

ТЕХПОДДЕРЖКА

Анализ покрытий методом рентгено- флуоресцентного анализа

Текст: Александр Фролов,
Василий Прибора,
Григорий Кузнецов

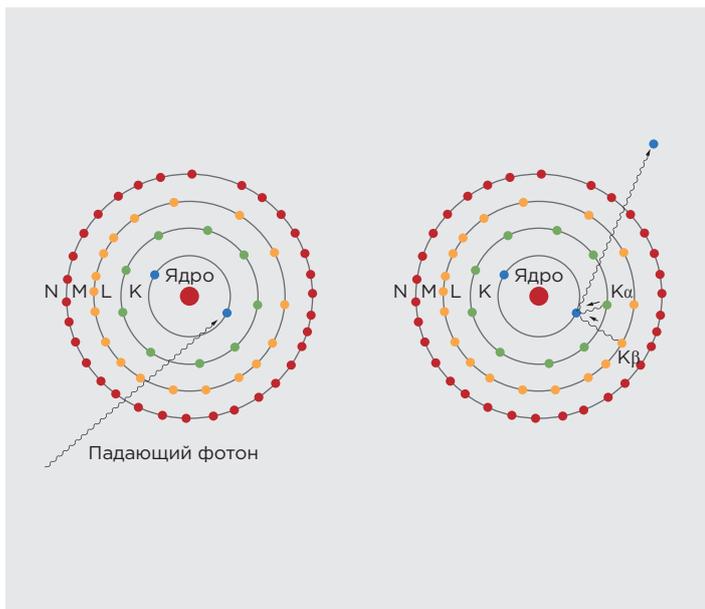
В современном производстве для создания необходимых свойств продукции активно применяются разнообразные однослойные и многослойные покрытия. Это, например, антикоррозионная защита и упрочнение в машиностроении, просветляющие слои в оптике, различные покрытия в электронике и микроэлектронике. Для таких технологических решений необходим специальный контроль качества изделий, и одна из первостепенных задач – автоматизация измерений и контроль качества (толщины) покрытия по всей поверхности образца.

Существует ряд способов для решения этой задачи, однако практически единственным универсальным неразрушающим методом, позволяющим измерять толщину покрытий, является метод рентгеновской флуоресценции с энергодисперсионным детектированием спектров (РФА-ЭДС).

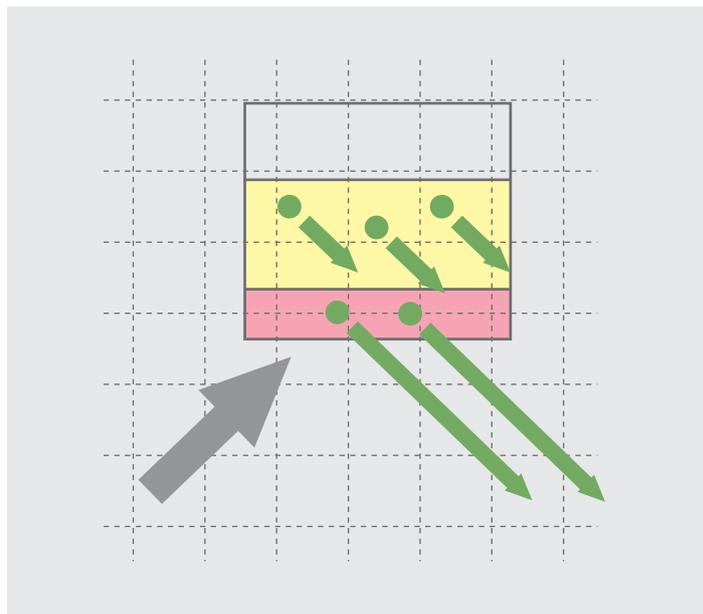
Метод рентгенофлуоресцентного анализа основан на регистрации характеристического рентгеновского

флуоресцентного излучения (рис 1). При облучении вещества жесткими рентгеновскими фотонами существует вероятность выбивания электрона с внутренней орбитали атома. Образовавшийся возбужденный ион возвращается в менее возбужденное состояние, в частности, путем перехода электронов с более высоких оболочек. При таком переходе происходит испускание фотона рентгеновского диапазона с определенной энергией, характерной для данного атома. Зарегистрировав эти фотоны, можно определить по их энергии, из какого атома они были испущены, а по их числу – сколько атомов данного типа есть в образце.

Таким образом можно определить химический состав материалов. Однако этим возможности данного метода не исчерпываются. Регистрируя фотоны, испущенные атомами, расположенными в разных слоях (рис 2), и принимая во внимание поглощение излучения при прохождении через внешние слои, можно



1 Формирование характеристического рентгеновского излучения



2 Флуоресцентное излучение от многослойного покрытия

определить толщины слоев в однослойных или многослойных покрытиях. Метод позволяет «видеть» то, что скрыто под поверхностным слоем, например, пайку и т. п.

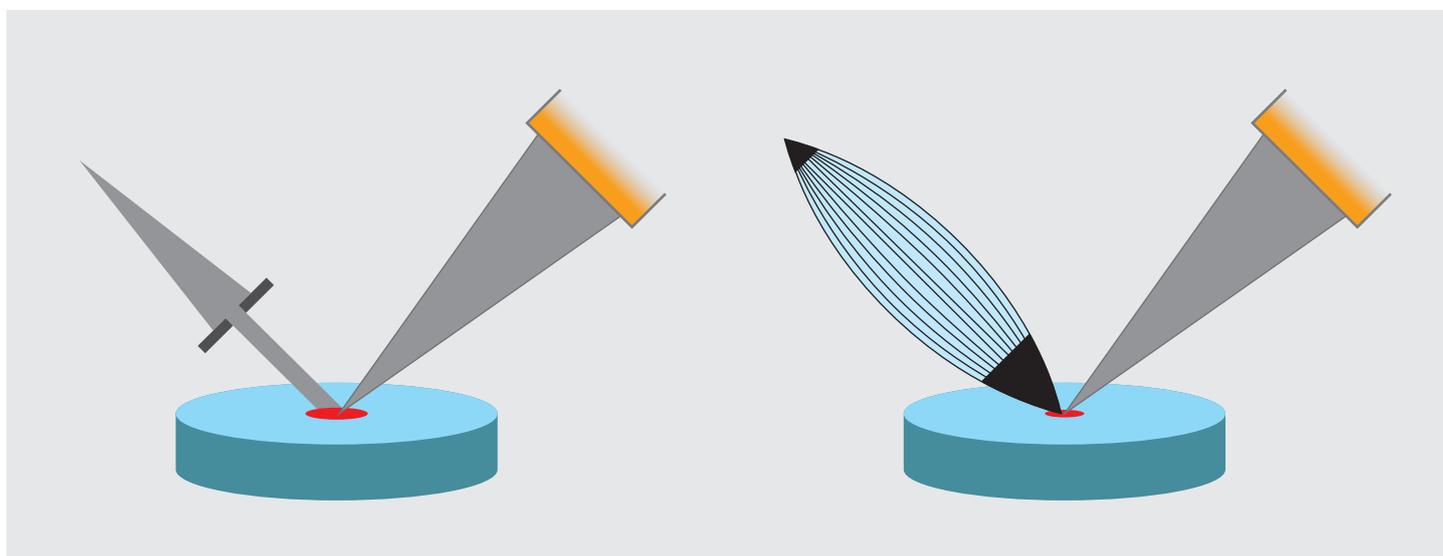
Функционально РФА-ЭДС-спектрометры состоят из источника излучения (рентгеновской трубки), оптики для создания микропучка, камеры образцов с предметным столиком, детектора и блоков электроники.

Рассмотрим формирование микропучка с диаметром от 25 мкм до 1 мм (рис 3). Излучение от источника (рентгеновской трубки) имеет большую угловую расходимость (до нескольких градусов). Простейший и дешевый способ сформировать узкий пучок – это применить обычную диафрагму (отверстие заданного

диаметра в металлической пластине). Недостатком такого метода является высокая потеря интенсивности. На практике его применяют, если надо анализировать объекты размером 0,5–2 мм.

В более современном методе используют специальную поликапиллярную оптику (т. н. линзы Ку-махова). При помощи этих линз происходит сбор излучения от трубки в большем телесном угле и фокусировка в точке размером до 25 мкм. Эта оптика существенно повышает интенсивность пучка на образце.

Для проведения такого анализа можно использовать линейку приборов, производимых компанией Bruker, в которой есть целое семейство РФА-ЭДС-спектрометров – это M1 Mistral/Ora, M4 Tornado



3 Принципы формирования микропучка

Корпорация Bruker

Более 55 лет корпорация Bruker (США) разрабатывает инновационные технологии и предлагает лучшие технологические решения для различных аналитических задач.

Оборудование Bruker – это гарантированный успех в молекулярных исследованиях, в области медицины, фармацевтики, микроскопии, наноанализа и промышленного применения.

Компания Bruker начала активно сотрудничать с ведущими научно-исследовательскими организациями на территории бывшего СССР еще в 1970 году. В это время было основано представительство со штатом из 5 сотрудников. В 1983 году был открыт сервисный центр и демонстрационная лаборатория в Институте химической физики АН СССР. Доктор Уве Айххофф и Барбара Айххофф представляли интересы фирмы в СССР, СНГ и России вплоть до 1998 года. В 1998 году представительство было реорганизовано в ООО «Брукер» – дочернюю структуру международной корпорации Bruker.

Сегодня ООО «Брукер» насчитывает более 50 высококлассных сертифицированных специалистов и специализируется на поставках выпускаемого компанией Bruker спектрального аналитического оборудования.

(рис 4, 5).

На рис 6 представлен типичный спектр, получаемый на РФА-ЭДС-спектрометре M4 Tornado.

Спектрометры Bruker имеют широкий функционал для работы с различными образцами, в том числе:

- программирование позиций измерения: задание координаты каждой точки, автофокусировка в точке, задание количества измерений в одной точке, пауза между измерениями, сохранение видеопотока точки измерения (M1 Mistral/M4 Tornado);
- построение карт покрытий с высоким пространственным разрешением (~25 мкм) (M4 Tornado).

В табл. 1 приведены основные характеристики приборов.

Рассмотрим несколько интересных примеров, демонстрирующих возможности метода рентгеновской флуорес-

ценции и спектрометра M1 Mistral.

На рис 7 и 8 показан профиль толщины золотого покрытия. Предполагая нарушение контакта, было сделано автоматизированное сканирование толщины по линии вдоль анализируемого объекта. В одной из точек было зафиксировано существенное уменьшение толщины золотого покрытия: с ~23 нм до менее чем 5 нм.

Следующий пример демонстрирует возможности метода и РФА-ЭДС-спектрометра M4 Tornado для измерения толщины контактного слоя покрытия. На рис 9 показан образец – печатная плата, где отмечены точки, в которых проводилось измерение. Результаты определения толщины представлены на рис 10. Локальность анализа в данном случае составляла 25 мкм.

И, наконец, пример анализа многослойных покрытий. В данном случае анализировали контактное покрытие, со-



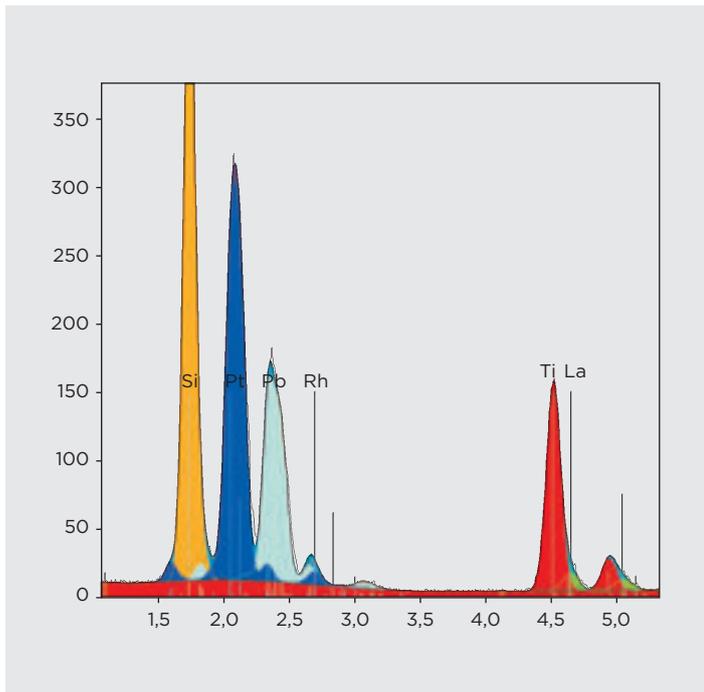
4

РФА-ЭДС-спектрометр M1 Mistral производства Bruker

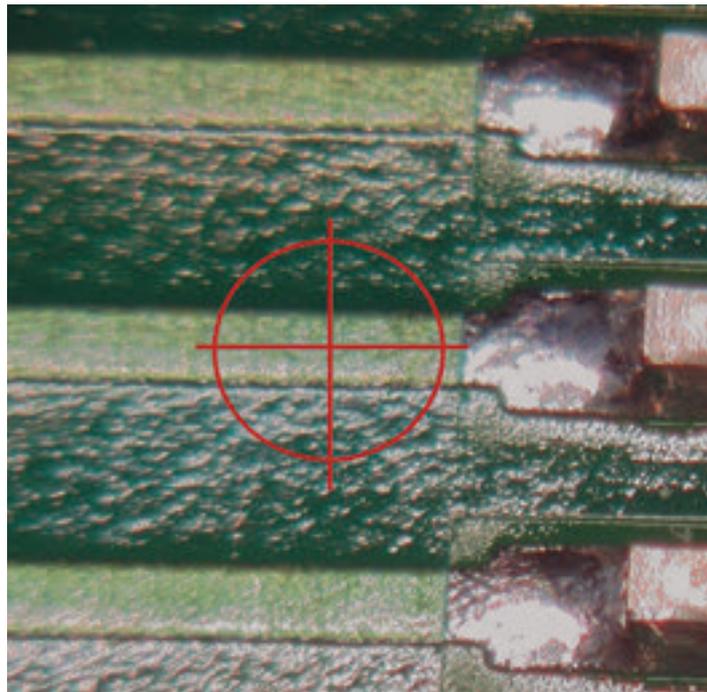


5

РФА-ЭДС-спектрометр M4 Tornado производства Bruker



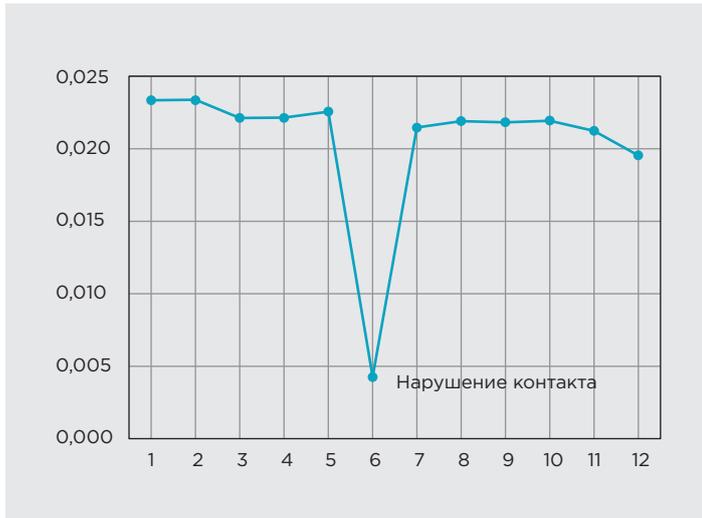
6 Спектр, регистрируемый с помощью РФА-ЭДС-спектрометра



7 Анализируемый образец – медь, покрытие Au. Видеоизображение

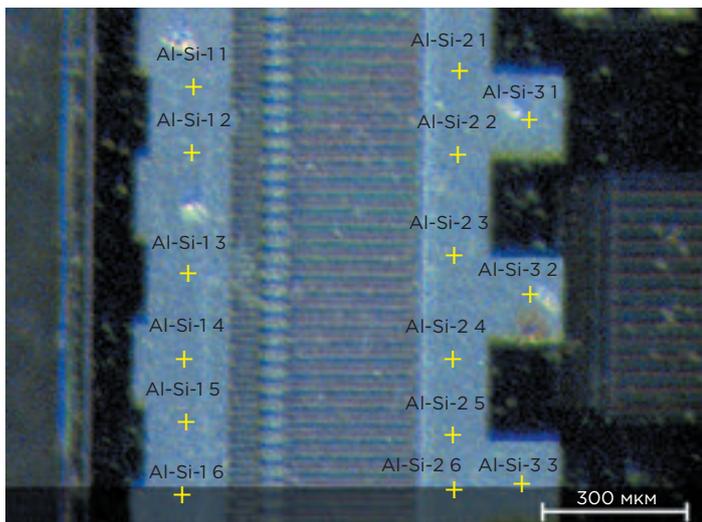
T 1 Характеристики РФА-ЭДС спектрометров M1 Mistral и M4 Tornado

АНАЛИТИЧЕСКИЙ ПАРАМЕТР/ХАРАКТЕРИСТИКА	M1 MISTRAL	M4 TORNADO
Максимальное количество определяемых слоев	12	12
Минимальная толщина определяемого слоя	~ 2-5 нм	~ 2-5 нм
Максимальная суммарная толщина анализируемого материала	Зависит от материала матрицы и для типичных металлов колеблется от 10 до 40 мкм	Зависит от материала матрицы и для типичных металлов колеблется от 10 до 40 мкм
Локальность анализа	0,1-1,5 мм (опционально 25 мкм)	25 мкм
Методы расчета	Фундаментальные параметры/с калибровками	фундаментальные параметры/с калибровками
Работа с объектами, анализ:	по точке по произвольному массиву точек по линии по сетке	по точке по произвольному массиву точек по линии по сетке по полигональной фигуре
Картирование:	нет	по химическим элементам по фазам по толщине (при анализе многослойных покрытий)
Автоматизация измерений	Да. Программирование массивов измерения	Да. Программирование массивов измерения. Программирование картирования



8

График зависимости толщины слоя Au от точки сканирования. Сканирование проведено по линии с шагом 0,5 мм, диаметр коллиматора 0,6 мм



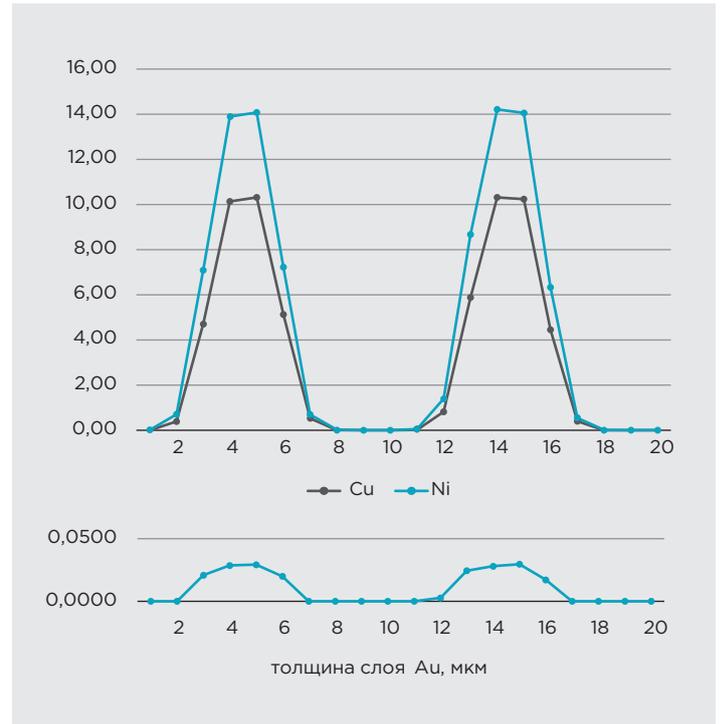
9

Анализируемый образец - печатная плата. Видеоизображение



10

График зависимости толщины слоя от точки сканирования. Сканирование проведено по линии с шагом 150 мкм, диаметр пятна фокусировки (поликапиллярная оптика) 25 мкм



11

График зависимости толщины слоя Au/Ni/Cu от точки сканирования. Сканирование проведено по линии с шагом 0,5 мм, диаметр коллиматора 0,6 мм (система покрытия Au/Ni/Cu).

стоящее из нескольких слоев: система покрытия Au/Ni/Cu. Проводили автоматизированное сканирование вдоль линии с шагом 0,5 мм. Полученная зависимость толщины от точки измерения (профиль толщины) для Au, Ni, Cu приведены на рис. 11. Для наглядности данные по всем трем элементам совмещены на одной диаграмме. ▢

В статье мы рассмотрели современные РФА-ЭДС-спектрометры компании Bruker M1 Mistral и M4 Tornado, продемонстрировали их возможности для анализа как однослойных, так и многослойных покрытий толщиной от нескольких десятков микрон до десятков нанометров. Спектрометры позволяют решать одну из первостепенных задач – проводить автоматизированный контроль качества (толщины) покрытия по всей поверхности образца без участия оператора, значительно увеличивая эффективность современных производств.