

文章编号: 1006-446X (2012) 08-0062-05

X 射线反散射法测量塑料薄膜厚度

李 军 赖万昌 周良平

(成都理工大学核技术与自动化工程学院, 四川 成都 610059)

摘 要: 为实现快速、无损、精确的塑料薄膜厚度分析, 讨论了 XRF 方法在塑料薄膜厚度测量中的应用, 采用源初级射线散射法对塑料薄膜厚度进行相对测量。结果表明, 厚度在 10 ~ 800 μm 时, 反散射 X 射线荧光强度与塑料薄膜厚度线性关系良好。对仪器标定后进行 200 s 快速测量, 测量的厚度绝对误差 < 3 μm (10 ~ 135 μm), 相对误差 < 4% (36 ~ 576 μm), 有较高的测量精度。XRF 方法可用于塑料薄膜厚度的测量, 该法对塑料工业的生产有现场指导的意义。

关键词: X 射线荧光; 散射射线; 塑料薄膜; 厚度测量; 快速测量

中图分类号: TL 99 **文献标识码:** A

薄膜有着许多独特的光学和电学性质, 这些性质不仅取决于薄膜制作的工艺, 也与薄膜厚度密切相关, 因此厚度测量对于薄膜材料的光学、电学性质的研究十分重要。传统测量膜厚度的方法有称重法、电学法、光学法等。这些方法或需要进行破坏性测量, 或测试方法复杂分析周期长, 或测量精度不高误差较大^[1]。本文尝试将 X 射线荧光技术^[2]应用到塑料薄膜厚度测量中去, 拟实现快速、无损、精确的薄膜厚度分析。

在用核技术测量薄膜厚度领域中, β 射线吸收法用得较多, 但是 β 射线是一连续谱^[3], 在测量较小厚度时 β 射线形成较强的本底, 在一定程度上影响了测量精度。与其相比, 辐射体放出的 X 射线荧光能量比较单一, 波长极短, 为 nm 量级, 且在一定范围内可以选择, 这为扩大测量的范围和提高测量的精度奠定了基础^[4-5]。

采用 X 射线荧光技术测量通常可以用以下几种方法: (1) 透射法。(2) 特征 X 射线荧光法。(3) 辐射体法。(4) 反散射法。因塑料薄膜属于轻物质, 其特征 X 射线不易被激发和探测, 且厚度较小, 本文选用反散射法来分析, 得出使用 XRF 测量塑料薄膜厚度的方法。

1 原 理

1.1 X 射线荧光的产生与莫塞莱定律^[6]

X 射线荧光是高能量子与原子发生相互作用的产物。高能量子与原子发生碰撞, 从中逐出一个内层电子, 此时原子处于激发态。当原子从激发态回到基态的时候, 多余的能量就以特征 X 射线的形式放出。X 射线的能量可表示为:

$$E_x = RhC(Z - a_n)^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (1)$$

收稿日期: 2012-07-10

基金项目 “863 计划” 海洋领域项目(2006AA09Z219; “863 计划” 项目: 高精度能谱探测仪器研发(2012AA061803)

作者简介: 李军(1983 年—), 男, 2005 年于成都理工大学获学士学位。现就读成都理工大学研究生师从赖万昌教授, 研究方向: 核技术应用专业核信息获取与处理。

(1) 式称为莫塞莱定律, 是 X 射线荧光技术的基础。式中, E_x 为特征 X 射线的能量, n_1 、 n_2 分别为壳层电子跃迁前后所处壳层的主量子数, R 为里德伯常数, h 为普朗克常数, C 为光速, a_n 与内壳层的电子数目有关, Z 为原子序数。

1.2 反散射法基本原理^[7]

散射本底计数与散射增强效应对谱峰面积的贡献及被测样品物质成分有关, 推导可得:

$$I_s = \frac{K_s I_0 \sigma}{u_0 + u_s} [1 - e^{-(u_0 + u_s)nd}] + I_{bl} \quad (2)$$

式中, I_s 为散射射线强度; K_s 为有关比例常数; I_0 为源初级射线在样品表面的 X 荧光强度; σ 为源初级射线在样品(塑料薄膜)上产生散射射线的总截面($\sigma_{\text{相干}}$ 和 $\sigma_{\text{非相干}}$); μ_0 表示塑料薄膜对入射射线的质量衰减系数乘 $1/\sin\theta_1$; μ_s 为散射射线的质量衰减系数乘上 $1/\sin\theta_2$; I_{bl} 表示在该测量场合的本底计数率, 原理如图 1 所示。图 1 中两个放射源 ^{238}Pu 分列在探测仪器两边, θ_1 和 θ_2 将影响探测器对反散射射线的探测效率, 从而影响反散射峰的计数, 进一步影响误差, 本次试验取 $\theta_1 = \theta_2 = \pi/4$ 。

2 实验部分

2.1 仪器与材料

采用成都微子科技有限公司制造的 IED - 2000 P 型手提式多元素 X 射线荧光分析仪; 采用 Si - PIN 型电致冷半导体探测器, 能量分辨率为 186 eV(对 5.9 keV); 同位素源采用活度为 7.4×10^8 Bq 的 ^{238}Pu 。

选用某日用品公司提供的保鲜薄膜若干(主要成分为 PE), 推荐厚度为 9 μm 。

2.2 实验要求

- (1) 放射源、探测器与塑料薄膜底层距离保持不变。
- (2) 选用同一材料的塑料薄膜。
- (3) 测量环境中的温度、湿度基本保持不变。
- (4) X 射线荧光强度为测量 3 次取平均值, 单次测量时间为 200 s。

将塑料薄膜套入样品杯并套平套紧且不能过于拉伸, 以致薄膜的厚度产生变化。分析其反散射射线 X 荧光强度与塑料薄膜厚度的关系(图 2)。

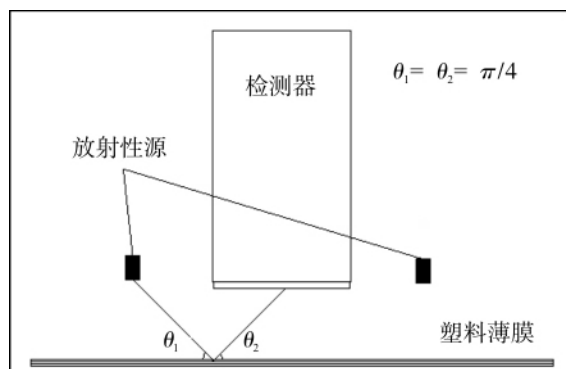


图 1 反散射法原理

Fig 1 Schematic diagram of backscattering method

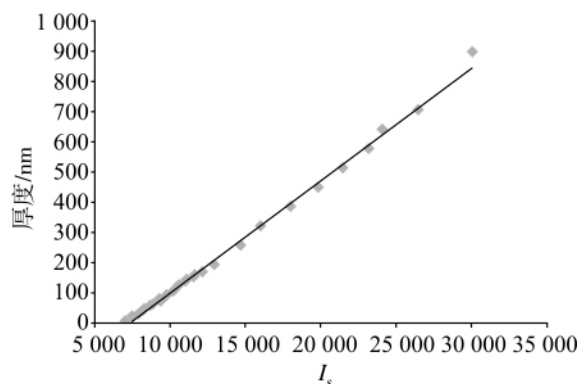


图 2 塑料薄膜厚度与源散射射线强度关系

Fig 2 Relationship between source scattered rays and plastic film thickness

2.3 仪器标定

XRF 方法测量薄膜厚度为相对测量方法, 标定时选用已知推荐厚度的同一材料塑料薄膜, 标定数据如图 2 所示。由图 2 可见, 随着薄膜厚度的增加, 反散射峰计数成线性增加趋势。可以用一次拟合来建立标定方程:

$$D = 0.04 \times I_x - 284.19 \quad (3)$$

式中, D 为塑料薄膜的厚度, I_x 为 X 荧光的计数。

2.4 数据分析

XRF 方法分析的薄膜厚度与推荐厚度作比较, 如表 1 所示。

表 1 XRF 方法分析的薄膜厚度与推荐厚度比较结果

Table 1 The comparison result of the XRF thin film thickness and the recommended thickness

编 号	推荐厚度/ μm	XRF 分析厚度/ μm	绝对误差/ μm	相对误差/%
1	9	7.58	1.42	-15.78
2	18	16.24	1.76	-9.78
3	27	28.39	1.39	5.15
4	36	36.90	0.9	2.50
5	45	46.78	1.78	3.96
6	54	56.17	2.17	4.02
7	63	65.25	2.25	3.57
8	72	69.26	2.74	-3.81
9	81	79.94	1.06	-1.31
10	90	87.81	2.19	-2.43
11	135	133.17	1.83	-1.36
12	180	184.97	4.97	2.76
13	360	355.69	4.31	-1.20
14	576	577.17	1.17	0.20

实验结果表明, 反散射法在测量塑料薄膜厚度时, 绝对误差变化几个 μm , 随着薄膜厚度增加, 相对误差明显减小, 如图 3、图 4 所示。原因是 X 荧光强度与薄膜厚度线性关系良好, 探测到的 ^{238}Pu 源反散射射线的 X 荧光强度存在统计涨落。X 荧光分析中多次测量取平均值的相对标准偏差 $(\varepsilon)_n$ 与计数率存在如下关系:

$$(\varepsilon)_n = \frac{1}{n\sqrt{N}} \quad (4)$$

式中 $(\varepsilon)_n$ 是多次测量的相对标准偏差。本试验中 $n=3$, N 是多次测量平均计数。

可以看出, 由于厚度较小时反散射峰计数较小而使结果有较大的误差(如图 3), 而随着厚度

的增加, 探测到的反散射射线增加, 反散射峰计数增大(如图 4), X 荧光强度受统计涨落规律影响相对减小, 而使相对误差减小。

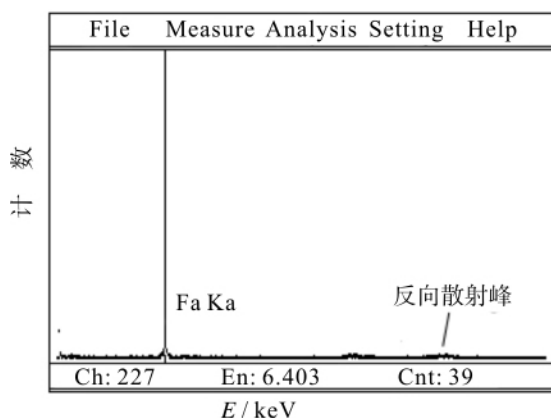


图 3 未放塑料薄膜时的能谱图
Fig 3 Non-plastic film energy spectra

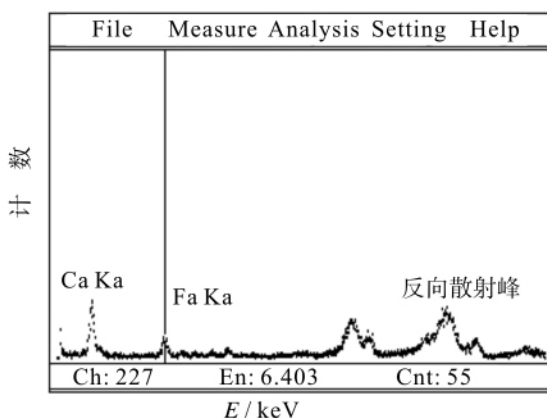


图 4 放置 144 μm 塑料薄膜的能谱图
Fig 4 Energy spectra with 144 μm plastic film

3 结 论

XRF 方法能够用于塑料薄膜厚度的测量, 采用源初级射线的反散射射线测量塑料薄膜厚度是可行的, 在 10 ~ 800 μm 测量厚度中, X 射线反散射的荧光强度与塑料薄膜厚度有较好的线性关系, 这也是测量精度较高的一个重要因素。采用 XRF 方法测量的优势在于能够快速、无损、精确地分析出薄膜厚度, 对生产有较大的现场指导意义。若在标定时选用同一材料厚度更小的薄膜, 可进一步提高测量精度。该法同样适合于其他材料的较小厚度的测量, 包括薄型纸、保鲜薄膜以及有机绝缘膜等。

参考文献:

- [1] 喻江涛, 李明伟, 王晓丁, 等. 一种测量纳米薄膜厚度的新方法 [J]. 重庆大学学报, 2007, 30 (6): 35 - 38.
- [2] 吉昂, 陶光仪, 卓尚军, 等. X 射线荧光光谱分析 [M]. 北京: 科学出版社, 2003.
- [3] 曹利国, 丁益民, 黄志琦. 能量色散 X 射线荧光方法 [M]. 成都: 成都科技大学出版社, 1998: 70 - 140.
- [4] 陈凯, 崔明启, 郑雷, 等. nm 量级薄膜厚度测量 [J]. 强激光与粒子束, 2008, 20 (2): 234 - 238.
- [5] 于吉顺, 陆琦, 肖平, 等. X 射线反射对薄膜样品厚度的研究 [J]. 功能材料, 2008, 2 (39): 199 - 201.
- [6] 罗立强. X 射线荧光光谱仪 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.
- [7] 葛良全, 周四春, 赖万昌. 原位 X 辐射取样技术 [M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1997.

X – ray Back Scattering Method on Measuring the Thickness of Plastic Film

LI Jun , LAI Wanchang , ZHOU Liangping

(College of Nuclear and Automation Engineering , Chengdu University of Technology ,
Chengdu of Sichuan Province , Chengdu 610059 , China)

Abstract: The application of X – ray fluorescence analysis instrument to measuring the thickness of plastic film was presented. The dispersion of radial was used to find a way to measure the thickness of plastic film quickly , lossless and exactly. The result proved that the intension of XRF has a good linearity with the thickness of plastic film during 10 ~ 800 μm . After demarcating the instrument , we did a 200 s' test , which shows that the absolute error less than 3 μm during 10 ~ 135 μm , and the comparative error less than 4% during 36 ~ 576 μm , which means the precision is good. The X – ray fluorescence analysis instrument can be used in measuring the thickness of plastic film , and the technique has a locale supervising significance of plastic industry.

Key words: XRF analysis method; dispersion of radial; plastic film; measure of thickness; quick measure

作者 · 读者 · 编者

本刊是核心期刊——答投稿者问

近来又不断有投稿者询问本刊是不是“核心期刊”？有人还称，按其单位要求，投稿一定要投“核心期刊”。这反映了我国学术界这些年来对“核心期刊”的盲目崇拜和滥用，非但没有收敛，反而有扩大之势。面对此种现实，我们不得不答复如下。

本刊是“核心期刊”。目前，与科技期刊有关的“核心期刊”遴选体系有三家：①北京大学图书馆的“中文核心期刊”；②中国科学院文献情报中心的“中国科学引文数据库来源期刊”；③中国科学技术信息研究所的“中国科技论文统计源期刊”。以上三家中任何一家遴选的期刊，都是“核心期刊”。本刊是“中国科学引文数据库来源期刊”，当然是“核心期刊”。同时，本刊也是中国科技信息研究所的《中国核心期刊》（遴选）数据库收录期刊。有人只承认其中某一家，而不承认另一家是不全面、不对的。但我们也要指出，“核心期刊”的遴选都是分散的民间行为，并无统一的权威机构主持，也从无新闻出版管理部门参与，不具权威性，不能过分抬高其地位。

本刊坚持对“核心期刊”的一贯立场。本刊对“核心期刊”的基本立场是：正确认识“核心期刊”，合理利用“核心期刊”。针对国内有关“核心期刊”的喧嚣，我们自 2007 年起就在进行抵制，刻意淡化本刊的“核心期刊”标识，专注提高本刊的学术和编辑质量。我们今天仍不改初衷，坚持这一立场。

《广东微量元素科学》编辑部