

蛍光 X 線分析による膜厚測定について

1. はじめに

蛍光 X 線分析法は試料調製が容易で主成分から微量成分までの元素分析が可能であることから、様々な分野で用いられています。蛍光 X 線分析での定量分析は標準試料を用いる検量線法¹⁾、標準試料を必要としないファンダメンタルパラメーター (FP) 法²⁾があります。これらの定量分析は試料が均質であるという前提の基に行われます。それらの手法とは別に、めっきなどの薄膜の厚み測定も蛍光 X 線分析を用いて行うことができます。本稿では蛍光 X 線分析での厚み分析について紹介します。

2. 蛍光 X 線による膜厚測定の原理

十分に厚みのある Cu に Ni めっきを施した試料 (表面層から順に Ni/Cu と表記) について考えます。Ni の膜厚と Ni および Cu の蛍光 X 線強度の関係は図のようにになります。Ni の蛍光 X 線強度は Ni の厚みが厚いほど大きくなり、Ni の厚みが十分厚くなると一定となります (図中赤のライン)。また、素材の Cu の蛍光 X 線強度は上層の Ni により吸収されるため、Ni の厚みが厚くなるほど小さくなり、Ni の厚みが十分厚くなると 0 となり計測できなくなります (図中青のライン)。Ni の蛍光 X 線強度から Ni の膜厚を求める方法を励起法、Cu の蛍光 X 線強度から Ni の膜厚を求める方法を吸収法といいます。どちらの方法を選択するかは素材と表面層の組み合わせや、測定したい膜厚の範囲によって決定します。

3. 膜厚の計算方法

膜厚の計算方法は、検量線法と薄膜 FP 法があります。検量線法では試料と同一組成で膜厚が既知の標準物質を測定し、線吸収係数を求めて検量線を作成します。薄膜 FP 法は理論強度を用いて計算する方法で、FP 法を膜厚測定に拡張した方法です。多層膜や合金膜の膜厚測定の場合、検量線法では必要な標準試料の数が多くなり準備をするのが大変です。一方で、薄膜 FP 法では標準試料を準備することなく膜厚を計算できる利点があります。

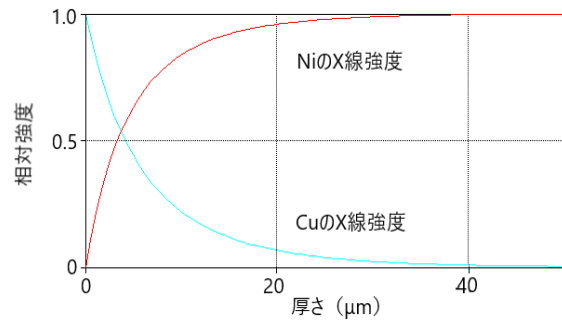


図 膜厚と蛍光 X 線強度の関係

4. 測定事例

Rh/Ni/黄銅となっている試料の膜厚測定を行った事例を紹介します。蛍光 X 線法では波長分散型の蛍光 X 線分析装置を用いて、Rh、Ni の $K\alpha$ 線を測定しました。Ni の膜厚を計算する際には Rh による吸収を考慮します。膜厚は薄膜 FP 法を用いて計算しています。断面から走査型電子顕微鏡で観察した結果と共に表に示します。

表 膜厚測定結果

元素	蛍光 X 線法	電子顕微鏡観察
Rh	0.95 μm	0.89 μm
Ni	9.2 μm	7.6 μm

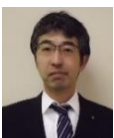
Rh の値は観察結果と良く一致していますが、Ni の値は厚めに評価されています。これは Ni が厚く、僅かな X 線強度の差で膜厚が大きく変化する領域での計算となることや、黄銅中の亜鉛から出る蛍光 X 線のエネルギーが Ni の吸収端付近であることが原因として考えられます。

5. おわりに

当センターでは蛍光 X 線分析装置や ICP 発光分光分析装置等を用いて各種材料の定性、定量分析を行っています。お気軽にご相談ください。

参考文献

- 1) 青井昌子: あいち産業科学技術総合センターニュース 2016年2月号
- 2) 濱口裕昭: あいち産業科学技術総合センターニュース 2017年10月号



産業技術センター 化学材料室 濱口裕昭 (0566-24-1841)

研究テーマ: 水素製造に関する研究

担当分野: 無機材料