

Application Note AN-NIR-089

Qualitätskontrolle von Laminaten

Verbesserte PCB-Produktionsprüfung mit NIR-Spektroskopie

In der Halbleiterindustrie werden duroplastische Harze in Kombination mit Gewebe oder Papier als Zwischenschicht zwischen den Substraten von Leiterplatten (PCB) verwendet. Diese Folien (Laminate) auf Polymerbasis werden je nach Dicke und ihren thermomechanischen und elektrischen Eigenschaften ausgewählt. Wichtige Qualitätsparameter sind Zug- und Scherfestigkeit, die Glasübergangstemperatur, der Ausdehnungskoeffizient und die

Dielektrizitätskonstante. Die Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) ist eine schnelle, zerstörungsfreie und einfach zu handhabende Analysemethode, die die Messung mehrerer Parameter in weniger als einer Minute ermöglicht. Die folgende Application Note beschreibt die Bestimmung der Übergangszeit von Leiterplattenlaminaten mittels NIRS, dies ist ein Parameter, der mit der Dicke, der Glasübergangstemperatur und der Zugfestigkeit des Materials korreliert.

EXPERIMENTELLE GERÄTE

520 Spektren von Proben wurden mit einem Metrohm DS2500 Solid Analyzer und der Vision Air Complete Spektroskopie-Software aufgenommen. Die Laborwerte für die Übergangszeit wurden durch Schmelzen der Proben ermittelt, wobei Werte zwischen 60 und 126 Sekunden erhalten wurden. Der aus Spektren und Laborwerten bestehende Datensatz wurde in einen Kalibrierungs- und einen Validierungssatz aufgeteilt (1:1). Die Erkennung von Ausreißern wurde an den vorverarbeiteten Spektren (zweite Ableitung und SNV) mit einem Maximum-Distance-Algorithmus durchgeführt. Das NIR-Vorhersagemodell wurde mit den in **Tabelle 1** beschriebenen Geräten erstellt und anhand des Validierungssatzes validiert.



Abbildung 1. DS2500 Solid Analyzer und ein Polymerplattenharz.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung

Ausrüstung	Metrohm-Nummer
DS2500 Solid Analyzer	2.922.0010
DS2500 großer Probenbecher	6.7402.050
Vision Air 2.0 Complete	6.6072.208

ERGEBNISSE

Das erhaltene Korrelationsdiagramm zeigt eine hohe Korrelation ($R^2 = 0,95$) zwischen den durch NIR vorhergesagten Übergangszeiten und der primären Labormethode (**Abbildung 3**). Die Gültigkeit des Vorhersagemodells wird durch die Gütezahlen

(Verhältnis SEC zu SECV) bestätigt, die belegen, dass die NIR-Spektroskopie eine geeignete Analysemethode zur Bestimmung der Übergangszeiten von PCB-Laminaten ist.

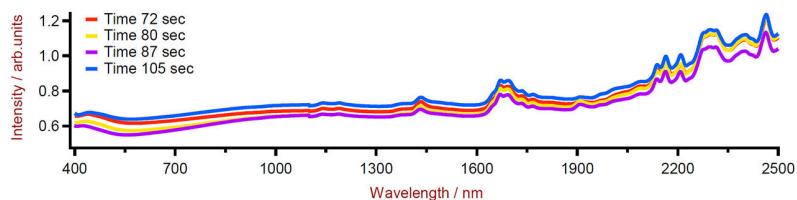


Abbildung 2. Vis-NIR-Spektren von Polymerharzen, gemessen mit einem DS2500 Solid Analyzer.

ERGEBNISSE

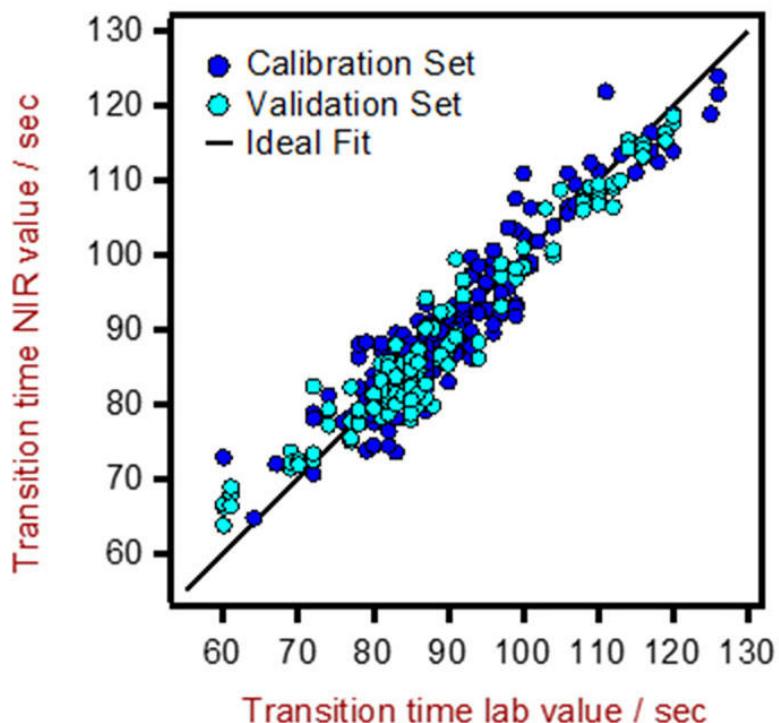


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm für die Vorhersage von Übergangszeiten unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Tabelle 2. Leistungszahlen für die Vorhersage von Übergangszeiten unter Verwendung eines DS2500 Solid Analyzers.

Leistungsmerkmale	Wert
R^2	0.95
Standardfehler der Kalibrierung	3,64 s
Standardfehler der Kreuzvalidierung	4,02 s

FAZIT

Diese Application Note demonstriert die Machbarkeit des DS2500 Solid Analyzers für die Bestimmung der Übergangszeiten von Polymerharzen. Die Vis-NIR-Spektroskopie ermöglicht eine schnelle Bestimmung

ohne jegliche Probenvorbereitung und stellt daher ein geeignetes Werkzeug zur Überprüfung der Übergangskinetik von Leiterplattenlaminaten dar.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de



DS2500 Solid Analyzer

Robuste Nahinfrarotspektroskopie für die Qualitätskontrolle im Labor sowie im Produktionsumfeld.

Der DS2500 Analyzer ist die bewährte, flexible Lösung für die Routineanalytik von Feststoffen, Cremes und optional auch Flüssigkeiten entlang der gesamten Produktionskette. Das robuste Design macht den DS2500 Analyzer unempfindlich gegen Staub, Feuchtigkeit, Vibrationen sowie Temperaturschwankungen und damit hervorragend geeignet für den Einsatz im rauen Produktionsumfeld.

Der DS2500 deckt den gesamten Spektralbereich von 400 bis 2500 nm ab und liefert in weniger als einer Minute genaue und reproduzierbare Ergebnisse. Der DS2500 Analyzer erfüllt die Anforderungen der pharmazeutischen Industrie und unterstützt durch die einfache Bedienung die Anwender in ihren täglichen Routineaufgaben.

Durch perfekt auf das Gerät abgestimmtes Zubehör werden bei jedem noch so herausfordernder Probentyp, wie z.B. grobkörnige Feststoffe wie Granulate oder halb fest-flüssige Proben wie Cremes, bestmögliche Ergebnisse erzielt. Bei Messungen von Feststoffen kann die Produktivität gesteigert werden durch Einsatz des MultiSample Cups, welches automatisierte Messungen in Serie von bis zu 9 Proben ermöglicht.



DS2500 Probengefäß, gross

Grosses Probengefäß für die Spektrenaufnahme von Pulvern und Granulaten in Reflexion an unterschiedlichen Probenstellen mittels NIRS DS2500 Analyzer.



Vision Air 2.0 Complete

Vision Air - Universelle Spektroskopie Software.

Vision Air Complete ist eine moderne und einfach zu bedienende Softwarelösung für den Einsatz im regulierten Umfeld.

Die Vorteile von Vision Air im Überblick:

- Individuelle Softwareanwendungen mit angepassten Nutzeroberflächen gewährleisten eine intuitive und einfache Bedienung
- Einfache Erstellung und Wartung von Arbeitsvorschriften
- SQL Datenbank für ein sicheres und einfaches Datenmanagement

Die Version Vision Air Complete (66072208) beinhaltet alle Anwendungen für die Qualitätssicherung mittels Vis-NIR Spektroskopie:

- Anwendung für das Instrumenten- und Datenmanagement
- Anwendung für die Methodenentwicklung
- Anwendung für die Routineanalyse

Weitere Vision Air Complete Lösungen:

- 66072207 (Vision Air Network Complete)
- 66072209 (Vision Air Pharma Complete)
- 66072210 (Vision Air Pharma Network Complete)