



РОСАТОМ



атомэнергомаш

ГРУППА КОМПАНИЙ РОСАТОМА

Государственная корпорация

«РОСАТОМ»

АО «Атомэнергомаш»



Уважаемые участники международного совещания, Вас приветствует АО «Институт физико-технических проблем» - отраслевое предприятие, специализирующееся на разработке и производству спектрометров, блоков детектирования и отдельных ядерно-физических приборов на основе полупроводниковых и сцинтилляционных материалов !

**«РЕНТГЕНО-ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ ИЗМЕРИТЕЛИ
ТОЛЩИНЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ С
СИСТЕМАМИ РЕГИСТРАЦИИ ИЗЛУЧЕНИЙ НА
ОСНОВЕ ППД»**

Ю.П.Харитонов, В. Г.Федорков, А.А.Смирнов, В.А.Савушкин, И.Ю.Кинжагулов

XIII-е Международное Собрание «Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии ППСР-2015, 5-8 октября 2015 года, г. Санкт-Петербург

Введение

Проблема контроля толщины функциональных покрытий в настоящее время решается следующими методами:

- Ультразвуковые;
- Вихретоковые;
- Радиометрические.

Радиометрический метод реализуется с применением прецизионных систем регистрации на основе ППД и цифровых спектрометрических устройств, позволяющих выполнять экспресс контроль толщины покрытий и контролировать чистоту материалов (примеси) бесконтактно .

Метод контроля:

- Рентгеновская флуоресценция;
- Обратное рассеивание (бета-альбедный метод)

Измерения толщин покрытий рентгенфлуоресцентным методом с применением в качестве источника возбуждения рентгеновской трубки, обеспечиваются при отличии атомного номера материала покрытия от атомного номера материала основы не менее, чем на 1.

Диапазон измерения толщины серебра на бронзе составляет - 0,1÷35мкм с погрешностью 1мкм, которая обусловлена статистической точностью и погрешностью стандартных образцов используемых для калибровки измерительного тракта. Воспроизводимость результата измерения в одной точке 2%, время измерения 2÷20 с. Дополнительно метод позволяет контролировать примеси в диапазоне атомных номеров 16-92.

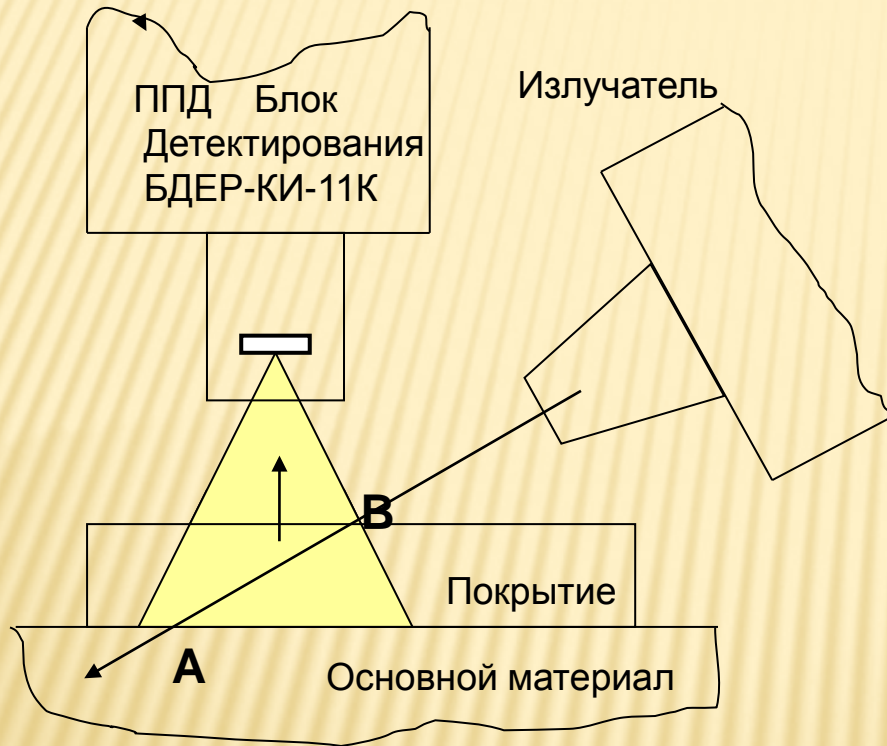
Измерения бета-альбедным методом обеспечиваются при отличии атомного номера материала покрытия от атомного номера материала основы не менее, чем на 5 единиц, диапазон измерения 5÷45мкм, погрешность 20%, время измерения 50÷100с, т.е. этот метод оптимален для "толстых" покрытий, например, хром на бронзе.

Применение в качестве источника излучения рентгеновской трубки, снимает ряд организационных проблем на предприятии по учёту и контролю радионуклидных источников, по захоронению отслуживших назначенный срок эксплуатации источников, лицензированию деятельности.

ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

- метрологический контроль этапов производства на предприятиях, занимающиеся разработкой технологий изготовления специальных изделий с токопроводящими и диэлектрическими покрытиями (основа: металлы, керамика; покрытия: титан, молибден, цирконий, хром, серебро, золото и т.д).
- анализ элементного состава электролитов, навесок и проб руд малого размера.
- контроль толщины защитных покрытий транспортных контейнеров и контейнеров хранения РВ и РАО
- контроль волноводов

Выбор геометрии измерения (геометрические факторы)



Излучатель установлен под углом к нормали. Угол падения возбуждающего пучка на образец можно изменять в пределах $45-60^\circ$. Чем больше угол падения тем больше "длина пути" в покрытии (линия АВ), при этом возрастает число возбужденных в покрытии атомов (в 1,5 – 2 раза), а следовательно и скорость счета в характеристической линии.

Блок детектирования установлен по нормали к поверхности образца, при этом потери регистрируемого характеристического излучения от материала покрытия за счет самопоглощения – минимальны.

Принцип измерения толщины покрытия РФА методом с системой регистрации на основе ППД

Принцип измерения основан на следующем: контролируемый объект облучается внешним коллимированным источником ионизирующего излучения (рентгеновской трубкой или радиоизотопным источником).

При этом в объекте возбуждается характеристическое рентгеновское излучение элементов вещества покрытия, основания и возможных примесей, регистрируемое ППД.

Для каждого химического элемента характеристическое излучение имеет строго определенную энергию. Для измерения используются K-серии для элементов с атомными номерами от $Z=20$ (кальций) до $Z=50$ (олово) или L-серии для элементов с Z от 70 до 92.

Определение толщины контролируемого объекта (и элементного состава в случае необходимости) осуществляется путем измерения спектральных характеристик рентгеновского излучения присутствующих элементов.

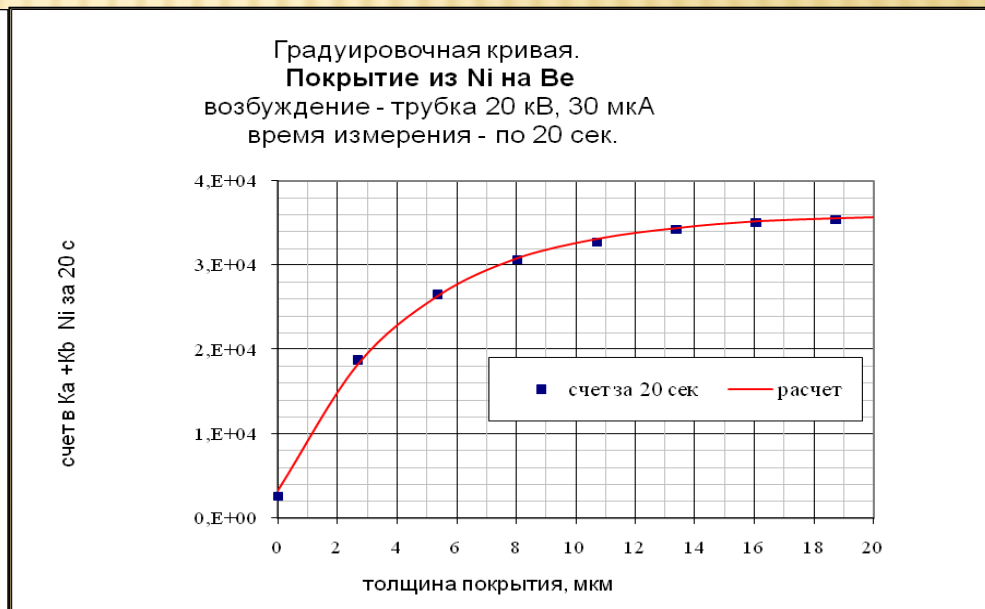
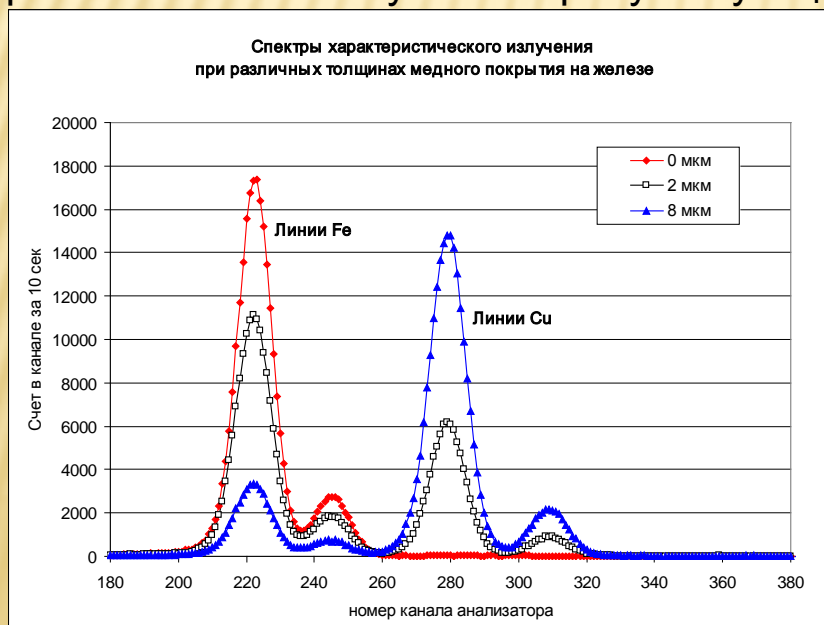


Схема получения и обработки спектрометрической информации

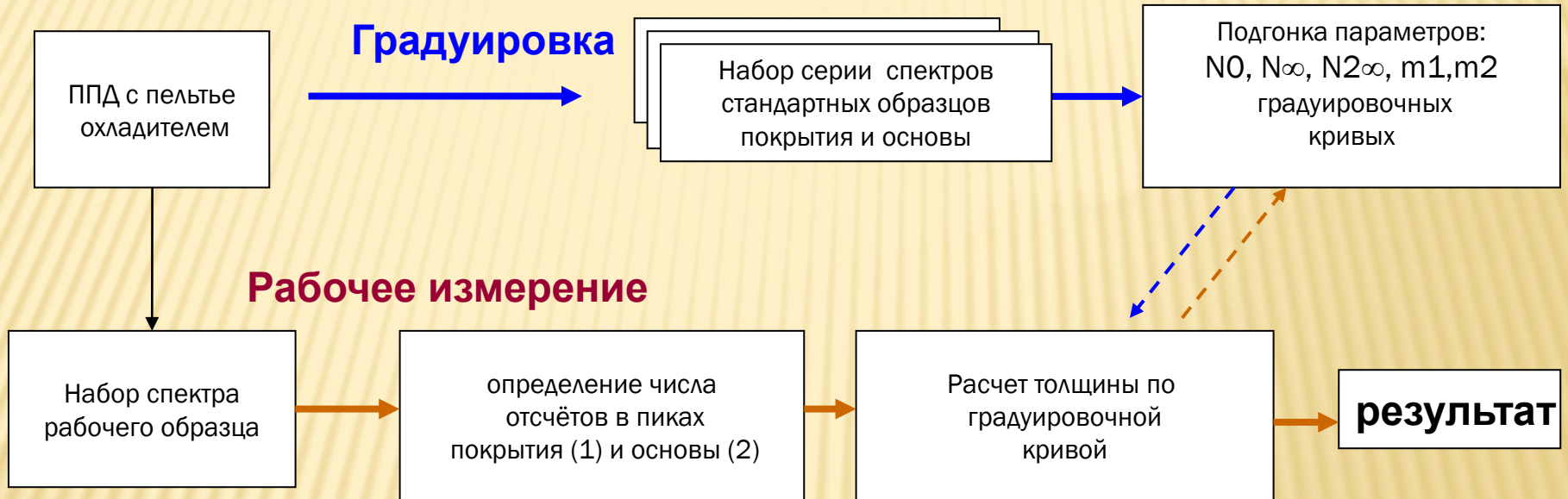
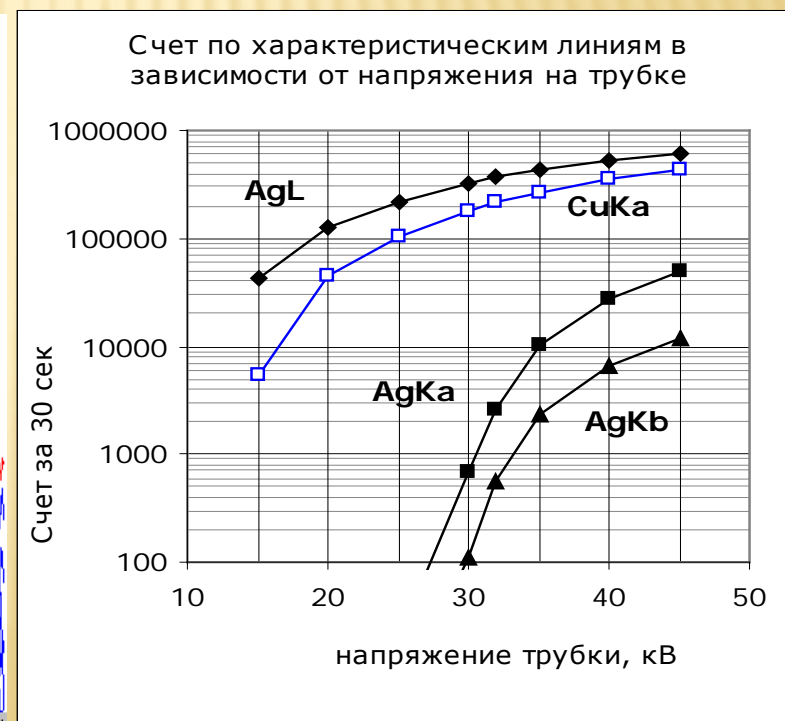
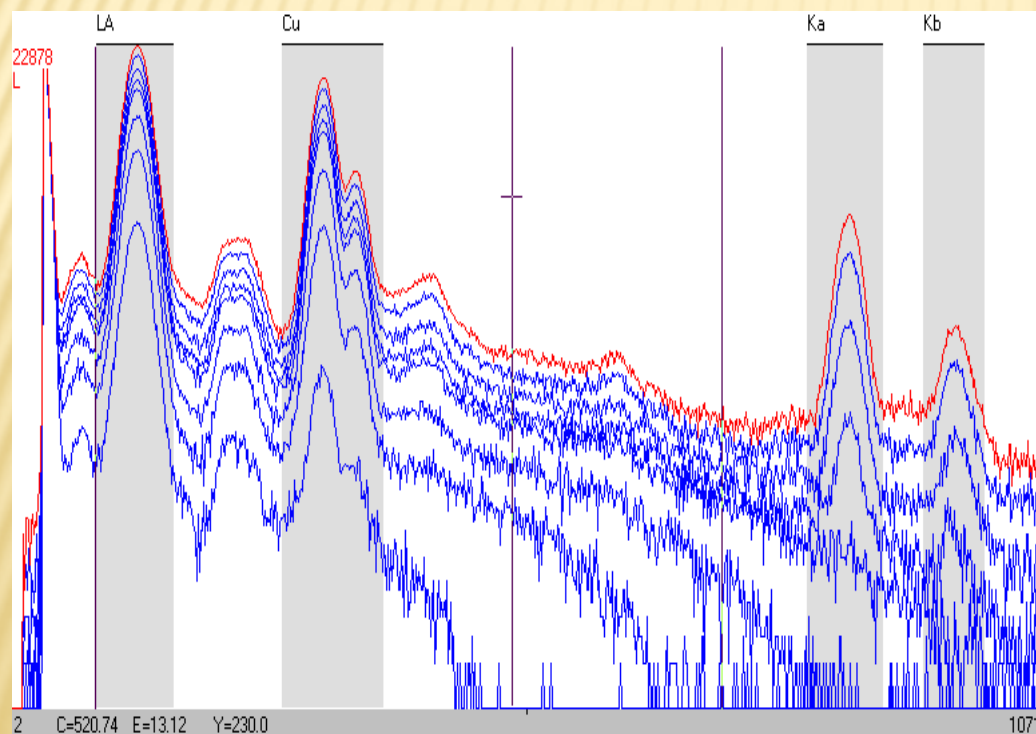


Схема получения и обработки спектрометрической информации

Энергетического разрешения – 230-350 эВ (по линии 5,9 кэВ Fe-55) вполне достаточно для измерения толщин покрытий:

никель на бериллии; серебро на меди; золото на бронзе; фторопласт на бронзе.

Спектры образца меди с покрытием из серебра толщиной 5 мкм, полученные при возбуждении с помощью рентгеновской трубки, а также зависимость скорости счета по характеристическим линиям от рабочего напряжения трубки (при постоянном токе –30 мкА) приведены на рис. ниже.



Градуировки

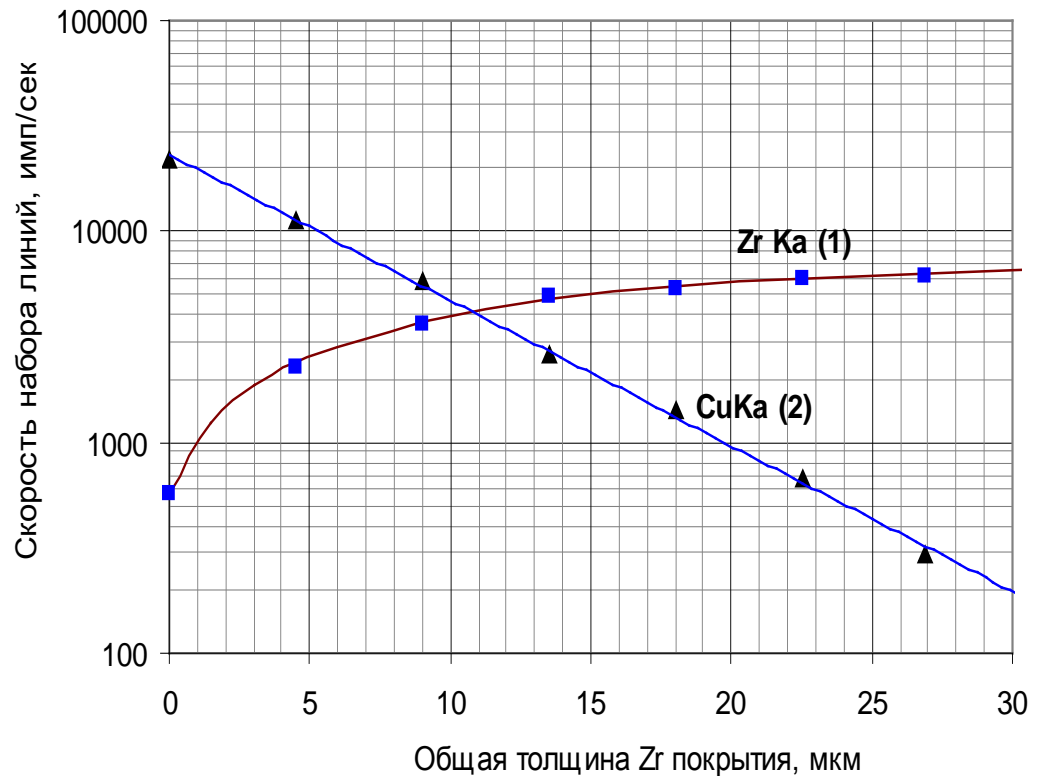
Экспериментальные зависимости хорошо описываются выражениями:

$$N_1(T) = N_0 + (N_\infty - N_0) \times (1 - \exp(-m_1 T))$$

$$N_2(T) = N_{2\infty} \times (\exp(-m_2 T)),$$

где индексы 1, 2 относятся к характеристическим линиям покрытия (Zr) и основы (Cu) соответственно.

Скорость счета Ka-линий основы (Cu) и покрытия (Zr).
Возбуждение - трубка, напряжение 34 кВ, ток -20 мкА.



Серийный выпуск

РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНЫЙ ТОЛЩИНОМЕР ПОКРЫТИЙ РТВК-1К

Толщиномер покрытий предназначен для измерения толщины сверхтонких покрытий с атомным номером от 20 до 50 на токопроводящих и диэлектрических подложках.

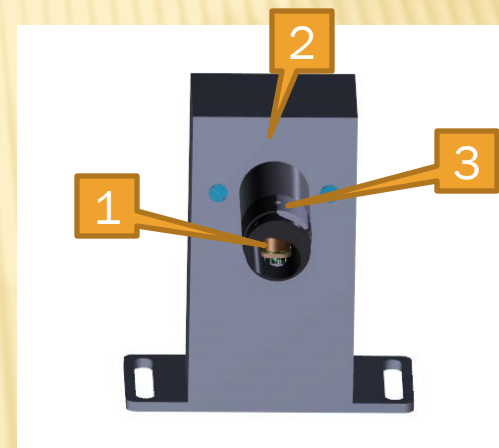
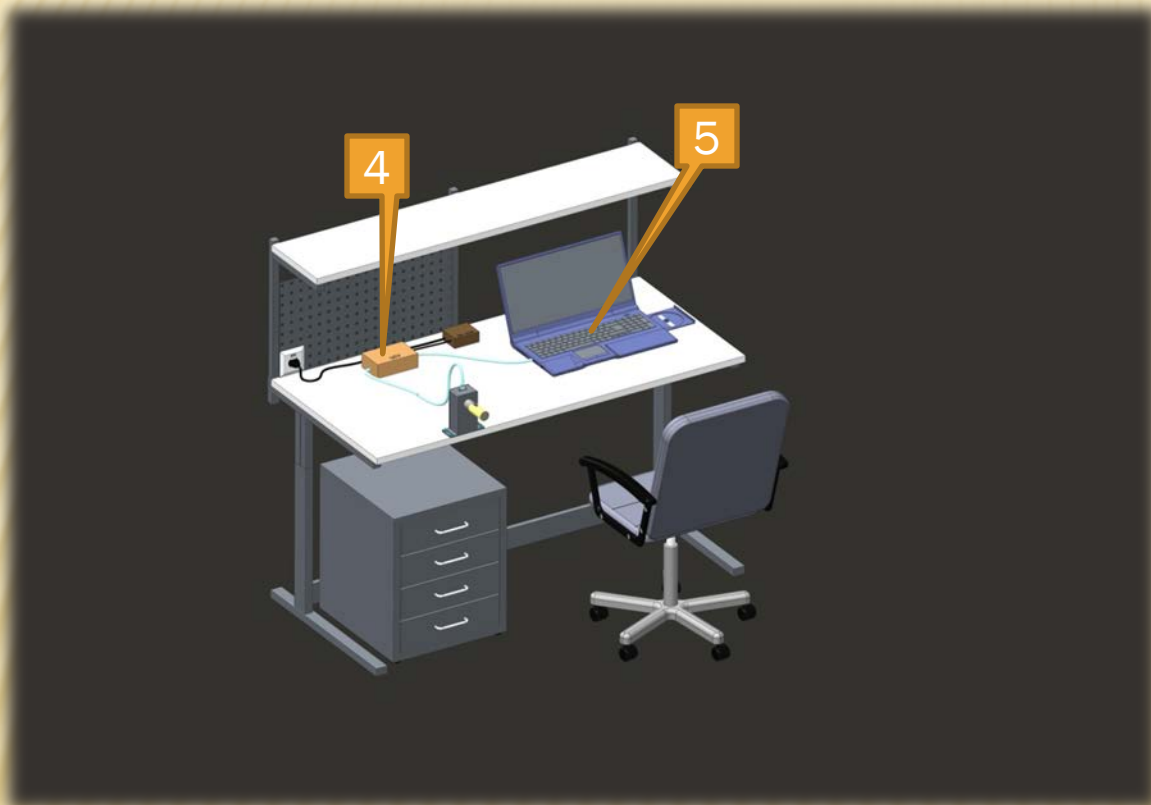
Для предприятиях, занимающихся исследованиями или производством деталей и сборочных единиц с функциональными покрытиями, представляет интерес - начальный диапазон измерения (в интервале от 0 до 100 нм (0,1 мкм)). Погрешность измерения должна быть не более 10% от номинального значения.

Прибор также может использоваться в качестве измерителя толщины многослойных покрытий.



Пилотный образец

РАДИОИЗОТОПНЫЙ ТОЛЩИНОМЕР ПОКРЫТИЙ (рабочее место оператора)



- 1 ППД CdTe p-i-n 25кв.мм
- 2 Предусилитель
- 3 Am-241 100 мКи
- 4 ЦСУ-Н-1К
- 5 ПО (калибровки)

Предназначен для контроля толщин покрытий (золото на бронзе/стали, фторопласт на бронзе) внутри деталей диаметром от 25мм.

ВОЗМОЖНОСТИ РФА МЕТОДА С ППД ДЛЯ КОНТРОЛЯ ПОКРЫТИЯ ЗОЛОТО (ПЛАТИНА) НА БРОНЗЕ

Загружено файлов: 8

Файлы Настройка спектрометра Режим набора Режим возбуждения Калибровка по энергии Информация Сервис

Режим набора спектра
 Старт/Стоп
 По реальному времени
 По "живому" времени
 По счету в окне

Параметры набора
 Время (сек)
 Левая граница
 Правая граница

Напряжение и ток излучателя
 20 кВ, 30 мкА
 20 кВ, 90 мкА
 45 кВ, 30 мкА
 45 кВ, 90 мкА

Подготовка и контроль измерений
 Контроль параметров
 Загрузка (быстр.), имп/с 0
 Загрузка (медлен.), имп/с 0
 Окно, каналы **123-166**
 Скорость счета в окне, имп/с ... 0

Реальное время, с 0
 "Живое" время, с 0
 Скорость счета, имп/с 0
 Счет за время измерения

Управление
Излучатель
 Выбран режим **45 кВ, 90 мкА**
Вкл. **Откл.**

Режим набора спектра
 Режим набора **По "живому" времени**
 Параметр набора спектра **10**

СТАРТ **СТОП** **СПЕКТР**
ОЧИСТКА **СПЕКТР**

Рентгеновский спектр покрытия и основы
 Маркеры: левый 123 правый 166 Label19

Данные для градуировки
 Ручной ввод

№	T, мкм	инт., 1/с	Файл
0	0	303.585	Pt0.spc
1	2	10222.337	Pt2.spc
2	4	15148.556	pt4.spc
3	6	16392.221	pt6.spc
4	8	17038.676	Pt8.spc
5	8	17016.536	Pt8_a.spc
6	10	17251.169	Pt10.spc
7	12	17354.239	Pt12.spc

Градуировочная кривая
 Автоподгонка

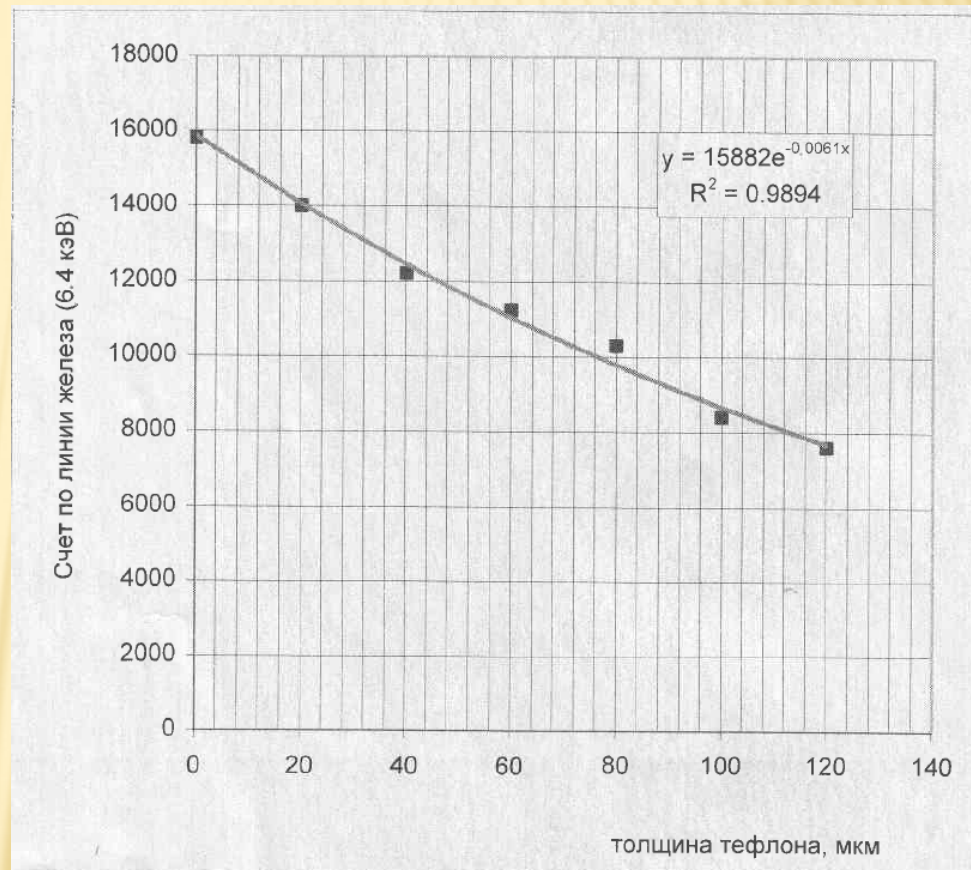
Рабочие параметры

параметр	значение
материал основы	никель
покрытие	платина
напряжение, кВ	45
ток, мкА	90
левый канал	123
правый канал	166
показатель	0.4468775
счет от основы	304
счет насыщения	17537

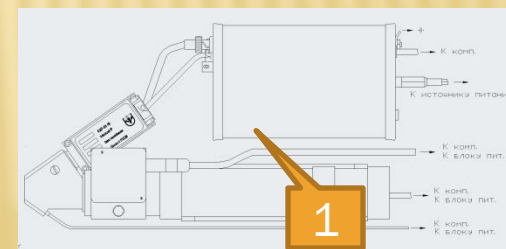
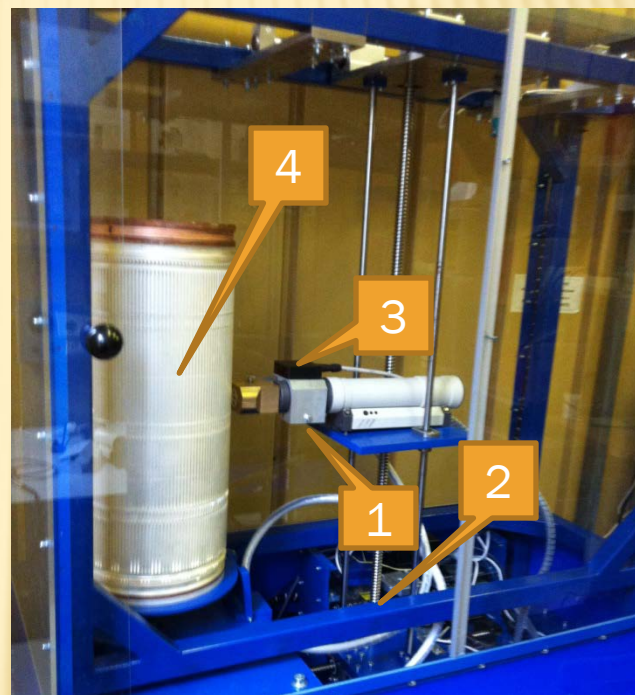
Очистить таблицу
 Построить данные

ВОЗМОЖНОСТИ РФА МЕТОДА С ППД, ДЛЯ КОНТРОЛЯ ФТОРОПЛАСТОВОГО ПОКРЫТИЯ НА БРОНЗЕ

Число слоев	Толщина, мкм	Счет в пике 6.4 кэВ
0	0	15813
2	20	14019
4	40	12206
6	60	11252
8	80	10289
10	100	8406
12	120	7597



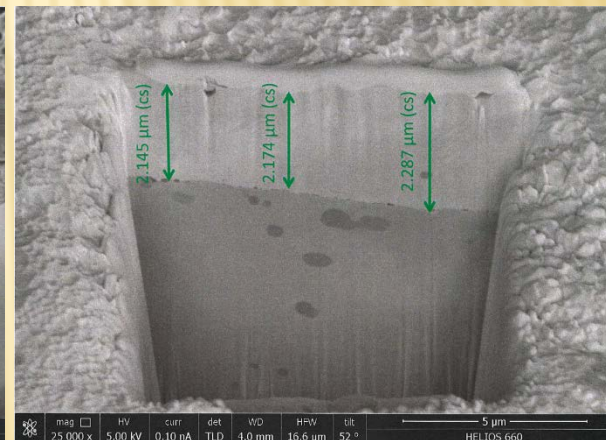
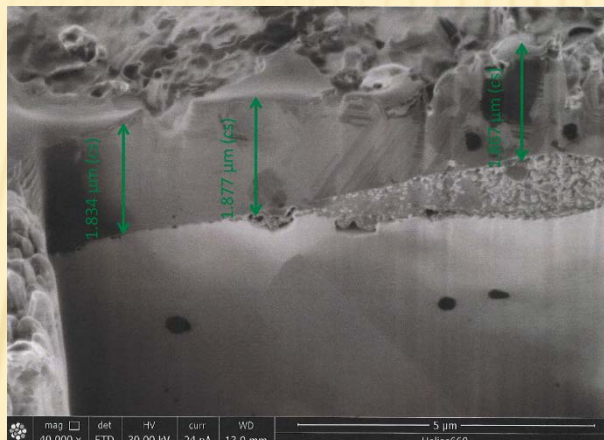
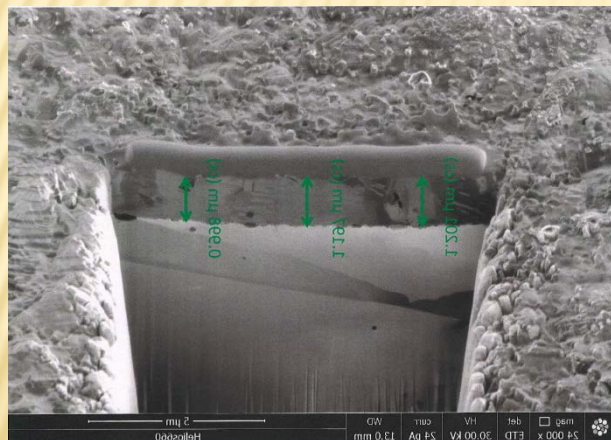
РЕНТГЕНФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ ТОЛЩИНОМЕР ПОКРЫТИЙ (С СОСТАВЕ ОБОРУДОВАНИЯ АВТОМАТИЗИРОВАННОГО КОНТРОЛЯ ДЕТАЛЕЙ И СБОРОЧНЫХ ЕДИНИЦ)



1. Толщиномер РТВК-1КР
2. Технологическое устройство позиционирования
3. Триангуляционный датчик расстояния
4. Объект контроля

РЕЗУЛЬТАТЫ РЕФЕРЕНТНОГО МЕТОДА КОНТРОЛЯ

Измерения проводились методом двухлучевой растровой микроскопии на установке HELIOS NANOLAB 660.



Подложка бронза, покрытие серебро.

РЕЗУЛЬТАТЫ РЕФЕРЕНТНОГО МЕТОДА КОНТРОЛЯ

Метод двухлучевой растровой микроскопии

№ образца	1	2	3
толщина покрытия (среднее значение), мкм	1.132	1.859	2.202

Метод рентгенфлуоресцентный

№ образца	1	2	3
Измеренные толщины покрытий за 5 с, мкм	1,041	1,724	1,996
	0,922	1,588	2,161
	0,932	1,52	1,968
	1,001	1,592	2,149
	1,060	1,655	2,128
	1,003	1,567	2,139
	Среднее значение, мкм	0,993	1,607
Среднеквадратическое отклонение, мм	0,0560	0,0711	0,0849

АО «ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ» г.Дубна

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ !!!

XIII-е Международное Совещание «Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии ППСР-2015, 5-8 октября 2015 года, г. Санкт-Петербург