мер для магнитных толщиномеров перед насыщением покрытий следует тщательно отобрать полированные стальные основания. Основания толщиной больше T_{\min} должны иметь девиацию $\mu_{\text{отн}} = \mu/\mu_{\max}$, обеспечивающую в диапазоне малых толщин разброс показаний «нуля» не более $\pm (0,1 + 0,3) \text{ мкм}$. Меры толщины должны быть размагничены.

При изготовлении металлических мер в качестве покрытия оптимально применять хром. Он имеет ряд преимуществ: возможность шлифовки поверхности и малую истираемость в процессе эксплуатации, что позволяет обеспечить дли-

тельный срок эксплуатации. В качестве материалов оснований по возможности лучше использовать стали, близкие по характеристикам к применяемым на производстве, но позволяющие получить основания с заданными геометрическими характеристиками — плоскопараллельностью сторон и шероховатостью поверхности. В процессах градуировки и поверки следует выдерживать постоянную температуру образцов $t = (20 \pm 2)^\circ\text{C}$, а также обеспечивать возможно минимальный уровень электромагнитных полей.

Выполнение указанных условий изготовления и аттестации эталонных мер толщины, аппроксимации градировочной характеристики и условий градуировки обеспечит $\Delta h \leq (0,01h + 1)$ мкм в области малых толщин при поверке толщиномеров в нормальных условиях.

Исследование среднего ресурса металлических мер толщины покрытий путем их многократных измерений магнитоиндукционным толщиномером показало, что до 3000–5000 измерений характеристики металлических покрытий практически не изменяются.

Поверку толщиномеров желательно проводить на мерах толщины, аналогичных мерам, которые были использованы для их градуировки при изготовлении.

Калибровка и проведение измерений

Согласно [6] толщиномеры калибруют с помощью рабочих средств измерений — мер толщины покрытий с пределом допускаемой абсолютной погрешности измерения $\Delta h_{\text{рас}} \leq (0,2 + 0,3 + 0,05h)$ мкм.

Для калибровки магнитных толщиномеров в области малых толщин допустимо применять имитаторы покрытий — пленки из полиэтилентерефталата, накладываемые на образцы изделий без покрытия. Минимальные толщины имитаторов на основе полимерных пленок составляют около 5–10 мкм. Отбором пленок можно обеспечить изготовление имитаторов с разбросом не более $\pm 0,3$ мкм толщины по зоне диаметром около 6–10 мм. Чтобы исключить влияние износа пленок, их необходимо заменять после проведения 30–100 измерений (в зависимости от толщины имитатора).

В процессе калибровки и измерений на измерительный преобразователь воздействуют практически все влияющие параметры, определяемые характеристиками покрытия, основания и условиями внешней среды. Выполненный анализ позволяет утверждать, что в условиях машиностроительных производств для магнитных толщиномеров

локальный разброс μ_2 оснований вызывает разброс показаний приблизительно $\pm(1+3)$ мкм в области малых толщин; изменение температуры на 10°C может привести к погрешности измерения на уровне 0,5–3 мкм; износ имитаторов может обусловить неконтролируемую погрешность при калибровке. Для уменьшения влияния вариаций μ_2 и R_2 рекомендуется выполнять калибровку и измерения с усреднением результатов по зоне контроля или по партии изделий.

Заключение

Выпускаемые в настоящее время и используемые в промышленности толщиномеры покрытий не могут обеспечить заявленную в руководстве по эксплуатации погрешность измерения $\Delta h \leq (0,01h + 1)$ мкм в условиях технологических разбросов физических и геометрических параметров изделий, а также вариации параметров внешней среды большинства машиностроительных производств.

Для проведения ежегодной поверки в области малых толщин сертифицированные метрологические службы должны быть укомплектованы мерами толщины покрытий и оснований — рабочими эталонами 2-го разряда, изготавливаемыми по единой технологии согласно конструкторской документации, соответствующей контролируемым объектам.

Выполнение измерений с усреднением по заданной зоне контроля или в пределах определенного количества изделий при указанных мешающих параметрах позволит получить результат измерения толщины, характеризующий технологический процесс нанесения покрытия, с подавлением примерно в \sqrt{n} раз разброса показаний, обусловленного мешающими параметрами. При $n = 10 + 15$ можно говорить о возможности проведения измерений технологической толщины металлических покрытий с $\Delta h \leq 2$ мкм в области малых толщин с доверительной вероятностью $P = 0,95 + 0,99$, что подтверждается опытом эксплуатации приборов.

Перед началом эксплуатации необходимо в обязательном порядке проводить испытания приборов для определения температурной и временной стабильности их показаний, по результатам которой регламентировать периодичность калибровки при работе в цеховых условиях.

Технологические допуски на толщину покрытия недопустимо назначать, исходя из указываемых в рекомендациях по эксплуатации большинства современных толщиномеров $\Delta h \leq [(0,05 + 0,01)h + 1]$ мкм в области малых толщин, так как они не будут обеспечены с требуемой дове-

рительной вероятностью. При установлении допусков и номинального значения толщины покрытия необходимо провести исследование мешающих параметров и учсть их влияние и только после этого разработать методику выполнения измерений и определить необходимую доверительную вероятность для допусков и толщины покрытия.

Литература

- Бабаджанов Л.С., Бабаджанова М.Л. Метрологическое обеспечение измерений толщины покрытий. — М.: Изд-во стандартов, 2004.
- Потапов А.И., Сясько В.А. Неразрушающие методы и средства контроля толщины покрытий и изделий/Науч., метод., справ. пособие. — СПб.: Гуманистика, 2009.
- Р 50.2.006–2001. Государственная поверочная схема для средств измерения толщины покрытий в диапазоне от 1 до 20000 мкм. Рекомендации по метрологии.
- Неразрушающий контроль/Справочник в 7т. // Под ред. В.В. Клюева. Т. 6. Кн. 1. Магнитные методы контроля. — М.: Машиностроение, 2003.
- Неразрушающий контроль: Справочник в 8т. // Под ред. В.В. Клюева. Т. 2. Кн. 2. Вихревой контроль. — М.: Машиностроение, 2006.
- ГОСТ 9.032–88. Покрытия металлические и неметаллические органические. — М.: Изд-во стандартов, 1988.
- Randall N. Finer particle size allows better coating characterisation with the Calotest. — Application Bulletin No. 5 [Электрон. ресурс]. <http://www.csm-instruments.com/en/> (дата обращения: 01.11.2010).

References

- Babadzhanov L.S., Babadzhanova M.L. Metrologicheskoe obespechenie izmereniy tolshchiny pokrytiy [Methodology of coating thickness measurements]. Moscow, Izd-vo Standartov, 2004 (in Russ.).
- Potapov A.I., Syasko V.A. Nerazrushayushchie metody i sredstva izmereniya kontrolya tolshchiny pokrytiy i izdeliy [Nondestructive methods and tools for coating and workpieces thickness measurements]. Saint-Petersburg, 2009 (in Russ.).
- R 50.2.006–2001. Gosudarstvennaya poverochnaya shema dlya sredstv izmereniya tolshchiny pokrytiy v diapazone ot 1 do 20000 mkm [State calibration program for coating thickness measurements tools in the range from 1 to 20000 μ]. Moscow, Gosstandart Rossii, 2001 (in Russ.).
- Klyuev V.V., Muzhitsky V.F., Gorkunov E.S. et al. Magnitnye metody kontrolya [Magnetic testing]. Nondestructive Testing. Handbook ed. by V.V. Klyuev Vol. 6, pt 1, Moscow, Mashinostroenie, 2006, 486–731 p. (in Russ.).
- Fedosenko Yu.K., Gerasimov V.G., Pokrovsky A.D. Vikhretokovy kontrol [Eddy-current testing]. Nondestructive Testing. Handbook ed. by V.V. Klyuev Vol. 2, pt 2, Moscow, Mashinostroenie, 2006, 10–260 p. (in Russ.).
- GOST 9.032–88. Pokrytiya metallichesskiye i nemetallichesskiye organicheskiye [Metallic and non-metallic organic Coating]. Moscow, Izdatelstvo Standartov, 1988 (In Russ.).
- Randall N. Finer particle size allows better coating characterisation with the Calotest. — Application Bulletin No. 5. 2010. <http://www.csm-instruments.com/en/>.

Статья получена 7 ноября 2013 г.