

EDX-7200によるめっき付着量/膜厚の定量分析 —多層、非定形めっき—

守屋 宏一、漆崎 文彩

ユーザーベネフィット

- ◆ EDX-7200では計数率向上により、さらに感度が向上しました。
- ◆ 多層の場合も非破壊でそのまま分析ができます。
- ◆ 非定形の試料もバックグラウンドFP(BG-FP)法により、精度良く定量分析が可能です。

■はじめに

めっき試料の付着量/膜厚分析には、煩雑な前処理無くかつ非破壊で簡単に分析ができることから、蛍光X線分析装置が広く使用されています。

新製品「EDX-7200」は、従来機に比べてさらに高感度、高速、高精度な分析が可能となりました。これら性能向上により、分析のスループット、検査のスピードアップに貢献します。また、島津オリジナルの散乱X線強度を利用したバックグラウンドFP(以下BG-FP)法は、めっき面が平面でないネジのような試料においても、平面と同様の精度で測定が可能です。

本アプリケーションでは以下についてご紹介します。

1. 1層目;金(Au)、2層目;ニッケル(Ni)、3層目;銅(Cu)からなる3層めっきの付着量/膜厚定量および精度
2. BG-FP法による非定形試料への応用とその精度

1. Au/Ni/Cu 3層めっき分析

■ 試料

認証標準物質：NIMJ CRM 5208-a (20mm×20mm)
標準値

Au	第1層：184 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Ni	第2層：869 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Cu	第3層：880 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
基板	基板

図1 NIMJ CRM 5208-a のめっき層構成

■ 元素

めっき層の構成を下記のように設定し、各層の付着量を定量しました。

第1層：Au, 第2層：Ni, 第3層：Cu

■ 付着量・膜厚定量分析結果

(1) 付着量定量分析結果

薄膜FP法による、付着量定量分析結果を表1に示します。また各元素のプロファイル重ね合わせを従来機EDX-7000とともに図2に示します。感度が従来機に比べ向上しました。

表1 NIMJ CRM 5208-a 付着量定量分析結果 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]

元素	Au	Ni	Cu
定量値	176	861	861
標準値	184	869	880

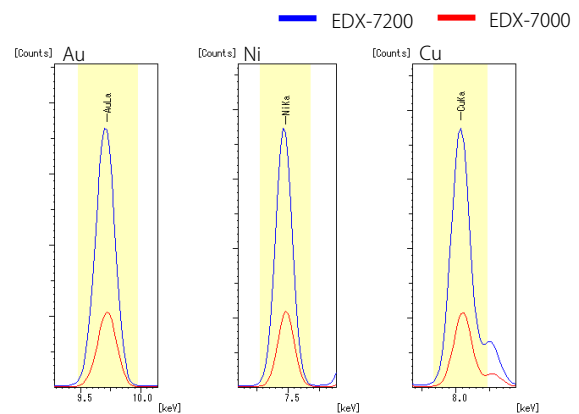


図2 各分析線のプロファイル

(2) 膜厚定量分析結果

薄膜FP法では、付着量(単位面積当たりの重量)として定量されます。この付着量を密度で割ることで膜厚への換算が可能です(以下換算式)。島津のEDXは付着量と膜厚のどちらでも定量できます。

$$\text{膜厚}[\text{nm}] = \frac{\text{付着量}[\mu\text{g}/\text{cm}^2]}{\text{密度}[\text{g}/\text{cm}^3]} \times 10$$

表1の付着量を膜厚に換算した結果を表2に示します。

表2 NIMJ CRM 5208-a 膜厚定量分析結果 [nm]

元素	Au	Ni	Cu
定量値	91.1	1041	937

■ 再現精度

単純10回繰り返し再現性試験結果を表3に示します。計数率向上により感度が向上し、ばらつきを示す変動係数も1%以下と良好です。

表3 繰り返し再現性試験結果まとめ [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]

元素	Au	Ni	Cu
平均値	176	862	859
標準偏差	0.29	0.70	4.96
変動係数[%]	0.2	0.08	0.6

2. 非定形めっきの分析

通常、めっき分析で使用される薄膜FP法は、平滑で均一な試料測定を前提としているため、非定形試料では定量誤差が大きくなるという問題がありました。

そこで、散乱X線を利用して形状（あるいは材質）の影響を補正するBG-FP法の適用により、平面と同等の定量精度が得られます。

■ 試料

鉄のベースに亜鉛めっき処理されたねじ(図3)。



図3 試料外観

■ 元素

めっき層の構成を以下の通り設定しました。

- 第1層：Zn
- ベース：Fe

■ 膜厚定量分析結果

平滑面であるねじの頭部と非定形である軸部のめっき膜厚をそれぞれ定量しました。図4にそれぞれの試料の測定位置を、表4に定量分析結果まとめを示します。また、図5に定性プロファイルを示します。

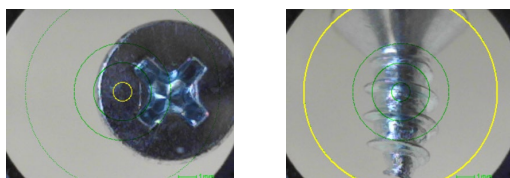


図4 試料の測定位置(黄色の円部分)
左：ねじ頭部 分析径1mmφ、右：ねじ軸部 分析径10mmφ

表4 定量分析結果まとめ

測定位置	ねじ頭部	ねじ軸部	ねじ軸部
分析径	1mmφ	10mmφ	10mmφ
定量法	薄膜FP法	薄膜FP法	BG-FP法
定量値	4.08 μm	0.96 μm	4.29 μm

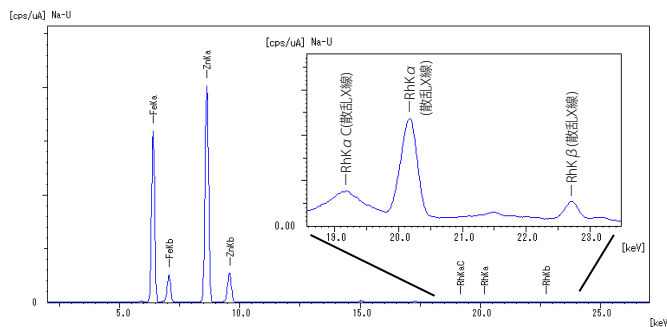


図5 定性プロファイル

■ まとめ

EDX-7200によるめっき分析の特長を以下に示します。

1. 分析精度
定量分析精度とともに、再現精度も良好です。
2. 非定形試料の場合
ねじ軸部も、BG-FP法の適用で平滑面と同等の精度が得られます。ばねや曲面への応用も可能です。
3. 膜厚の定量範囲
nm~μmオーダーの定量が可能です。
4. 操作性
装置の操作も簡単で、どなたでもすぐに分析を行うことができます。

■ 測定条件

1. Au/Ni/Cu 3層めっき分析の測定条件

装置	: EDX-7200
元素	: 79Au, 28Ni, 29Cu
分析グループ	: 定量
分析法	: 1. 薄膜FP
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧—管電流	: 50 [kV] —Auto [μA]
コリメータ	: 10 [mmφ]
1次フィルタ	: なし[Ni, Cu], #4[Au]
雰囲気	: 大気
積分時間	: 100 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]

2. 非定形めっきの分析

装置	: EDX-7200
元素	: 30Zn
分析グループ	: 定量
分析法	: 薄膜FP法, BG-FP法
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧—管電流	: 50 [kV] —Auto [μA]
コリメータ	: 1, 10 [mmφ]
1次フィルタ	: なし
雰囲気	: 大気
積分時間	: 100 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]