

X 射线荧光法测试镀银铜线镀层厚度

张瑾 马磊

(中国电子科技集团公司第二十三研究所检测中心 上海 200437)

E-mail: zhjin6@sina.com

摘要 结合 X 射线荧光法厚度测定仪 FISCHERSCOPE® X-RAY XUL, 介绍了 X 射线荧光法测定镀层厚度的基本原理及仪器流程结构, 并应用该方法对不同镀银铜线进行了镀层厚度测试, 结果表明该方法测试重复性好, 精密度高。同时本方法同经典的称重法的比较结果显示, 该方法准确度高, 结果准确可靠。

关键词 X 射线荧光法; 镀层厚度; 测厚仪; 镀银铜线

中图分类号 TQ153.1

Determination of Ag-coated Copper Wire Layer Thickness by X-Ray Fluorescence Method

Zhang Jin, Ma Lei

(Test Center of the 23rd Research Institute, CETC, Shanghai 200437, China)

Abstract Function principle of determination coating thickness by X-Ray fluorescence method and instrument flow chart were introduced based on FISCHERSCOPE® X-RAY XUL. And different Ag-coated copper wire coating thickness were measured through XRF method with FISCHERSCOPE® X-RAY XUL. The tested results showed that XRF method could ensure satisfying repeatability and precision. In addition, accuracy comparison based on XRF method and weighing method for different samples proved that X-Ray fluorescence method could gain high accuracy in the course of determination of Ag coated copper wire layer thickness

Key words XRF method; Coating thickness; Thickness measurement instrument; Ag-coated copper wire

1 引言

镀银铜线通常用于广播通讯以及国防工业, 其中包括卫星发射等广泛领域。它具有耐高温、高导电性能等很多优点, 因此每年的用量很大^[1]。铜基银线的银层厚度直接影响到线缆的生产成本, 并决定着线缆的使用性能, 因此人们对镀银层厚度总是给予足够高度的重视, 且一直是商家必须严格控制的技术指标。目前, 商检部门或测试中心仍广泛采用传统的酸浸退法(化学退镀法)^[2]来测定银层镀层的镀布量, 但该方法操作繁琐, 工作量大。尤为重要的是酸浸退法(化学退镀法)在退银的同时, 也可能脱掉基底元素, 因而影响到分析结果的准确性。

X 射线荧光分析作为一种表面分析技术, 除用于均匀样品的定性、定量分析外, 还能用于表面状态或镀层厚度的测定^[3-5]。本文结合一种 X 射线荧光法测厚仪, 介绍镀层厚度的测试方法, 重点在于叙述 X 射线荧光法测厚的基本原理及仪器的工作流程, 同时对不同镀银铜导线样品的镀层厚度进行了测定, 并同经典测定镀层厚度的比重法进行了准确度比较。

2 基本原理

X 射线荧光或者特征 X 射线, 实际上就是光电过程中由于电子跃迁产生的次级 X 射线。众所周知, 一个稳定的原子结构由原子核及核外电子组成, 这些核外电子围绕着原子核按不同轨道运转。

当具有高能量的入射 X 射线与原子发生碰撞时, 会打破原子结构的稳定性。处于低能量电子壳层(如: K 层)的电子被激发而从原子中逐放出来, 电子的逐放会导致该电子壳层出现相应的电子空位。这时处于高能电子壳层的电子(如: L 层)会跃迁到该低能量电子壳层来补充相应的电子空位。由于不同电子壳层之间存在着能量差距, 这些能量上的差以二次 X 射线的形式释放出来, 不同的元素所释放出来的二次 X 射线具有特定的能量特性。这是因为每一种元素的原子, 其各电子层能级是一定的, 因此能级差(E)是一定的, 而 X 射线荧光产生于原子内层电子的跃迁, 这种跃迁只能产生有限的几组谱线, 所以不同元素所具有的特征 X 射线谱线是不同的。另外对于特定元素其产生 X 荧光的光量与该元素的含量(或镀层厚度)有严格的

对应关系。从而奠定了 X 射线荧光法用于元素定性、定量分析的依据和基础^[6]。

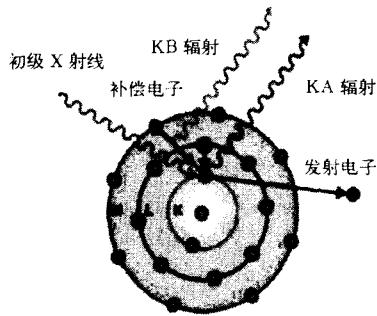


图1 X射线荧光产生的原理示意图

3 实验部分

3.1 实验仪器

实验所用仪器：德国生产的 X 射线荧光测厚仪 FISCHERSCOPE®X-RAY XUL，随机配置工作站一台。

主机配置：X-射线管型号：W（钨管）；最大可调节的高压：50 kV；自动控制程序：WinFTM®V.3。

3.2 仪器工作流程原理

在 X 射线管中，由加热阴极产生的电子，在受到最大为 50KV 的可调高压的加速后，轰击阳极钨。轰击过程中电子的动能主要转化为韧致辐射，此外，在阳极钨上还会产生独特的、高强度的 X 射线荧光辐射。韧致辐射及 X 射线荧光辐射组合构成初级辐射，其最大能量为 50KeV。采用不同大小和形状（圆形，正方形，槽型）的准直器，可选择 X 射线射到工件上的形状和尺寸，这样就可以测量小到约 50 X 50 μm 的测量点。准直器由通透的可进行测量点光学成像的材料组成。有一个光源（图中没有画出）用于样品的照明。采用一块反射镜和透镜可直接反射光线到彩色的视频摄像头上。反射镜的中心有一个孔，用于通过初级辐射。初级辐射激励镀层和底材发射 X 射线荧光辐射。这是由于初级辐射量子碰撞内部的某一电子层上的电子所致（光电效应）。由于能量的缘故，产生的空位由外层的电子填充，能量差以 X 射线荧光辐射（K α, K β 辐射，等等）的形式发出。该能量差是相应材料的特征能级差。辐射信号使用辐射探测器来测量，通常采用充满氩气的比例计数器。X 射线荧光辐射电离氩原子，释放出的电子朝着处于计数器中央的高压轴线加速。自由电子的数目与 X 射线荧光辐射的能量成正比。撞击轴线的电子转换为电脉冲，由放大器放大，其中脉冲的高度与辐射能量成正比。脉冲按照它们产生的能量和频率（强度）进行排序。这样就可以获得给定的镀层 / 底材组合的 X 射线荧光辐射频谱。采用基本参数方法，WinFTM®软件可根据相关的理论计算得出镀层厚度和

现代科学仪器 2005 3

成分，甚至可以允许无标准片测量。测量数据和样品的图像可由彩色显示器显示。

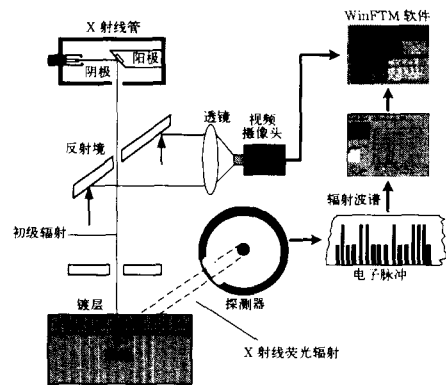


图2 仪器工作流程原理示意图

3.3 样品及样品测试步骤

测试样品为用于电缆通讯的不同规格铜基镀银线，其外径分别为： ϕ 0.233 μm、 ϕ 0.258 μm、 ϕ 0.259 μm、 ϕ 0.262 μm，分别计为 1#、2#、3#、4#。

测试步骤：首先进行基准测量，将元素 Ag 置于工作台上，调整其位置并聚焦清晰。选择菜单“一般~测量基准”，按动“开始基准测量”按钮开始基准测量。然后，将测试样品置于工作台上，同样调整其位置并聚焦清晰，并根据待测样品的厚度情况，选择相应的产品程式，然后按显示屏左下角的按钮“测量®”或仪器控制台上的“start”键开始测量，倒计时结束后即完成一次测量任务。样品的测试结果由工作站 WinFTM® V.3 自动给出。若对同一样品连续测量，报告中可显示总的测试结果平均值、标准偏差、相对标准偏差、读数数量及测量结果高低范围等信息。测试时间通常设定为 15 秒。需要强调的是，测试过程中，样品放置原则为：从正面看，X 射线荧光接受器在所放置样品的左边。

4 结果与讨论

将上述不同样品分别进行连续 21 次测试，考察测试方法(或仪器)重复性或精密度。其测试结果见表 1。

由表 1 可以看出：4 个不同样品其测试结果的标准偏差不大于 0.35，相对偏差不大于 3%。这说明本方法测试的精密度高、重复性好。

同时，为了考察该方法(或仪器)测试的准确度，我们用经典的称重法^[1]对上述样品的镀银层厚度进行了测试，并与 X 射线荧光分析(XRF)测试结果进行了比较，测试结果见表 2。

由表 2 可以看出，两种测试方法其结果非常接近，这说明 X 射线荧光法测试镀层厚度，准确度高，数据可靠。

表1 SFR 方法测试不同样品镀层厚度的重复性

	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
1	3.600	5.060	13.000	17.500
2	3.620	5.310	13.000	17.600
3	3.660	5.090	12.900	17.600
4	3.700	5.150	13.000	17.500
5	3.620	5.330	13.100	17.900
6	3.610	5.360	13.400	18.300
7	3.610	5.330	13.300	18.200
8	3.670	5.400	13.000	18.000
9	3.620	5.420	13.100	17.500
10	3.620	4.890	13.700	17.800
11	3.580	5.120	12.900	17.500
12	3.560	5.150	12.900	17.900
13	3.560	5.120	13.300	17.400
14	3.540	5.060	12.900	17.400
15	3.510	5.040	12.900	17.800
16	3.650	4.960	13.000	17.500
17	3.630	5.040	13.100	18.100
18	3.600	5.010	13.000	17.200
19	3.550	5.420	13.100	17.000
20	3.550	4.920	13.100	17.200
21	3.420	5.230	13.400	17.100
mean	3.5943	5.1752	13.1000	17.6190
SD	0.0600	0.1528	0.2047	0.3500
RSD,%	1.6706	2.9526	1.5626	1.9864

5 结论

应用 X 射线衍射荧光厚度测试仪, 对不同镀银铜

表2 称重法与 XRF 方法测试结果的比较

	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
XRF	3.5943	5.1752	13.1000	17.6190
weighing	3.6500	5.0841	13.1906	17.4718
Relative error,%	-1.53	1.79	-0.69	0.84

基导线进行了镀层厚度的测试, 并与经典的称重法进行了比较。结果显示 XRF 法兼具准确性好、精确度高、简单快捷等优点, 且该方法对样品无损, 不具非破坏性。不失为一种方便可行的金属镀层厚度测试方法。

参考文献

- [1] 黄继承. 从废镀银线中回收银并制备硝酸银, 再生资源研究, 1999, 6: 30-31
- [2] SJ1281-77, 金属镀层和化学处理层厚度的检验方法
- [3] 王松青, 应晓许. 铁基金锡、锌镀层厚度的 X 射线荧光光谱快速测定, 光谱实验室, 1996, 13 (5): 11-16
- [4] 严振庄, 谢东, 刘享远. X 射线荧光法检测金属镀层厚度, 河北师范大学学报 (自然科学版), 1997, 21 (2): 153-155
- [5] 吴奕阳, 叶晓珉, 袁国英等. X 射线荧光光谱法在 PET 塑料金制品金层厚度测试中的应用, 理化检测 - 物理分册, 2000, 36(4): 162-163
- [6] 薛光. 银的分析化学, 科学出版社, 北京, 1998: 518-520
- [7] GB12307.1-90 金属覆盖层银和银合金电镀层试验方法

水质自动监测系统运行过程中的质量保证和质量控制

区 晖

(广州市环境监测中心站 广州 510030)

E-mail: ouhui@yaho.com.cn

摘 要 根据水质自动监测系统的技术特点, 提出了具体的水质自动监测的质量控制方法, 建立了完善的水质自动监测质量保证体系, 并在水质自动监测系统的运行管理过程中取得满意的效果。

关键词 水质; 自动监测; 质量保证; 质量控制

中图分类号 X832

The Quality Assurance & Quality Control of the Water Quality Automatic Monitoring System in Operation

Ou Hui

(Guangzhou Environmental Monitoring Center, Guangzhou 510030, China)

Abstract In this article, detailed quality control methods per the technical characters of water quality automatic monitoring are raised, and a complete quality assurance system of water quality automatic monitoring is built. It has been approved to achieve a satisfactory effect during the management of the water quality automatic monitoring system in operation.

Key words Water quality; automatic monitoring; quality assurance; quality control

收稿日期: 2005-02-26

作者简介: 区晖, 工学士, 从事环境监测工作。