

М.В. Шипицына, А.Е. Тюрнина
УНИИМ — филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»,
г. Екатеринбург, РФ

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ПОКРЫТИЙ

Контроль плотности наносимых покрытий является важной задачей при нанесении покрытий различными способами для контроля равномерности нанесения покрытия, его однородности и прочности. Также значение плотности нанесенного покрытия необходимо для определения толщины покрытия неразрушающими методами, например методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА).

РФА является одним из распространенных методов неразрушающего контроля параметров покрытий, который отличается экспрессностью, отсутствием пробоподготовки и локальностью измерений до 50 мкм. Толщина покрытия определяется с помощью измеренного значения поверхностной плотности покрытия и значения плотности материала нанесенного покрытия, которое до настоящего времени являлось справочным из-за отсутствия методических подходов при измерении плотности материалов покрытий.

Использование справочного значения плотности материалов покрытий может приводить не только к увеличению неопределенности измерений толщины покрытий методом РФА, но и к искажению результата измерений толщины покрытий в целом. Основными проблемами при нанесении покрытий, особенно покрытий толщиной более 10 мкм, являются неравномерность нанесения покрытий и образование пористости ввиду захвата водорода и защитного газа в процессе нанесения покрытия [1]. Также при разработке технологий нанесения покрытий необходимо знать их параметры, контролируя плотность наносимых покрытий [2].

Целью работы являлась разработка методики количественного определения плотности материалов покрытий для дальнейшего совершенствования измерений толщины покрытий методом РФА. Предложена физико-математическая модель измерений плотности материалов нанесенных покрытий на основе гидростатического взвешивания:

$$\rho_{\pi} = \frac{(\rho_c - \rho_1) \cdot (m_3 - m_1)}{\left(1 - \frac{\rho_1}{\rho_k}\right)(m_3 - m_4) - \left(1 - \frac{\rho_1}{\rho_0}\right)(m_1 - m_2)},$$

где ρ_k – плотность образца с покрытием, измеренная методом гидростатического взвешивания, $\text{г}/\text{см}^3$;

ρ_0 – плотность образца, измеренная методом гидростатического взвешивания, $\text{г}/\text{см}^3$;

ρ_c – плотность рабочей жидкости, измеренная плотномером лабораторным, $\text{г}/\text{см}^3$;

ρ_1 – плотность окружающего воздуха, $\text{г}/\text{см}^3$;

m_1 – масса образца, измеренная в воздухе, г;

m_2 – масса образца, измеренная в рабочей жидкости, г;

m_3 – масса образца с покрытием, измеренная в воздухе, г;

m_4 – масса образца с покрытием, измеренная в рабочей жидкости, г.

Для валидации разработанной методики измерений были проведены предварительные экспериментальные исследования с помощью моделей, имитирующих образцы с покрытиями. Модели покрытий представляли собой различные металлические фольги и образцы произвольной формы в диапазоне плотности материалов покрытий от 2 до 20 $\text{г}/\text{см}^3$. Измерения моделей покрытий в виде фольги привели к неудовлетворительным результатам из-за неплотного прилегания модели покрытия к образцу и образованию пузырей воздуха между моделью покрытия и образцом.

Перед проведением измерений были рассчитаны значения массы и объема моделей покрытий для имитации ими покрытий толщиной от 1 до 30 мкм. Значения массы моделей покрытий составили от 3 до 400 мг.

Для проведения измерений использовалась установка на основе весов лабораторных электронных LE225D фирмы «Sartorius», в качестве рабочей жидкости при проведении исследований моделей покрытий использовался стандартный образец плотности жидкости (РЭП-15), аттестованное значение плотности жидкости 0,9874 $\text{г}/\text{см}^3$.

Полученные результаты измерений были сопоставлены с результатами прямых измерений плотности моделей покрытий неправильной геометрической формы методом гидростатического взвешивания, моделей покрытий правильной геометрической формы – гравиметрическим методом. Получены сопоставимые результаты.

Были рассчитаны бюджеты неопределенности, связанные с инструментальной составляющей при взвешивании образцов в воздухе и взвешивании образцов в рабочей жидкости, плотностью окружающего воздуха и плотностью рабочей жидкости. Основные вклады в неопределенность измерений, связанные с действием сил поверхностного натяжения и дрейфом температуры рабочей жидкости [3], были минимизированы за счет использования рабочей жидкости с

низким поверхностным натяжением, подвеса в виде проволоки из меди диаметром 0,1 мм и отсутствия температурных флуктуаций рабочей жидкости [4].

На рисунке 1 представлена зависимость расширенной неопределенности измерений от массы моделей покрытий на примере моделей из олова на образце из меди.

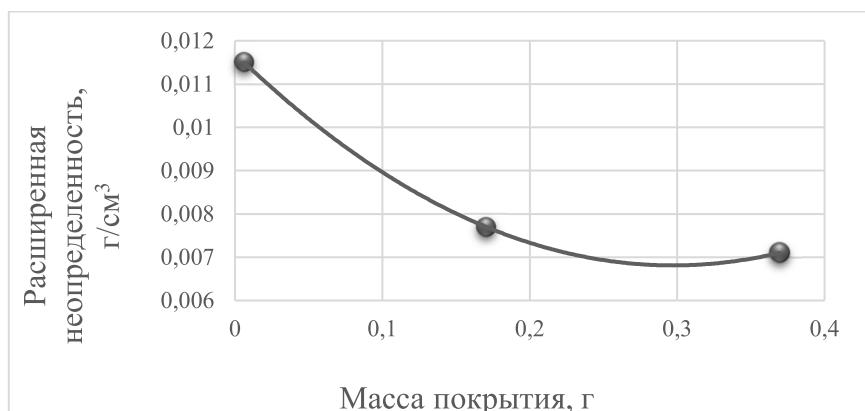


Рис 1. Зависимость расширенной неопределенности измерений плотности материала покрытий от массы моделей покрытий

В таблице 1 представлены некоторые результаты измерений плотности материалов моделей покрытий и полученные значения имитируемой ими толщины покрытий.

Таблица 1 – Результаты проведенных экспериментальных исследований моделей покрытий

Модель покрытия	Предложенная физико-математическая модель		Прямой метод измерений плотности материала покрытия		С использованием справочного значения плотности	
	Плотность, г/см³	Толщина, мкм	Плотность, г/см³	Толщина, мкм	Плотность, г/см³	Толщина, мкм
Золото на стали	19,283	19,301	19,261	19,283	19,30	19,284
Олово на меди	7,281	0,564	7,280	0,541	7,3	0,563
Сталь на меди	7,640	206,32	7,635	206,45	7,65	206,04
Алюминий на меди	2,719	1,811	2,725	1,807	2,71	1,817
Индий на корунде	7,394	2,702	7,814	2,557	7,362	2,714

Проведенные исследования доказали реализуемость предложенной физико-математической модели измерений плотности материалов покрытий толщиной от 0,5 мкм и позволили установить параметры для дальнейшего изготовления стандартных образцов толщины металлических покрытий, необходимых для поверки, калибровки и градуировки средств измерений толщины покрытий, основанных на неразрушающих методах контроля параметров покрытий. Кроме того, предложенная физико-математическая модель позволит провести исследования влияния технологических процессов при нанесении покрытий, что соответствует приоритетным направлениям научно-технологического развития и перечню важнейших наукоемких технологий в соответствии с Указом Президента РФ от 18.06.2024 № 529 [5].

ЛИТЕРАТУРА

1. Подымова, Н.Б. Неразрушающий ультразвуковой контроль пористости алюминиевых покрытий лазерным оптико-акустическим методом / Подымова, Н.Б., Соколовская, Ю.Г. // Контроль. Диагностика. - 2025. - Т. 28. - № 1. - С. 49-55.
2. Сильченко, О.Б. Исследование плотности и пористости покрытий из керамополимеров или композиционных материалов с квазикристаллами, полученных газодетонационным методом и методом газодинамического напыления / Сильченко, О.Б., Силуянова, М.В., Хопин, П.Н. // Вестник Брянского государственного технического университета. - 2020. - № 7. - С. 4-11.
3. McLinden O, M. A hydrostatic comparator for the density determination of solid objects / McLinden O, M., Bernardini, L., Richter, M. // Metrologia. - 2025. - Vol. 62. - № 2. - P. 1-17.
4. Баковец, Н.В. Стабилизация температурных условий при определении плотности жидкости методом гидростатического взвешивания / Баковец, Н.В., Козадаев, К.В. // Приборы и методы измерений. - 2024. - Т. 15. - № 4. - С. 334-341.
5. Указ Президента РФ от 18.06.2024 № 529 «Об утверждении приоритетных направлений научно-технологического развития и перечня важнейших наукоемких технологий».