



Mit einem Röntgenfluoreszenz-Analysegerät lassen sich Beschichtungen schnell und effektiv untersuchen.

Alle Bilder: HTV Halbleiter-Test & Vertriebs-GmbH

Steckverbinder zerstörungsfrei untersuchen

Mit der Entdeckung der Röntgenstrahlung entwickelten sich zahlreiche neue Messverfahren, welche die Bandbreite an Analysemöglichkeiten signifikant erhöhten. Die Röntgenfluoreszenzanalyse beispielsweise eignet sich besonders dafür, Steckverbinder effizient und zerstörungsfrei zu untersuchen.

Dr. Massimo Morresi
Institut für Materialanalyse,
HTV Halbleiter-Test & Vertriebs-GmbH

Mit der Entdeckung der Röntgenstrahlung Ende des 19. Jahrhunderts durch Wilhelm Conrad Röntgen erweiterte die moderne Wissenschaft ihren Kenntnisstand über das elektromagnetische Strahlungsspektrum im kurzwelligen Bereich [1]. Die Wellenlängen der Röntgenstrahlen sind drei bis sechs Größenordnungen kleiner als die des sichtbaren Lichts. Darauf basierend wurden zahlreiche Messverfahren entwickelt.

Hierzu gehören unter anderem die Röntgendiffraktometrie (X-Ray Diffraction, XRD), eine Methode bei der Röntgenstrahlen am Kristallgitter der Proben gebeugt werden, um beispielsweise Informationen über die kristallografischen Eigenschaften von Festkörpern zu erhalten [2].

Die Möglichkeit einer entsprechenden Charakterisierung ist aufgrund von kleinen Wellenlängen im Bereich von 0,01 nm bis 10 nm gegeben, da diese den Größenordnungen der Gitterkonstanten also den Abständen von Atomen entsprechen. Mithilfe der sogenannten Röntgenfotoelektronenspektroskopie (X-Ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) lassen sich aufgrund der aus den kernnahen Bindungszuständen eines Atoms erzeugten Fotoelektronen Aussagen über die elementare Zusammensetzung eines Materials sowie über die chemischen Bindungsverhältnisse treffen [3].

Die Röntgenmikroskopie (X-Ray Microscopy, XRM) ermöglicht die Aufnahme von ultrahochoflösenden Bildern, die sich im Vergleich zur konventionellen Lichtmikroskopie unter anderem durch einen zusätzlichen Materialkontrast sowie ein größeres Auflösungsvermögen auszeichnen [4].

Viele der oben genannten Analysemethoden haben den Nachteil, dass sie gewisse Anforderungen sowohl an die Beschaffenheit der Proben, beispielsweise glatte, ebene Oberfläche, als auch die Messumgebung stellen, wie unter anderem Ultrahochvakuum. Zudem ist der Probendurchsatz aufgrund der meistens komplexen Handhabung sowie der langen Messzeiten oft limitiert, sodass eine Anwendung im Dienstleistungssegment oder im industriellen Maßstab nicht oder nur eingeschränkt möglich ist.

Die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA oder englisch XRF) dagegen zeichnet sich durch einfache Bedienbarkeit aus, sodass häufig ohne aufwendige Probenpräparation und mit einer hohen Wiederholpräzision die qualitative sowie quantitative Elementanalyse einer Probe möglich ist [5]. Zudem lassen sich die Schichtdicken von dünnen Lagen innerhalb von Mehrschichtsystemen bis in den Nanometerbereich zuverlässig bestimmen, weswegen die RFA in zahlreichen Applikationen sowohl im Forschungsbereich als auch in der Industrie eingesetzt wird. So finden sich zum Beispiel in der Fotovoltaik-, der Schmuck- sowie der Spielzeugindustrie zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten zur Qualitätskontrolle [6, 7, 8]. Im medizinischen Forschungsbereich sowie in Bezug auf biologische Materialien dient die RFA unter anderem der Spurenanalyse [9, 10].

Als einer der führenden Anbieter von Dienstleistungen rund um elektronische Komponenten bietet HTV die Röntgenfluoreszenzmethode als eine von verschiedenen Analyseverfahren an (*Bild des Messplatzaufbaus*). Beispiele für Analysen sind:

- Bestimmung der Zusammensetzung (unter anderem Bleifreiheit) und Beschichtungsstärken auf Lötkontakten elektronischer Bauteile und Leiterplatten sowie von mechanischen Komponenten oder Halbzeugen,
- Screening von Proben im Hinblick auf die gemäß der RoHS-Richtlinie 2011/65/EU restringierten Substanzen,
- Identifizierung beziehungsweise Bestimmung der elementaren Zusammensetzung von anorganischen Materialien wie die Zusammensetzung von Legierungen und
- Lötzinnanalyse.

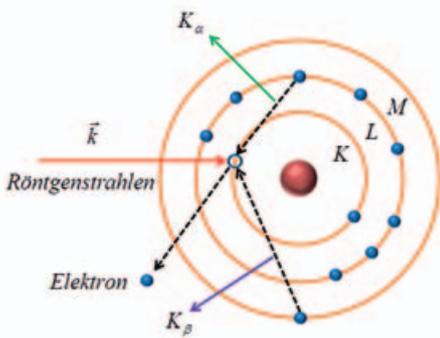


Bild 1: Schematische Darstellung zur Entstehung der Röntgenfluoreszenzstrahlung.

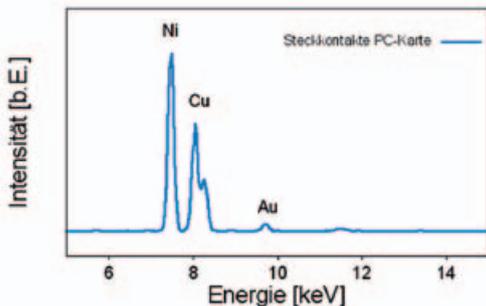


Bild 2: Röntgenemissionsspektrum zur Elementanalyse von Steckkontakten einer PC-Einsteckkarte.

■ Grundlagen der RFA

Trifft die in der Röntgenröhre des RFA-Gerätes erzeugte Röntgenstrahlung auf die zu untersuchende Probe, werden im Falle von geeigneten Anregungsenergien Elektronen aus den kernnahen Bindungsniveaus bestimmter Atomsorten herausgelöst (Ionisierung der inneren Schalen). Bild 1 zeigt, was passiert.

Ein Quant der anregenden Röntgenstrahlen (rot) entfernt ein Elektron aus der inneren K-Schale. Der entstandene unbesetzte Zustand (Lücke) wird von einem

Elektron aus einer energetisch höher gelegenen Schale aufgefüllt. Die beim Übergang des Elektrons frei werdende Energie wird als Energiequant der entsprechenden Fluoreszenzstrahlung emittiert. Diese Strahlungsenergie hängt ausschließlich von der energetischen Differenz der am Übergang beteiligten elementspezifischen Schalen ab, weshalb diese als charakteristische Röntgenstrahlung bezeichnet wird, da jedes Element eindeutige Energielinien aufweist. Wird beispielsweise der unbesetzte Zustand in der K-Schale mit einem Elektron aus der L-Schale gefüllt, so liegt ein K_{α} -Übergang vor. Im gemessenen Röntgenemissionsspektrum liegen die Übergänge als Signale vor, deren Intensitäten unter anderem von den Übergangswahrscheinlichkeiten der entsprechenden Elektronenübergänge abhängen.

Im Folgenden werden zwei RFA-Messbeispiele an Elektronikprodukten präsentiert und diskutiert. Bei dem ersten Beispiel handelt es sich zum einen um die Vermessung der Schichtdicken von Steckkontakten einer PC-Karte, deren Endoberfläche aus chemischem Nickel-Gold besteht (Electroless Nickel Immersion Gold, ENIG). ENIG-Endoberflächen finden aufgrund ihrer guten Eigenschaften als lötfähige metallische Oberflächen eine breit gefächerte Anwendung in der Leiterplattenfertigung. Mithilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse können aufgrund quantitativer Messungen beispielsweise genaue Aussagen zum Phosphorgehalt in der Nickel-Phosphor-Zwischenschicht (NiP) und damit zur Haftfähigkeit der Passivierungsschicht aus Gold (Au) auf NiP gemacht werden. Zudem eignet sich die Schichtdickenanalyse mittels RFA zur Verifizierung der empfohlenen Schichtdickenwerte der einzelnen metalli-

schen Lagen einer zuverlässig weiterverarbeitbaren ENIG-Leiterplatte. Diesbezüglich führt HTV beispielsweise auch Fehleranalysen im Hinblick auf Haftungsschwächen von elektronischen Bauteilen auf Leiterplatten durch.

Bei dem zweiten Messbeispiel handelt es sich um einen in Durchstecktechnik ausgeführten koaxialen Steckverbinder, der als Schnittstelle für Hochfrequenzanwendungen auf Leiterplatten verarbeitet wird. Dabei basiert die durchgeführte Schichtdickenbestimmung auf der Fundamentalparameter-Methode, die präzise Messergebnisse auch ohne eine vorhergehende Kalibrierung liefert [5].

Damit sich die Messergebnisse auch sicher rückführen lassen, kann zusätzlich vor den Messungen der eigentlichen Proben eine Vergleichsmessung an einem Kalibrierstandard durchgeführt werden [11]. Durch Verschiedene Kollimatoren lassen sich die generierte Röntgenstrahlung fokussieren, um so unterschiedlich große Messbereiche untersuchen zu können. Zur Ermittlung der Analyseresultate dient ein kleiner Schlitzkollimator, der sich im Hin-

Anzeige

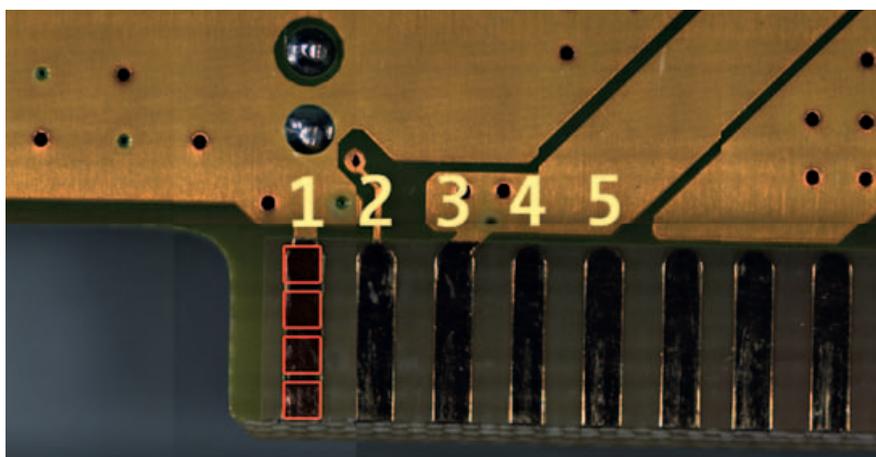


Bild 3: Übersichtsbereich Steckkontakte mit Messbereichen 1 bis 5 (gelb). Exemplarische Darstellung der Messpositionen in einem Kontaktbereich (rot).

**Total^{IP68}
dicht
SUNON®**

schukat.com

SCHUKAT
electronic

Element	Gold (Au)	Nickel-Phosphor (NiP)
Referenzwert	0,100 µm	4,4 µm
Gemessener Durchschnittswert	0,094 µm	4,8 µm
Standardabweichung	0,002 µm	0,076 µm

Tabelle 1: Schichtdickenmessung mit der Au/NiP₁₀/Cu-Kalibrierprobe (15 Messdurchläufe zu je 30 s).

Element	Gold (Au)	Nickel-Phosphor (NiP)
Gemessener Durchschnittswert	0,195 µm	6,622 µm
Standardabweichung	0,015 µm	1,424 µm

Tabelle 2: Resultate zur Schichtdickenmessung an den Steckkontakten der PC-Karte (fünf Messdurchläufe, Messdauer pro Messposition 15 s).

Element	Gold (Au)	Nickel (Ni)
Referenzwert	0,051 µm	1,29 µm
Gemessener Durchschnittswert	0,051 µm	1,33 µm
Standardabweichung	0,004 µm	0,046 µm

Tabelle 3: Resultate zur Schichtdickenmessung an Kalibrierstandards (30 Messdurchläufe zu je 20 s).

Element	Gold (Au)	Nickel (Ni)
Gemessener Durchschnittswert	0,043 µm	3,736 µm
Standardabweichung	0,005 µm	0,056 µm

Tabelle 4: Resultate zur Schichtdickenmessung am Gehäusepin (gelber Pfeil in Bild 4; 30 Messdurchläufe, Messdauer pro Messdurchlauf 20 s).

Element	Gold (Au)	Nickel (Ni)
Gemessener Durchschnittswert	0,038 µm	2,880 µm
Standardabweichung	0,005 µm	0,043 µm

Tabelle 5: Resultate zur Schichtdickenmessung am Stecker (grüner Pfeil in Bild 4; 30 Messdurchläufe, Messdauer pro Messdurchlauf 20 s).

Element	Gold (Au)	Nickel (Ni)
Gemessener Durchschnittswert	0,062 µm	0,686 µm
Standardabweichung	0,005 µm	0,029 µm

Tabelle 6: Resultate zur Schichtdickenmessung am zentralen Anschlusskontakt (roter Pfeil in Bild 4; 30 Messdurchläufe, Messdauer pro Messdurchlauf 20 s).

blick auf Messungen an runden Werkstücken oder Fine-Pitch-Lötflächen als sehr vorteilhaft erweist.

Beispiel 1: Steckkontakte einer PC-Karte

Bild 2 zeigt das Röntgenemissionsspektrum der Steckkontakte einer PC-Einsteckkarte. Absichtlich sind exemplarisch nur die prominentesten charakteristischen Röntgenemissionsintensitäten der entsprechenden

Elemente gekennzeichnet. Wie erwartet lässt sich im Hinblick auf die qualitative Analyse das Vorhandensein der Elemente Gold (Au), Nickel (Ni) sowie Kupfer (Cu) nachweisen, sodass wir auf den ENIG-Lagenaufbau Au/NiP/Cu schließen können.

Um die Schichtdicken zu bestimmen, nutzen wir ein theoretisches Modellsystem, in dem das Kupfersubstrat als unendlich dickes Volumenmaterial (Grundwerkstoff) angenommen wird. Im Hinblick auf die Rückführbarkeit der Messergebnisse sind

in Tabelle 1 die Resultate der Schichtdickenmessung an einer Au/NiP₁₀/Cu-Kalibrierprobe von Fischer inklusive der angegebenen Referenzwerte für die Schichtdicken der einzelnen Lagen durchgeführt. Aus dieser Tabelle lässt sich erkennen, dass die Referenzwerte sehr gut mit den gemessenen Durchschnittswerten übereinstimmen.

Die Steckkontakte, an denen die eigentlichen Messungen durchgeführt wurden, sind von eins bis fünf durchnummeriert (Bild 3). Pro Steckkontakt werden exemplarisch vier Messpositionen (rote Kästchen) ausgewählt und pro Messposition ein Röntgenemissionsspektrum bei einer Integrationszeit von 15 Sekunden erstellt.

Um eine umfangreiche Messstatistik sicherzustellen, wird in der Software eine Messroutine programmiert, in der die einzelnen Messpositionen der fünf Kontakte nacheinander angefahren werden. Diese Schleife, bestehend aus zwanzig Einzelmessungen, wird insgesamt fünfmal durchlaufen. Die in Tabelle 2 aufgeführten Analyseresultate zeigen sowohl für Gold (Au) als auch Nickel-Phosphor (NiP) anwendungstypische Werte für ENIG-Endoberflächen.

Messbeispiel 2: koaxialer Steckverbinder

Im Folgenden werden die Analyseresultate der zweiten Messprobe eines koaxialen Steckverbinders (Bild 4) dargestellt. Aus der Beschaffungsdokumentation lässt sich im Hinblick auf die materielle Zusammensetzung des Gehäuses (vgl. exemplarisch grün markierte Bereiche aus Bild 4) der Lagenaufbau Gold/Nickel/Volumen-Messung mit einer Mindestdicke von 0,076 µm für Gold und 2,540 µm für Nickel entnehmen. Der zentrale Anschlusskontakt (rot markierter Bereich in Bild 4) besteht aus Gold/Nickel/Volumen-Kupferberyllium mit einer Mindestdicke von 0,762 µm für Gold und 2,540 µm für Nickel.

Im Fokus der im Folgenden präsentierten Untersuchungen steht die Überprüfung der im Datenblatt angegebenen Mindestwerte für die Schichtdicken. In Analogie zur Messung an den Steckkontakten der PC-Karte, werden Vergleichsmessungen an Kalibrierproben bekannter Schichtdicken durchgeführt. Dabei handelt es sich einerseits um eine Goldfolie mit einer Schichtdicke von 0,051 µm sowie einer 1,29 µm dicken Nickelschicht auf Kupfer-Volumenmaterial. Aus Tabelle 3

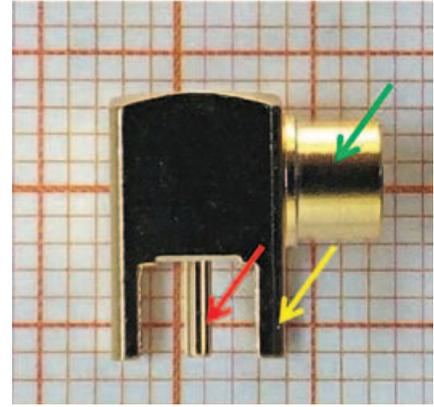
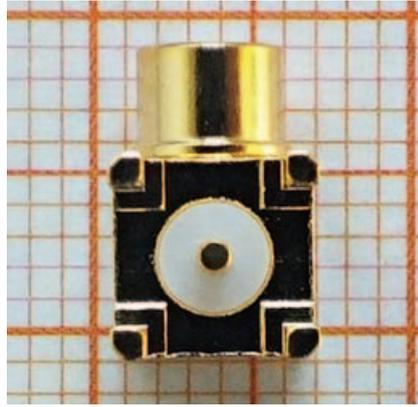
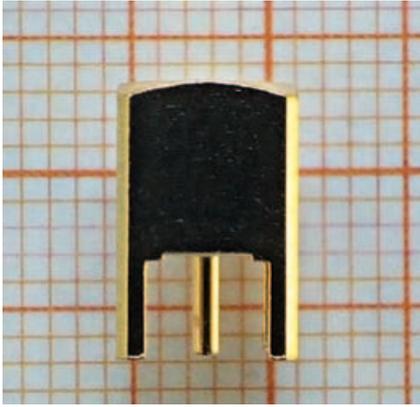


Bild 4: Übersicht des koaxialen Steckverbinders mit Bereichen des Gehäuses (gelber Pfeil), des Steckers (grüner Pfeil) sowie zentralem Anschlusskontakt (roter Pfeil).

lässt sich eine sehr gute Übereinstimmung der ermittelten Werte mit den Referenzwerten ableiten.

Table 4 zeigt, dass der am Gehäuse ermittelte Durchschnittswert für Gold (Au) mit $0,043 \mu\text{m}$ unterhalb des spezifizierten Mindestwertes von $0,076 \mu\text{m}$ liegt. Der gemessene Durchschnittswert für Nickel (Ni) in Höhe von $3,736 \mu\text{m}$ ist dagegen konform mit den Angaben aus der Beschaffungsdokumentation. Im Hinblick auf die Analyse des Steckerbereiches (Table 5) zeigt sich für die entsprechenden Elemente ein ähnlicher Trend.

Beim zentralen Anschlusskontakt liegen sämtliche ermittelten Werte un-

terhalb der im Datenblatt angegebenen Mindestschichtdicken (Table 6). Somit sind die RFA-Analyseresultate am koaxialen Steckverbinder allgemein als auffällig zu bewerten.

Zur Verifizierung der mittels RFA erhaltenen Messwerte eignen sich beispielsweise weiterführende Untersuchungen an Schlifffproben mit dem Rasterelektronenmikroskop.

Fazit

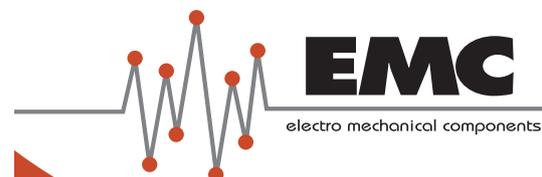
Die aufgeführten Messbeispiele zeigen, wie mittels der Röntgenfluoreszenzanalyse verschiedene Proben qualitativ und quantitativ

untersucht werden können. Ein wichtiger Aspekt ist hierbei, dass sich die Proben zerstörungsfrei und häufig ohne aufwendige Probenpräparation analysieren lassen. Die RFA ermöglicht somit in Anlehnung an diverse Normen (wie DIN EN ISO 3497, ASTM B 568, DIN EN/IEC 62321) eine schnelle und effektive Qualifikation oder auch serienbegleitende Qualitätskontrolle von Beschichtungen. Auch die Identifizierung von Verunreinigungen (beispielsweise auf Baugruppen) ist möglich. (rh)

REFERENZEN

- [1] Chr. R. Friedrich, »100 Jahre Röntgenstrahlen – Erster Nobelpreis für Physik«, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, Band 26, Nr. 11–12, S. 598–607 (1995)
- [2] I. K. Robinson and D. J. Tweet, »Surface X-ray diffraction«, Rep. Prog. in Phys. 55, 599-651 (1992)
- [3] J. F. Watts, »X-ray photoelectron spectroscopy«, Surface Science Techniques, Pergamon (1994)
- [4] V. E. Cosslett and W. C. Nixon, »X-ray microscopy«, Cambridge. Eng. University Press (1960)
- [5] H. Ehrhardt, »Röntgenfluoreszenzanalyse – Anwendung in Betriebslaboratorien«, Springer-Verlag (1989)
- [6] P. Jackson et al., »New world record efficiency for Cu(In,Ga)Se₂ thin-film solar cells beyond 20%«, Progress in Photovoltaics (2011)
- [7] P. J alas et al., »XRF analysis of jewelry using fully standardless fundamental parameter approach«, Gold Technology No 35 (2002)
- [8] M. Becker et al., »Toxic Chemicals in Toys and Children's Products: Limitations of Current Responses and Recommendations for Government and Industry«, Environmental Science and Technology 44 (21), pp 7986–7991 (2010)
- [9] S. A. Bamford et al., »Application of X-ray fluorescence techniques for the determination of hazardous and essential trace elements in environmental and biological materials«, Nukleonika 49(3):87-95 (2004)
- [10] J. Börjesson and S. Mattsson, »Medical Applications of X-ray Fluorescence for Trace Element Research«, JCPDS-International Centre for Diffraction Data 2007 ISSN 1097-0002
- [11] www.helmut-fischer.de

Anzeige



Flex Test Unit

