膜厚計シリーズ

非破壊式膜厚計の選択と使い方

Selection and Application of Non-destructive Thickness Tester

ヘルムト・フィッシャー* 堀田 晴之 (訳)**

Helmut Fischer*

Haruyuki Hotta**

めっき、塗装、フィルムの厚み計を正しく選択し使用するため、現場の立場から具体的に問題を解説する。前号について、本号ではベータ線の後方散乱方式の膜厚計について説明する。

1. ベータ線後方散乱方式

(BETA・BACKSCATTER…………以下B・Bと略す。)

B・B方式による膜厚測定はASTM-B488, DIN-50983, ISO-3543等で例えば金めっきの非破壊式測定法として認定されている。

現在この方式が応用されているものを分類すると、

a) 電子部品

プリント基板の端子めっき・回路の各種めっき・スルホール銅めっき・銅箔層厚・レジスト皮膜・ICリードフレーム部分めっき・その他、小物部分めっき、メモリディスク・ドラ

ム等のNi/Coめっき等。

b) 機械部品

ベアリングシールのPb合金めっき、ロータリーエンジン内面Ni合金あるいはCrめっき、TiC熱処理硬化層等。

c) その他

樹脂上の金属膜(プラめっき)、ガラス上の有機皮膜、紙上の酸化亜鉛等コーティング層等。

2. 原 理

ベータ線を物に照射すると、その一部は後方に散乱し、残りは透過したり、吸収されたりする。B・B方法はこの中の後方散乱される線量をガイガー管で検出し計器で厚みに変換するものである。

図1を使って説明すると(1)の様膜が薄いときは、B・B線が少なく透過線が多い、(2)になるとB・B線が増加し、透過線が少なくなる。更に(3)になると、透過線がなくなり、B・B線と吸収のみとなる。(3)になる厚みを飽和厚と呼ぶ。すなわち飽和厚になる迄はB・B線は厚みと比例的に増加する。この関係を示したのが図2である。

さて、めっき等の場合を考えるとめっき厚が薄いときには、B・B線はめっき層のみならず下地あ

図1 膜厚による散乱現象の変化

* ヘルムト・フィッシャー(株) 社長 工博

** 菱三商事(株) 電子機材・有機開発部長

〒103 東京都中央区日本橋3-9-2

☎ 03-272-2161

* Helmut Fischer GMBH Co.,
Industriestrasse 6, Sindelfingen, W. Germany

* Hissan Trading Co., Ltd.
9-2, Nihonbashi 3-chome, Chuo-ku, Tokyo 103

るいは中間層からも得られる。逆に言えばめっき層を充分透過し、中間層あるいは下地素地で飽和するベーター線源が必要である。この関係を簡単に示したのが図3である。

さて、B・B線は皮膜厚によって変化するがこれ以外に様々なファクターが在る。

$$B \cdot B \text{ 線} = f(d \cdot t \cdot a \cdot l \cdot m_1 \cdot m_2 \cdot RI \cdot)$$

d : 皮膜の厚み, t : ベーター線の照射時間

a : ベーター線の照射面積, l : ベーター線の照射距離 (線源と物体との距離)

m_1 : 皮膜の材質 (例えば Au 層の原子番号)

m_2 : 素地の材質 (例えば Ni 層の原子番号)

RI : ベーター線源の種類とエネルギー

これ等多くのファクターを一定の条件に定める必要がある。 t, a, l は計器及び附属部品で人為的に一定に出来る。 m_1, m_2, RI も人為的に選択出来る。

しかし RI の種類は選択出来るがエネルギーの強度は自然に減少 (各々種類によっても半減期がある) するので $B \cdot B$ 線の絶対値を直接厚みに変換させるのは不便であるので、次の式により、標準化させて以下説明する。

$$X_n = \frac{X - X_0}{X_s - X_0} \times 100$$

X_n = $B \cdot B$ 線の標準化 (0 ~ 100 %)

X_0 = 素地と同じ材料の飽和厚のときの $B \cdot B$ 線量

X_s = 皮膜と同じ材料の飽和厚のときの $B \cdot B$ 線量

X = 測定対象物の未知の d からの $B \cdot B$ 線量

いろいろな素地の上に各種のめっきをし、それについて、 X_n を実験的にデーターをとってみると極めて参考になる特性が得られる。(但し線源の種類は同じものを使用) すなわち図4の様な特性が得られる。

$B \cdot B$ 線量の特性はいかなる素地を選び、又いかなる皮膜を選んでも飽和素地からの $B \cdot B$ 線量を X_s とし、飽和皮膜厚からの $B \cdot B$ 線量を X_0 としたとき、未知の皮膜厚の $B \cdot B$ 線量 X の標準化値 X_n の特性カーブは、極めて平行に近いカーブが得られる。

又、このカーブは皮膜の原子番号が小さい程、上段に位置し、同じ皮膜の種類の場合、素地の原子番号が小さい程、下段に位置している。さらにどの特性カーブもほぼ $X_n = (30 \sim 35\%) \sim (80 \sim 85\%)$ の間で直線的である。すなわち片対数グラフで

タテ軸を皮膜の厚みとしヨコ軸を X_n としたとき X_n が 30% ~ 80% の間はリニア特性になっている。

これ等のデーターは無限に今後得られるが一部紹介したのが表1である。表1の内 d_{max} とは皮膜の飽和厚, $P_m - 147$, $T_i 204$, $R_a - D + E$, $S_r - 90$, $R_U - 106$ は線源の種類であり、照射面積は

図2 後方散乱量と膜厚の関係

図3 めっき物の後方散乱量と膜厚の関係

図4 X_n の値と素地・めっきの関係

0.8 mm 径の円をベースとした。B・B 方式の膜厚測定を有効に利用出来るかどうかは、これ等のデータを如何に豊富に用意しているかによる。

3. 問題-Q & A

Q-1 現在B・B 線量の絶対値をグラフにして厚みに換算しているが、どの様な誤差が考えられるか。

A-1 旧式の計器では絶対値 X を標準板から得て、グラフを作成して厚みを知る方法を実行していたが、仮に標準板の劣化もなく、取り扱いも全く正しいとしても、線源から得られるベータ線は常に僅かではあっても変化しているの、図5の様に幅を持った特性になっている。

これを極力一本の特性にする為に $\bar{X}_0$, $\bar{X}_S$ を求め X_n 方式を介して厚みにする。現在の計器は X_n 値をベースにして厚みに自動変換している。

Q-2 測定時間と誤差、測定回数と誤差についてはどうか

A-2 $E_0 \cdot \sqrt{\frac{t_0}{t_m}}$ は測定時間と誤差の関係を示す。
例えば $t_0 = 5$ 秒のとき $\pm 10\%$ のエラーをすると

$t_m = 20$ 秒にした場合、 $10\% \times \sqrt{\frac{t_0}{t_m}} = 10\% \times \sqrt{\frac{5}{20}} = 5\%$ となる。これは理論的な測定時間の誤差の計算である。一方これを理由に長時間掛けて一回の測定で済ませる人がいるが、人為的な誤りがない事及び、資料そのものにもバラツキがまったく無い時ならその方法も良いが、実務上、この様なケースは少ない。従って、先ず希望する精度（許容誤差）を上述 $\sqrt{\frac{t_0}{t_m}}$ で算出後、統計的にも最少数の3回測定しその平均を用いる事をすすめる。但し3回の内1回でも大きく、差がある場合は、人為的測定ミスである。

図5 B・B 線量の誤差

表1 各種線源に対する直線区間並飽和厚

単位 = μm

皮膜／ベース Coating／Base	Pm-147		Tl-204		Ra-D+E		Sr-90		Ru-106	
	Log Range	dmax	Log Range	dmax	Log Range	dmax	Log Range	dmax	Log Range	dmax
Ti／Al	3.5 - 12.5	40	16 - 70	280	20 - 90	300	65 - 300	1,000	95 - 400	1,400
Ti／Ag	4.0 - 15	40	20 - 80	280	28 - 110	300	85 - 350	1,000	100 - 450	1,400
Ni／Al	3.5 - 9.5	40	7 - 33	120	9.5 - 45	140	35 - 150	600	50 - 190	700
Ni／Ag	3.0 - 11	40	10 - 40	120	11 - 50	140	40 - 160	600	50 - 200	700
Zn／Al	2.5 - 9.5	40	7 - 33	140	11 - 50	170	35 - 130	450	55 - 230	900
Zn／Ag	3.0 - 11	40	10 - 40	140	13 - 55	170	40 - 160	450	60 - 270	900
Zr／Al	3.0 - 10	40	10 - 45	160	13 - 55	200	40 - 160	600	55 - 230	700
Zr／Ni	3.5 - 11	40	11 - 50	160	14 - 65	200	45 - 180	600	55 - 230	700
Ag／Al	0.8 - 4.0	13	4.5 - 20	70	6.5 - 30	100	23 - 100	400	35 - 140	400
Ag／Ni	0.8 - 4.5	13	5.0 - 24	70	7 - 33	100	25 - 110	400	35 - 140	400
Cd／Al	1.5 - 5.5	17	6.5 - 30	100	9 - 45	130	30 - 120	500	45 - 180	500
Cd／Ni	1.7 - 6.0	17	1.5 - 32	100	9.5 - 45	130	35 - 130	500	45 - 180	500
Sn／Al	1.5 - 5.5	17	6.5 - 30	100	9 - 45	130	30 - 120	500	45 - 180	500
Sn／Ni	1.7 - 6.0	17	7.5 - 32	100	9.5 - 45	130	35 - 130	500	45 - 180	500
Ta／Al	0.65 - 2.3	8	2.5 - 10	50	3.5 - 15	70	11 - 55	200	18 - 75	300
Ta／Ni	0.70 - 2.5	8	2.8 - 12	50	3.5 - 16	70	12 - 60	200	18 - 75	300
Ta／Ag	0.80 - 2.6	8	3.3 - 13	50	4 - 18	70	13 - 65	200	20 - 80	300
Pb／Al	0.80 - 2.6	10	3.5 - 15	60	4.5 - 22	80	15 - 75	300	25 - 110	500
Pb／Ni	0.90 - 3.0	10	3.5 - 18	60	5 - 24	80	17 - 85	300	25 - 110	500
Pb／Ag	1.0 - 3.5	10	4.5 - 20	60	5.5 - 27	80	18 - 90	300	27 - 120	500
Au／Al	0.30 - 2.0	8	2.2 - 9.5	60	3 - 13	80	9 - 45	160	13 - 60	300
Au／Ni	0.40 - 2.0	8	2.0 - 10	60	3 - 14	80	10 - 48	160	13 - 60	300
Au／Ag	0.60 - 2.5	8	3.0 - 12	60	3.5 - 16	80	11 - 55	160	15 - 65	300
Sn-Pb／Ni										
80／20	1.5 - 5.5	15	7.0 - 28	90	9 - 40	120	30 - 120	450	40 - 160	500
60／40	1.3 - 5.0	15	6.0 - 25	90	8 - 35	120	25 - 110	450	35 - 140	500
40／60	1.1 - 4.0	15	5.0 - 22	90	7 - 30	120	22 - 100	450	30 - 130	500
20／80	1.0 - 3.5	15	4.0 - 20	90	6 - 27	120	20 - 90	450	27 - 120	500

簡易な方法として $\sqrt{X/f}$ (X はB・B線の絶対カウント)を計算してみる。例えば $X \div 405$ カウント, $f = 100$ とすると $\sqrt{405/100} \div 2$, つまり2カウント以下は, あり得るバラツキである。(但し f は機種により変る)

なお, 現在の計器はオペレーターがその都度キャリブレーション時の各ポイントの標準偏差等を計算する必要もなく自動的に計器で処理してくれる。B・B線量の絶対カウントのバラツキ(標準偏差)は次の式で計算する事も出来る。

$$T(X) = \sqrt{\frac{1}{f} \cdot \frac{t_o}{t_m} \cdot \frac{X}{n_m}}$$

f = 計器自体の持っている機能, 例えば100ヘルズ
= 1 digit ($X = 1$) のとき $f = 100$ とする

t_m = 実際の使用時間

t_o = 最短時間

n_m = 測定回数

この式より, 時間が4倍になれば理論 X の標準偏差は $1/2$, 測定回数が4倍になるのと同じく $1/2$ になる。

Q-3 今, Ni上の金めっきを測定している。測定厚は2 μm 程度である。P_m 147 とT₁ -204 いずれでも測定出来るが, どちらが良いか。

A-3 図6は, Ni上のAuめっき測定時の線源毎の各厚みの相対誤差の一例である。但し厚みの単位がミクロンではなくマイクロインチ(40 $\mu\text{in} = 1$ ミクロン)である事に注意。

すなわち2 $\mu\text{m} = 80 \mu\text{in}$, P_m 147 では約40%, 一方T₁ 204では約6%

Q-4 キャリブレーションの回数を増やし又測定回数を増やすほど, 正確に測定出来ると思うが, その関係はどうなっているか。

A-4 時間は同じとするなら $\sqrt{\frac{1}{2n_m} + \frac{1}{4n_c}}$ の関係となる。 n_m は測定回数, n_c はキャリブレーションの回数である。これより, $n_m = 3$, $n_c = 100$ の場合と $n_m = 100$, $n_c = 3$ の場合を極端に比較してみると, 前者 $= \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{400}} \div \sqrt{\frac{1}{6}} \div 0.4$ 後者 $= \sqrt{\frac{1}{200} + \frac{1}{12}} \div \sqrt{\frac{1}{12}} \div 0.3$ すなわち測定回数の多い方が良い。

Q-5 素地と皮膜の原子番号の差が大きい程, 精度良く測定出来るといわれているが, その関係はどうか。

A-5 図7は素地と皮膜の各々の原子番号の差による測定の可能性を表わしたものです。単に原子番号の差の絶対値でない点に注意。

又, 原子番号の差が大きいほど, 相対誤差が小さくなる事及び同じ素地と皮膜の組合せにおいても, 測定面積を大きくして X_s と X_o の差を大きくした方が, 相対精度が良くなる(相対誤差

図6 Ni上のAuめっき測定時における線源毎の各厚みの相対誤差

図7 素地と皮膜の原子番号の差による測定の可能性

が小さくなる) ことが次の式でも言える。

$$\left[\begin{array}{c} \text{相対Frel} \\ \text{誤差 } n_c \rightarrow \infty \end{array} \right] = 2B \frac{\sqrt{X_s + X_o}}{X_s - X_o} \cdot \sqrt{\frac{1}{f} \cdot \frac{t_o}{t_m}} \cdot \sqrt{\frac{1}{2n_m}}$$

(但しキャリブレーションのエラーが無い時)

B はキャリブレーションカーブの勾配 $B = 2.8 \sim 3.0$ ($X_n = 0.5$)

実際には大なり小なりキャリブレーション時のエラーがあるので、相対誤差 Frel は次の式が、B・B 方式の基準としている。

$$\begin{aligned} \text{Frel} &= 2B \frac{\sqrt{X_s + X_o}}{X_s - X_o} \cdot \sqrt{\frac{1}{f} \cdot \frac{t_o}{t_m} \left(\frac{1}{2n_m} + \frac{1}{4n_c} \right)} \\ (x_n = 0.5) \\ &= 2B \frac{1}{\sqrt{A}} \frac{\sqrt{R_s + R_o}}{R_s - X_o} \sqrt{\frac{t_o}{t_m}} \cdot \sqrt{\frac{1}{2n_m} + \frac{1}{4n_c}} \end{aligned}$$

但し R_s : 皮膜からの B・B 線量の係数

R_o : 素地からの B・B 線量の係数

A : ベータ線源のエネルギー

Q-6 B・B 方式の計器を使用するに際し測定面で最も注意を要するものは何か。

A-6 先ず測定面積は可能な限り大きい方が取り扱い易い。測定面積を定める部品 (プラテン) は、機械加工的には年々小さなものが開発されているが、出来るだけ大きい方が精度も上がり、測定のスPEEDも増す。

もっと大切な事は、プラテンの開口部の材質である。プラテンの開口部にもベータ線や B・B 線が当るので、これから発生するノイズを少なくする為に、B・B 線方式に限らず X 線方式でも測定面積をやたらと小さくするのは問題である。

図8 B・B方式膜厚計と測定面の関係

プラテンの開口部の材質にルビーを使用している場合があるが、これは上述ノイズを少なくする為と同時に開口部の摩耗を防ぐ為である。(図8参照)

Q-7 通常計器を取り扱う上での保管あるいは点検上重要な事は何か。

A-7 1) 線源の半減期毎の交換, 2) プラテンの開口部の摩耗に注意, 3) ガイガー管の感度低下のチェック (メーカーでチェック), 4) 標準板の表面の取り扱い, 5) 急激な周囲温度の変化をさける (ガイガー管の感度安定上) 等である。

Q-8 非接触, 連続測定が可能か。

A-8 特殊プローブ及びプログラミングを組んで、すでにフープ状の連続めっき及び部分、先端めっき用に欧米では実用されている。この為のデーター, 測定理論については、ノーハウ部分も多い。

Q-9 多層めっきの場合、トップコートと中間コートを同時に測定する方法はないか。

A-9 各々のめっきの組合せにより、莫大なデーターが必要だが、すでに Ni 上の Ag 及び Ag 上の Au の場合、Au と Ag を各々測定する方法 (X_n 式デ

図9 二層めっき Au/Ag/Ni の場合

ーター)は実用化されている。

そのデーターの一例が図9である。この場合計器本体の種類によっても可能性いかんが決まる。これは合金の場合にも言えるが最後はデーターを豊富に用意しているがどうかによる。

Q-10 B・B方式の膜厚計の将来の傾向は、どの様に進んで行くか。

A-10 すでに開発され使用されているが、総てマイクロプロセッサーを内蔵したもので、使用

手順も対話方式を採用し、更に計器自身の自己診断(故障の有無、故障個所の自動検出)の出来るものになる。

更に測定条件の自動選択の機能を持ったものであり、もち論データーの分析も行う。オペレーターはもはや、指1本で場合によっては計器に触れず全操作が可能になる様なものが開発されつつある。

次 号 予 告

— 特集 / プリント基板 —

<解 説>

印刷配線板の現状と将来

銅張積層板の現状

セラミック基板

感熱磁気画像形成法

プリント配線板におけるエッチングとエッチャントの再生回収

プリント回路基板における貴金属めっきの役割

プリント基板における紫外線硬化型レジストインク応用

多層プリント配線板

プリント基板における信頼性評価

絶縁高熱伝導性基板

二 瓶 公 志〔沖電気工業(株)〕

佐久本 陽〔三菱瓦斯化学(株)〕

神 戸 六 郎〔日本特殊陶業(株)〕

松 本 康 男〔デュポンファーマーイースト日本支社〕

豊 永 実〔豊永表面技術事務所〕

山 本 壮兵衛〔日本プレーティング(株)〕

〔 洪 谷 武 文 〔三井東圧化学(株)〕
西 原 邦 夫

花 森 優〔山梨アビオニクス(株)〕

安 達 光 平〔三菱電機(株)〕

加 藤 和 男〔電気化学工業(株)〕

電解式メッキ膜厚計

— モデル G - 7 —

一定面積を一定電流で溶解した時、溶解した厚さは時間に比例する事を利用した装置で、コークール電解液と標準板及び特許エア—攪拌方式により、電解効率が低下せず常に高い精度を保つので、J I S規格判定に使用され、各官庁、工業試験所、研究所、各産業界で定評ある名測定器。多層メッキの測定に最適で、各種金属被膜の他、金メッキを0.006ミクロン迄高感度で測定する機能を備えています。

※お問合せは直接当社にお願いします。

モデル G - 7

膜厚計の総合メーカー販売輸出/英国エルコメーター社総輸入元

電 測 工 業 株 式 会 社

ELEC FINE INSTRUMENTS CO.,LTD

東京都中野区中央2-47-1 電話(03)365-0861(代表)

テレックス 232-3131