

Fachaufsatz

XRF-Schichtdickenmessungen im Grenzbereich

Über die vergangenen Jahrzehnte hat sich die XRF-Technologie (insbesondere die energiedispersive oder ED-XRF-Technologie) durch signifikante Weiterentwicklungen der verwendeten Komponenten in zunehmendem Maße in der industriellen Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle nachhaltig etabliert. Dabei profitieren insbesondere galvanische und vakuum- bzw. plasmagestützte Beschichtungsprozesse vom ED-XRF-Messverfahren als zerstörungsfreie Prüfmethode, da diese einen sehr breiten Elementbereich und einen weiten Schichtdickenbereich abdeckt. Hier gehen die Anwendungen von der reinen Dickenmessung über die Legierungsanalyse und die Spurenanalytik bis hin in die Lösungsanalyse von metallischen Ionen in einem Elektrolyten.

Basierend auf einem Fundamentalparameteransatz¹ kann sowohl referenzfrei als auch standardbasiert die Schichtdicke elementabhängig vom Nanometerbereich bis in den zweistelligen Mikrometerbereich mit sehr hoher Präzision erfasst werden. Analysen von Mehrkomponentenlegierungen und die Kombinationen von Schichtdickenmessungen und Legierungszusammensetzung sind ebenfalls realisierbar.

Die Firma Helmut Fischer GmbH bietet zum Beispiel ED-XRF-Geräte an, die mithilfe einer speziellen Röntgenoptik (Polykapillaroptik) Schichtdickenmessungen und Materialanalysen an kleinen Strukturen und Bauteilen erlauben. Diese Art der Messung von Schichtsystemen auf Leiterbahnen, Kontakten, Leadframes und Wafern finden insbesondere für die Bestimmung von funktionalen dünnen und sehr dünnen Schichten (< 100 nm), zum Beispiel in der Elektronik- und Halbleiterindustrie, Anwendung. Hier sind insbesondere die Messung von elektrischen Kontaktschichten und Kontaktschichtsystemen zu nennen, wie beispielsweise die etablierten ENIG²-, ENEPIG³-Systeme, bei denen die Gold-Palladium- und Nickelschichten sowohl Dickenspezifikationen als auch gewissen Anforderungen in der NiP-Zusammensetzung erfüllen müssen, um langjährige Zuverlässigkeit zu garantieren⁴.

Durch die (Teil-)Automatisierung der genannten XRF-Messungen in Form von Ko-



Abb 1: ED-XRF-Gerät Fischerscope® X-RAY XDV-µ

ordinaten-Programmierung von Linienscans oder Flächenscans ist es möglich, mikroskopische Analysen der Dickenhomogenität und der Zusammensetzung von Legierungen zu erhalten. Dies eröffnet neue Möglichkeiten in Materialentwicklung, Zuverlässigkeitsanalysen und Effizienzsteigerung von funktionellen Mehrschichtsystemen, wie beispielsweise Energiespeichern, Solarzellen, Brennstoffzellen usw. Zudem ist es möglich, geringste Konzentrationen an Schwermetallen wie Pb, Cd, Hg im niedrigen ppm-Bereich zu detektieren, um Elektro- und Elektronikprodukte auf Kompatibilität mit aktuell geltenden Herstellnormen zu überprüfen (zum Beispiel RoHS 2 EU-Richtlinie 2011/65/EU)⁵.

ED-XRF Gerätekomponenten

Die Kombination von hochbrillanten Mikrofokus-Röntgenquellen, hochsensiblen SDD- (Silicon Drift Detector)-Halbleiterdetektoren mit den erwähnten Polykapillaroptiken bietet eine bis dato nicht erreichbare Empfindlichkeit und simultan eine hohe Anregungsintensität in industriellen Analysegeräten. Das enorme Potenzial der Polykapillär-Röntgenoptiken in Verbindung mit den hochempfindlichen Halbleiterdetektoren erlaubt hohe Zählraten von mehreren 100 kcps und somit eine bislang unerreichte Präzision von Schichtdicken- und Legierungsergebnissen auf Messflecken mit einem Durchmesser von deutlich unterhalb 100 µm bis hin zu Messflecken von etwa 10 µm. Die Optiken basieren auf dem Effekt der äußeren Totalreflexion an der inneren glatten Oberfläche von

Glaskapillaren. Der Grenzwinkel der Totalreflexion ist von der Energie des Röntgenstrahls, der Dichte des reflektierenden Materials und der Rauheit der reflektierenden Oberfläche abhängig. Da Glas eine sehr geringe Rauheit aufweist, ist es ein effizienter Werkstoff zur Herstellung von Hochleistungs-Röntgenkapillaroptiken. Die Röntgenkapillarlinsen von Helmut Fischer werden neben µXRF auch für µXRD (Mikrodiffraktometrie) und im Rasterelektronenmikroskop eingesetzt.



Abb. 2: Polykapillar-Röntgenoptiken

Durch die hohe energetische Auflösung und die breite spektrale Empfindlichkeit der SDD-Chips im einstelligen und unteren zweistelligen keV-Bereich ist es möglich, Elemente von Al(Z=13) bis U(Z=92) in Atmosphärenumgebung quantitativ zu erfassen. Durch die Wahl des entsprechenden Primärfilters kann die spektrale Anregung element-spezifisch optimiert werden. Durch die Kombination dieser Hochleistungskomponenten ist es möglich, die Qualität und Produktivität im Vergleich zu EDXRF-Vorgängergenerationen, insbesondere auf einer kleinen zur Verfügung stehenden Messfläche, wesentlich zu steigern. Dies soll im Folgenden an Beispielen aus der Praxis hier gezeigt werden.

Polykapillar-Charakteristika

Um die Leistungsfähigkeit der Polykapillaroptiken zu charakterisieren, wird standardmäßig ein Kantenscan durchgeführt. Die Schärfe der abgebildeten Kanten, die durch die Auswertung der Cu-K und der Sn-K- bzw. Sn-L-Signale erfolgt, kann die Spotgröße für die jeweiligen Anregungsbedingungen analysiert werden.

An lithografisch strukturierten (und somit nahezu ideal scharfen Materialkanten einer Sn/Ni/Cu-Struktur auf Si-Wafer) wurden Kantenscans an einem XDV-µ mit halo-

im Grenzbereich

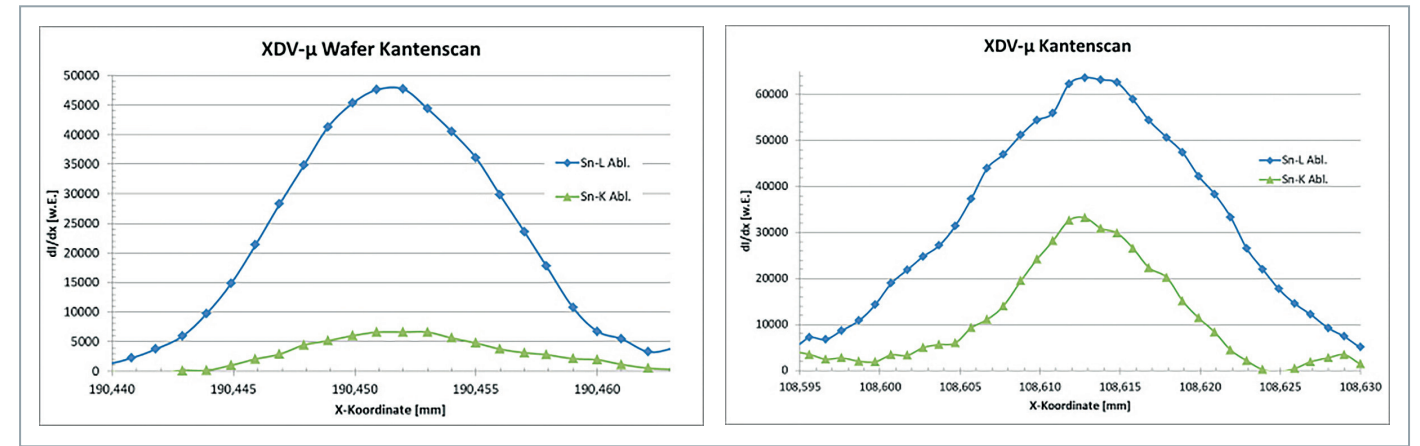


Abb. 3: Sn-K/Sn-L-Kantenscans einer halofreien 10-µm-(XDV-µ-Wafer)- und einer halofreien 20-µm-(XDV-µ)-Polykapillare

freier 20-µm-Polykapillaroptik sowie an einem XDV-µ-Wafer-Gerät mit halofreier 10-µm-Polykapillaroptik durchgeführt. Die Auswertung der Scans in Form der Ableitung der Kurven ist in Abbildung 3 gezeigt. Der Intensitätsverlauf der Sn-L- und Sn-K-Kanten ergibt, dass die gemessene Fluoreszenz-Intensität der Sn-K(Sn-L)-Linien eine Spotgröße von etwa 17 µm (20 µm) für das XDV-µ-Wafer-Gerät mit halofreier 10-µm-Polykapillaroptik und etwa 20 µm (32 µm) für das XDV-µ (90 Prozent

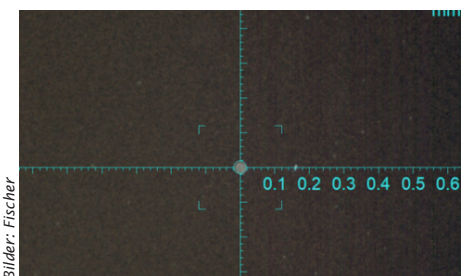


Abb. 4: 35 µm große runde Sn-Ni-Cu-Bump-Struktur auf Si-Wafer

Intensität innerhalb des Durchmessers) nahelegt. Durch geeignete Positionierung mittels eines präzise angesteuerten X/Y-Tisches ist somit die Vermessung von mikroskopischen Strukturen in dieser Größenordnung möglich.

Sn- und SnAg-Bumps

Für die Realisierung von 3D-Packaging-Lösungen ist in der Aufbau- und Verbindungstechnik im Zuge der zunehmenden Miniaturisierung, Reduktion der Leistungsaufnahme und simultaner Leistungssteigerung die Herstellung von zuverlässigen 3D-Interconnects relevant. Diese Strukturen werden üblicher-

weise mittels Lithografieverfahren und Electroplating hergestellt. Dabei unterscheiden sich die Bumps je nach Generation und Anwendung in der Größe sowie in der Abfolge von einzelnen Schichten. In der Regel werden hier Pb-freie Materialien wie Sn oder SnAg Lote neben Cu und Ni eingesetzt, um diese elektrischen Kontakte herzustellen.

Die in Abbildung 4 gezeigte Sn-/Ni-/Cu-/Si-Wafer-Struktur ist mit einem XDV-µ mit halofreier 20-µm-Polykapillare gemessen. Im Rasterelektronenmikroskop wurden Schichtdicken von etwa 3 µm für die Sn-Schicht bzw. 0,9 bis 1,0 µm für die Ni-Schicht gefunden.⁷ Diese Daten können bei korrekter Positionierung des Spots und Kalibrierung mit passenden Standards hier mit $d(\text{Sn}) = (2,99 \pm 0,02) \mu\text{m}$ und $d(\text{Ni}) = (0,90 \pm 0,01) \mu\text{m}$ einwandfrei bestätigt werden. Die erreichbare

Präzision für die Sn- und die Ni-Schichtdicke ist in Abbildung 5 dargestellt.

Zu erkennen ist der erwartete Zusammenhang, dass die relative Standardabweichung mit der Wurzel aus der Messzeit abnimmt. Dies ist sowohl für die Sn- wie auch für die Ni-Schicht als Fit mit den zugehörigen Proportionalitätsfaktoren im Bereich der untersuchten Messzeiten von 1 s bis 80 s in Abbildung 5 dargestellt. Die vergleichsweise bessere Präzision der Sn-Schicht im Vergleich zur Ni-Schicht resultiert aus der Absorption der Ni-Fluoreszenz durch die Sn-Deckschicht. Analog können auch SnAg-Schichten gemessen werden, wobei der Ag-Anteil im Bump mitbestimmt werden kann. Diese Messaufgabe ist aufgrund der Kombination von Schichtdickenmessung und Konzentrationsbestimmung jedoch deutlich komplexer. ■■■

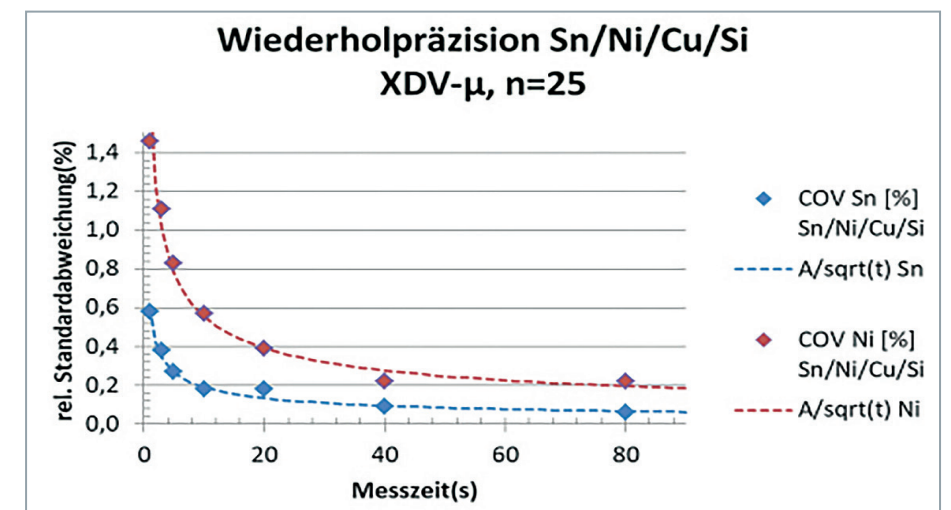


Abb. 5: Wiederholpräzision an Sn-/Ni-/Cu-Struktur auf Si-Wafer

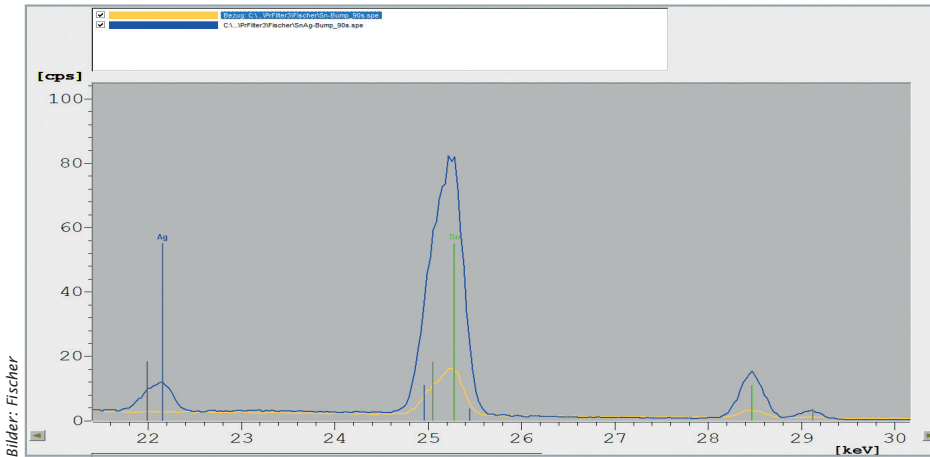


Abb. 6: Spektren von Sn-/Ni-/Cu-/Si- und SnAg-/Ni-/Cu-/Si-Proben

■ ■ ■ Abbildung 6 zeigt Spektren eines Sn-Bumps (gelb) sowie eines SnAg-Bumps (blau). Durch den metallurgisch bedingten niedrigen Silberanteil in der Legierung und die etwas schwächere Transmission der Polykapillaroptiken im höheren Energiebereich ist das Ag-K-Signal zumeist eher intensitätsschwach und die Auswertung der SnAg-Legierungszusammensetzung somit sehr anspruchsvoll.

Die mit einem XDV- μ erreichbare Wiederholpräzision ist in Abbildung 7 gezeigt. Hier wurde an SnAg-Bumps mit einem Durchmesser von unter 100 μ m simultan die Wiederholpräzision der Schichtdicke und des Ag-Anteils (hier etwa 2,5 Prozent) gemessen und die

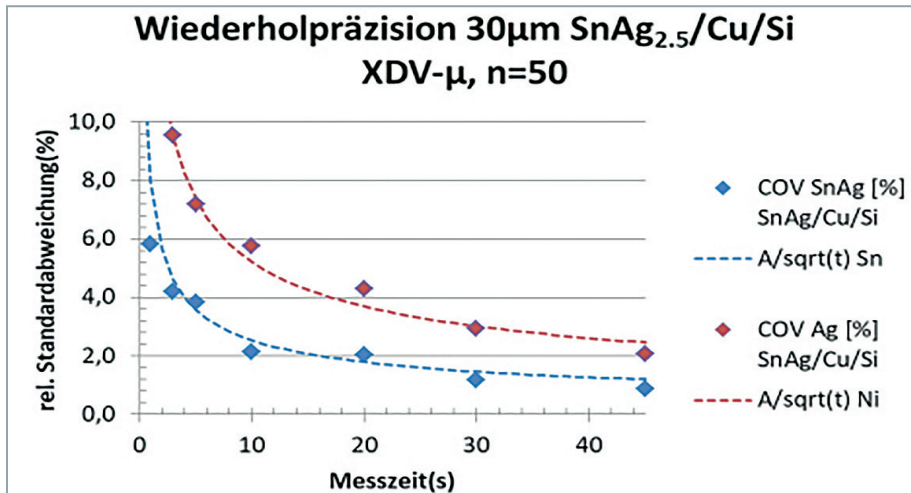


Abb. 7: Wiederholpräzision an SnAg_{2,5}-/Cu-Struktur auf Si-Wafer

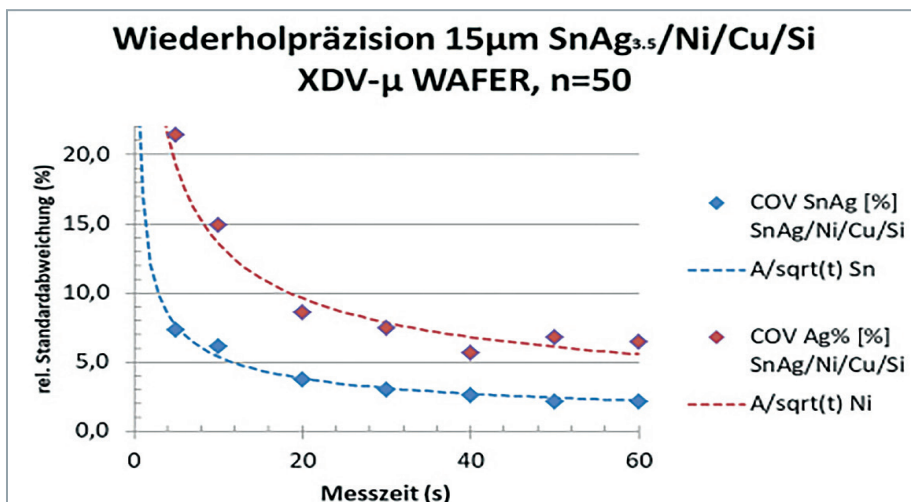


Abb. 8: Wiederholpräzision an 30 μ m SnAg_{3,5}-/Ni-/Cu-Bumps

Werte in Abhängigkeit der Messzeit als Graph geplottet. Es ist zu erkennen, dass bei einer Messzeit von 30 s eine Präzision der SnAg-Schichtdicke von 1 Prozent und eine Präzision des Ag-Legierungsanteils von etwa 3 Prozent erreichbar ist. Dies entspricht bei einem Ag-Anteil von 2,5 Prozent einem absoluten Fehler von < 0,1 Prozent im Silbergehalt.

In Abbildung 8 sind die Daten zur Wiederholpräzision an 15 μ m dicken SnAg_{3,5}-Bumps gezeigt, gemessen auf einem XDV- μ -Wafer-Messgerät, das eine 10- μ m-Polykapillaroptik besitzt. Die Werte sind analog zur Abbildung 7 in Abhängigkeit der Messzeit als Graph aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass bei einer Messzeit von $t = 40$ s eine Präzision der SnAg-Schichtdicke von < 2,5 Prozent und eine Präzision des Ag-Legierungsanteils von etwa 6 Prozent erreichbar ist. Dies entspricht bei einem Ag-Anteil von 3,5 Prozent in der Legierung einem absoluten Fehler von 0,2 Prozent im Silbergehalt.

Mithilfe der Bilderkennung, die in der WinFTM-Software⁸ als optionales Paket integriert ist, ist es überdies möglich, eine Vielzahl von Bumps mithilfe eines XDV- μ - oder XDV- μ -Wafer-Messgerätes innerhalb von kürzester Zeit vollautomatisch sowohl im Hinblick auf die Schichtdicke wie auch auf die SnAg-Legierungszusammensetzung zu charakterisieren. Dazu können Koordinaten auf dem Substrat programmiert werden, die exakte Positionierung auf der Struktur wird dann mithilfe der Bilderkennung vorgenommen.

Das präsentierte Beispiel zeigt eindrücklich die Möglichkeiten auf, durch Analyse der Schichtdicke und der Beschichtungs-Homogenität hochpräzise Qualitätskontrollen auf mikroskopischen Strukturen vorzunehmen, um reproduzierbar, kosteneffizient und ökologisch zukunftsorientiert zu produzieren.

Dr. Cay-Uwe Pinnow

Literatur

- ¹ V. Rößiger, B. Nensel, Analyse von Schichtdicken mit Röntgenfluoreszenz, Jahrbuch Oberflächentechnik, Eugen G. Leuze Verlag KG, Bad Saulgau 2004, 195-225
- ² <https://www.ipc.org/TOC/IPC-4552A.pdf>
- ³ <https://www.ipc.org/TOC/IPC-4556.pdf>
- ⁴ S. Dill, V. Rößiger, Schichtdickenmessung dünner Gold- und Palladiumschichten auf Leiterplatten mit Röntgenfluoreszenz, Galvanotechnik 5/2010, 999, Eugen G. Leuze Verlag KG, Bad Saulgau
- ⁵ <https://www.ce-richtlinien.eu/rohs-richtlinie-zur-beschaerung-der-verwendung-bestimmter-gefaehrlicher-stoffe-in-elektro-und-elektronikgeraeten/>
- ⁶ <https://de.wikipedia.org/wiki/Flip-Chip-Montage>
- ⁷ M. Bremekamp, Energiedispersive Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse technischer Mikrostrukturen, Dissertationsschrift Berlin (2017), 100
- ⁸ WinFTM Software V.6, Helmut Fischer GmbH