

Контроль качества покрытий с помощью рентгенофлуоресцентного анализа

Г. Кузнецов, к. ф.-м. н.¹, В. Прибора, к. ф.-м. н.², А. Фролов³

УДК 543.427.4 | ВАК 05.11.00

В современном производстве для получения необходимых свойств продукции применяются разнообразные однослойные и многослойные покрытия, например, антикоррозионные материалы в машиностроении, просветляющие слои в оптике, различные покрытия в электронике и микроэлектронике. При использовании подобных технологических решений важен специальный контроль качества (толщины) покрытия по всей поверхности образца. Существует ряд способов решения этой задачи, однако практически единственный универсальный неразрушающий метод, позволяющий измерять толщину покрытий – это рентгенофлуоресцентный анализ с использованием энергодисперсионных спектрометров (РФА-ЭДС).

Рентгенофлуоресцентный анализ основан на регистрации характеристического рентгеновского флуоресцентного излучения (рис. 1). При облучении вещества жесткими рентгеновскими фотонами существует вероятность выбивания электрона с внутренней электронной оболочки атома. Образовавшийся ион возвращается в менее возбужденное состояние, в частности, путем перехода электронов с более высоких оболочек. При этом испускается фотон рентгеновского диапазона с определенной энергией, характерной для данного атома. Регистрация этих фотонов дает возможность установить 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 этими возможностями данного метода не исчерпываются. Ре-

гистрируя фотоны, испущенные атомами, расположенными в разных слоях (рис. 2), и принимая во внимание поглощение излучения при прохождении через внешние слои, можно 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.

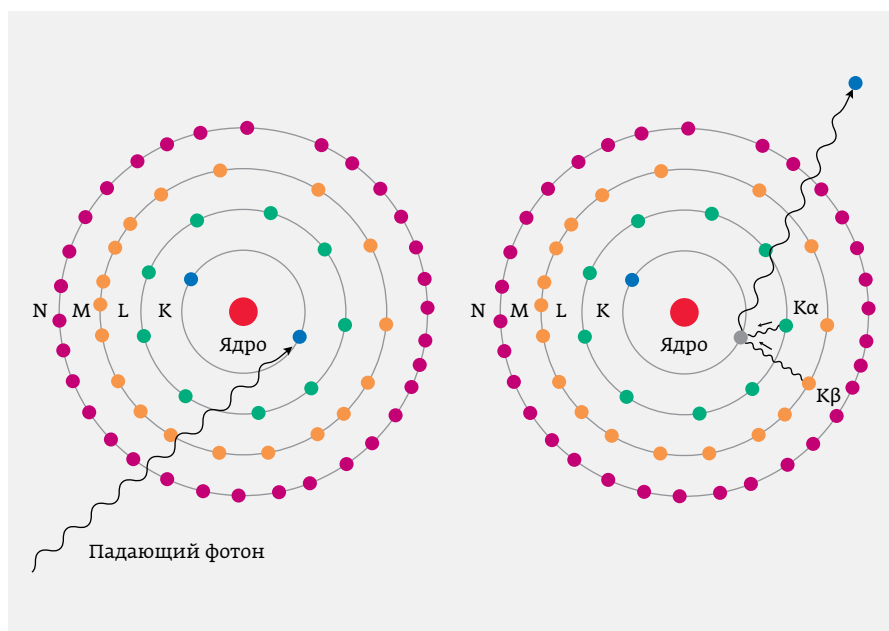


Рис. 1. Формирование характеристического рентгеновского излучения

¹ ООО «Брукер», руководитель отдела Bruker Nano, Россия, info.rus@bruker.com.

² ООО «Остек-АртТул», главный специалист по развитию направления неразрушающего контроля и научно-исследовательского оборудования, info@arttool.ru.

³ ООО «Остек-АртТул», начальник группы технической микроскопии направления неразрушающего контроля и научно-исследовательского оборудования, info@arttool.ru.

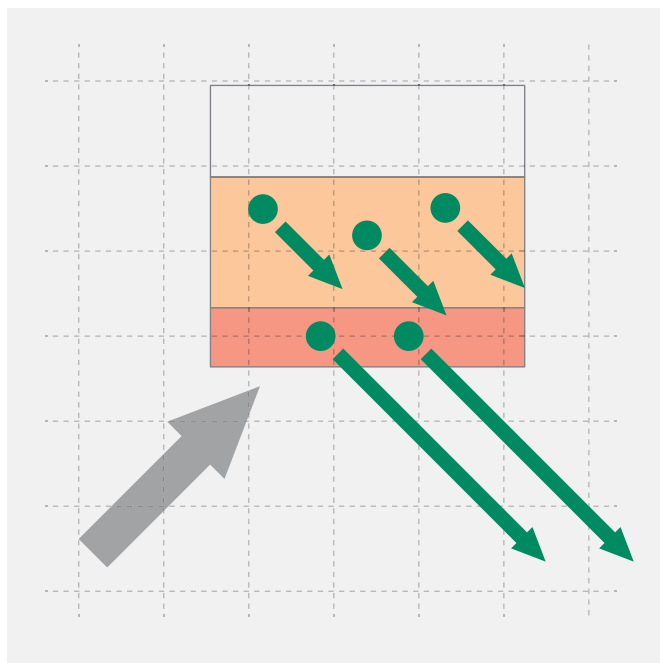


Рис. 2. Флуоресцентное излучение от многослойного покрытия

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 – применить обычную диафрагму (отверстие заданного диаметра в металлической пластине) (рис. 3а).

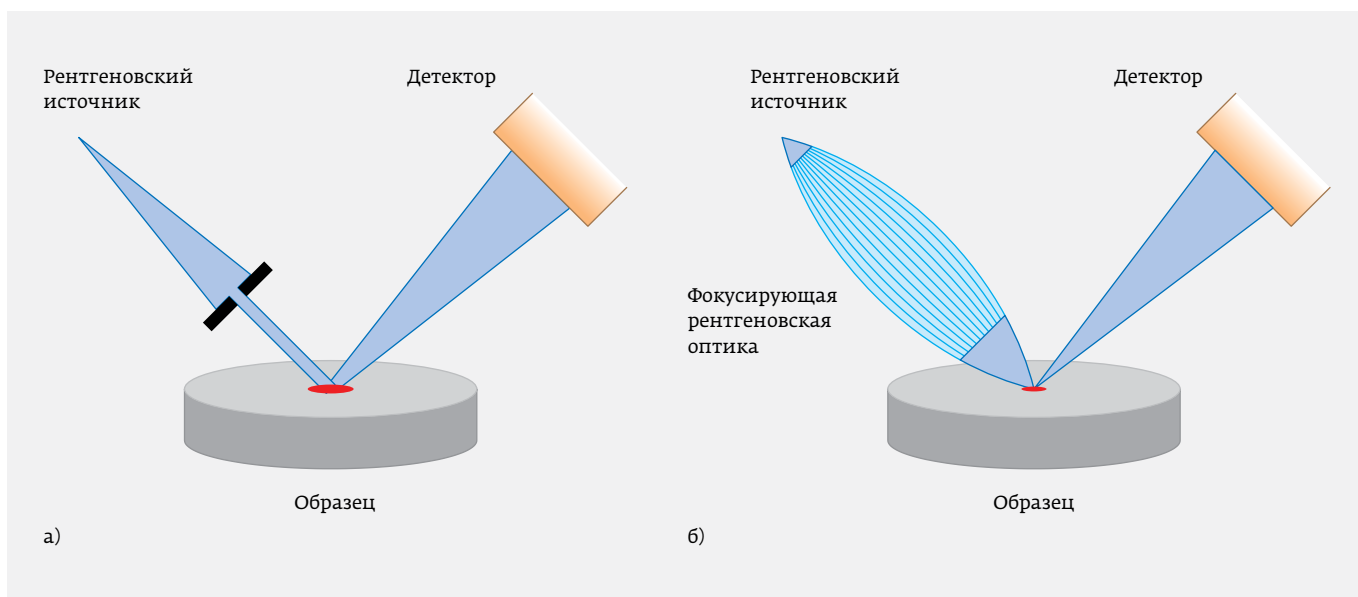


Рис. 3. Принципы формирования микропучка: а – без использования фокусирующей рентгеновской оптики; б – с использованием фокусирующей оптики



Рис. 4. РФА-ЭДС-спектрометр M1 Mistral

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

Более современный подход основан на использовании специальной поликапиллярной оптики (так называемых линз Кумахова) (рис.3б). С помощью этих линз осуществляются сбор излучения от трубки в большем телесном угле и фокусировка в точке



Рис. 5. РФА-ЭДС-спектрометр M4 Tornado

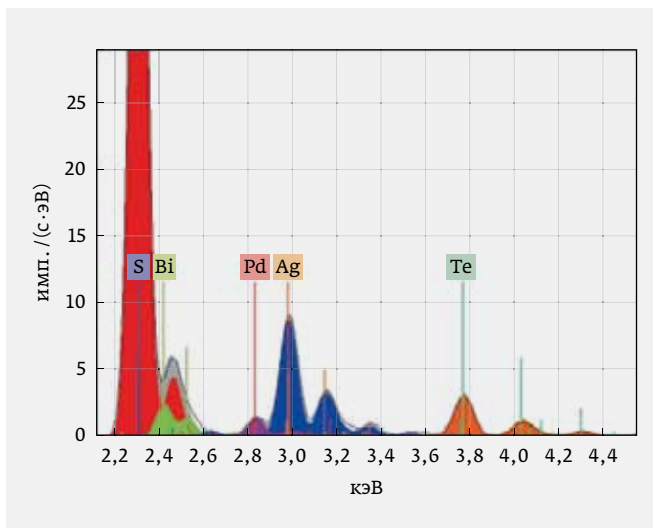


Рис. 6. Спектр, регистрируемый с помощью РФА-ЭДС-спектрометра

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, нм	~2-5	~2-5
Максимальная суммарная толщина анализируемого материала, мкм	10-40 (для типичных металлов)	10-40 (для типичных металлов)
Локальность анализа	0,1-1,5 мм (опционально 25 мкм)	25 мкм
Методы расчета	Фундаментальные параметры/ с калибровками	Фундаментальные параметры/ с калибровками
Анализ объектов	<ul style="list-style-type: none"> По точке; по произвольному массиву точек; по линии; по сетке 	<ul style="list-style-type: none"> По точке; по произвольному массиву точек; по линии; по сетке; по полигональной фигуре
Картирование	Нет	<ul style="list-style-type: none"> По химическим элементам; по фазам; по толщине (при анализе многослойных покрытий)
Автоматизация измерений	Да. Программирование массивов измерения	Да. Программирование массивов измерения. Программирование картирования

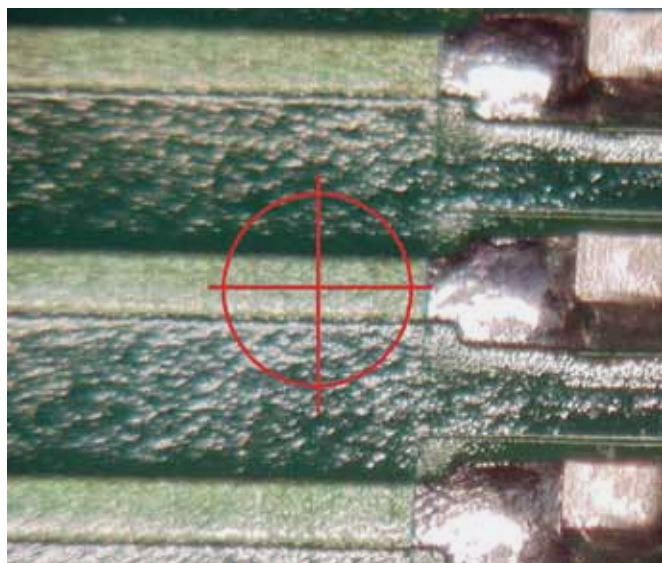


Рис. 7. Анализируемый образец – медь, покрытие Au

размером до 25 мкм. Оптика существенно повышает интенсивность пучка на образце. Для такого анализа можно использовать линейку приборов, выпускаемых компанией Bruker, в частности, РФА-ЭДС-спектрометры M1 Mistral / Ora и M4 Tornado (рис. 4, 5, см. таблицу).

На рис. 6 представлен типичный спектр, получаемый на РФА-ЭДС-спектрометре M4 Tornado. Спектрометры Bruker отличаются широким функционалом для работы с различными образцами:

- программирование параметров измерения: координата каждой точки, автофокусировка



Рис. 8. Зависимость толщины слоя Au от точки сканирования. Сканирование проведено по линии с шагом 0,5 мм, диаметр коллиматора 0,6 мм

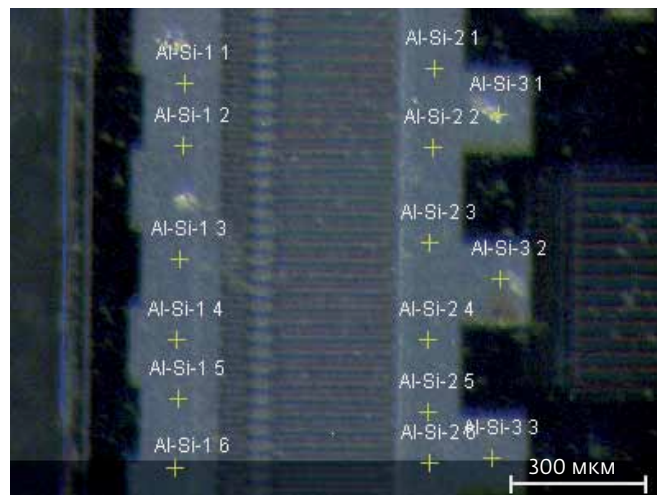


Рис. 9. Анализируемый образец – печатная плата

в точке, количество измерений в одной точке, пауза между измерениями, сохранение изображения области измерения (M1 Mistral / M4 Tornado);

- построение карт покрытий с высоким пространственным разрешением (~25 мкм) (M4 Tornado).

Рассмотрим несколько примеров, демонстрирующих возможности метода рентгеновской флуоресценции.

Первый пример – анализ золотого (Au) покрытия (рис. 7, 8) с помощью спектрометра M1 Mistral. Чтобы проверить, нарушен ли контакт, выполнили автоматизированное сканирование толщины по линии вдоль анализируемого объекта. В одной из точек было



Рис. 10. Зависимость толщины слоя от точки сканирования. Сканирование проведено по линии с шагом 150 мкм, диаметр пятна фокусировки (поликапиллярная оптика) 25 мкм