

# EDX 测试金属镀层厚度作业指导书 (SOP)

标准号：GB/T 16921-2005

## ■ 参考标准

参考《金属覆盖层 X 射线测试方法》GB/T 16921-2005。

## ■ 方法概述

### 2.1 方法使用范围

本方法适用于基体中不含镀层成分的金属镀层厚度分析，采用岛津 EDXEDX-LE Plus、EDX-7000、EDX-8000/8100 等系列均可分析。

### 2.3 方法技术指标

本方法的分析上限：一般金属小于 20um，高密度的金属更薄（如镀金层不能超过 6um），对于不同密度的金属，X 射线穿透深度不同，以不能穿透镀层金属的上限较好。

## ■ 方法原理

当 X 射线射到金属镀层与基体时产生不同能量的 X 射线荧光，这些 X 射线荧光具有构成镀层和基体所含有的元素特征。当镀层厚度不大于 X 射线穿透的极限厚度时，其厚度与所产生的 X 射线荧光强度有一定的关系，即镀层发出的 X 射线荧光强度随镀层厚度的增加而增加；由基体产生的 X 射线荧光强度随镀层厚度的增加而减少。

## ■ 仪器设备及辅助设备

### 4.1 仪器设备

岛津 EDX-LE Plus、EDX-7000、EDX-8000/8100 系列。

## ■ 标准品

采用市面上金属薄片参考样品及基体样品（以铜镀锡为例）5 块锡薄片（Sn-0 是纯金属铜块状样，不含锡）参考样如下表 1。

表 1 五块锡薄片参考样厚度

Sn 厚度参考样	Sn-0	Sn-1	Sn-2	Sn-3	Sn-4
厚度 (um)	0	1.19	2.26	3.05	5.72

## ■ 操作步骤

### 6.1 设置仪器工作条件

铜镀锡条件

靶材：Rh

电压：50 kV

电流：自动

准直器：3 mm or 1 mm

气氛：大气

谱线：Sn Ka

能量：25.20 keV

分析范围：24.8~25.6 keV

死时间 (DT)：30 %

内标校正：关

## 6.2 镀层厚度工作曲线建立步骤

6.2.1 按 6.1 条件设置铜镀锡工作条件，具体步骤如下：

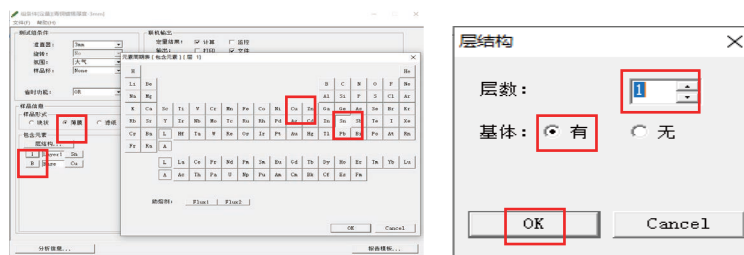
(1) 新建条件：**条件 - 定量 - 新建 - 条件命名 -OK**；



(2) 选准直器和气氛：**准直器**选择 3mm (样品较大时) 或 1mm (样品较小时)，气氛选择**大气**；



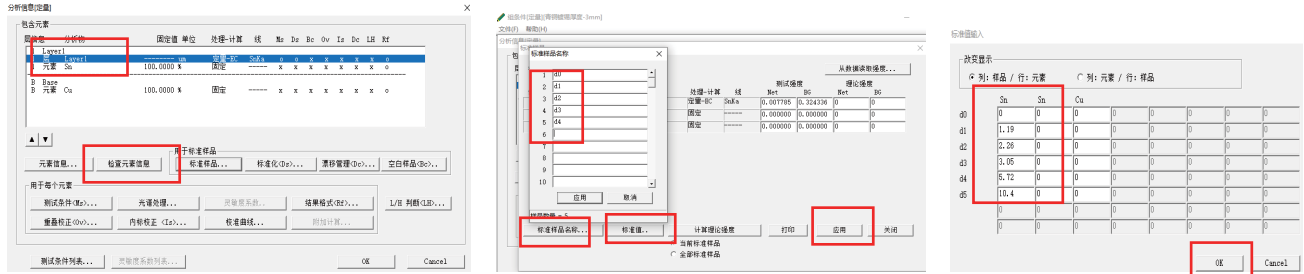
(3) 选元素：**薄膜 - 层结构** (选择 1 层, 有基体, OK) - 选择元素 (镀层选择 Sn, 基体选择 Cu, OK)；



(4) 选单位及曲线：**分析信息 - 一层 layer1 (元素信息中单位选择 um, 定量类型选择工作曲线, 应用)；元素 Sn (元素信息中处理 - 计算选择固定, 固定值输入 100, 应用)；**



(5) 输入标准样品信息：**标准样品 - 标准样品名称**（输入标 0~ 标 5 名称，**应用**）；**标准值输入**（输入标 0~ 标 5 的标准值，**应用，OK**）；

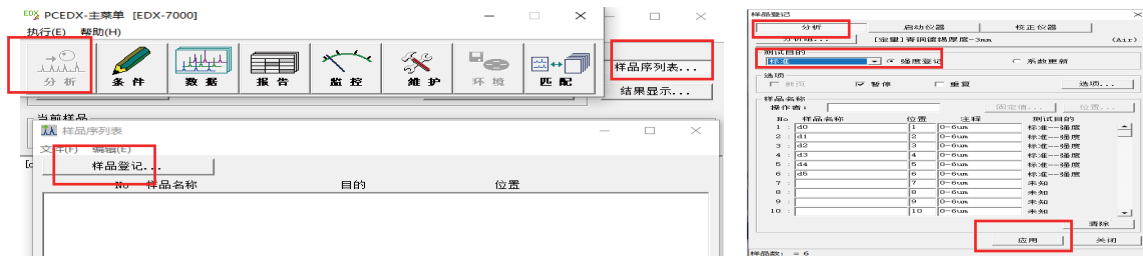


(6) 保存工作条件：点击左上角**文件 - 保存 - 确认**。



6.2.2 登记标准的强度，具体步骤如下：

(1) 选择条件分析：**分析 - 样品序列表 - 样品登记**（选择分析组：铜镀锡，**测试目的选择标准，应用**）；

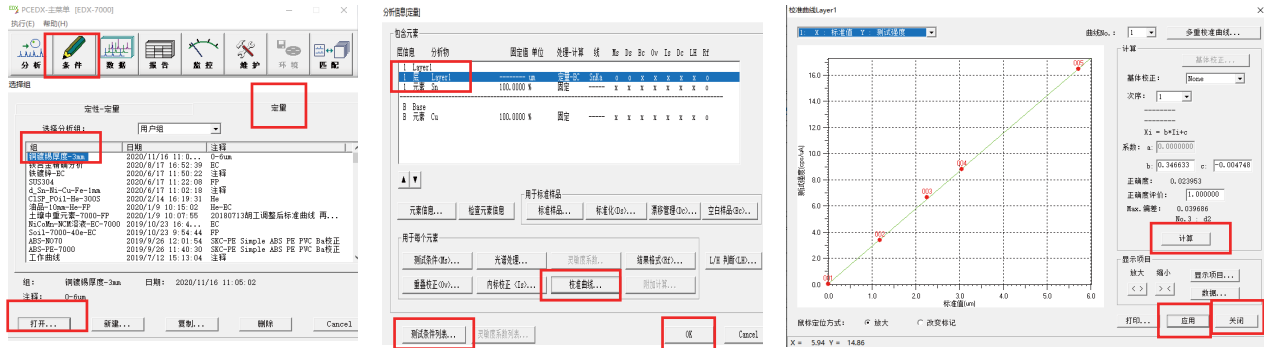


(2) 测试标样：按样品序列顺序依次放置参考样按**开始**分析样品，按次序全部分析完成。



### 6.2.3 计算校正工作曲线

(1) 计算校正工作曲线：条件 - 定量 - 打开**铜镀锡** -- 分析信息 - 一层 layer1 - 校准曲线 - 计算 - 应用 - 关闭 - OK, Sn 镀层厚度曲线如下图；

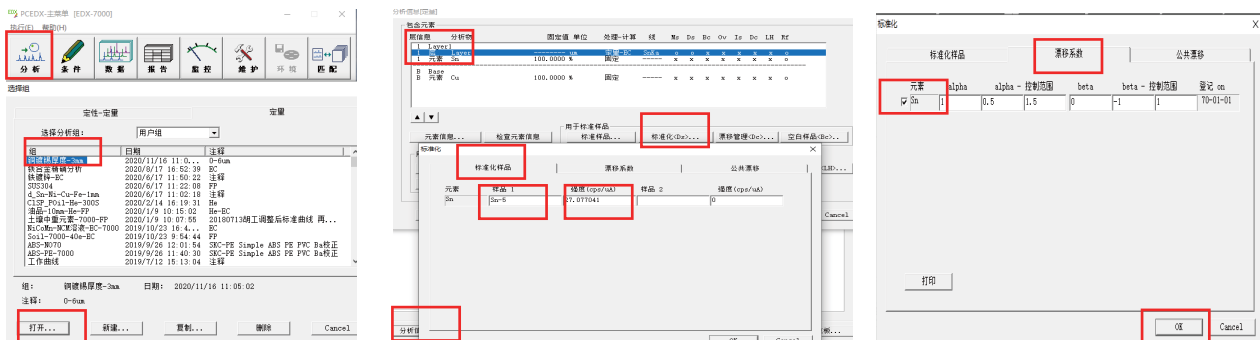


Sn 镀层厚度曲线

(2) 保存工作条件：点击左上角**文件 - 保存 - 确认**（同 6.2.1 (6) 步骤）。

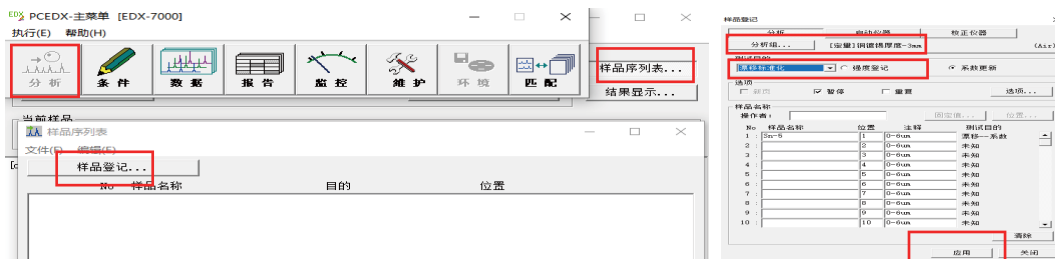
### 6.3 漂移校正样品

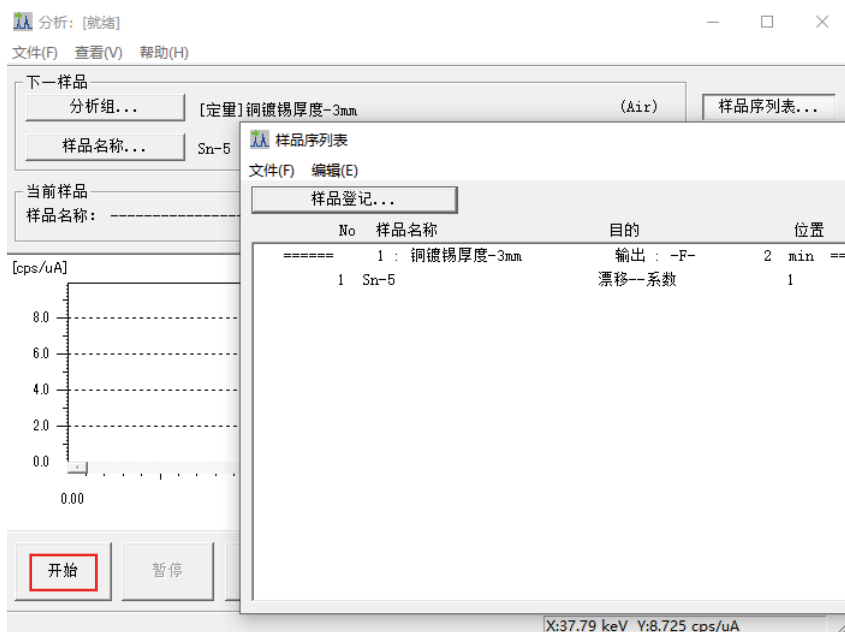
(1) 漂移标准化样品强度登记：**条件 - 定量 - 打开铜镀锡 -- 分析信息 - 标准化样品**（在**标准化样品**中输入 Sn-5 名称，并输入标准样品中 Sn-5 的测试强度；在**漂移系数**中 Sn 前打 **v**，应用）点击 **OK**；



(2) 保存漂移校正后的工作条件：点击左上角**文件 - 保存 - 确认**（同 6.2.1 (6) 步骤）。

(3) 漂移校正：当工作曲线漂移时进行漂移校正（**分析 - 样品序列 - 样品登记**（选择分析组：**青铜镀锡**，**测试目的**选择**标准化样品**，应用，将 Sn-5 样品放入样品室测试孔位置，按**开始**，即可完成自动漂移校正）。





注：在此漂移校正样选用了单点，借用标样中的 5# 标样，实际使用中也可以选择强度合适且稳定的其他样品做标准化样品。

岛津应用云

