

# XRF 在外壳镀层厚度测试中的正确应用

邱忠文, 黄代会

(中国电子科技集团公司 第二十四研究所, 重庆 400060)

**摘 要:** 介绍了在外壳检验中, 应用 X 射线荧光光谱法(XRF), 对外壳的镀涂层厚度进行测试; 探讨了金属外壳镀镍涂层厚度的测试方法; 论述了应用 X 射线荧光光谱法正确测量外壳镀层的方法。

**关键词:** X 射线荧光光谱法; 厚度测试; 金属外壳; 电镀; 化学镀

**中图分类号:** TN405.94

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1004-3365(2006)04-0526-03

## Application of XRF to Coating Thickness Measurement of Metal Cases

QIU Zhong-wen, HUANG Dai-hui

(Sichuan Institute of Solid-State Circuits, China Electronics Technology Group Corp., Chongqing 400060, P. R. China)

**Abstract:** Measurement of coating thickness in the proof-test of IC packages and metal cases using X-Ray Fluorescence (XRF) spectrometry is described. Methods for measuring thickness of plated nickel coatings on metal cases are discussed, and proper procedures for measurement of coatings on metal cases using XRF spectrometry are dealt with.

**Key words:** XRF; Metal case; Thickness measurement; Electroplating; Chemical plating

**EEACC:** 0170J

## 1 引 言

应用于专用电子设备的特殊集成电路和小整机的外壳, 应该具有耐受各种恶劣环境的能力, 并保护内部电路正常工作。对应用于恶劣环境的特殊装备的外壳的防腐性能, 在各种国家标准和行业标准中都有相应的试验来进行考核。外壳的抗腐蚀能力与外壳镀涂层的质量有着直接的关系, 其中最重要的一点就是镀涂层的厚度。

## 2 X 射线荧光光谱法测量原理

镀层厚度测试的方法分为有损测试和无损测试两大类。X 射线荧光光谱法(XRF)属于无损测试方法中的一种。XRF 的基本原理是, 当来自 X 射线管具有足够能量的初级 X 射线与试样中的原子发生碰撞, 并从该原子中逐出一个内层电子时, 在此壳层就形成一个空穴, 随后由较外层的一个电子跃迁来填充此空穴; 同时, 发射出二次 X 射线光电子, 即荧

光 X 射线。光子的能量等于完成两个壳层之间跃迁的能量差, 即该原子的特征 X 射线。根据探测该元素特征 X 射线的存在与否, 可以进行定性分析; 而其强度的大小可作定量分析。鉴于高灵敏度和多用途的要求, XRF 定量分析多采用高功率的封闭式 X 射线管为激发源, 配以晶体色散法和高效率的正比计数器和闪烁计数器, 并用计算机进行程序控制、基体校正和数据处理, 具有准确度高、分析速度快、试样形态多样性、非破坏性等特点。

X 射线荧光分析法是一种测量样品产生的 X 射线荧光强度, 然后与标准样品的 X 射线强度进行对比的比较方法。许多 X 射线荧光光谱仪均带有基本参数法分析软件。软件对多种分析对象都已经过标准合金样品或纯金属样品的校准与校正, 有关参数已包括在其中, 用户无需制备标准样品, 即可直接进行分析。这种分析软件称为无标样分析法。无标样分析为测试带来了极大的方便, 但同时也带来了不确定的较大误差。X 射线荧光分析是一种表面分析, 其作用深度视元素分析线的波长而定。图 1 是 X 射线荧光光谱仪的工作原理图。

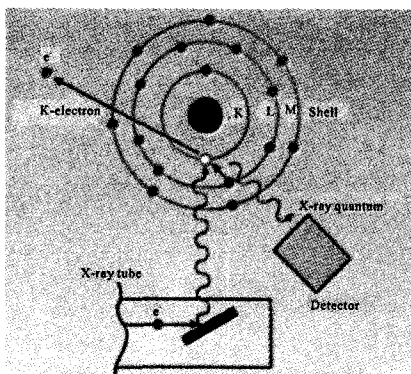


图 1 X 射线荧光光谱仪的工作原理图

### 3 混合集成电路外壳的镀层结构

由于电镀工艺本身的要求和混合集成电路使用过程中的各种要求,混合集成电路外壳的镀层是一种多层结构。常用的典型结构如图 2 所示,在基体金属上有一层镀层,然后又有第二层或第三、四层镀层。镍层的镀涂在工艺上采用两种方法:电镀和化学镀。其中,电镀的镀涂层是镍的纯元素,而化学镀则是镍磷合金。外壳的抗腐蚀能力是多层镀涂层共同作用的结果。

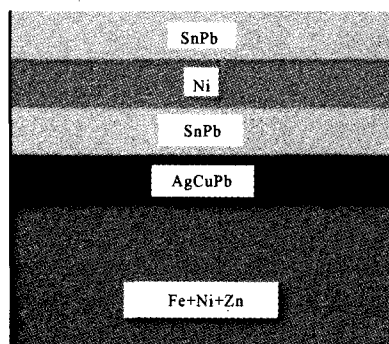


图 2 多层镀层结构图

## 4 镀镍层厚度的正确测试

### 4.1 测试程序

首先,对所选用的测试程序进行确认,方法是使用标准片进行校准测试。进行测试时,在同样的条件下至少重复测试 5 次,根据测试数据,计算其平均值  $\bar{x}$  和标准偏差  $S$ 。如果平均值  $\bar{x}$  与  $x_{sp}$  (标准片的公称值)之差大于标准偏差  $S$  的 4 倍,即  $|\bar{x} - x_{sp}| > 4S$ ,则必须对所使用的测试程序进行调校,使测试程序处于正常状态,然后再进行下一步测试。

### 4.2 不同基体材料的差异

由于大部分金属外壳采用铁、铁镍或铁钴镍(可

伐)作为基体材料,因此,在测量其镀镍层厚度时,需要考虑到不同基材的差异,因为在基材中可能含有镍。根据 X 射线荧光法的测试原理,基体材料中的镍也会被激发而产生相应的特征谱线,从而被计数器接受计数,则基体金属中的镍也会被计算在镀镍层的厚度之中,这会使测量产生较大的差错。表 1 是对同一样品采用铁、铁镍或铁钴镍(可伐)作为基体金属材料进行修正后得到的测试结果。

表 1 不同基体金属修正测试结果

修正金属	铁	铁镍	铁钴镍(可伐)
测试厚度/ $\mu\text{m}$	4.75	3.33	2.99

从表中数据可以看出,样品的基体材料如果弄错,测试的结果就会发生错误。因此,测试一个样品时,首先要搞清楚样品的基体金属材料,把基体材料中对镀层厚度有干扰的部分扣除掉;采用正确的基体金属材料对测试的程序进行修正,从而得到正确的测试结果。

### 4.3 不同测试程序的差异

镀涂层主要是镍层的金属混合集成电路外壳,采用 X 射线荧光光谱法得到的是总镍层的厚度,电镀和化学镀镍的测试程序(测试参数设置)不同。表 2 是对电镀镍的外壳采用两种测试程序测试的结果。

表 2 采用不同测试程序的测试结果

测试点	测试程序	
	电镀	化学镀
测试点 1 厚度/ $\mu\text{m}$	6.40	8.72
测试点 2 厚度/ $\mu\text{m}$	5.36	7.35
测试点 3 厚度/ $\mu\text{m}$	4.90	6.66
测试点 4 厚度/ $\mu\text{m}$	4.37	5.83

从表 2 数据中可以看出,选择不同的测试程序,对测试结果的差异影响较大。所以,在测试镀镍金属外壳时,首先需要了解镀层的类型。

对于完全采用电镀镍的外壳,在测试中仅需要排除基体金属的干扰,就可以得到总的镍层厚度。在先进的镀层厚度测试仪器中,一般都有方便的排除基体金属干扰的方法,通常采用基材修正的方法实现。而对于化学镀镍,情况就比较复杂了。化学镀的镀层是镍磷合金,而在化学镀镍之前,需要在基体金属上电镀一层薄薄的镍层(0.4~1.5  $\mu\text{m}$ )。这一镍层的存在会干扰对镀层厚度的准确测试,因为这一薄镀层是镍的纯元素。在两类镀层中,相同厚度的镀层中,镍的含量是不相同的。由前面 X 荧光

测试原理可知,在 X 荧光分析中被激发的原子的数量不同,而比例计数器得到的计数也不同。如果对这样镀层结构的外壳采用同一个测试程序而不加以修正的话,将会引起偏差。

如果按照测试镍磷的参数设置进行测试,将会使测试的结果变大。要消除此电镀镍层的影响,可以简单地将镀底镍的外壳一起作为基体金属加以排除。但是,在实际测试中,要获得这样的基体样品往往是很困难的,但还是可以利用上面的结果进行指导。如果实际测试结果在下限临界值,可以确定这样的镀层厚度不能满足要求;如果测试结果在上限临界值,则镀层厚度符合要求。

## 5 测试位置的选取

对金属外壳外表面镀层厚度的测试,其位置的选取也需要有所考虑。表 3 给出电镀外壳和化学镀外壳外表面镀层厚度分布的测试数据。

表 3 不同测试程序中测试位置与测试厚度的关系

测试位置	测试程序	电镀镀层	化学镀镀层
		厚度/ $\mu\text{m}$	厚度/ $\mu\text{m}$
左           ↓ 右		9.44	9.56
		9.05	8.26
		8.38	6.79
		8.26	6.66
		8.08	6.58
		7.91	6.54
		8.11	6.40
		8.41	6.59

由表 3 得到图 3 和图 4 (其中纵坐标是厚度值,横坐标是从左到右的位置)。从表 3 和图 3、4 可以看出,电镀镍层厚度的分布是有规律的,从外壳表面的边缘到中心,其厚度值是递减的。也就是说,在外壳表面的中心位置,其镀层的厚度是最薄的,这是由于电镀厂家目前的电镀工艺水平造成的。外壳的防腐能力是对整个外壳而言,外壳的腐蚀也是从镀层最薄的地方开始的。因此,测试镀层的厚度时,需要着重考虑选取最薄的地方进行测试,故测试时应选取中间部位测试外壳镀层的最小值。从表中还可以看出,电镀镍和化学镀镍的均匀性是不同的。化学镀镍从原理上来说应该还是比较均匀的,但从表 3 可以看出,其镀层厚度与电镀镍有相似的规律,只不过其变化的幅度较小。我们认为,这应该是化学镀镍层下面的电镀镍薄层造成的。

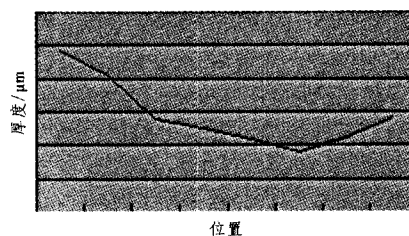


图 3 电镀镀层厚度与位置的关系

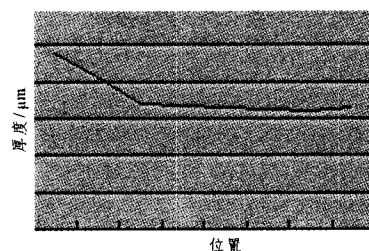


图 4 化学镀镀层厚度与位置的关系

在国家相关标准中,对外壳镀层厚度的范围作出了规定。因此,在外壳验收中,不但要控制外壳镀层的最小值(最薄的地方),还要控制外壳镀层的最大值(最厚的地方)。测试外壳镀层的最大值时,可以选取外表面的边缘部位;对于有较大表面和复杂形状的金属外壳,还必须考虑其镀层的均匀性。

外壳生产厂家在控制镀层厚度范围时,需要改进工艺,提高镀层的均匀性,才能既保证其镀层厚度在标准规定的上下限范围内具有较高的最小镀层厚度,而最大值又不超过上限,从而提高外壳的防腐能力。

## 6 结束语

金属外壳的镀层厚度是防止金属外壳被腐蚀的关键;同时,对金属外壳的封装和金属外壳镀层的结合能力也有重大的影响,因此,需要对金属外壳的厚度进行重点监控,才能保证外壳的质量。

### 参考文献:

- [1] 赵藻藩,周性尧,张悟铭,等. 仪器分析 [M]. 北京:高等教育出版社,2005.
- [2] 陈培榕. 现代仪器分析实验与技术 [M]. 第 2 版. 北京:清华大学出版社,2005.

作者简介:邱忠文(1969—),男(汉族),重庆永川市人,从事集成电路外壳检验和镀层测试分析。