

ТЕХПОДДЕРЖКА

ГОТОВОЕ РЕШЕНИЕ для МАТЕРИАЛОГРАФИЧЕСКОГО И МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Текст: Сергей Максимов,
Александр Фролов



С появлением новых современных материалов – прецизионных сплавов, композитов, керамики, полимеров – такая область как материалография становится незаменимым инструментом контроля качества на промышленных предприятиях, где основное средство контроля – это микроскоп, оптический или электронный.



1
Линия подготовки образцов MTDI

Материалогрaфия – метод контроля и исследования материалов, который дает возможность оценить структуру и химический состав с помощью оптической или электронной микроскопии при различном увеличении для прогнозирования поведения материалов в эксплуатационных условиях. Метод позволяет выявить дефект, нарушающий сплошность материала; определить химические неоднородности, неоднородности вследствие термической и химико-термической обработок. Материалогрaфические исследования – это сложный, трудоёмкий процесс, состоящий из нескольких этапов, среди которых один из основных – подготовка образцов.

На рынке сегодня представлен ряд известных производителей оборудования для подготовки образцов: Buehler, Struers, Allied, поставщики которых на протяжении десятилетий делили эту область. Но ООО «Остек-АртТул» решил создать здоровую конкуренцию поставщикам мировых производителей, подписав эксклюзивный контракт с корейской компании MTDI.

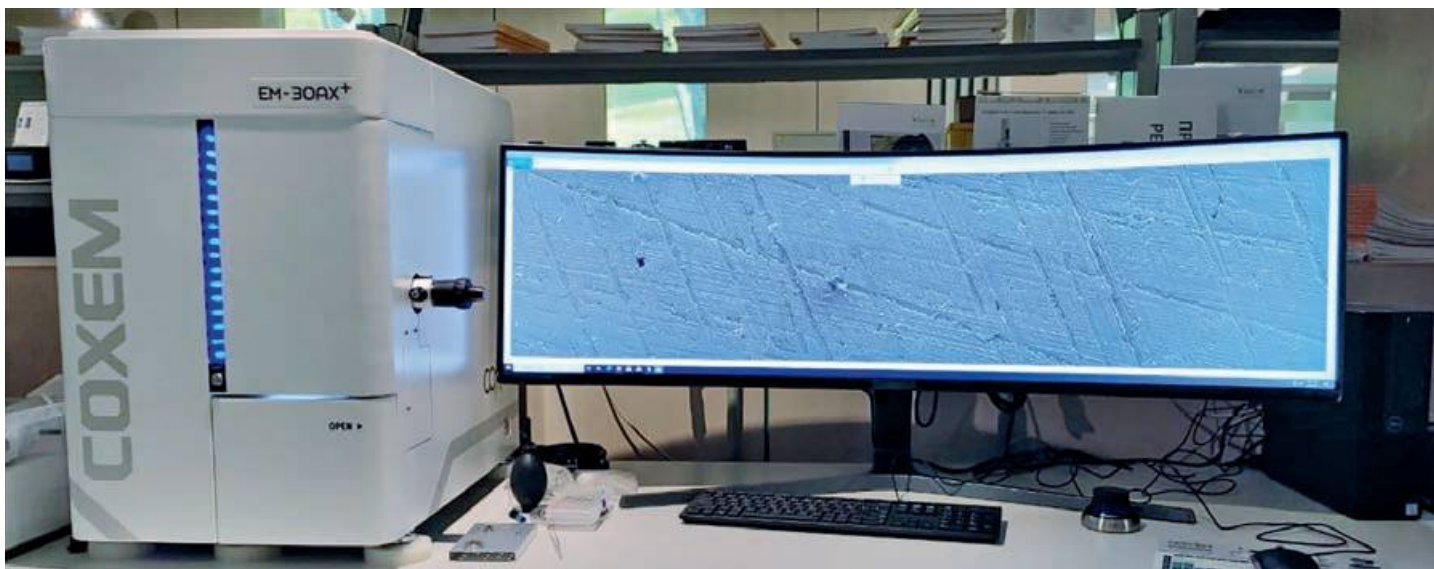
MTDI сегодня – это симбиоз научных изысканий, серьёзной производственной базы и безупречной репутации на азиатском рынке. Компания производит оборудование высокого класса для подготовки образцов при материалo- и металлографических исследованиях. Также одним из стратегических шагов развития стало подписание контракта на эксклюзивные права с корейской компанией Сохет, разрабатывающей и производящей сканирующие электронные микроскопы. Такое российско-корейское сотрудничество имеет ряд значительных преимуществ: помимо высокого качества оборудования важны стоимость, которая значительно ниже, чем у европейских производителей, отсутствие каких-либо ограничений на поставку, специальные программы для образовательных и научно-исследовательских учреждений. Все это привело к решению открыть специализированную лабораторию подготовки и исследования образцов для материалогрaфии.

На момент зарождения этой идеи и начала приобретения оборудования всемирная организация здравоохранения (ВОЗ) объявила о пандемии – закрывались предприятия, сократилось логистическое сообщение между государствами, вводились различные ограничения. Но несмотря на эти трудности логистический центр ГК Остек смог организовать своевременную доставку оборудования, доказав свою способность работать в любых условиях.

Лаборатория получила мощную аналитическую базу, а высококлассные специалисты в области подготовки образцов, технической микроскопии и аналитического оборудования могут решать любую задачу в области металлографической и материалогрaфии.

Перечень оборудования, установленного в лаборатории:

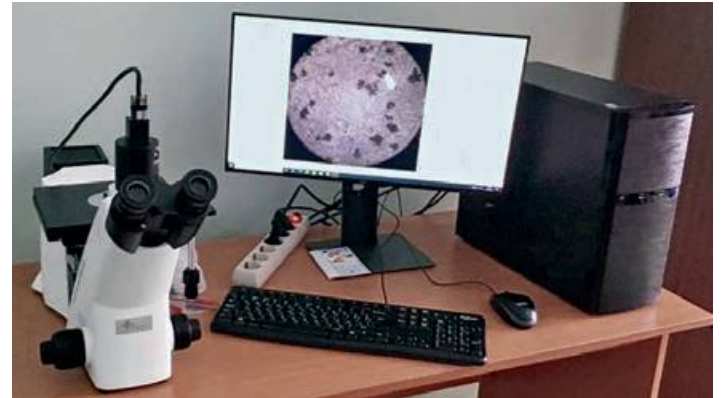
1. Линия подготовки образцов MTDI (рис 1)
 - › Напольный отрезной станок Kanta – данное оборудование позволяет проводить рез крупногаба-



2
Растровый электронный микроскоп Сохет с ЭДС



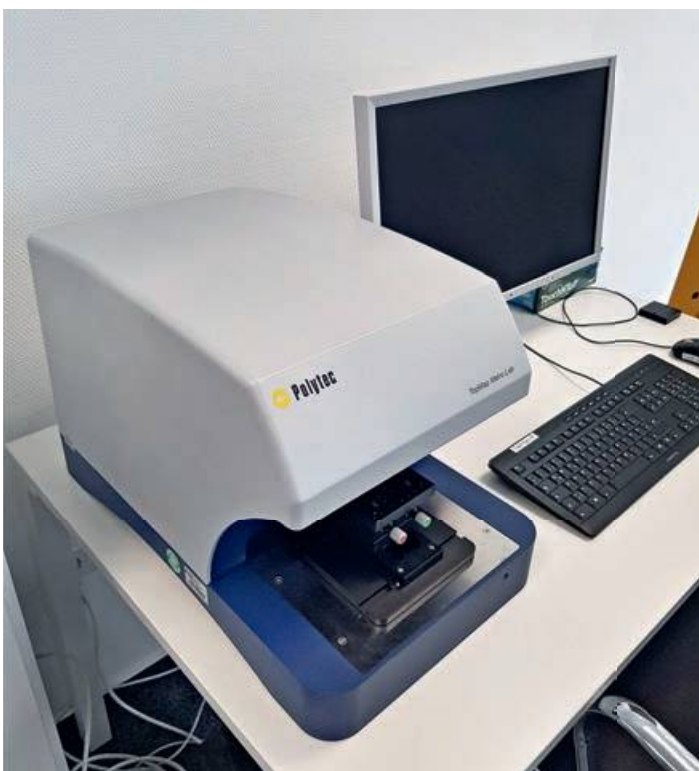
3
Цифровой исследовательский микроскоп высокого разрешения Nirox



4
Металлографический комплекс OMOS

ритных деталей: металлических болванок, труб, прутков и т.д.

- › Настольный прецизионный отрезной станок Daimo – для прецизионного реза печатных плат, ответственных и хрупких деталей.
 - › Автоматический пресс горячей запрессовки – предназначен для запрессовки образцов в смолы с автоматическим контролем параметров.
 - › Автоматический шлифовально-полировальный станок – оборудование для доводки поверхности для дальнейших исследований.
2. Исследовательский комплекс аналитического контроля поверхности и состава материалов



5
Оптический профилометр Polytec

с использованием методов электронной микроскопии и эмиссионной спектроскопии на базе настольного растрового электронного микроскопа Сохет EM30AXN – данный комплекс позволяет получать изображение с разрешением не более 5 нм и проводить химический анализ как по площади, так и в точке от Бора до Америция.

3. Цифровой исследовательский 3D-микроскоп Nirox (рис 3), который является оптимальным оборудованием при использовании в микроэлектронике для исследования фотошаблонов благодаря модульной конфигурации и широкому спектру решаемых задач (совмещает порядка 10 различных оптических приборов). Микроскоп имеет полную моторизацию и увеличение до 10 000x. Латеральное разрешение оптики порядка 0,4 мкм, дискретность по оси Z – 0,25 мкм (шаг двигателя 0,05 мкм). Система HRX-01 – программно-аппаратный комплекс с метрологическим программным обеспечением для 3D-реконструкции микрорельефа в системе точных координат, выполнения плоскостных измерений, плоской и объёмной сшивки изображений, видео- и фотоархивирования данных. Комплекс оснащён всеми современными функциями процессинга изображений и автоматизацией ключевых параметров.
4. Металлографический комплекс OMOS-серии (рис 4) с системой анализа микроструктуры объектов Axalit – современное автоматизированное решение для нужд металлографической лаборатории, одно из лучших в индустрии по соотношению цена/качество. Металлографический комплекс разработан специалистами Остек-АртТул совместно с производителем ПО Аксалит и состоит из трех программно-аппаратных компонентов: микроскоп, камера и программное обеспечение. Компоненты можно гибко варьировать для получения нужного набора функций и стоимости. Комплекс

внесен в Госреестр средств измерений и имеет свидетельство об утверждении типа средств измерений RU.C.27.005.A №69794, наименование «Система анализа микроструктуры объектов AXALIT», регистрационный номер 71098-18.

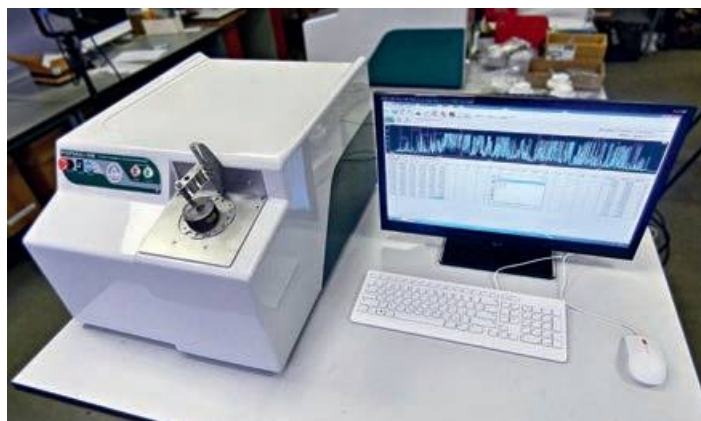
5. Оптический профилометр Polytec (рис 5) – компактное устройство для измерения топографии поверхности в нанометровом разрешении, позволяет измерять параметры шероховатости (Ra, Rz, Sa, Sz и др.), определять формы, высоты ступенек. Высокую точность измерений обеспечивает классический интерферометр Майкельсона, сканирование по оси Z в диапазоне от 0 до 70 мм с шагом 2,72 нм.
6. Портативные анализаторы металлов и сплавов SciAps серии X и Z (рис 6). Это два разных по физическому принципу работы анализатора, которые отлично дополняют друг друга при проведении анализа. Серия X – классическая рентгенофлуоресцентная спектрометрия, неразрушающий контроль, определение элементов от магния до урана. Есть калибровки: сплавы, драгоценные металлы, почвы/геохимия. Серия Z – лазерная оптико-эмиссионная спектрометрия, диапазон качественного измерения от водорода до урана, при количественном измерении от бериллия до урана. Возможность определения легких элементов, таких как углерод, что позволяет сортировать стали и идентифицировать марки сплавов.
7. Стационарный оптико-эмиссионный спектрометр СПАС-05 (рис 7) отечественного производства является оптимальным решением для тех, кому нужны быстрота анализа, высокие технические характеристики, надежность и высокая точность результатов определения полного элементного состава металлопродукции при минимальных затратах на покупку, внедрение и эксплуатацию прибора. Область применения: заводские аналитические лаборатории металлургических и машиностроительных предприятий; экспресс-анализ сплавов по ходу плавки в цехах; идентификация марки сплава на складах; научно-исследовательские и образовательные учреждения.
8. Рентгенофлуоресцентный толщиномер покрытий Р серии производства Bowman (рис 8) – универсальное аналитическое устройство для контроля металлических покрытий в полупроводниковом производстве, гальванике до пяти слоев одновременно. Прибор может работать как анализатор химического состава материалов в жидком и твердом состоянии.

Все представленные в лаборатории приборы позволяют производить полный цикл подготовки образцов и выполнять последующий анализ.



6

Портативные анализаторы металлов и сплавов SciAps



7

Оптико-эмиссионный спектрометр СПАС-05



8

Рентгенофлуоресцентный толщиномер покрытий Р серии

Пример из практики

В качестве примера работы лаборатории приведем результаты испытаний, проведенных для заказчика, который запланировал приобретение оборудования подготовки образцов и сканирующего электронного микроскопа.

ТЗ: исследование печатной платы на выявление разрывов между выводами после проведения электрических испытаний, исследование дефектов металлизации в переходных отверстиях печатной платы.

Протокол испытаний № 1111 от 06.04.2021 г

Образцы:

Участок	Элементы	ТЗ
1	п/плата; разрыв между выводами	дефекты металлизации
2	п/плата; разрыв между выводами	в переходных отверстиях

МЕТОД АНАЛИЗА

Для формирования электронно-микроскопического изображения использовались сигналы вторичных и отражённых электронов (ВЭ, ОЭ), позволяющие получить соответственно морфологический и композиционный контраст изображения. В ОЭ контраст изображения определяется изменением $Z_{cp} = S \cdot C_i \cdot Z_i$, где C_i – концентрация элементов в точке анализа, Z_i – их атомный номер.

Определение элементного состава образцов проводилось методом электронно-зондового микроанализа, который основан на сравнении характеристических рентгеновских спектров анализируемого образца и стандартов известного состава.

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ АНАЛИЗА:

- растровый электронный микроскоп (РЭМ) Сохем EM-30AXN;
- рентгеновский микроанализатор (РМА) энергодисперсионного типа Bruker;
- вспомогательное оборудование для пробоподготовки: станок для прецизионной отрезки образцов Diato-100F, станок для тонкой полировки образцов Fobos-100;
- установка напыления Сохем.

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА:

- РЭМ: ускоряющее напряжение – 30 кэВ, WD=15 мм, ток зонда – 5·10-10А.
- РМА: напряжение – 30 кэВ, ток зонда – 3·10-9 А, время анализа – 100 сек.

ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

Приготовление шлифов включало несколько этапов:

1. Из печатной платы вырезали исследуемые участки на прецизионном малооборотном отрезном станке с тонким алмазным диском.
2. На шлифовальном станке выполнили подгонку рабочих сечений, содержащих контролируемые

участки, до вскрытия соответствующих элементов монтажа (отверстий).

3. Отрезанные кусочки с вскрытыми сечениями установили в форму и залили эпоксидной смолой для пропитки и дальнейшей полировки.
4. Полученную шайбу отшлифовали и отполировали в режиме – SiC: 50 мкм → 30 мкм → 10 мкм; Al₂O₃: 5 мкм → 1 мкм → 0,5 мкм.
5. Полученные таблетки с рабочими образцами покрыли на напылительной установке тонким проводящим С-покрытием (~100Å) для предотвращения зарядки образца и улучшения контраста изображения.

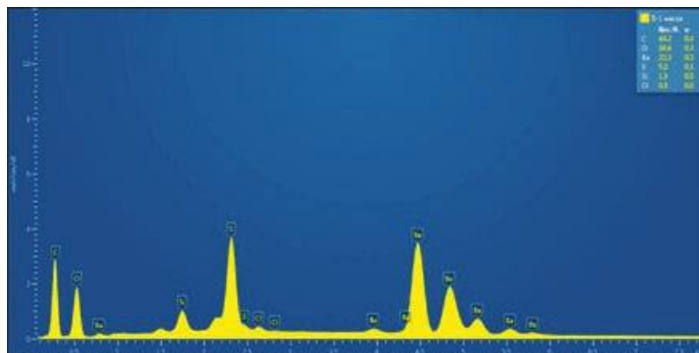
РЕЗУЛЬТАТЫ АНАЛИЗА

Общий вид образцов и принятые в протоколе обозначения (рис 9).

ДАННЫЕ РМА (МАСС. %):

Участок	C	O	Si	S	Cl	Cu	Ba	Ba/S
1		1.7				98.3		
2		3.3				96.7		
маска-ср.	44.4	26.7	1.3	5.2	0.3		22.2	4.3

СПЕКТР МАСКИ



Закключение:

Некоторые отверстия закрыты верхним слоем металлизации, отделяющимся в процессе резки и шлифовки образцов. Они легко удаляются из отверстий с помощью тонкой иголки, несколько из них были специально оставлены, чтобы увидеть продолжение трещин, которые наблюдаются на внутренней поверхности, и убедиться в том, что трещины (где они есть) идут по всему периметру отверстия. В шайбе большая часть этого «квазимусора» из вскрытых каналов удалена.

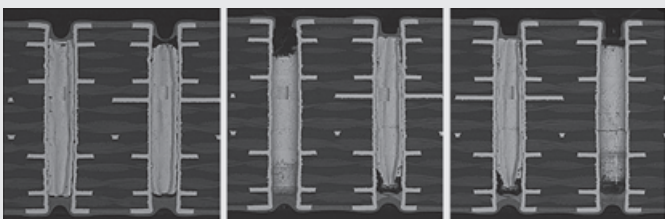
- Медь внутри отверстий частично окислена (O ~ 3 %).
- Толщина металлизации ~25 мкм, толщина маски на плате ~40 мкм.
- Во многих отверстиях наблюдаются сквозные трещины в металлизации по всему периметру, также металлизация внутри каналов частично отсутствует у верхнего/нижнего краев отверстий на расстоянии 50-100 мкм.



Плата и контрольные участки и

Сечения переходных отверстий на участках I и II. Нумерация п/отв., используемая в протоколе. I-1 – участок I-п/отв.1. II-5 – участок II-п/отв.5

Сечение п/отв. в РЭМ. Обозначения такие же как на снимке слева



Переходные отверстия 8-7. Трещин нет

Переходные отверстия 3-2. Трещины есть

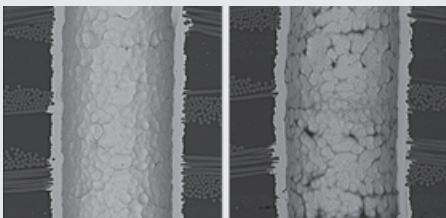
Переходные отверстия 2-1. Трещины есть



п/отв.1: сквозная трещина по всему периметру в

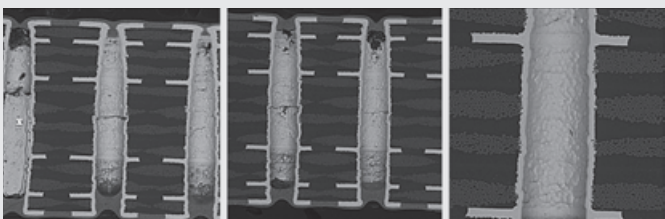
п/отв.2: трещина по периметру в верхней части

п/отв.3: сквозная трещина по всему периметру



п/отв.4: хорошее состояние металлизации

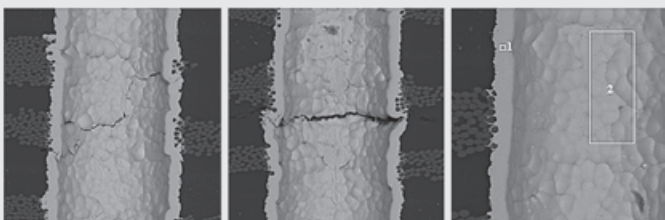
п/отв.5: относительно хорошее состояние металлизации



п/отв.3-2-1: все 3 отв. с разрывами. х – верхняя часть покрытия в канале отверстия

п/отв.7-6: разрывы по периметру

п/отв.5: хорошее состояние металлизации, без сквозных трещин и разрывов



п/отв.1: сквозные трещины по периметру

п/отв.2: широкая трещина по периметру

п/отв.6: хорошее состояние металлизации

Проведённое исследование позволило заказчику пересмотреть технологию производства печатных плат, изменить параметры и в перспективе переоборудовать производственный цех более современным, технологичным оборудованием.

В лаборатории ООО «Остек-АртТул» можно выполнить полный цикл подготовки и последующие визуальный и химический анализы образцов для микро- и радиоэлектроники, а также металлографии. Обладая более чем 15-летним опытом комплексного оснащения центральных заводских лабораторий и научно-исследовательских учреждений, специалисты компании создали решение по комплексному оснащению лаборатории «под ключ».

Приглашаем всех посетить нашу лабораторию для тестовых испытаний на ваших образцах, а также для подбора оптимального решения по соотношению цена/качество.

Обращайтесь в группу технической микроскопии и научно-исследовательского оборудования:

+7 (495) 788-44-44 доб., 6524, 6526, 6527, 6535, info@arttool.ru

