

贵金属超薄镀层厚度的超声显微测量

张 颖^a, 李 雪^b, 刘彦伯^a, 杨德斌^a, 黎 敏^{b*}

(北京科技大学 机械工程学院^a 钢铁共性技术协同创新中心^b, 北京 100083)

摘 要: 超声检测作为一种无损检测技术逐渐被应用到金属镀层厚度的测量中,但在纵波超声的盲区范围内,超薄镀层的超声信号往往会与界面波信号发生强耦合,使得超薄镀层厚度信息难以被直接提取。因此,以超声显微测量为依托,创新出一个超声特征参量—频谱样本熵;并基于软测量的思路,在频谱样本熵和超薄镀层厚度之间建立映射关系,实现对贵金属镀层厚度的准确表征与预测。利用镀层厚度为百微米级的纯银镀金试样进行验证实验,结果表明:基于频谱样本熵的预测模型平均精度可达 94.7%,优于传统超声特征分析方法,验证了新型量化表征方法的有效性。

关键词: 贵金属; 镀层厚度; 超声显微技术; 频谱样本熵; 软测量

中图分类号: TG146.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2022)04-0056-08

Ultrasonic microscopic measurement for ultra-thin coating thickness of precious metals

ZHANG Ying^a, LI Xue^b, LIU Yan-bo^a, YANG De-bin^a, LI Min^{b*}

(School of Mechanical Engineering^a, Collaborative Innovation Center of Steel Technology^b,
University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: As a nondestructive testing technology, ultrasound is gradually applied to the thickness detection of metal coating. However, the echo generated by coating always overlaps with the interface echo in the ultrasonic blind zone, leading to the difficulty in extracting the information of ultra-thin coating thickness. Therefore, based on the ultrasonic microscopic measurement, an ultrasonic characteristic parameter, spectral sample entropy, was introduced in our measurement. According to the idea of soft-sensing, a mapping relationship was established between the spectral sample entropy and the ultra-thin coating thickness to achieve precise prediction for the coatings thickness of precious metals. Pure silver samples with hundred micron-sized gold coating were used to perform verification experiments. The results showed that the accuracy of the prediction model based on spectral sample entropy could reach 94.7%, better than the predicting outcomes of analysis using traditional ultrasonic feature, indicating this new quantitative characterization method is effective.

Key words: precious metal; coating thickness; ultrasonic microscopy; spectral sample entropy; soft-sensing

贵金属作为重要的战略物资,兼具金融货币性和消费使用性的双重属性。但是,贵金属产量较少、价格昂贵,在实际生活中往往由于无法高效准确地测量镀层厚度,一些不良商家趁机以高价售卖与真实含量不符的商品,损害了消费者的合法权益,扰乱了贵金属市场的稳定性。因此,完善贵金属镀件

材料的检测技术和评价方法具有重要意义。

常见金属镀层厚度测量方法有横断面显微镜法、电解分析法和 X 射线荧光光谱法(XRF)等。其中,横断面显微镜法是指用金相显微镜或者扫描电子显微镜去检测待测试样的横断面,以观察镀层厚度。电解分析法是把试样放在电解液中通过电流使

收稿日期: 2022-04-28

第一作者: 张 颖,女,硕士研究生。研究方向: 先进检测技术、信号处理。E-mail: btbuzy123@163.com

*通讯作者: 黎 敏,女,博士,教授。研究方向: 先进检测技术及应用、工业大数据分析及应用。E-mail: limin@ustb.edu.cn

镀层溶解,当镀层被穿透且露出基体金属时,电解电位会发生明显改变,得到溶解终点,根据电解时间或者消耗电量获得镀层厚度,但是该方法受电极反应、电流效率等因素影响较大。XRF是通过测定单位面积金属元素质量数所产生的荧光强度,再根据金属镀层的密度换算得到金属镀层的厚度,但是样品本身的荧光强度不均匀性会增加实验结果的误差^[1]。综上分析可知,传统检测方法虽然都能够检测镀层厚度,但都存在破坏性强、检测效率低和对实验条件敏感等缺点。

超声显微技术是对传统超声技术的一种拓展,主要使用数十兆甚至上百兆的高频探头对样品进行检测,精度可达几微米,并且检测范围大、灵敏度高、穿透力强和检测速度快。近些年,该技术已经被广泛应用于镀层、涂层和薄板等材料中。Pant等人^[2]通过观察超声波在油漆涂层界面上的变化,研究频率周期性的幅值分布,通过频移最小值计算出了油漆涂层的厚度;张闯等^[3]基于双层介质中兰姆波的频散效应,通过测量特定模态波速的变化,从而实现了对涂层厚度的表征;刘红伟等^[4]利用超声导波在双层介质中的传播特性,推导出粘结氮化硅陶瓷涂层界面的频散方程,获得了不同厚度陶瓷涂层的频散曲线,有效预测了100~700 μm 的涂层厚度;张恒^[5]定义了评价粘接质量的结合质量系数,利用该系数对陶瓷涂层厚度做出合理的评估。但是,上述研究对象都是较厚的镀层、涂层或者薄板结构,与基材有明显的阻抗差异,方便检出和评价。一般情况下,贵金属镀层厚度只有几十微米,而超声纵波的盲区范围有几百微米,这使得镀层的超声特征波形与界面波会发生耦合,贵金属镀层厚度难以直接测量。因此,本文通过软测量的方法,寻找超声特征参量与超薄镀层厚度之间的映射关系,实现超薄镀层厚度的表征与预测。在软测量方法中,最为关键的是用一个合适的超声特征参量来反应不同镀层厚度的特征信息。常见的超声特征参量有:声速^[6]、幅值^[7]、衰减系数^[8]等,但这些特征参量都是以超声时域波形为基础的,仍无法直接在超声盲区中有效提取出镀层厚度信息,另外还易受到材料结构噪声的干扰。

样本熵(Sample entropy, SE)是在近似熵(Approximate entropy, AE)的基础上,提出的一种计算时间序列复杂度的方法^[9],能够量化非线性序列的波动程度以及复杂程度,由于该算法的计算过程简单、对波形的微小变化较为敏感,因此被广泛应用于信

号的故障诊断、脑电波分析等多个领域^[10]。将样本熵算法应用到超声信号的分析中,可以定量表征超声信号的波动大小。但是,由于超声盲区的客观存在,超薄镀层信号容易被淹没在界面波中,直接用样本熵对时域超声信号进行分析,难以提取出镀层的厚度信息。因此,本文创新出一种超声特征参量——频谱样本熵,将频谱特征与样本熵相结合,有效表征超薄镀层的厚度信息。在此基础上,运用软测量的方法,在频谱样本熵与镀层厚度之间建立关系模型,对贵金属镀件材料的超薄镀层厚度进行精准预测。该方法的优势在于:1)将高频超声显微技术应用于贵金属超薄镀层的厚度检测中,实现无损、高效、高精度地测量;2)频谱分析结合样本熵算法,有效避免了超声盲区内部信号难解耦,镀层厚度信息难提取的问题,并且可以减少材料结构背散射噪声对厚度表征的干扰。

本文以纯银镀金的贵金属镀件材料作为研究对象,采用如上的实验方法进行验证实验,以全新超声特征参量——频谱样本熵量化表征并精准预测贵金属超薄镀层厚度,不仅可以实现对贵金属微米级镀层厚度的检测和分析,还可以为其他金属材料镀层或涂层结构提供一种无损检测和表征的新方法。

1 实验

1.1 实验材料

实验材料为6个纯银镀金试样,试样尺寸均为23 mm×11.5 mm。试样之间的差别在于外表面镀金层的厚度不同。基本信息如表1所示。

表1 实验材料的基本信息

Tab.1 Basic information of the experiment materials

试样编号	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
镀层厚度/ μm	25	30	35	40	50	80

1.2 实验设备和测试操作

在实验过程中,采用德国科视达公司PVA SAM 300超声扫描显微镜,如图1所示。超声显微测量主要是基于超声波在试样中的传播特性,具有非平稳、非线性和非周期的特点,如图2(a)所示。超声纵波探头发出的超声脉冲具有一定时间宽度,即超声盲区会客观存在。根据ASTM-E1065标准^[11]可知,以波形幅值比脉冲回波峰值下降20 dB作为测量标准,此时的波形持续时间为超声盲区宽度。本

次测量选用频率为 100 MHz 的点聚焦探头, 其焦柱直径约为 $40\ \mu\text{m}$, 焦柱长度约为 $106\ \mu\text{m}$ 。根据超声盲区定义分析可知: 频率为 100 MHz 探头的盲区约为 $200\ \mu\text{m}$, 如图 2(b)所示。然而, 实验材料的镀层厚度为 $25\sim 80\ \mu\text{m}$, 均小于超声盲区宽度, 镀层波形与界面波发生强耦合, 难以直接测量出镀层厚度。

在检测过程中, 100 MHz 的高频超声点聚焦探头聚焦在待测试样的上表面, 焦柱直径 $40\ \mu\text{m}$, 焦柱长度 $160\ \mu\text{m}$, 采样频率为 5 GHz, 检测区域为 $16\times 8\ \text{mm}^2$, 步进精度为 $64\ \mu\text{m}$, 增益大小为 40 dB, 从每个试样中最终可以获得 250×125 个超声波数据。

图 3 给出了利用超声显微技术分别对镀层厚度为 25 和 $80\ \mu\text{m}$ 的试样进行检测所获得的结果。从图 3(a)中可以看出, 镀层厚度为 25 和 $80\ \mu\text{m}$ 的时域

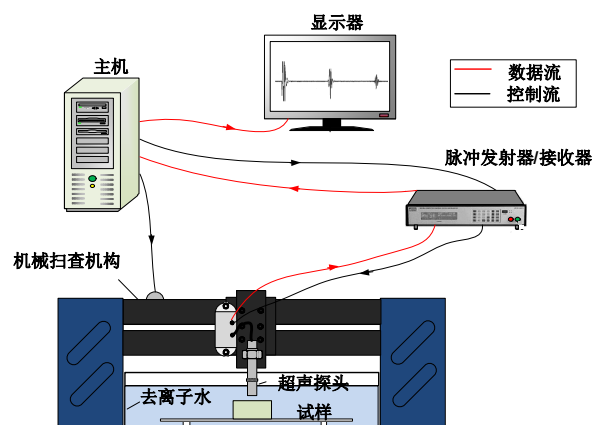
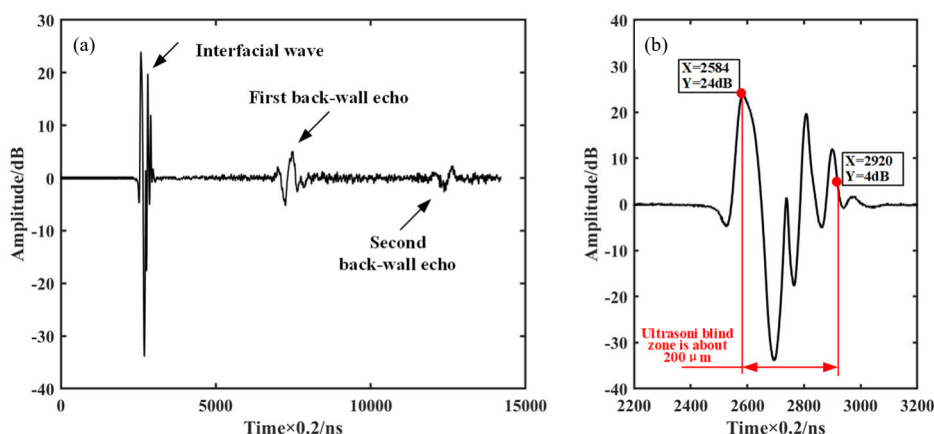


图 1 SAM-300 水浸超声显微系统

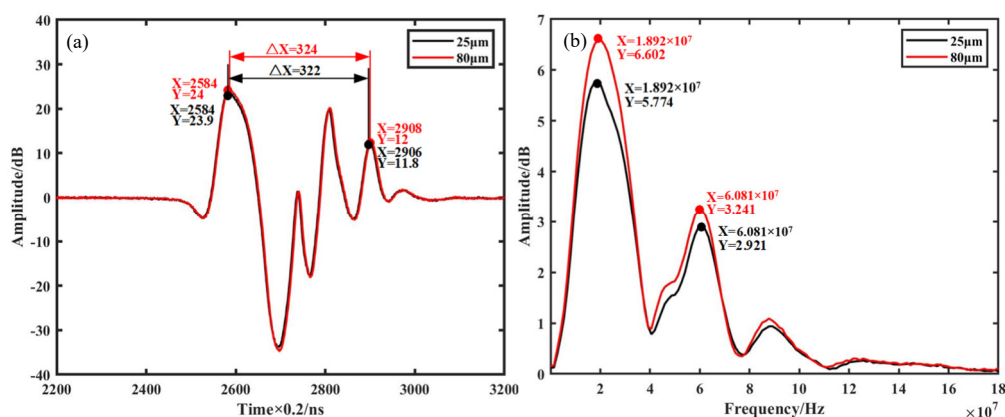
Fig.1 SAM-300 Water immersion ultrasonic microscopy system



(a). 时域全波信号(Time domain full wave signal); (b). 镀层波形与界面波耦合(Coupling of coating-related waveforms and interface waves)

图 2 贵金属镀件材料的相关波形

Fig.2 Signals related to precious metal plating materials



(a). 时域波形 (Time domain waveform); (b). 频域波形 (Frequency domain waveform)

图 3 时频域对比

Fig.3 A comparison between the time domain and frequency domain

波形几乎没有差别,但是在图 3(b)超声波频谱中发现,相较于镀层厚度为 25 μm 的频谱波形,镀层厚度为 80 μm 的主频幅值更高,波动性更大,试样表面的镀层厚度对频谱波形有更加明显的影响。深入挖掘可得,超声波从镀层上表面到镀层下表面,经过镀层与基体材料的分界面到达基体材料内部;如果镀层厚度越薄,超声波会更快地经过镀层与基体材料的分界面,在同一频率的超声能量会衰减更严重;而超声频谱中的主频幅值代表着超声能量,所以镀层厚度为 80 μm 的主频幅值比镀层厚度为 25 μm 的更高。因此,可以从频谱中提取有效信息实现镀层厚度的表征。

2 分析模型

2.1 样本熵

针对长度为 N 的超声信号 $\mathbf{X}_i = \{x_1, x_2, \dots, x_N\}$, 嵌入维数为 m 的 $N-m$ 个向量。构造一组维数为 m 的向量 $\{x_m(1), \dots, x_m(N-m+1)\}$, 其中:

$$\mathbf{X}_m(i) = \{x(i), x(i+1), \dots, x(i+m-1)\}, 1 \leq i \leq N-m+1 \quad (1)$$

定义两个向量 $\mathbf{X}_m(i)$ 与 $\mathbf{X}_m(j)$ 中任意对应元素之差绝对值的最大值为两者之间的距离 d :

$$d[\mathbf{X}_m(i), \mathbf{X}_m(j)] = \max_{k=0, \dots, m-1} |x(i+k) - x(j+k)| \quad (2)$$

设定匹配过程中的公差阈值为 r 。当 $d[\mathbf{X}_m(i), \mathbf{X}_m(j)] \leq r$ 时, 认为 $\mathbf{X}_m(i)$ 与 $\mathbf{X}_m(j)$ 是匹配的。令 B_i 表示构造的 m 维向量中与 $\mathbf{X}_m(i)$ 匹配的向量个数, 则出现的概率为:

$$B_i^m(r) = \frac{1}{N-m-1} B_i \quad (3)$$

那么 $B_i^m(r)$ 的平均值为 $B^{(m)}(r)$:

$$B^{(m)}(r) = \frac{1}{N-m} \sum_{i=1}^{N-m} B_i^m(r) \quad (4)$$

将维数增加到 $m+1$, 按照上述方法思路计算可得:

$$A^{(m)}(r) = \frac{1}{N-m} \sum_{i=1}^{N-m} A_i^m(r) \quad (5)$$

由上述讨论可知, 在参数 r 的约束下, $B^{(m)}(r)$ 是两个信号相同 m 个点的概率, 而 $A^{(m)}(r)$ 是两个信号相同 $m+1$ 个点的概率。由此可得该时间序列样本熵的定义:

$$SE(m, r) = \lim_{N \rightarrow \infty} \left\{ -\ln \left[\frac{A^{(m)}(r)}{B^{(m)}(r)} \right] \right\} \quad (6)$$

实际信号中 N 应为有限值, 此时样本熵可估算为^[9]:

$$SE(m, r, N) = -\ln \left[\frac{A^{(m)}(r)}{B^{(m)}(r)} \right] \quad (7)$$

由上述分析可知, 样本熵的值与 m 和 r 的取值有关。通常, 取 $m=1$ 或者 $m=2$, $r=0.1 \sim 0.25\text{Std}$, Std 是原始数据 $\mathbf{X}_i = \{x_1, x_2, \dots, x_N\}$ 的标准差。

2.2 频谱样本熵

由于超声盲区的客观存在, 超薄镀层信号容易被淹没在界面波中, 直接在时域中分析波形的样本熵, 难以提取出镀层的厚度特征。因此, 本文创新出一种超声特征参量——频谱样本熵, 将超声信号从时域转换到频域, 根据频谱中的主频幅值、频谱波动程度等特征来表征超薄镀层的厚度信息。

超声表面波包含着镀层厚度的信息。因此对超声表面波进行快速傅里叶变换, 得到相应的频谱。设有长度为 N 的频谱序列 $\mathbf{F}_i = \{f_1, f_2, \dots, f_N\}$, 按照 2.1 节中的计算流程计算频谱序列的样本熵, 即获得频谱样本熵:

$$f_SE = -\ln \left[\frac{A^{(m)}(r)}{B^{(m)}(r)} \right] \quad (8)$$

式中, m 为嵌入维数, r 为阈值。公式(8)反映的是超声信号频谱中所包含的信息量大小, f_SE 的值越大, 表示频谱的波动越明显, 意味着镀层厚度对表面波的影响越大, 此时所对应的镀层厚度越厚。因此, 从理论上分析可知, 频谱样本熵是可以用来表征镀层厚度的大小。

在超声显微检测过程中, 假设需要对试样的某一区域进行扫描, 设一共可以得到 $P \times Q$ 个扫描点, 即需要扫描 P 行 Q 列, 利用公式(9)分别计算每个扫描点的频谱样本熵 f_SE , 最终获得扫描区域的频谱样本熵矩阵 $\mathbf{F_SE}$:

$$\begin{bmatrix} f_SE(1,1) & f_SE(1,2) & \cdots & f_SE(1,Q) \\ f_SE(2,1) & f_SE(2,2) & \cdots & f_SE(2,Q) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ f_SE(P,1) & f_SE(P,2) & \cdots & f_SE(P,Q) \end{bmatrix}_{P \times Q} \quad (9)$$

在此基础上, 计算矩阵中所有元素的平均值 $\overline{f_SE}$, 作为表征超薄镀层厚度的特征量。

2.3 模型建立及评估指标

为建立超薄镀层厚度与频谱样本熵之间的映射关系, 以频谱样本熵矩阵 $\mathbf{F_SE}$ 中元素的均值 $\overline{f_SE}$ 为自变量, 镀层厚度 h 为因变量, 建立预测模型:

$$h = f(\overline{f_SE}) \quad (10)$$

建立模型的关键是确定 f 的表达式, 主要包括一阶线性方程、多项式曲线方程、指数方程、对数方程和幂函数方程。使用交叉验证(LOOCV)方法来评估模型的准确性。

为了评估模型的预测能力, 本文选择拟合优度 R^2 和预测精度 P_{acc} 作为评估指标。拟合优度 R^2 表示预测模型曲线与实验数据的拟合程度, R^2 越接近 1, 说明拟合程度越高; 反之, 说明拟合程度越低。预测精度 P_{acc} 代表预测的精准度, 反映的是预测模型的泛化能力, P_{acc} 越接近于 100%, 说明预测精准度越高; 反之, 预测精准度越低。计算公式可分别表示为:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{n=1}^N (\hat{h}_n - h_n)^2}{\sum_{n=1}^N (h_n - \bar{h})^2} \quad (11)$$

$$P_{acc} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N \left(\frac{h_n - |h_n - \hat{h}_n|}{h_n} \right) \times 100\% \quad (12)$$

式中, N 为试样总数; $\hat{h}_n$ 为镀层厚度的预测值; h_n 为镀层厚度的真实值; $\bar{h}$ 为镀层厚度的均值。

2.4 分析流程

具体分析流程如图 4 所示:

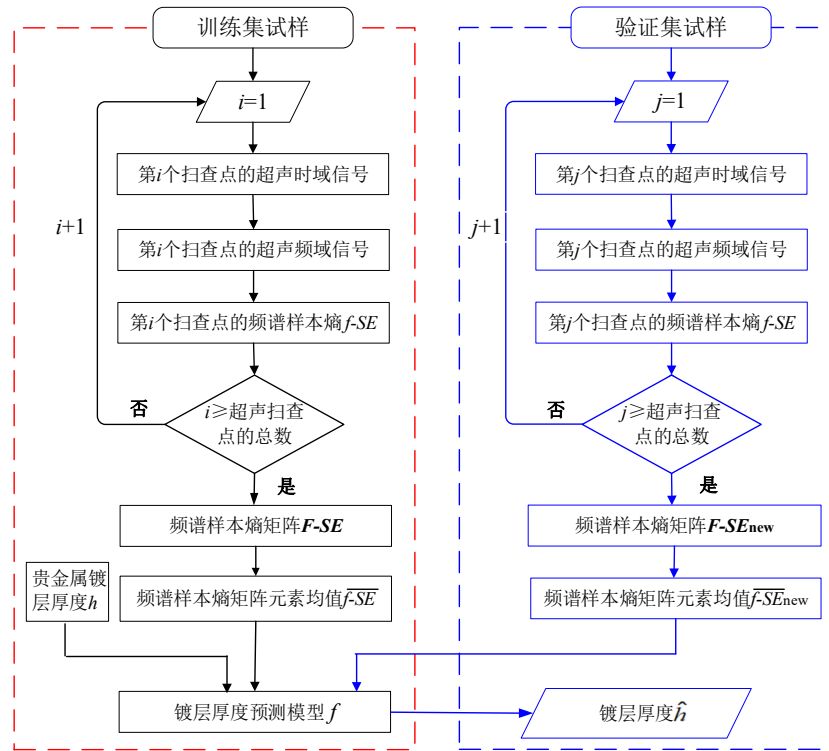


图 4 分析流程图

Fig.4 Analysis flow chart

分析流程具体为:

- 1) 针对不同镀层厚度的试样, 通过超声显微技术采集超声信号。
- 2) 每个采样点处的超声时域波形经傅里叶变换后对应得到超声频谱信号。
- 3) 计算该频谱序列的样本熵得 f_{SE} 。
- 4) 计算所有采样点下超声信号的频谱样本熵, 得到频谱样本熵特征矩阵 F_{SE} 。
- 5) 计算矩阵 F_{SE} 中所有元素的均值 $\overline{f_{SE}}$ 。
- 6) 基于软测量思想, 在频谱样本熵 f_{SE} 和镀层厚度 h 之间确立映射关系, 并得到预测模型 f 。

7) 针对验证集的待测试样, 重复以上实验和计算流程, 得到验证集的频谱样本熵矩阵 $F_{SE_{new}}$ 和频谱样本熵均值 $\overline{f_{SE_{new}}}$, 代入预测模型 f , 得到预测镀层厚度 $\hat{h}$ 。

3 结果与讨论

在超声无损检测过程中, 由于超声盲区的存在, 导致近表面镀层的波形特征难以直接检出。因此需要寻找一个适当的超声特征参量来准确表征镀层厚度, 最终实现精准预测。

3.1 频谱样本熵

根据 2.2 节所介绍的频谱样本熵的基本原理和计算公式, 设定嵌入维数 $m=2$, 阈值 $r=0.2\text{Std}$ (Std 是各自序列的幅值标准差), 获得不同镀层厚度中的频谱样本熵, 具体结果如表 2 所列。

表 2 不同试样的频谱样本熵

Tab.2 Spectral sample entropy of the different samples

镀层厚度/ μm	25	30	35	40	50	80
F_SE	3.5	3.8	4.6	5.4	7.7	10.6

针对 6 个不同镀层厚度的试样, 随机挑选取其中 5 个试样作为训练集, 以频谱样本熵 F_SE 作为自变量, 镀层厚度真实值 h_n 作为因变量, 建立预测模型; 剩余 1 个试样作为验证集, 带入建立的预测模型, 完成预测。6 个试样经排列组合, 重复 6 次, 并计算拟合优度 R^2 与预测精度 P_{acc} 的平均值。如表 3 所列。从表 3 可以看出: 指数预测模型的拟合优度和预测精度都是最高的, 所以在后续分析中, 选择指数形式来建立频谱样本熵与镀层厚度之间的映射关系, 实现镀层厚度的预测。

表 3 各类预测模型及预测结果

Tab.3 Various prediction models and prediction results

预测模型	Average R^2	Average P_{acc}
一阶线性模型	0.97	91.3%
二次多项式模型	0.98	83.9%
指数模型	0.99	94.2%
对数模型	0.94	85.8%
幂函数模型	0.97	91.3%

3.2 样本熵

根据 2.1 节所介绍的样本熵的基本原理和计算公式, 设定嵌入维数 $m=2$, 阈值 $r=0.2\text{Std}$, 获得不同镀层厚度中的频谱样本熵, 具体结果如表 4 所列。

表 4 不同试样的样本熵

Tab.4 Sample entropy of the different samples

镀层厚度/ μm	25	30	35	40	50	80
样本熵	1.024	1.035	1.037	1.041	1.099	1.121

从表 4 可以看出: 随着贵金属镀件材料的镀层厚度增加, 其界面波样本熵的数值呈微小的上升趋势, 但整体属于一个数量级, 没有特别明显的差异;

更为重要的是, 相邻镀层厚度之间的样本熵数值十分接近, 因此很难区分 $25\mu\text{m}\sim 80\mu\text{m}$ 范围内的厚度变化。

3.3 平均声速

超声纵波在纯金中的声速为 3200 m/s , 在纯银中的声速为 3750 m/s 。当运用超声显微技术检测贵金属镀件材料时, 采集到的是试样中的平均声速。试样中平均纵波声速计算公式为:

$$V=2 d/t \quad (13)$$

式中, V 代表平均声速, d 代表样品的厚度, t 表示界面波与底面波的时间差。

根据公式(13)计算每个待测试样中各个采样点的平均声速, 最后针对每个试样求得所有采样点下 V 的平均值, 具体结果如表 5 所列。

表 5 不同试样的平均声速

Tab.5 Average speed of sound of the different samples

镀层厚度/ μm	25	30	35	40	50	80
平均声速/(m/s)	3735	3732	3729	3728	3704	3671

从表 5 可以看出: 贵金属镀件材料中镀层厚度越小, 平均声速越接近内部的基材银的声速; 镀层越厚, 整体试样中镀金量越大, 平均声速越小。但是, 相近镀层之间的平均声速相差较小, 给后续的建模预测带来难度。

3.4 衰减系数

超声波在介质中传播时, 随着距离的增加, 超声波能量逐渐减弱的现象叫做超声波衰减。引起超声波衰减的主要原因有: 波束扩散、晶粒散射和介质吸收等。衰减系数计算公式^[12]为:

$$\alpha=\frac{20\ln(A_1/A_2)}{2L} \quad (14)$$

式中, A_1 和 A_2 分别为第一、二次底面波幅值; L 为试样整体厚度。

根据公式(14)计算不同镀层厚度中各个采样点下超声信号的衰减系数, 最后针对不同镀层厚度的试样求得所有采样点下 α 的平均值, 具体结果如表 6 所列。从表 6 可以看出: 镀层厚度越小, 衰减越大, 即镀层上下表面距离越接近, 超声波遇到界面

表 6 不同试样的衰减系数

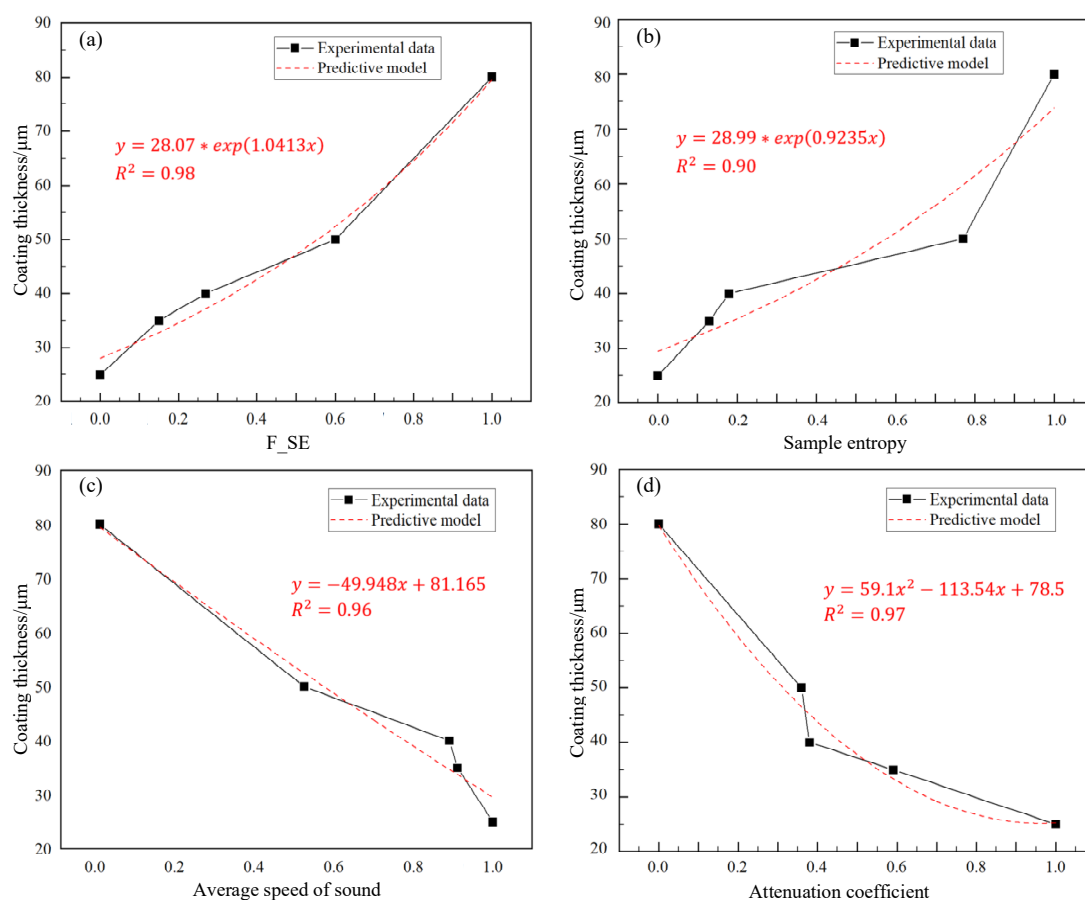
Tab.6 Attenuation coefficient of the different samples

镀层厚度/ μm	25	30	35	40	50	80
衰减系数	2.99	2.8	2.68	2.52	2.5	2.23

时发生衰减的现象越严重。但是在材料内部引起超声波衰减的因素有很多,例如材料外表面的光滑度、材料内部的纯净度等,所以无法在镀层厚度与衰减系数之间直接建立明确的映射关系。

为了验证频谱样本熵的有效性,基于机器学习中的监督学习算法,利用频谱样本熵、样本熵、平均声速和衰减系数这 4 个超声特征量分别与镀层厚度建立映射关系,选取其中 5 个试样作为训练集,

剩余一个试样作为验证集。需要说明的是,针对不同特征量,分别运用各自的最优模型来对厚度为 30、40 和 50 μm 的镀层进行预测,以拟合优度 R^2 和预测精度 P_{acc} 作为综合评价指标。以预测厚度为 30 μm 为例,图 5 给出了各个特征量所对应的模型,预测结果如表 7 所列。为更好的比较,各个超声特征值都进行归一化预处理。



(a). 频谱样本熵 (F_SE); (b). 样本熵 (Sample entropy); (c). 平均声速 (Average speed of sound); (d). 衰减系数 (Attenuation coefficient)

图 5 镀层厚度为 30 μm 的不同超声特征量预测模型

Fig.5 Predictive model with different ultrasonic characteristic quantity for a coating thickness of 30 μm

表 7 预测结果

Tab.7 Prediction results

超声特征参量	预测精度 P_{acc}			平均预测精度
	镀层厚度			
	30 μm	40 μm	50 μm	
频谱样本熵	97.5%	92.0%	94.7%	94.7%
样本熵	93.0%	89.6%	81.9%	88.2%
平均声速	87.7%	89.5%	90.3%	89.2%
衰减系数	89.9%	90.3%	86.8%	89.0%

分析图 5 和表 7 可知: 1) 频谱样本熵、样本熵、平均声速和衰减系数这四个超声特征参量均能和镀层厚度建立一个映射关系, 拟合优度 R^2 均在 0.90 以上, 说明模型具有很好的拟合能力。2) 针对厚度为 30、40 和 50 μm 的不同镀层, 以不同的超声特征参量分别进行预测, 结果表明: 频谱样本熵预测不同厚度时, 平均预测精度最高, 达 94.7%; 其他超声特征参量的平均预测精度均小于 90%。这是因为频谱样本熵能够在频域中提取出因镀层厚度

不同所引起的超声信号的差异性特征,而传统方法在时域中提取出的特征因受到材料内部结构噪声的影响,使得镀层厚度信息被淹没,所以造成模型的预测精度降低。

基于频谱样本熵的超薄镀层厚度测量方法,实现了对贵金属镀层厚度的数字化评价,另外在其他贵金属材料的镀层或涂层中也可推广应用。

4 结论

1) 针对贵金属镀层现有检测分析方法存在检测精度有限、破坏性强等问题,本文基于超声显微无损检测技术,提出一种基于频谱样本熵的贵金属超薄镀层表征方法。通过提取不同镀层厚度在频域内的特征差异,建立频谱样本熵与镀层厚度之间的映射关系,从而实现对超薄镀层厚度的精准预测。

2) 采用 100 MHz 的高频聚焦探头对 6 种不同镀层厚度的纯银镀金试样进行超声显微检测,建立基于频谱样本熵的指数预测模型,平均预测精度为 94.7%,优于传统超声特征参量的预测精度。

3) 超声显微技术与频谱样本熵的结合,不仅可以实现对贵金属百微米级镀层厚度的高精度测量,还可以为其他金属材料的镀层或涂层结构提供一种无损检测和量化表征的新方法。

参考文献:

- [1] JONES A, UGGALLA L, LI K, et al. Continuous in-line chromium coating thickness measurement methodologies: An investigation of current and potential technology[J]. *Sensors*, 2021, 21(10): 3340-3362.
- [2] PANT B, SKINNER S R, STECK J E. Paint thickness measurement using acoustic interference[J]. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2006, 55: 1720-1724.
- [3] 张闯, 李泽欢, 刘小康, 等. 基于 Lamb 波的金属材料涂层厚度测量[J]. *仪器仪表学报*, 2018, 39(4): 133-140.
ZHANG C, LI Z H, LIU X K, et al. Thickness measurement of coating on a metallic substrate using Lamb wave[J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2018, 39(4): 133-140.
- [4] 刘红伟, 吴旭辉, 黄子扬, 等. 利用超声无损检测导波法检测陶瓷涂层的厚度[J]. *陶瓷学报*, 2021, 42(3): 480-484.
- [5] LIU H W, WU X H, HUANG Z Y, et al. Thickness measurement of ceramic coating using ultrasonic nondestructive test guided wave[J]. *Journal of Ceramics*, 2021, 42(3): 480-484.
- [5] 张恒. 陶瓷涂层与金属基体结合质量的超声检测方法研究[J]. *材料保护*, 2020, 53(1): 61-66.
ZHANG H. Ultrasonic testing method for bonding quality of ceramic coatings to metal matrix[J]. *Materials Protection*, 2020, 53(1): 61-66.
- [6] ONGPENG J M C. Ultrasonic pulse velocity test of reinforced concrete with induced corrosion[J]. *ASEAN Engineering Journal*, 2017, 7: 9-17.
- [7] DOMENICO C, ANNA C, AGUINALDO F, et al. A new ultrasonic amplitude tomography approach with validation on masonry tuff blocks[J]. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 2020, 6: 39-49.
- [8] ISMAIL H S, SELAMI K M. Mean grain size determination in marbles by ultrasonic first backwall echo height measurements[J]. *NDT & E international: Independent Nondestructive Testing and Evaluation*, 2006, 39(1): 82-86.
- [9] RICHMAN J S, MOORMAN J R. Physiological time-series analysis using approximate entropy and sample entropy[J]. *American Journal of Physiological Heart and Circulatory Physiology*, 2000, 278(6): 2039-2049.
- [10] ZHANG F, SUN W L, WANG H W, et al. Fault diagnosis of a wind turbine gearbox based on improved variational mode algorithm and information entropy[J]. *Entropy*, 2021, 23(7): 794.
- [11] USA A I. Standard practice for evaluating characteristics of ultrasonic search units: ASTM E1065[S]. United States: 2020.
- [12] 田庚凡, 黎敏, 张颖, 等. 应用超声显微镜技术检测饰品镀金层厚度[J/OL]. *贵金属*: 1-6[2022-04-25]. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/53.1063.TG.20211117.1600.031.html>.
TIAN G F, LI M, ZHANG Y, et al. Detection of gold coated jewelrys with various thickness using microscopic ultrasonic technique[J/OL]. *Precious Metals*: 1-6[2022-04-25]. <https://kns.cnki.net/kcms/detail/53.1063.TG.20211117.1600.031.html>.