

40 лет ИТМ НАН Беларуси

А. Г. НЕПОКОЙЧИЦКИЙ, К. В. ФРАНЦКЕВИЧ,
С. Г. АСТАШЕНКО, ИТМ НАН Беларуси

УДК 543.42:621.378.0

КОНТРОЛЬ ТОЛЩИНЫ ТОНКИХ ПОКРЫТИЙ НА ПРОТЯЖЕННЫХ ОБРАЗЦАХ МЕТОДОМ АТОМНОГО ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

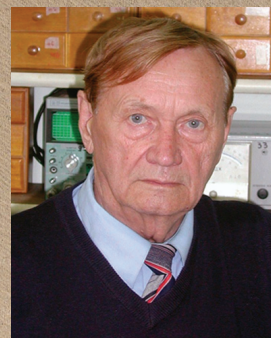
The way of the coverings parameters control on different extensive objects using atomic emissive spectral analysis is described. The device for realization of this method is developed. The control of the composition and uniformity of brass covering on cord wire is demonstrated as an example of practical application of the offered way and developed for its realization device.

Введение. В настоящее время широко используются детали с металлическими и диэлектрическими покрытиями. Весьма актуальной задачей является контроль различных параметров (химического состава, толщины, равномерности и др.) этих покрытий. Известны различные способы контроля толщины и элементного состава покрытий на проводящих и диэлектрических материалах [1–4]. Представляет интерес контроль толщины и равномерности покрытий на протяженных образцах (провода, линейные сплошные покрытия и др.). Для этого перспективно применять метод атомного эмиссионного спектрального анализа. Однако даже в этом случае контроль покрытий толщиной менее 1 мкм представляет определенную сложность.

В настоящей работе исследована возможность определения толщины и разнотолщинности латунного покрытия на металлокорде. С этой целью для получения спектров достаточной интенсивности производится протяжка образцов через плазму электрического разряда в источниках света для спектрального анализа. При этом в плазму разряда поступает вещество с все новых участков покрытия. Таким образом, можно контролировать среднюю толщину тонких покрытий. При регистрации интенсивности спектральных линий в процессе протяжки определяется равномерность толщины покрытия на контролируемой длине изделия.

Известны устройства для протяжки образцов с покрытиями через плазму разряда [5]. Они недостаточно экспрессные, не позволяют контролировать покрытия достаточной длины. В связи с этим нами предложено устройство, исключаяющее указанные недостатки (рис. 1).

В его состав входит основание, на котором смонтирован механизм перемещения, состоящий из электродвигателя с редуктором 1, цепной 2 и ременной 3 передач, зажимов 4, используемых для крепления исследуемого образца 5, концевых микровыключателей 6, блока управления 7. Устройство устанавливается в штативе источника возбуждения спектров и крепится к держателю нижнего электрода, таким образом, чтобы контролируемый объект находился между двумя электродами 8. Положение концевых микровыключателей может регулироваться в зависимости от длины исследуемого образца. Блок управления, подключенный к компьютеру 9, используется для регулировки скорости перемещения, а также для



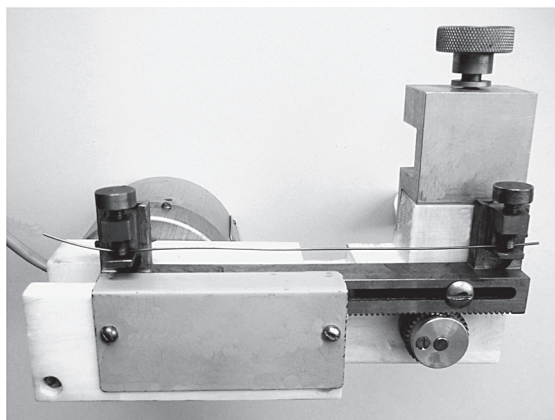
Непокойчицкий А. Г.



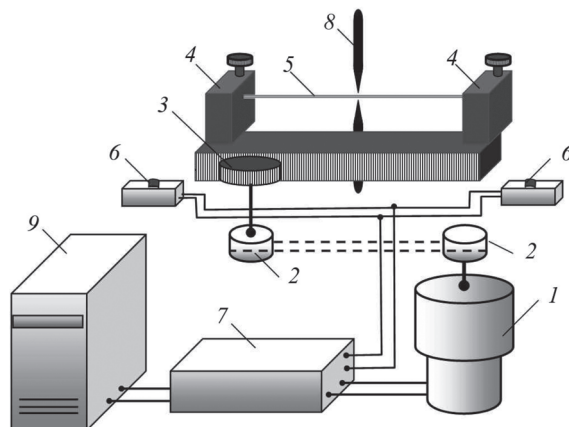
Францкевич К. В.



Асташенко С. Г.



а



б

Рис. 1. Общий вид устройства для перемещения образцов (а) и его принципиальная схема (б)

синхронизации включения и выключения источника возбуждения спектров с движением образца и его остановкой.

Для протяжки образцов тонкой проволоки, длина которых не позволяет их разместить в устройстве, возможно использование дополнительного приспособления для перемотки этой проволоки. В этом случае через плазму разряда можно протягивать образцы достаточной длины.

Для проведения исследований использовали спектральный программно-аппаратный комплекс, в состав которого входят дифракционный спектрограф ДФС-458, источник возбуждения спектров ИВС-29 со штативом, блок фотоприемных устройств и персональный компьютер [6]. Управление комплексом и обработку получаемой спектральной информации осуществляли с использованием специального программного обеспечения. При этом обеспечивается удобное графическое представление получаемых данных и хранение результатов исследований, а также автоматическое построение градуировочных характеристик и хранение используемых для этого исходных данных.

Спектральный комплекс с установленным устройством для перемещения образцов успешно использовали при исследовании латунных покрытий на металлокорде. Как известно, качество и ресурс автомобильных шин на металлокордовой основе существенно зависят от величины адгезии резины к металлокорду. Исследования показали, что величина этой адгезии зависит от толщины покрытия. Для получения достаточной адгезии латунное покрытие должно иметь толщину в пределах 0,3–0,45 мкм.

Исследуемые образцы представляли собой отрезки стальной кордовой проволоки трех марок (4Л022, 28Л18, 9Л15/27) с длиной исследуемого участка 150 мм. В качестве электродов служили графитовые стержни диаметром 6 мм, заточенные

на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм. Аналитические условия анализа: дуга переменного тока 0,8 А, аналитический промежуток 5 мм, скорость протяжки в пределах 4–6 мм/с. Использовали спектральные аналитические линии меди – 324,754 и 327,396 нм и цинка – 334,502 и 328,233 нм.

Для градуировки применяли образцы с качественными покрытиями известной толщины и элементного состава. С этой целью выбирали отрезки кордовой проволоки повышенного качества с известным элементным составом. Толщину покрытия определяли с помощью измерительного микроскопа на косом срезе кордовой проволоки под углом 20° к продольной оси. При этом одновременно определяли среднюю толщину покрытия мерного участка кордовой проволоки.

При компьютерной обработке данных градуировочные характеристики строили в виде полиномов оптимальной степени m [6]:

$$y = a_0 + a_1x + \dots + a_mx^m,$$

где y – толщина покрытия; x – интенсивность спектральной линии; a_j – коэффициенты.

Построение градуировочных характеристик осуществляется для всех степеней от 1 до $n-1$, где n – количество используемых образцов. Для каждой из построенных характеристик степени m вычисляется объединенная дисперсия:

$$S^2 = \frac{S_r^2(n-m-1) + S_e^2(k-1)n}{kn-m-1},$$

где S_e – средняя дисперсия измерения содержания элемента во всех образцах, используемых для построения градуировочной характеристики; S_r – дисперсия адекватности построенной градуировочной характеристики.

На основании минимума объединенной дисперсии определяется оптимальная степень поли-

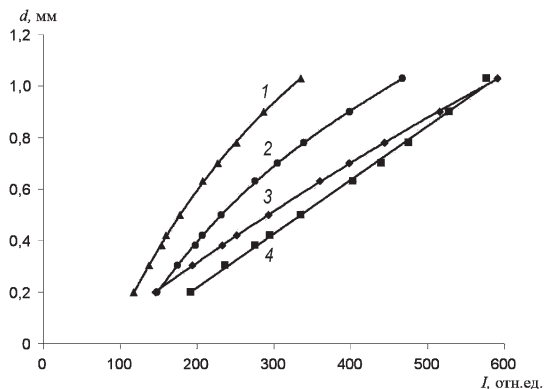


Рис. 2. Градуировочные характеристики для контроля толщины покрытий из кремнистой латуни ЛК80-3 на стальной проволоке: 1 – Zn I 334,502 нм; 2 – Zn I 328,233; 3 – Cu I 324,754; 4 – Cu I 327,396 нм

нома. Использование таких градуировочных характеристик позволяет снизить погрешность результатов измерений.

В качестве примера на рис. 2 показаны градуировочные характеристики для латунного покрытия на металлокорде в координатах: интенсивность I спектральной линии меди или цинка – толщина покрытия d .

Для контроля равномерности покрытия использовали временную покадровую развертку спектра, получаемую в процессе перемещения образца через плазму разряда. На рис. 3 показано из-

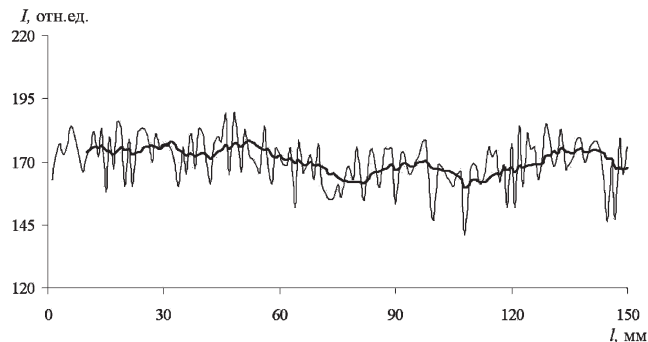


Рис. 3. Изменение интенсивности спектральной линии меди Cu I 327,396 нм в процессе перемещения образца кордовой проволоки через плазму разряда

менение интенсивности линии меди для латунного покрытия, полученное на мерном участке металлокорда длиной $l = 150$ мм.

Таким образом, на основании анализа изменения интенсивности спектральных линий элементов, составляющих основу покрытия, оценивается равномерность толщины покрытия на заданном участке образца. Величина интегральной интенсивности этих спектральных линий позволяет судить о толщине покрытия. Предложенный способ обеспечивает оперативный контроль качества тонких покрытий на различных протяженных объектах (кордовая проволока и др.).

Литература

1. Непокойчицкий А. Г., Янковский А. А. Спектральное определение толщин металлических покрытий // Журн. прикл. спектр. 1964. Т. 1. № 4. С. 328–332.
2. Безух Б. А., Непокойчицкий А. Г., Петух М. Л., Янковский А. А. Экспрессное определение толщины металлических покрытий на стилеметре ФЭС-1 // Применение спектрального анализа в народном хозяйстве и научных исследованиях. Мн., 1967. С. 22.
3. Манкевич В. Н., Непокойчицкий А. Г., Скиба П. А. Лазерно-электроразрядный способ определения толщины металлических покрытий // Журн. прикл. спектр. 1976. Т. 24. № 1. С. 139–141.
4. Непокойчицкий А. Г., Скиба П. А. Спектральный контроль многослойных металлических покрытий // Журн. прикл. спектр. 1980. Т. 32. № 2. С. 206–209.
5. Непокойчицкий А. Г. Универсальный штатив для эмиссионного спектрального анализа // Применение спектрального анализа в народном хозяйстве и научных исследованиях. Мн., 1983. С. 52–53.
6. Игнатов Б. И., Непокойчицкий А. Г., Францевич К. В., Астащенко С. Г., Гриднев Н. С. Автоматизированный спектральный комплекс для анализа пищевых продуктов // Журн. прикл. спектр. 1994. Т. 61. № 3–4. С. 291–296.
7. Францевич К. В. Градуировочные характеристики при атомном спектральном анализе биологических объектов // Журн. прикл. спектр. 2006. Т. 73. № 2. С. 232–235.