

ED XRF 法测定铀上铝镀层厚度

韦孟伏, 鲜晓斌, 刘继东

(中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

摘要:讨论了初级 X 射线与铝镀层和铀基体物质、铀的特征线与铝镀层之间的相互作用、铀基体的放射性对测量铝厚度的影响程度, 提出强度与镀层厚度关系的数学模型, 以及在同一数学模型中, 根据铝镀层厚度的实际情况分别选用铀的 M 和 L 线测定薄样和厚样。采用准直技术对样品的小区域进行测量, 然后利用测量的特征线强度结果和工作样品的已知厚度进行最小二乘法回归分析, 建立了无损测定铀材料上铝镀层厚度(6 ~ 85 μm)的测试方法。

关键词:无损测定; 铀; 镀层厚度; X 射线荧光

中图分类号: O657.34 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-6931(2000)S0-0053-04

在深入开展铀及铀合金抗腐蚀性能研究的过程中, 铀材料表面电镀铝, 提高该材料的抗腐蚀性能是目前采用的手段之一。为了对这种手段的工艺和最终质量进行检测, 希望实现无损、准确地测量铀及铀合金上铝镀层厚度及其分布。

1 原理

用 X 射线荧光测量 ^{238}U 基体和 Al 镀层试样时, 探测器记录 2 部分信号: 1) 激发源初级辐射首先穿过镀层试样被铝层部分吸收, 然后激发铀基体, 铀基体产生的特征 X 射线荧光再穿过铝层, 部分被吸收, 部分被探测器记录; 2) 铀放射性透射式激发产生的 X 射线特征线, 部分被探测器记录。

铀基体特征 X 射线荧光穿过铝层后被部分吸收, 实际被探测器记录的特征线强度^[1]可表示为:

$$I = \frac{K}{(\mu/\rho)_{\text{U}} + (\mu/\rho)_{\text{U,U}}} \cdot I_0 \exp\left\{-\left[(\mu/\rho)_{\text{Al}} + (\mu/\rho)_{\text{Al,U}}\right]t\right\} \quad (1)$$

$(\mu/\rho)_{\text{Al}}$ 为铝对于初级辐射对应的一有效波长的质量吸收系数; $(\mu/\rho)_{\text{U}}$ 、 $(\mu/\rho)_{\text{U,U}}$ 分别为铀对于初级辐射对应的一有效波长和铀特征线的质量吸收系数。

镀层厚度在 6 ~ 18 μm 范围内时, 利用 Al K、U M 特征线, 可得强度与厚度的关系式:

收稿日期: 2000-01-10; 修回日期: 2000-05-09

基金项目: 中国工程物理研究院基金资助项目(20000331)

作者简介: 韦孟伏(1961—), 男, 四川都江堰人, 副研究员, 核物理专业

$$t = A \cdot \ln \left(\frac{I_{Al K}}{I_{U M}} \right) + B \quad (2)$$

镀层厚度在 18 ~ 85 μm 范围内时,利用 U L、Al K 特征线,可得强度与厚度的关系式:

$$t = A_1 \cdot \ln \left(\frac{I_{Al K}}{I_{U L}} \right) + B_1 \quad (3)$$

式(2)、(3)中的 A 、 B 、 A_1 、 B_1 是与工作条件和质量吸收系数有关的常数,可通过工作样品确定其值。

2 实验

2.1 材料与仪器

材料: ^{238}U 、Al、Ar 气。仪器:Philips 公司制造的 DX-95X 射线荧光分析仪, Si(Li) 探测器, 铬靶; LJ T-0700 型磁控溅射离子镀膜机; KYKY-1010B 型扫描电镜系统。

2.2 样品的制备

将加工好的厚度为 3 mm、 $\phi 32$ mm 的 ^{238}U 材料基片磨成准镜面后,用磁控溅射离子镀膜机在靶基距为 80 ~ 90 mm、Ar 气流量为 80 mL/min、工作真空度为 2.0×10^{-1} Pa、靶功率为 300 V \times 4.5 A、偏压为 -120 V 的工作条件下,通过控制时间对试样分批进行不同厚度的镀层。利用线切割机将镀层试样分别沿着直径对剖成两半,使用扫描电镜检查断面上镀层及基体的均匀性,判断该样品状态能否作工作样品用。如果断面上镀层及基体基本均匀,则测量截面的铝层厚度,并用于标定 X 射线荧光谱仪。

2.3 测量和数据处理

1) 样品镀膜厚度的测量

使用 KYKY-1010B 型扫描电镜系统、在 20 kV 加速电压、12 mm 工作距离的条件下,对制备的试样切面进行基体光洁状况和镀层均匀性的检测。采用多点测量镀层厚度,选定 4 mm 的测量区域,每间隔 1 mm 测量一次厚度,在 4 mm 区域内共测量 5 个值,取其平均值。实验共测量了镀层厚度介于 8.0 ~ 54.6 μm 之间的 21 个样品。

2) X 射线荧光的测量

所有测量均在下列工作条件下进行: X 光管工作电压 30 kV、工作电流 65 μA ; 样品室保持真空状态; 对入射线用 $\phi 4$ mm 的准直器进行准直; 对测定试样区域进行标志, 单次测量时间 200 s。

3) 谱图数据处理

用 Philips 公司编制的 EDAX 软件包中的 DXRF 软件 (VERSION 1.51) 解析本实验中有关特征线的净强度计数率。

3 结果与讨论

3.1 厚度与特征线关系

Al 对铀的 U L (13.61 keV) 和 U M (3.17 keV) 特征线的质量吸收系数差异很大 (U L : $10.01 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$; U M : $457 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$), 镀层厚度的差异体现到能谱图(图 1)上十分明显。

由于 U M 特征线被 Al 吸收, 迅速衰减, 使用 U M 特征线测定薄样品的厚度将获得良

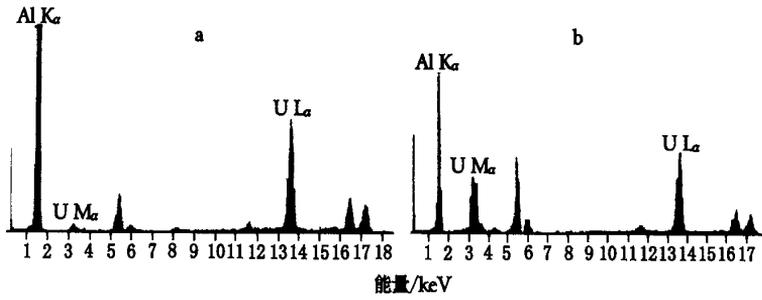


图 1 45 μm(a) 和 11 μm(b) 厚 Al 膜的能谱图

Fig. 1 Energy spectra of 45 μm(a) and 11 μm(b) aluminium film

好的效果。而 U L 特征线被 Al 吸收衰减较慢,使用 U L 特征线测定厚样品的厚度将获得良好的效果,测定薄样品时,一般不使用 U L 特征线。

3.2 工作曲线

将工作样品分成厚(18.6~55.6 μm)和薄(8.2~16.3 μm)两类,分别用 Al K 与 U M 及 U L 特征线进行数学拟合。拟合曲线示于图 2。

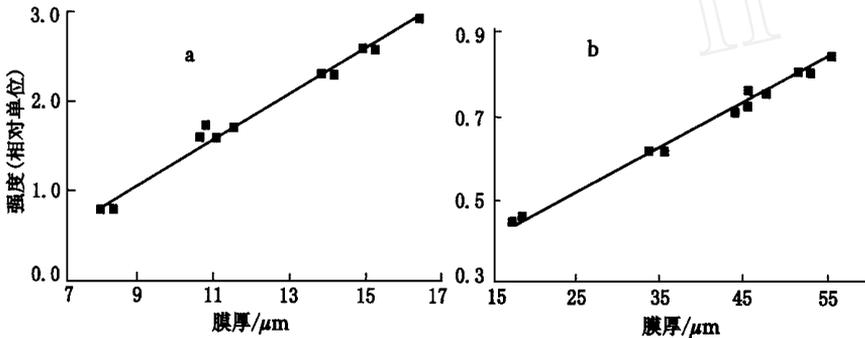


图 2 镀层厚度与强度关系工作曲线

Fig. 2 Working curve of plating thickness and intensity

a——薄镀层;b——厚镀层

从图 2 可看出:1) 由于选用 Al K 与 U M 及 U L 特征线强度分别对镀层厚度进行拟合,用 U M 拟合所对应的薄样品的灵敏度明显优于 U L 所对应的厚样品;2) 由于参照值是通过标志区域几个点的测量厚度平均值,而不是标志区域的积分值,所以,个别工作样品的参照值与刻度曲线之间存在一定的差异,但两条刻度曲线各自的相关性很好。

3.3 电镜与 X 射线荧光测量厚度的比较

选出了 6 块不同厚度的样品,分别用电镜和 X 荧光测量厚度,结果列于表 1。

表 1 电镜与 X 射线荧光测量样品厚度的结果

Table 1 Comparison of results of electron microscopy and Xray fluorescence

样号	厚度/ μm		样号	厚度/ μm	
	电镜	X 射线荧光		电镜	X 射线荧光
STA1	27.7	25.3	STB5	54.6	52.7
STA12	23.5	23.2	STC4	8.8	8.6
STB2	43.5	42.9	STC6	14.0	14.1

4 结论

根据铝对不同能量射线的质量吸收系数,对不同的镀层厚度选用不同的 U 特征线建立对应的数学关系式,可测定铝镀层厚度范围为几 μm 至 85 μm 。实验证明:X 射线荧光分析测定 U 材料上铝镀层厚度是一种无损、快速、准确的方法。

参考文献:

- [1] 曹利国编著. 核地球物理勘查方法[M]. 北京:原子能出版社,1991. 114~122.

Testing of Al Plating Thickness on U Matrix by ED XRF

WEI Meng-fu, XIAN Xiao-bin, LIU Ji-dong

(China Academy of Physical Engineering, Mianyang 621900, China)

Abstract: The interaction of X-ray between Al plating and U matrix materials, the effect of U matrix's radioactivity to measurement of Al thickness has been discussed. A mathematical model of the relationship between intensity and plating thickness has been advanced, as well as in the same model, U M and U L ray are selected to measure thin and thick sample, respectively. Non-destructive testing method of Al plating thickness on U matrix has been found by measurement microarea on the working sample using collimating technology, and carrying out Least Square Regressing Analysis for the result of measurement.

Key words: nondestructive analysis; uranium; plating thickness; X-ray fluorescence