

Die Röntgenfluoreszenzanalyse

Schichtdickenmessung von metallischen Schichten im akkreditierten Prüflabor

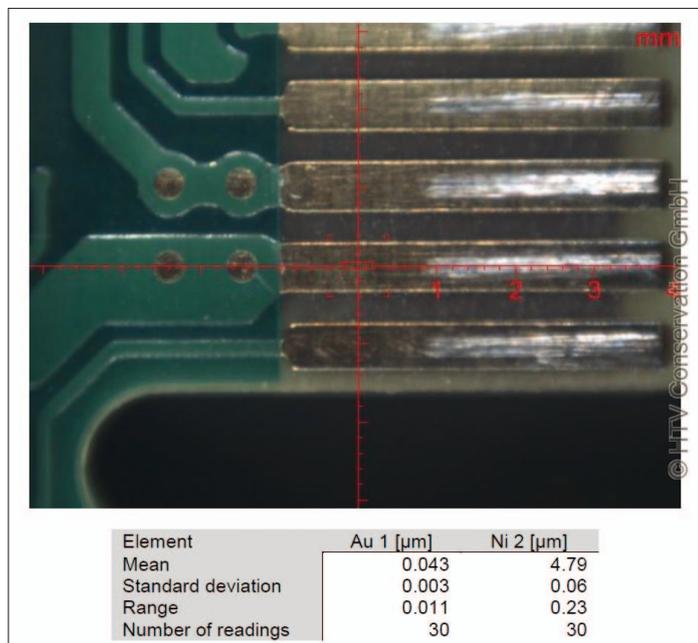


Bild 1: Ein Kantensteckverbinder ist im Feld ausgefallen. Die Vermessung der Schichtdicken mittels RFA-Methode zeigt eine Nickel-Schichtdicke von 4,8 µm im Soll, jedoch eine Gold-Schichtdicke von 43 nm statt den spezifizierten 1000 – 3000 nm

Die Röntgenfluoreszenzanalyse ist eine vielseitige, jenseits der Metallveredelungsindustrie jedoch oft weniger bekannte Methode zur zerstörungsfreien Bestimmung der elementaren Zusammensetzung einer Probe bei gleichzeitiger Vermessung der Schichtdicken mehrerer Schichten eines Schichtsystems.

Das HTV-Institut für Materialanalyse bietet, neben einer Vielzahl umfangreicher Analysemethoden, international anerkannte und weltweit vergleichbare Ergebnisse für Schichtdickenmessungen nach DIN EN ISO 3497 im vom DAkkS akkreditierten Prüflabor an.

Im Medizinbereich besteht oftmals die Notwendigkeit, Schichtdicken von veredelten Oberflächen, beispielsweise in der Prothetik oder auch bei hochwertigen Goldkontakten, nachzuweisen und zu dokumentieren.

Funktionsweise der Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)

Primär-Röntgenstrahlung aus einer Röhre wird gezielt auf den

Messpunkt geleitet und ionisiert dort die Atome der Probe. Lücken in den niederenergetischen Schalen der Atome werden von Elektronen aus höherenergetischen Schalen gefüllt, die Energiedifferenz wird in Form von Röntgenstrahlung freigesetzt. Diese Fluoreszenzstrahlung hat niedrigere Energie als die Primärstrahlung. Die Energie der Fluoreszenzstrahlung eines Elementes ist charakteristisch. Wird die Energie und Intensität der Fluoreszenzstrahlung im Detektor gemessen, können die vorhandenen Elemente und deren Konzentrationen bestimmt werden. Es können alle chemischen Elemente mit Ordnungszahlen zwischen 11 (Natrium) und 92 (Uran) erfasst werden. Durch die Anregung verliert die Primärstrahlung mit größerer Eindringtiefe an Intensität, kann also in Folge die tieferliegenden Schichten weniger stark zur Fluoreszenz anregen. Ist der Schichtaufbau bekannt, kann durch Intensitätsvergleich der Signale der Elemente verschiedener Schichten die Flächenmasse der Schichten bestimmt werden. Unter Einbezug der Dichte wird daraus die Schichtdicke berechnet. Die Dicken mehrerer Schichten können gleichzeitig gemessen werden. Ebenfalls ist es möglich, mit nicht vollständig definierten Zusammensetzungen der Materialien der Einzelschichten zu arbeiten, um beispielsweise an einer ENIG-Endoberfläche die Schichtdicken der Gold- und der Nickelschicht sowie den Phosphorgehalt der Nickelschicht gleichzeitig zu bestimmen.

Anwendung der RFA in der Praxis

Von anderen Methoden zur Bestimmung der elementaren Zusammensetzung einer Probe, wie beispielsweise der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) mit Anregung durch den Elektronenstrahl eines Rasterelektronenmikroskops, zeichnet sich die RFA-Methode dadurch aus, dass für sie kein Vakuum benötigt wird. Somit können auch feuchte, flüssige und anderweitig Luftdruck-

empfindliche Proben untersucht werden. Auch eine Probenpräparation durch Beschichten zur Verbesserung/Herstellung der elektrischen Leitfähigkeit ist bei der Röntgenfluoreszenzanalyse nicht notwendig.

Die RFA-Methode zur Bestimmung der elementaren Zusammensetzung einer Probe wird in der Geologie zur Analyse von Gesteinsproben verwendet, ebenso lassen sich Proben von Zement und Schlacke aus Hochöfen, Ascheproben unterschiedlichster Herkunft, Gläser und Keramiken analysieren. Die RFA ermöglicht eine zerstörungsfreie Analyse von Edelmetallen und wird deshalb in der Authentizitäts- oder Reinheitsprüfung von Edelmetallen und Schmuck angewendet. Mit entsprechenden Analysegeräten werden auch wertvolle Gemälde untersucht, um die Zusammensetzung der Farbpigmente zu bestimmen – eine von vielen Möglichkeiten, später angefertigte Fälschungen zu entlarven.

RFA-Analyse in der Produktionsprozesskontrolle

In der Metallveredelungsindustrie ist die RFA-Analyse eine übliche Methode der Produktionsprozesskontrolle. Beschichtungsbänder werden analysiert, um Konzentrationen von Primär- und Spurenelementen zu bestimmen. Die Dicke und die Zusammensetzung der fertigen Beschichtungen werden ebenfalls überwacht, da Produkte mit zu dicker Beschichtung die Herstellungskosten erhöhen. Die RFA-Methode ist schnell, zerstörungsfrei und weist geringe Messunsicherheiten auf, weshalb sie sehr gut für die Serie geeignet ist.

In der Elektronikindustrie

werden vielfältige Beschichtungen angewendet – Lötflächen und Bond-Anschlussflächen auf Leiterplatten, Hartgold-Platings auf Steckverbindern oder Zinn-Oberflächenbeschichtungen von Lötkontakten von elektronischen Bauteilen. Insbesondere in der Medizintechnik ist eine kontinuierliche Leistung unverzichtbar, Ausfallzeiten können nicht



Autor: Dipl. Ing. (TU)
Holger Krumme,
Managing-Director –
Technical Operations

HTV Halbleiter-Test &
Vertriebs-GmbH
info@htv-gmbh.de
www.htv-gmbh.de

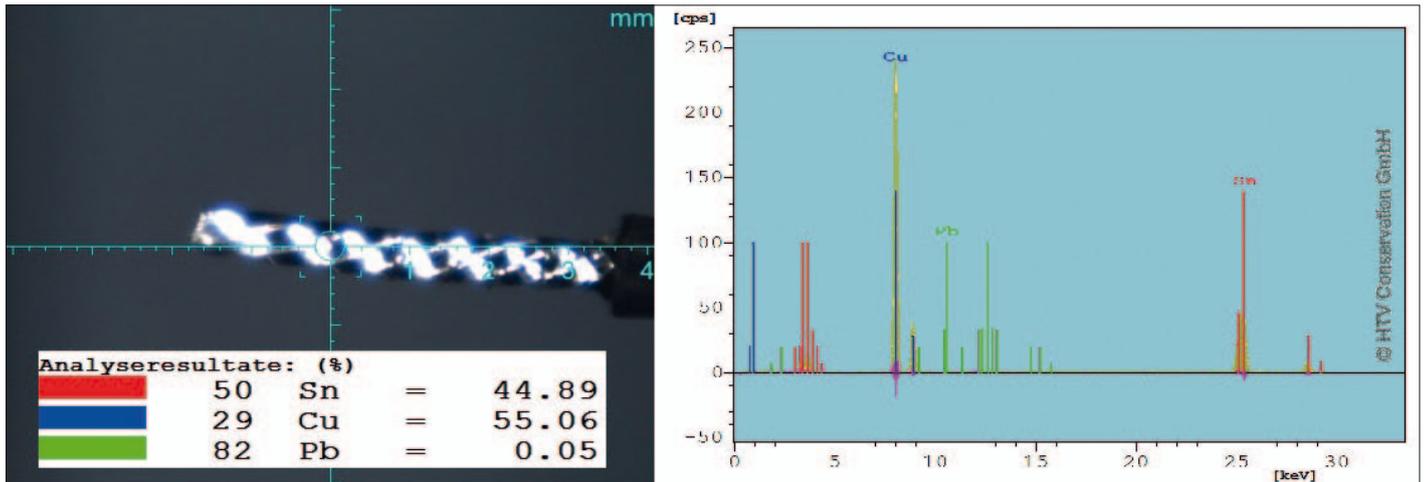


Bild 2: Die Lotbeschichtung am Ende einer Litze wurde auf RoHS-Konformität geprüft. Es werden nur Signale von Zinn, aus der Lotbeschichtung und Kupfer, aus der Litze, festgestellt. Die RoHS-Konformität des Werkstoffes ist gegeben

toleriert werden. Wenn hohe Zuverlässigkeit der Komponenten gefordert ist, ist es oftmals notwendig, die Schichtdicken und Zusammensetzungen der Schichtmaterialien zu überprüfen, anstatt sich auf die Angaben des Herstellers oder Lieferanten zu verlassen. Auch in der eigenen Produktion ist eine Überprüfung von funktionellen Schichten hinsichtlich Dicke und Zusammensetzung zumindest stichprobenartig unerlässlich.

Bei der Untersuchung von Ausfällen aus Testphasen und dem Feld bietet es sich an, auch auf die RFA-Analyse zurückzugreifen, da Ausfallteile für die Aufklärung der Ausfallursache unersetzlich sind und nicht unnötig zerstört werden sollten.

Beschichtungen und Oberflächen

von Produkten, die in Autoklaven, Reinigungs- oder Desinfektionsgeräten desinfiziert oder sterilisiert werden müssen, sind dabei besonderen Belastungen ausgesetzt. Die Beständigkeit der Oberflächen muss oft aufwendig in Testreihen verifiziert werden. Die RFA-Methode kann wiederholt verlässlich Schichtdicken messen, ohne teure Prototypen zerstören zu müssen.

RoHS-Konformität von Bauteilen

Die RFA-Materialanalyse spielt auch beim Nachweis der RoHS-Konformität von Bauteilen eine wichtige Rolle. Bei zweifelhafter Zuverlässigkeit der Lieferanten können dessen vertragliche Zusicherungen der RoHS-Konformität der

Ware als nicht ausreichend beurteilt werden, so dass weitere Maßnahmen durchgeführt werden müssen. Die laut RoHS 2 (Richtlinie 2011/65/EU) beschränkten Elemente Blei, Quecksilber und Cadmium lassen sich mittels RFA-Materialanalyse nachweisen. Die Nachweisgrenzen der Methode liegen dabei deutlich unterhalb der maximal zulässigen Höchstkonzentrationen. Die RoHS-2-Richtlinie restringiert auch sechswertiges Chrom und Brom in bestimmten Verbindungen (PBB und PBDE). Liegen diese Substanzen in relevanten Konzentrationen vor, so lassen sich deren Anteil an Chrom oder Brom mittels RFA nachweisen. Werden die Elemente nicht nachgewiesen, kann also ein Vorhandensein der Verbindungen ausgeschlossen werden. Nur wenn Chrom oder Brom gefunden werden, muss eine aufwändigere Untersuchung zur Identifikation der Verbindung bzw. des Oxidationszustands, beispielsweise mittels GC/MS, nachgeschaltet werden.

Untersuchung unbekannter Substanzen

Häufig findet die Methode auch Anwendung bei der Untersuchung von unbekanntem Substanzen, beispielsweise anorganischen Verunreinigungen oder Korrosionsspuren auf elektronischen Baugruppen, deren Herkunft aufgeklärt werden soll. Zur Vermeidung von Korrosion kann sich auch eine Prüfung von Kunststoffen auf halogen- oder phosphorhaltige Flammschutzmittel lohnen.

Untersuchungen im akkreditierten Prüflabor

Das Verfahren der Schichtdickenmessung an Metallen mittels Röntgenfluoreszenz-Verfahren ist mit der DIN EN ISO 3497 normiert. Bei HTV, einem der weltweiten Marktführer im Bereich Test, Bauteilprogrammierung, Langzeitkonservierung und -lagerung, Analytik sowie Bearbeitung elektronischer Komponenten, kann dieses Verfahren im durch die Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) nach dem internationalen Standard DIN EN ISO/IEC 17025 „Akkreditierten Prüflabor für Materialanalysen“, durchgeführt werden. Die Akkreditierung ist eine international anerkannte, formale Bestätigung der Fachkompetenz des Prüflabors durch eine unabhängige Stelle. Ein akkreditiertes Prüflabor arbeitet unparteilich und

transparent, die Messergebnisse sind verlässlich und metrologisch rückführbar, also in einer ununterbrochenen dokumentierten Kette von Vergleichsmessungen auf ein internationales Normal, in diesem Falle eine SI-Einheit, bezogen. Werden bei den Messungen Abweichungen vom Soll-Zustand festgestellt, sind unparteiliche Durchführung und verlässliche Messergebnisse oft unerlässlich, um langwierigen Streit bei Haftungsfragen zu vermeiden.

Um Schwachstellen und Fehlerpotentiale jedoch bereits frühzeitig vor dem Auftreten von Ausfällen zu identifizieren und damit das Risiko für Fertigungsprobleme, Vertragsstrafen bei nicht pünktlicher Lieferung und eventuelle Regressansprüche zu minimieren, bietet HTV zahlreiche weitere umfassende Analysemöglichkeiten an. ◀

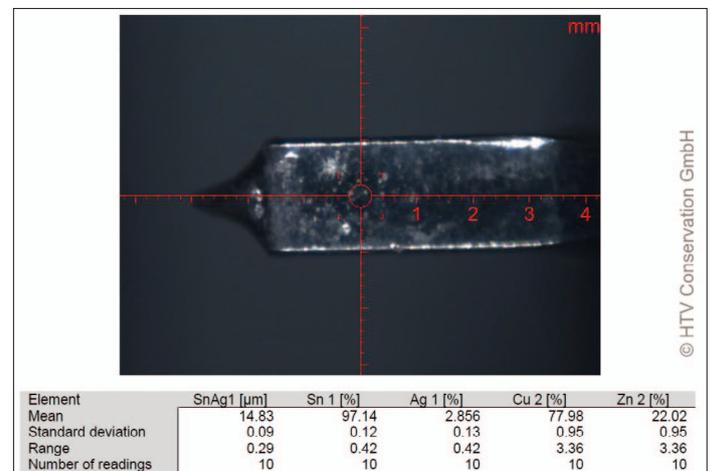


Bild 3: Die Beschichtung eines Lötkontakts eines Bauteils wurde erneuert. Zusammensetzung und Dicke der neuen Beschichtung werden mittels RFA-Methode überprüft