

RoHS-Screening mittels Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)-Geräten

Stationär oder mobil messen?

Entscheidend zur Beantwortung der Frage „RoHS mittels RFA stationär oder mobil messen?“ ist die konkrete Anwendung. Was ist gefragt, schnelles Screening, detaillierte Untersuchung, oder die Kombination aus beidem? Welche Bauteile (Größe, Form, Homogenität) sollen gemessen werden? Können und sollen die Proben zum Labor gebracht werden, oder ist mobil an verschiedenen Orten zu prüfen? Hat man gleichartige Matrixmaterialien oder unbekannte Proben vorliegen? Eine Gefahr durch Röntgenstrahlung geht bei sachgemäßem Umgang von keinem der bei uns eingesetzten Geräte aus. Es empfiehlt sich aber, beide Geräte und Prüfstrategien an geeigneten Proben in Bezug auf die spezifische Anwendung zu evaluieren.

Die seit 1.7.2006 gültige RoHS-Richtlinie (2002/95/EG) verlangt von den betroffenen Herstellern und Importeuren elektrischer und elektronischer Geräte die Einhaltung von Grenzwerten für Blei, Cadmium, Quecksilber, bestimmte organische Bromverbindungen (PBB/PBDE) und sechswertiges Chrom. Für den Nachweis verfügen Prüflaboratorien über RFA-Geräte zum schnellen RoHS-Screening und über nasschemische Verfahren zur Analyse am homogenen Material.

Der Gesetzgeber fordert aber nicht nur die Einhaltung der RoHS-Stoffverbote beim Konstruktionsmuster, sondern setzt auch die Wahrung der Sorgfaltspflicht in der Produktion voraus. RoHS-Zertifikate von Lieferanten bieten zwar einen Basisnach-

weis, sind aber oft unübersichtlich, nach unterschiedlichen Analysemethoden erstellt und in der Masse nicht nachprüfbar.

Viele Firmen ergänzen deshalb ihre Fremdzertifikate durch Stichproben im Wareneingang und an Lagerbeständen. Dabei kommt speziell die schnelle und kostensparende RFA-Methode gemäß DIN EN 62321 (Entwurf) zur Anwendung. Hierfür stehen stationäre und mobile RFA-Geräte zur Verfügung. Der hier vorliegende Erfahrungsbericht soll die Eignung und die spezifische Anwendung beider Geräte-Typen näher beleuchten und potenziellen Anwendern eine Entscheidungshilfe geben.

Die Erfahrung zeigt's

Die Prüfinstitut Hansecontrol GmbH in Hamburg hat schon frühzeitig, im Spätsommer 2005, damit begonnen, sich für Ihre Kunden aus Import und Handel von Gebrauchsgütern gerätetechnisch auf die seit 1.7.2006 geltenden RoHS-Beschränkungen einzustellen. Die Fähigkeit zur chemischen Analyse von Cd, Hg, Pb, Cr-VI, PBB und PBDE war von Anfang an gegeben. Für das schnellere RFA-Screening waren es schließlich die hohe Mobilität und einfache Bedienphilosophie des Niton Xlt 797, die Hansecontrol dieses Gerät beschaffen ließen. Wie sich immer wieder bestätigt, ist es für ein Prüflabor unerlässlich, beide Verfahren gemäß der nun als Entwurf vorliegenden Norm E DIN EN 62321 durchzuführen.

Durch chemische Vergleichsanalysen konnte das Prüflabor feststellen, dass das Niton-Gerät die vorgesehene 30 %-Prozessgenauigkeit der Norm sicher gewährleistet. Das große Messfenster des Xlt 797 ermöglicht es, u. a. in 1 bis 3 Minuten die erforderliche Genauigkeit in der Zählstatistik zu erreichen. Im Herbst 2006 wurde im Rahmen eines Hardwareupdates von Silber auf Goldanode umgestellt, was die Zählrate noch deutlich erhöhte.

Von Beginn an benutzte man eine abgeschirmte Probenkammer mit Tischhalterung für das Niton-Handgerät, da sich damit das Handling mit kleinen Proben und die Gewährleistung der Strahlenschutzbelege bequemer gestaltet (**Bild 1**). Bis heute werden so über 99 % aller Messungen quasi-stationär erledigt.

Als einschränkend empfand man allerdings bei größeren Strukturen wie Platinen o. ä. die manuelle Probenzuführung und fehlende Bildanzeige und -dokumentation, die eine exakte Positionierung auf bestimmte Punkte der Probe erschwerten. Zudem war die Ortsauflösung des Messflecks von ca. 0,5 cm² zu ungenau für kleinere Proben wie einzelne IC-Pins oder feinere Drähte. Neuerdings wird das Niton-Gerät aber auch als „Small Spot Analyzer“ angeboten, wodurch die Einschränkungen zum Teil überwunden werden.

Dies veranlasste das Prüfinstitut seit Herbst 2006 das stationäre Vollschutzgerät Fisherscope Xdal von Helmut Fischer ergänzend zu betreiben (**Bild 1**). Damit konn-

AUTOREN



Dr. Martin Büscher, Hansecontrol GmbH, D-22179 Hamburg, ist seit 10 Jahren Laborleiter bei Hansecontrol, Leiter des Hartwarenlabs und hat die stellv. Gesamtleitung bei Hansecontrol inne.



Dipl. Physiker Dieter Böhme, Analyticon Instruments GmbH, D-61191 Rosbach v.d. Höhe, ist für Applikations-Unterstützung und Verkauf tragbarer RFA-Geräte für das RoHS-Screening zuständig.

te man die o. g. Einschränkungen lösen. Einen zusätzlichen Mehrwert wurde durch die Möglichkeit gewonnen, Schichtdicken zu messen und somit die Schadstoffkonzentration für homogene Schichten zu bestimmen.

Auf der anderen Seite ist die schnelle und einfache Messprozedur des Niton-RFA mit dem Fischer-Gerät nicht zu realisieren. Der kleinere Fokus des Fischer-RFA von wenigen mm² erfordert zudem 5- bis 10-fache längere Messzeiten im Vergleich zum Niton und der Vorbereitungsanfang für eine Messung ist höher. Zudem müssen, um die vorgegebene Ergebnisgenauigkeit der E DIN EN 62321 zu erreichen, etliche Vorkalibrierungen mit geeigneten Standards erfolgen. Diese Standards müssen, wenn keine eigenen chemischen Analysemöglichkeiten fehlen, zugekauft werden. Bei Analysen mit unterschiedlicher Kunststoffmatrix ist ohne Kalibrierung auf die jeweilige Matrix mit Problemen bei der Reproduzierbarkeit der quantitativen Daten zu rechnen. Für die Entscheidung, ob überhaupt RoHS-relevante Schadstoffe im Material vorhanden sind, ist das Fischer XDal aber durchaus aussagekräftig und einsetzbar.

Die Vor- und Nachteile auf den ersten Blick

Ein Vergleich der Vor- und Nachteile beider Geräte ist in **Tabelle 1** aufgezeigt. Zur Verdeutlichung sind die Messwerte eines zertifizierten Standard mit beiden Geräten in **Tabelle 2** wieder gegeben. Das Niton-Gerät wurde ohne Vorkalibrierung oder spezielle Softwareeinstellungen im „Plastic“-Modus betrieben. Für das Fischer-Gerät wurde beim Hersteller eine spezielle Messaufgabe hinterlegt.

Insgesamt kann man nur mit beiden Geräten zusammen ein fast umfassendes, unter Berücksichtigung der Vorgaben der E DIN EN 61321 quantitatives RoHS-Screening anbieten (**Tabelle 3**). Lediglich qualitative Aussagen zeigen beide Geräte bei Kunststoffen mit Dicken < 0,5 mm.

Know-how gefragt

Neben der Frage, welche RFA-Hardware zu benutzen ist, ist ebenso wichtig, das entsprechende Know-how für RoHS-Analysen zu haben. Die häufigsten Fehler, die man vielen Quasi-RoHS-Zertifikaten ►



Bild 1: Die abgeschirmte Probenkammer mit Tischhalterung für das Niton-Handgerät (links) und das stationäre Vollschutzgerät Xdal von Fischer bei Hansecontrol in Hamburg

| Parameter | Niton | Fischer | Bemerkung |
|---|-------|---------|--|
| Schwermetalle in Metallen | + | +* | *: geeignetes Schichtmodell zu wählen |
| RoHS-Schadstoffe in Kunststoffen (Dicke > 0,5 mm) | + | -* | *: schlechte Reproduzierbarkeit |
| RoHS-Schadstoffe in Kunststoffen (Dicke < 0,5 mm) | o | -* | *: schlechte Reproduzierbarkeit |
| Probenflächen << 1 mm ² | -* | + | *: nur qualitative Aussage möglich |
| Messgeschwindigkeit | + | -* | *: Faktor 5 bis 10 länger |
| Arbeitsvorbereitung | + | -* | *: hoher Kalibrierungsaufwand und lange Vorbereitungszeiten |
| Ergonomie | + | o* | *: erfordert hohe Einarbeitungszeit |
| Dokumentation | -* | + | *: keine automatische Fotodokumentation mit diesem Typ möglich |
| Automation | - | + | *: u. a. Verfahrenprogrammierung u. Probenrasterung möglich |
| Schichtdickenmessung | o* | + | *: an größeren Flächen, nach Kalibration durch Hersteller |
| automatische Legierungsbestimmung | + | - | |
| Strahlenschutz | o* | + | *: Strahlenschutzbeauftragter notwendig |

Tabelle 1: RFA-Gerätevergleich



hanse control
WISSEN WAS GUT IST

Prüfinstitut Hansecontrol GmbH
Wandsbeker Str. 13 c-f
D-22179 Hamburg
Tel.: +49-40/300 33 73-7310
Fax: +49-40/300 33 73-1821
customer-service@hansecontrol.de
http://www.hansecontrol.de/

| | ERM-Standard | 2σ | Niton* | 2σ | Fischer** | 2σ |
|----|--------------|-----|--------|------|-----------|------|
| Br | 808 | 19 | 811,9 | 9,1 | 986,6 | 70,0 |
| Cd | 140,8 | 2,5 | 143,7 | 16,4 | 90,6 | 30,8 |
| Cr | 114,6 | 2,6 | 113,5 | 29,5 | 118,2 | 57,1 |
| Pb | 107,6 | 2,8 | 108,4 | 5,9 | 101,4 | 10,4 |
| Hg | 25,3 | 1,0 | 22,4 | 4,2 | 31,7 | 8,8 |

außerdem in der ERM-Probe noch enthalten: As = 30,9 ppm; Cl = 810 ppm
 *: Messung erfolgte bei Hansecontrol, Werte wurden aus einer Messung ermittelt
 **: Messung erfolgte im Hause Fischer, Werte sind gemittelt aus 10 Einzelmessungen à 100 s

Tabelle 2: Ergebnisse der Messung des ERM-EC680 Polyethylen-Standards mit 100 s Zählzeit (2 Sigma – statistischer Fehler, Vertrauensbereich 95 %)

| Tragbar | Probenkammer | Stationär |
|-------------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| mit dem Gerät zur Probe | mit der Probe zum Gerät | stationär im Labor |
| Probe frei zugänglich | Probe in Tischhalterung | Probe in Messkammer |
| Lager, zu Lieferanten | Wareneingang, Lager | Labor |
| Speichert alle Daten | Datenauswertung am PC | PC-Steuerung |
| Mobilität, einfache Bedienung | Spektralanalyse (PC-Software) | umfangreiche Software |
| Lot- & Legierungsanalyse | kleine Teile auf Messfenster | Schichtdickenmessung |
| „das Labor im Koffer“ | abgeschirmte Messkammer | Detailforschung |



Tabelle 3: RFA-Messung im Vergleich: Tragbar, in abgeschirmter Probenkammer mit Tischhalterung oder stationär

und Prüfberichten entnehmen konnte, sowie in Gesprächen mit betroffenen Laboren herausgefunden, sind:

- ▶ Die Norm E DIN EN 62321 wurde nicht angewandt.
- ▶ Die Ergebnisse wurden nicht auf die einzelnen homogenen Materialien differenziert.
- ▶ Es gab Falschmessungen durch Artefakte oder
- ▶ Ausnahmeregelungen für RoHS wurden ignoriert und
- ▶ quantitative Ergebnisse sind mangels Ringversuchsergebnissen oft nicht vergleichbar.
- ▶ Zu kurze Messzeiten (z. B. bei kleinem Kollimator) und damit unzureichende Zählstatistik sowie
- ▶ ungeeignete Kalibrationsproben (z. B. für PE-Messungen mit PVC- Standards) sind weitere Unzulänglichkeiten.

Auch das Hansecontrol-Labor musste sich viele Antworten durch Vergleich der Ergebnisse beider RFA-Geräte mit denen von chemischen Analyseergebnissen erst er-

arbeiten. Darüber hinaus wurde mit befreundeten Laboren ein Messdatenabgleich betrieben. Doch welchem RFA-Anwender stehen solche Möglichkeiten zur Verfügung? Erste Schritte wurden immerhin von der Analyticon Instruments GmbH, dem Vertreter des Niton Xlt 797 in Deutschland, mit der Durchführung eines RFA-Workshops „Sicheres RoHS-Screening – Erfahrungsaustausch“ im Juli letzten Jahres unternommen, ein weiterer ist für September 2007 geplant. Wünschenswert und notwendig wäre aber ein herstellerübergreifender Ringversuch, um auch im Interesse der Laborkunden zu vergleichbaren und belastbaren Ergebnissen zu kommen. Schließlich ist das beste Equipment nur so gut wie sein Anwender.

Das Messprinzip der RFA

Bei der Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA, engl. XRF) wird die zu untersuchende Probe durch Röntgenstrahlung angeregt, Elektronen werden von inneren Schalen der Atome auf ein energetisch höheres Niveau

gehoben (Bild 2). Beim Füllen der entstandenen „Lücken“ wird eine für jedes Element charakteristische Röntgenstrahlung emittiert. Diese Fluoreszenz-Strahlung wird detektiert und das Spektrum in Bezug auf das jeweilige Element und dessen Konzentration ausgewertet (Bild 3). Die RFA analysiert chemische Elemente (unabhängig von der chemischen Bindung), nicht aber Verbindungen und die Wertigkeit der Elemente.

Wichtig für das Analyseergebnis ist primär nicht die Größe des Gerätes oder die Leistung der Röntgenröhre, sondern die verwertbare Zählrate am Detektor, die spektrale Auflösung, eine gute Kalibrierung und leistungsfähige Analysen-Software. Die Detektor-Technologie ist bei beiden Geräten vergleichbar (Si-PIN-Diode). Das Niton-Gerät hat zwar eine geringere Leistung der Röntgenröhre (ca. 1 W), aber auch sehr geringe Abstände Röhre-Probe-Detektor, welche sich quadratisch auf die Zählrate auswirken. Dadurch werden eine ausreichende Zählrate am Detektor und kurze Messzeiten erreicht.

Hardware im Vergleich

Das Fischer-Gerät hat eine höhere Leistung der Röntgenröhre (ca. 50 W), es muss aber für eine hohe Ortsauflösung mit einem kleinen Kollimator (möglich < 1 mm) ein ganz erheblicher Teil der Röntgen-Strahlung ausgeblendet werden. Außerdem sind die Abstände Röhre-Probe-Detektor größer, um eine Kollision der Probe mit dem motorisch bewegten Messkopf zu vermeiden. Dies ergibt in Summe zwangsläufig eine erheblich längere Messzeit gegenüber dem Niton.

Die Software im Vergleich

Matrixeinflüsse wie Absorption und Sekundäranregung usw. spielen bei der Wechselwirkung der Röntgenstrahlung in der Probe eine erhebliche Rolle. Dies muss in der Analysen-Software berücksichtigt werden. Es existieren zwei prinzipiell verschiedene Modelle zur Kalibration.

Eine (klassische) empirische Kalibration stellt einen direkten Zusammenhang zwischen gemessener Intensität und Konzentration des Analyten her. Damit wird sie klassisch für eine möglichst genaue Messung bei der Qualitätskon-

trolle an wohl definierten Proben z. B. Stahl, Zement oder Ölen eingesetzt.

Es werden dazu Kalibrationsproben (Standards) benötigt, deren Zusammensetzung (Matrix) ähnlich der zu messenden Probe ist. Weiterhin dürfen keine Elemente überraschend in der Messprobe auftauchen, wenn dies in den Standards nicht berücksichtigt war, wie z. B. Antimon (Sb) als Flammhemmer. Werden aber weitere Elemente berücksichtigt, so steigt die Anzahl der notwendigen Standards stark an. DIN EN 62321 fordert dazu eine Anzahl $Z = 2 \cdot (n + 2)$, (n: Anzahl Analyten). Dies wären allein für die fünf RoHS-Elemente (Cd, Pb, Hg, Br, Cr) somit 14 Standards je Matrix (PVE, ABS, PE, LDPE, PS, PTFE, ...). Sollen dann noch weitere typische Elemente (Sb, Cu, Zn, Ni, Fe, Sn, Au ...) kalibriert werden, um deren Einfluss auf die RoHS-Elemente zu korrigieren, so steigt die benötigte Anzahl an Standards extrem an. Dies ist nicht nur eine Frage der Kosten, sondern vor allem der Verfügbarkeit von zertifizierten Standards.

Auch muss für jede Messung die „richtige“ Kalibration für den jeweiligen Kunststoff ausgewählt werden, was eine erhebliche Fehlerquelle für unerfahrene Anwender bei der Auswahl der „geeigneten“ Kalibration darstellen kann. Hier unterscheiden sich die Anforderungen der RoHS-Analytik gravierend von denen der Schichtdicken-Messung, wo bereits sehr wenige, gut verfügbare Standards zur Kalibration genügen. Dies mag erklären, warum das Fischer-Gerät (mit Abstammung aus der empirischen Schichtdicken-Kalibration) Probleme bei der Messung an Kunststoffproben zeigte.

Den Ausweg aus diesem Dilemma für RoHS-Proben weist die FP-Kalibration (Physikalische-Fundamental-Parameter). Dabei genügt es, Standards reiner Elemente oder synthetische Mischproben zu messen, pro Element der zu erwartenden Matrix nur eine Probe. Diese sind leicht verfügbar. Der Matrix-Einfluss der Elemente wird dadurch korrigiert, dass die Software die fundamentalen physikalischen Parameter „kennt“ und in einer mathematischen Funktion berücksichtigt. Dies ist stark vereinfacht dargestellt und es existieren viele Modelle, deren Details die Gerätehersteller gerne hüten. Ob ein Gerät tatsächlich über eine FP-Kalibration verfügt, erkennt man daran,

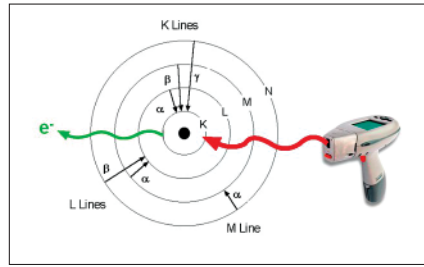


Bild 2: Bei der Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA, engl. XRF) wird die zu untersuchende Probe durch Röntgenstrahlung angeregt, Elektronen werden von inneren Schalen der Atome auf ein energetisch höheres Niveau gehoben

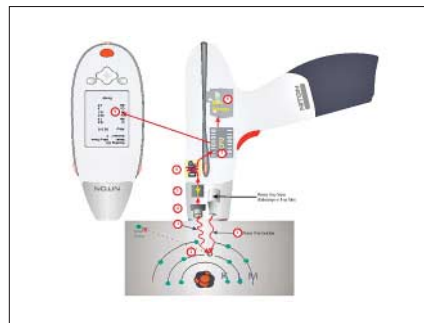


Bild 3: Die Fluoreszenz-Strahlung wird detektiert und das Spektrum in Bezug auf das jeweilige Element und dessen Konzentration ausgewertet

dass der Anwender keine Kalibrationsproben benötigt, das Gerät wird dann bereits mit einer werkseitigen Kalibration geliefert und kann, wie das Niton, sofort benutzt werden.

Prüfstrategien

Aus technologischen Gründen liegen die Verbotstoffe meist entweder in sehr hoher oder sehr niedriger Konzentration in den Materialien der Elektrotechnik vor. Natürlich

gibt es auch grenzwertige Proben, aber seltener als man ohne Kenntnisse der Werkstoffe und Technologie vermuten würde.

Die Such-Strategie des Niton- und Fischer-Gerätes unterscheidet sich grundlegend. Ziel des Niton ist es, schnell die größten Verursacher von RoHS-Probleme zu lokalisieren oder die Unbedenklichkeit festzustellen. Man versucht damit ein möglichst günstiges Kosten/Nutzen-Verhältnis für das Screening zu erreichen.

Für feinere Details muss die Probe weiter zerlegt, und ggf. mit anderer Gerätetechnik (chemischer Analyse oder ortsauflösenden RFA, wie dem Fischer Xdal oder dem Niton „Small Spot Analyzer“) weiter untersucht werden.

Das Fischer-Gerät nutzt eine andere Suchstrategie, das „Abscannen“ von Leiterplatten. Dies wird allgemein auch „Mapping“ genannt und wird durch ein „Falschfarben-Verteilungsbild“ z. B. von Blei auf einer Leiterplatte graphisch dargestellt. Dazu ist eine sehr hohe Anzahl von Messpunkten bei feinsten Orts-Auflösung und gerade noch akzeptabler Messzeit pro Punkt notwendig. Es kommen leicht zehntausende von Messpunkten bei Mess- und Auswertzeiten von 5 bis 6 s pro Punkt zustande. Dazu benötigt man etwa einen Tag (oder Nacht) pro Leiterplatte. Die damit verbundene niedrige Zählstatistik pro Messpunkt reicht zur groben Übersicht bezüglich sehr hoher Konzentrationen aus, nicht aber für grenzwertige Bereiche, insbesondere nicht für Cd. In diesem Fall muss eine genauere Analyse punktu- ►

Blitzschnell
Präzise Analytik
Leicht verständlich



Neu! XL3

RoHS-Analysen in Laborqualität –
egal, wo Sie gerade sind!



Fon: +49 (0) 6003 93 55 - 0
Fax: +49 (0) 6003 93 55 10

info@analyticon-instruments.de
www.analyticon-instruments.de



ÜBER HANSECONTROL

Hansecontrol bietet Herstellern, Handel und Endverbrauchern ein umfassendes Spektrum an akkreditierten Prüfdienstleistungen und Beratungsservices für Ge- und Verbrauchsgüter. Das unabhängige Prüflabor hat sich als international anerkanntes und zertifiziertes Prüfinstitut etabliert. Die Experten von Hansecontrol bringen langjährige Erfahrungen und Spezialwissen auf verschiedenen Fachgebieten für die schnelle und zuverlässige Sicherheits- und Qualitätsprüfung mit. Außerdem berät man über die gesamte Prozesskette von der Produktentwicklung über die Absicherung der Serienproduktion bis hin zum Risikomanagement im Falle eines Rückrufs.

Hansecontrol ist Mitglied in verschiedenen Normausschüssen in Deutschland und Europa und maßgeblich an diversen Normungsverfahren beteiligt.

Je nach Anforderung prüft Hansecontrol für seine Auftraggeber aus Industrie und Handel die elektrische und mechanische Sicherheit gemäß dem Geräte- und Produktsicherheitsgesetz und die elektromagnetische Verträglichkeit hinsichtlich der gesetzlichen Bestimmungen. Zudem werden die Handhabung, Gebrauchstauglichkeit und Performance der Pro-

dukte getestet sowie deren Umwelteigenschaften und Recyclingfähigkeiten bestimmt. Auch Verpackungen werden auf Produktschutz, Transport- und Klimatauglichkeit geprüft. Die Kunden von Hansecontrol profitieren dabei von einem schnellen und zuverlässigen Prüfdurchlauf, der durch die hochautomatisierte, neueste Gerätetechnik möglich wird.

Neben den akkreditierten Prüfverfahren für das CE-Zeichen und den individuell vereinbarten Standardprüfungen, bietet das Hansecontrol Hartwarenlabor auch Hilfestellung bei der Produktentwicklung. Das Institut verfasst Anforderungsprofile und Produktmodifikationen, damit die Ware den aktuellen gesetzlichen Anforderungen entspricht und auch bei Änderungen der gesetzlichen Bestimmungen weiter verkauft werden darf. Hansecontrol reagiert auf Anfragen nach speziellen Messverfahren und führt außerdem Risikobeurteilungen und Schadensanalysen durch. Von der Produkteingangsprüfung beim Kunden über die Absicherung in Produktionsstandorten und der Serienüberwachung bis hin zur Produktionsabnahme begleitet Hansecontrol prüfend den Fertigungsprozess.

ell und mit wesentlich längerer Messzeit erfolgen.

Bei der RoHS-Suchstrategie steht Ortsauflösung prinzipiell gegen Schnelligkeit, und umgekehrt. Eine praktikable Kombination ist es für uns, zunächst mit dem Niton-Gerät schnell auffällige Bereiche (auch Bauelemente auf Leiterplatten) zu lokalisieren und diese mit dem Fischer-Gerät bei Bedarf gezielt zu untersuchen. Man stelle sich dies wie den Unterschied bei der Suche mit einer Taschenlampe und einen Laserpointer vor. Bei Kabeln und Steckern ist oft keine Ortsauflösung notwendig, an Bauelementen kann sie jedoch erforderlich sein, obwohl es hierzu auch einfache Alternativen gibt. Nur die praktische Evaluierung beider Prüfstrategien bringt Aufschluss über Resultat und Zeitaufwand.

Die Grenzen der RFA-Methode

Die Grenzen der RFA-Methode liegen bei Konzentrationen im Spurenbereich ($> ca. 1$ bis 10 ppm), dies reicht für beide Geräte zur Prüfung der RoHS-Grenzwerte aus. Matrixeinflüsse (Absorption und Sekundäranregung) haben erheblichen Einfluss auf das Messergebnis, dies ist nur über eine geeignete Kalibration zu korrigieren.

Zur Evaluierung eines Gerätes sollte es immer auch an unabhängigen, zertifizierten Standards überprüft werden, nicht nur an den zum Gerät gehörenden Kalibrationsproben, für die das Gerät optimiert wurde. Vorsicht ist auch angeraten, wenn Proben mit Zusammensetzungen weit ab vom Anwendungsbereich zu Kalibrierungszwecken eingesetzt werden. Wiederholungsmessungen mittels RFA an realen Proben lassen zunächst nur

Schlussfolgerungen in Bezug auf die Reproduzierbarkeit zu, nicht jedoch zur Richtigkeit. Diese kann nur an validierten Standards geprüft werden. Mit anderen Worten, selbst sehr reproduzierbar gemessene Ergebnisse könnten systematisch falsch sein. Das Niton-Gerät hat Grenzen bei der Messung an kleinen Proben (< 1 mm²), das Fischer-Gerät analysiert noch um den Faktor 20 kleinere Proben.

Bei Messungen hoher Ortsauflösung (kleinem Messfleck) auf einer größeren Probenmatrix sind die Kollimatorabmessungen allein aber nicht aussagekräftig: Röntgenstrahlen durchdringen die Probe nicht nur in die Tiefe, sondern breiten sich auch zur Seite aus. So können auch seitlich angrenzende Bereiche zur Analyse beitragen. Entscheidend ist das Wechselwirkungsvolumen der Röntgenstrahlen und dies hängt von der Element-Spektallinie und von der Zusammensetzung der Probe (Matrix) ab. Damit sind auch RFA-Geräte mit feinem Kollimator physikalische Grenzen bei der Ortsauflösung gesetzt.

Wenn wirklich eine hohe Ortsauflösung erforderlich ist, wird eine Zielpräparation oder Elektronenstrahl-Mikroanalyse (REM/EDX-WDX) unvermeidlich sein, weil dort das Wechselwirkungsvolumen im Mikrometerbereich liegt.

Die Analyse von Schichtsystemen, wie sie das Fischer Xdal gestattet, ist bei grenzwertigen Konzentrationen der RoHS-Elemente (meist Pb) keine triviale Aufgabe und sollte nicht mit der Routine-Analysen zur Messung von Schichtdicken bei der Herstellung von Leiterplatten verwechselt werden. Die Schichtparameter an komplexen Bauelementen und Baugruppen sind meist nicht bekannt und es sind grundlegende Kenntnisse der Oberflächen-Technologie und Werkstoffe erforderlich. Die Fehlermöglichkeiten sind hier groß. Solch komplexe Analysen brauchen sehr viel Erfahrung und gehören deshalb in zertifizierte Prüflaboratorien.



Kontakt

- ▶ www.hansecontrol.de
- ▶ www.analyticon-instruments.de
- ▶ www.helmut-fischer.com