

XFT-84 基于微机 X 荧光涂层测厚仪

林金铎 王裕政 江立人 顾连学 乐安全

(中国科学院上海原子核研究所)

利用X射线荧光和微机技术研制成涂层测厚仪。本文叙述了仪器的构造原理。它能够快速、非破坏和精确测量金属或非金属零件上的多种涂层厚度。如对磁盘磁层的测量范围 $M=50-500\mu\text{g}/\text{cm}^2$, 测量精确度好于 $\pm 4\%$ ($M \geq 100\mu\text{g}/\text{cm}^2$)。

关键词: 涂层厚度 智能仪器 X射线荧光 接口 程序

一、引言

涂层厚度不仅影响产品的质量,还影响产品的成本和贵金属的用量。因此,对涂层厚度的测量和控制已成为生产中的关键问题。X荧光测厚仪可解决轻工、电子元件、仪表、计算机、机械和金银首饰等工业部门的许多涂层厚度测量问题。它具有测量快速、精密度高、测量范围广、非接触、非破坏和操作简便等优点,是现代工业技术进展必不可少的设备。

七十年代起,X射线荧光涂层厚度测量仪器发展迅速,1979年美国材料和测试委员会(ASTM)^[1]已采纳X荧光测厚为标准测试方法。近年来,仪器的发展主要是在自动化、智能化和复合涂层的测量。用微机的智能X荧光涂层测厚仪是八十年代初出现的新型仪器,我们研制的XFT-84基于微机X荧光涂层测厚仪属于此类型仪器。

二、涂层厚度测量

低能 γ 或X射线作用于物质(涂层以及基底)时,物质就会放射出表征它所含元素种类的特征X射线(如图1),其强度与该元素含量有一定关系。据此物理现象可对涂层厚度进行测量。

用X荧光技术测量涂层厚度有二种方法。一种是测量涂层自身发射的荧光X射线强度,叫发射法;另一种是测量基底发射的荧光X射线穿过被测试涂层衰减后的强度,叫吸收法。可依测试对象任选一种方法。

发射法和吸收法X荧光计数(强度)和涂层质量厚度(单位面积的质量)的理论关系分别为:

$$N_1 = N_b + (N_\infty - N_b)(1 - e^{-\mu m}) \quad (1)$$

$$N_2 = N_b + (N_0 - N_b)e^{-\mu m} \quad (2)$$

式中, N_1 为发射法中被测试样品的涂层荧光计数; N_2 为吸收法中被测试样品的基底荧光经涂层衰减后的计数; N_∞ 为“无限厚”涂层标准的荧光计数; N_0 为无涂层基底的荧光计数; N_b 为荧光测量道的本底计数; μ 为涂层对被测X射线的质量吸收系数; m 为单位面积的涂层质量。在涂层比较简单的情况下, μ 可以由测量装置的几何布置和物理参数求得。这时,利用 N_∞ 、 N_0 、 N_b 以及 N_1 或 N_2 的测量值,根据(1)式或(2)式对涂层厚度可作绝对测量。但一般测量对象

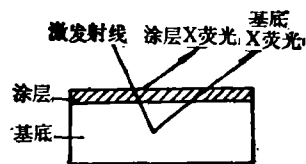


图1 涂层测厚原理图

是比较复杂的, μ 难以用理论计算求得, 因此一般仪器都采用相对测量方法。即在测量装置和条件确定后, 用一套已知 m 的标样, 从仪器测量得到相应的 N_1 或 N_2 , 利用式(1)或式(2)求得 μ 。测量样品时, 用和测量标样相同的装置与仪器测量条件测量待测样品(涂层和基底的材料、涂制方法以及外形与标样同)的 N_1 或 N_2 , 由(1)式或(2)式就可求得未知涂层的质量厚度 m 。

三、仪器系统

本仪器由两个基本部分组成, 如图 2。(1)测量头, 包括放射源、样品台、准直器、滤光片(必要时)、探测器和前置放大器。(2)基于微机的谱线分析-处理器, 包括电脉冲讯号处理电路、幅度分析器、数据获取接口和微机(带有键盘 K 、数字显示 D 和打印机 P)。它处理从探测器送来的电脉冲讯号, 按幅度大小分类进行数据获取, 对所获取的数据进行处理, 最后得到涂层厚度。

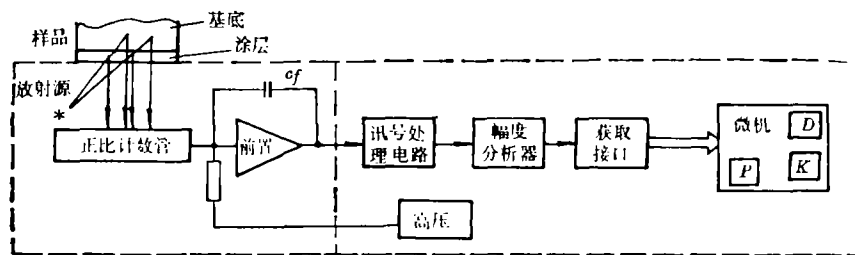


图 2 仪器结构示意图

在感兴趣“能窗”内的有用信息-本底比, 直接影响可测最小涂层厚度和测量精密度, 是评价仪器品质因素的指标。为此, 测量头中部件材料的选择和几何条件的设计要使它可获得尽可能大的有用信息(待测 X 荧光计数)和尽可能小的干扰射线计数(本底)。激发源用 ^{238}Pu 或 ^{241}Am 的面状或环状源, 源的种类可以按测量对象和测量要求选择。探测器用正比计数管, 其铍窗厚是 0.2mm。

能量分辨率是衡量允许被测样品涂层和基底材料的原子序数靠近的程度。能量分辨率越小, 对被测材料的限制就越小, 允许涂层和基底材料的原子序数越靠近。本仪器的能量分辨率约 16% (对 ^{55}Fe 5.9keV)。影响能量分辨率的因素(在几何条件确定以后)主要有探测器和电子线路两个方面。为此, 选择能量分辨率较好的正比计数管作为探测器。在电路设计时采取如下措施: (1)电荷灵敏前置放大器选用场效应管和其它在室温工作条件下噪声较小的元件。把前置放大器安放在测量头中, 并使场效应管尽量靠近探测器, 减少布线引起的分布电容。(2)在讯号处理电路中设计了好的成形电路和选择较佳成形时间常数, 使得得到好的讯号-噪声比。(3)在讯号处理电路与幅度分析器间设置了基线恢复器, 改善能量分辨率受计数率变化的影响。目前, 本仪器能量分辨率主要受探测器限制。当被测材料(涂层和基底)原子序数较靠近时, 其谱线峰会有重叠, 必要时可在探测器入射窗前加滤光片来进一步滤去不必要的重叠干扰射线, 从而在一定程度上达到分解重叠峰问题, 但其测量灵敏度会降低。

在 X 荧光测厚中, 虽然在感兴趣“能窗”内的计数率不大, 但整个能谱的积分计数率往往很高。因此要求每一个计数事件引起仪器的死时间小。否则, 仪器死时间引起的计数率损失

就不可忽略。在用微机的计数器中,计数的累积和传送通常用下面两种方法:(1)由定标器进行计数累积后传送给微机。它的死时间 $<0.1\mu\text{s}$,但所用元件多。(2)每一计数事件经中断申请直接送微机进行计数累积。它的死时间约 $100\mu\text{s}$,所用元件少。

本仪器的计数累积既不用传统的定标器,也不用上述两种方法向微机传送数据,而是采用一种硬件-软件结合的计数-传送电路。即脉冲信息送到接口后,在软件参与下进行计数累积和数据传送。它既节省元件,又和定标器一样,具有很小的计数死时间。本仪器计数死时间小于 $0.1\mu\text{s}$ 。

该电路由接口和微机组成(见图3)。其工作过程如下:当需要获取计数,由微机送出命令打开接口的门控,来自幅度分析器的信息送入数据缓冲器。当数据缓冲器溢出,接口向微机发出存数请求,微机接受请求后,执行程序把数据送入指定存贮区进行计数累积。当需要停止计数或获取时间已到,微机发出命令关接口门控,停止计数累积。同时,接口向微机发出传送数据缓冲器尾数请求,微机又执行程序把此尾数读入并加进指定地址存贮器。这样,一次获取计数就结束。接着就自动转入对所获取的数据进行处理。

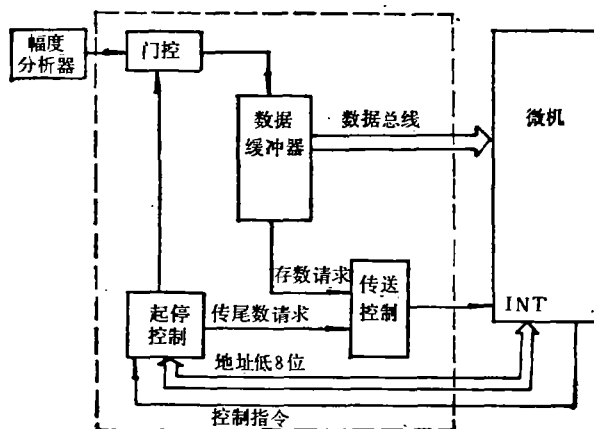


图3 基于微机计数器电路框图

整个仪器以微机为基础进行设计。微机对整个仪器进行管理,参与数据获取,承担对获取的数据进行处理,并把结果输出提供给使用者。微机和仪器其它部分有机地连接在一起,构成基于微机X荧光测厚仪。

四、程序设计

基于微机的仪器,当其硬件模式、连接和规模确定后,在此基础上功能的完成由软件(程序)来进一步实现。本仪器的应用程序包括硬件管理、数据获取和数据处理程序等。它可以两种数据获取方式:1)每隔一定时间间隔 T_D 后自动进行定时方式获取(获取时间为 T)。2)每隔 T_D 时间自动进行定数方式获取(定数为 N)。获取方式及 T_D 、 T 和 N 的值可以由管理程序方便地予以修改。

核事件数据的获取是通过图3所示的接口电路经PIO输入到微机,存放于内存中指定的数据存贮器中;内部时钟经CTC分频后,每隔 10ms 产生一次中断,中断的次数存于内存中作计时用。

获取程序的框图如图4所示。它可由键盘输入直接启动,也可由上次获取结束后经 T_D 延时而自动启动。初始化部分完成下列操作:1)建立系统处于“获取状态”的标志。2)将数据存贮器组的内容清零。3)清除打印机的数据缓冲器。在完成初始化后,程序依次执行下列操作:1)将设定的获取时间 T 送入定时存贮器组。2)送CTC、PIO的中断向量、工作方式(设置PIO为输入工作方式,CTC为定时工作方式,每 10ms 产生一次中断)。3)开CPU中断。4)将接口部分的数据缓冲器清零,打开计数门,从而开始计数。5)转回主程序。

主程序主要由显示和键盘扫描组成，在无键输入时，显示程序将数据存储器内容显示在 6 位 LED 数码管上，从而可以直观地观察数据获取的进程。

数据缓冲器装满后，通过PIO 向 CPU 申请中断，其服务程序框图示于图 5。PIO 每申请一次中断，程序依次执行下列操作：1)保护现场；2)数据存储器组的内容加1；3)判溢出；4)若无溢出，则恢复现场，开中断，从中断返回；若有溢出，则关中断，停止获取，置溢出标志；而后恢复现场，从中断返回。

作为时间的基准，CTC 每 10ms 产生一次中断，其服务程序框图示于图 6。它依次执行下列操作：1)保护现场；2)将时间存储器组的内容减1；3)判断是否已到预定的时间；4)如未到，则恢复现场，开中断，从中断返回；如已到，则关计数门以停止计数，关 PIO，CTC 的中断允许，读入数据缓冲器的尾数，建立系统获取结束的标志，恢复现场，从中断返回。当主程序检测到获取过程已结束，即转入数据处理，并打印出计算结果。最后，开始延时例程，在延时间内 T_D 到时，又开始下一次获取过程。

所有程序都用汇编语言编写，并固化于 EPROM 中，占用 4KB。仪器一启动就可进入用户程序。

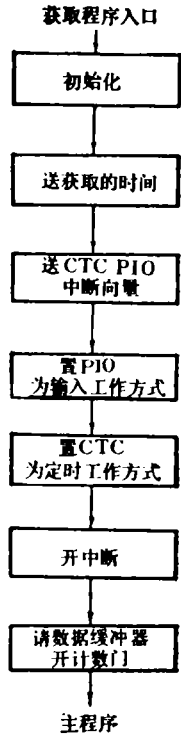


图 4 获取程序流程

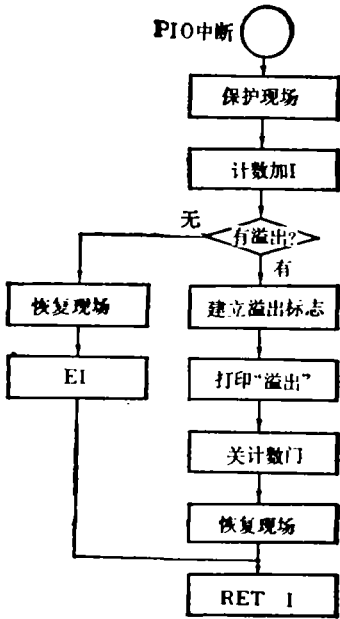


图 5 PIO 中断服务程序

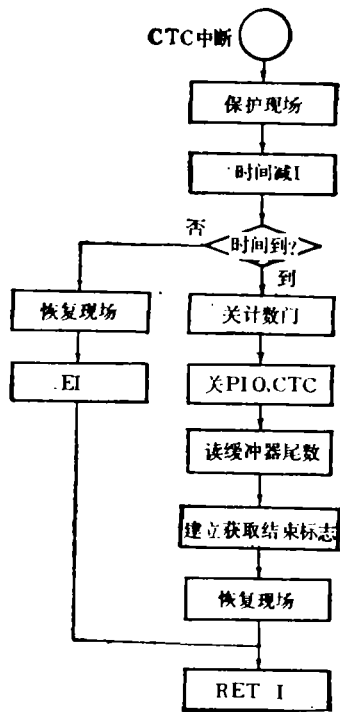


图 6 CTC 中断服务程序

五、应用举例

微机X 荧光涂层测厚仪能够无损、快速和精确测量多种工业产品和零件上的多种涂层厚度。

表 1 列出了磁盘磁层质量厚度测量时的统计数据。测 6 个不同质量厚度的样品，每个样品先后测 20 次，测量时间 60 秒。可见，每个样品单次测量的最大与最小值和平均值的相对

表1 磁盘磁层厚度测量数据

样品号	I_{max}/I_{min}	$\bar{I}_x(20次)$	$\bar{M}(\mu g/cm^2)$	M_{max}/M_{min}	δ_M
D_{41}	20335 19861	20146	107.40	109.50 104.24	+2.10 -3.16
D_{44}	24512 23909	24215	152.57	155.86 143.17	+3.29 -3.40
C_{44}	32746 32109	32367	243.39	247.59 240.52	+4.20 -2.87
E_{46}	38596 37996	38255	278.69	282.48 275.82	+3.79 -2.87
F_{46}	53119 57279	57720	504.38	508.81 499.48	+4.43 -4.9

表2 仪器测量值和化学分析值的比较

样 品	化学分析 Fe 的质量厚度 ($\mu g/cm^2$)	仪器分析 Fe 的质量厚度 ($\mu g/cm^2$)	偏差 ($\mu g/cm^2$)
1	105	108.5	+3.8
2	145	143.2	-1.8
3	176	171.5	-4.5
4	247	249.7	+2.7
5	280	283.5	+3.5

偏差约 $\pm 3\%$ 。表2是5个样品仪器测量值和化学分析值的比较,其相对偏差小于 $\pm 4\%$ 。

仪器对涂层线性厚度测量范围一般为 $0.1\sim 15\mu m$,测量部位直径约 $3\sim 5mm$,精确度好于 $\pm 5\%$ (当涂层厚度大于 $1\mu m$)。

参 考 文 献

[1] American National Standard, ASTM, A754-79.

(1985年11月5日收到)

简 讯

征 订 启 事

《原子能农业应用》由中国原子能农学会和中国农业科学院原子能利用研究所联合主办,经国家科委正式批准,农业出版社出版,北京市期刊登记证第636号。

《原子能农业应用》是我国唯一专门刊登原子能在农业上应用的科技刊物,主要刊登:原子能科学技术在农林牧副渔及农业生物学方面的科学论文和研究报告,介绍有关技术方法、基础知识和科技消息等,公开发行。

《原子能农业应用》的读者对象主要是:从事原子能农业应用的科技人员和其它农业科技人员、大专院校师生,也可供农业管理部门的干部和农村科学实验人员等阅读参考。

本刊为季刊,每季末月20日出刊,16开本,每期64页,每册定价0.75元,全年定价3元。

本刊从1986年开始,由邮局发行改为本编辑部自己发行,为了方便读者,随时可向编辑部直接订购。订款通过邮局寄至北京5109信箱编辑部,也可银行信汇到:北京农业银行海淀营业室,帐号431-8,中国农业科学院原子能所,联系人钟秋蓉。本部收到订款后,将即时按订购份数直接寄给订户。

《原子能农业应用》编辑部

XFT-84 microcomputer-based X-ray fluorescent coating thickness measurement instrument

Lin Jinxin Wang Yuzheng Jiang Liren

Gu Lianxue Le Anquan

(Shanghai Institute of Nuclear Research, Academia Sinica)

An intelligent instrument for coating thickness measurement has been developed by using X-ray fluorescent and modern microcomputer techniques. This paper describes the principle and the construction of the instrument. The instrument allows fast, precise and nondestructive measurement of the thickness of various coating plating on metallic or nonmetallic parts. For example, the range of the thickness measurement for magnetic coating layer of the magnetic disc is $M=50-500\mu\text{g}/\text{cm}^2$, the precision of coating thickness measurement is better than $\pm 4\%$ ($M=100\mu\text{g}/\text{cm}^2$).

Keywords: coating thickness intelligent instrument X-ray fluorescence interface program

Experimental studies of X-ray fluorescence excited by radioisotopes for trace element analysis

Wang Jun Sun Junmin Zhai Qingbo Zhang Xin

Cao Huade Yin Zhengfang Shen Yaying Xue Meina

(Jiangsu Institute of Nuclear Medicine)

Three aspects of experimental studies are described. The first is the selection of the optimum experimental condition. The second is the processing of complex overlapped spectra by AXIL program package. The third is the determination of the relative sensitivity factors, which is the most important problem of XRF method with internal standard.

Keywords: X-ray fluorescence analysis relative sensitivity factor
internal standard AXIL programme package
characteristic peak overlapped spectra resolution
goodness of fitting

Determination of absorbed dose of 14 MeV neutron

Jiang Lijin Wen Zhutang Zhong Bingnan

(Guangdong Institute of Test and Analysis)

Zhu Zhongmei Hua Zhongliang

(P. O. Box 1044 Beijing)

Wang Hongyan Zhang Jimin

(Chengdu Branch, Chinese Academy of Metrology)

The paper describes the technique used in measuring absorbed dose components of