

Energy Dispersive Spectrometer(EDS 또는 EDAX)

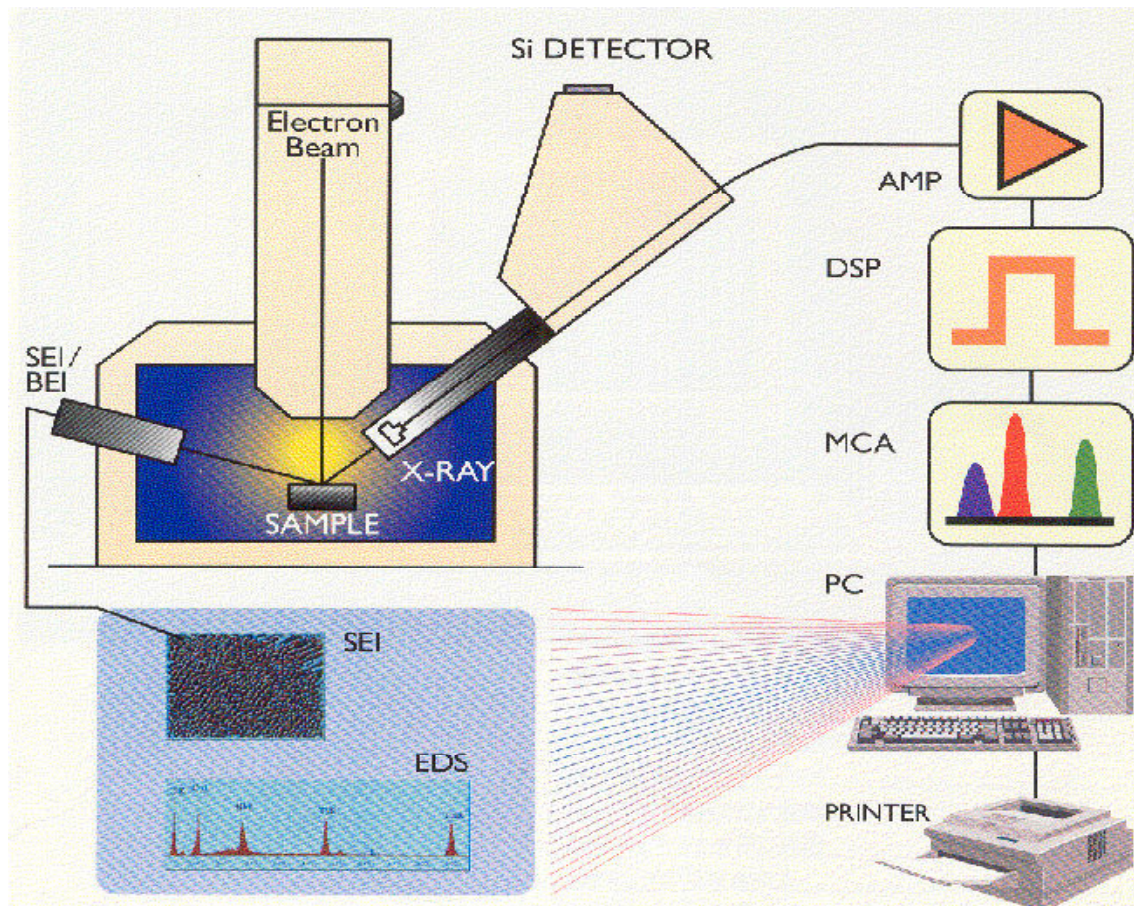
1.개요

Energy Dispersive Spectrometer (EDS 또는 EDAX)는 전자현미경에 부착되어 시료의 성분을 분석하는 장비로서 고 에너지의 전자빔이 시편과 반응하여 시편의 구조 및 화학조성 정보를 간직한 다양한 Signal 중 특성 X-ray를 이용하여 시편의 성분을 분석합니다.

입사빔에 의한 내각 전자의 방출로 원자에 발생하는 Deexcitation과정 동안 생성되는 특성 X-ray를 이용하는 성분 분석 방법은 특성 X-ray의 에너지를 이용하는 EDAX와 특성 X-ray의 파장과 양을 측정하여 정성분석과 정량분석을 하는 Wave Length Dispersive X-ray Spectroscopy (WDS)가 있습니다. (그림 2. 참조)

EDAX는 X-ray 검출에 주로 Si(Li) 또는 Ge 반도체 소자가 가장 널리 이용되고 있습니다. EDAX는 WDS에 비하여 peak의 분해능 과 정량분석시의 정밀도 떨어지는 단점이 있으나 조작성이 매우 간단하여 초보자도 쉽게 사용할 수 있으며 신호수집 시간이 짧아 많은 양의 데이터를 처리할 수 있으므로 보다 많이 사용되고 있습니다.

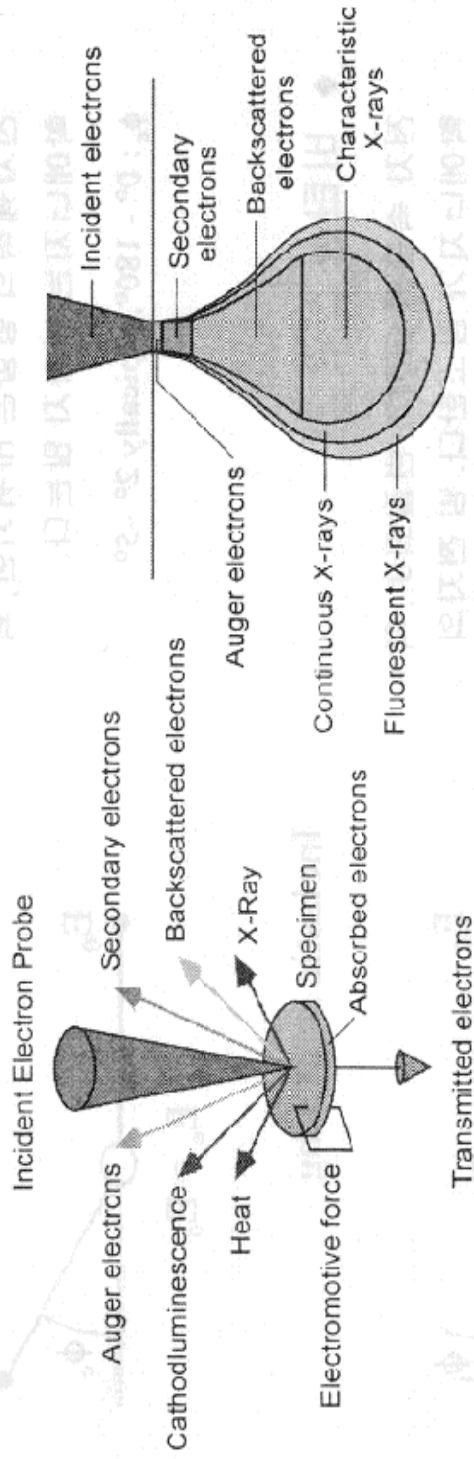
* 그림 1.



EDAX의 구성은 크게 Detector, Computer, Analyzer로 구성되어 있습니다.

*그림 2.

입사 전자와 시편의 상호작용



Schematic representation of processes resulting from electron bombardment

Depth of quantum generation and space resolution after Goldstein

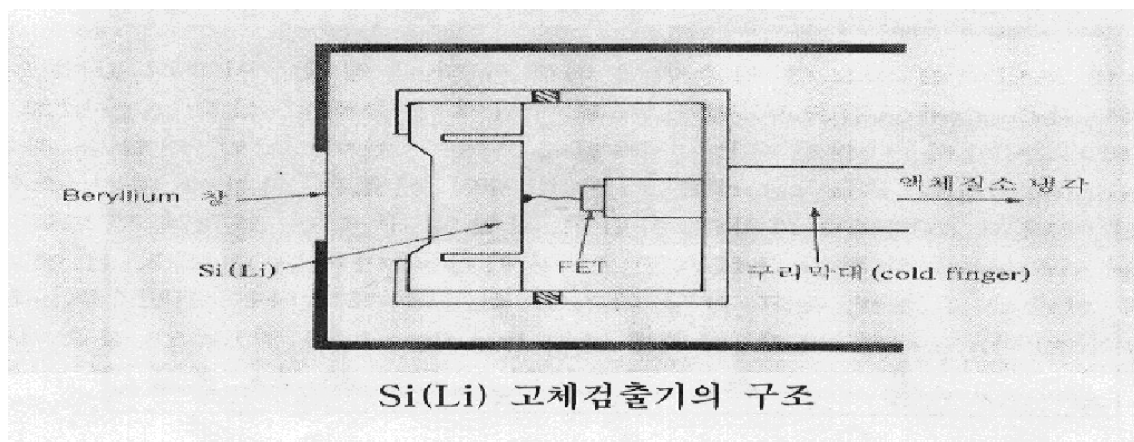
2. Si(Li) X-ray Detector

2-1. Detector

현재 EDAX는 Si(Li) detector가 널리 사용되어 지고 있으며 이는 20keV 범위까지 검출이 가능합니다. Window를 통하여 받아들인 X-ray는 Si(Li) 검출기를 거쳐 X-ray에 의해서 유발되는 전류만큼 그 X-ray가 존재하는 동안 지극히 작은 전류인 펄스로 흐르게 되고 이를 증폭하여 적절한 계량장치로 X-ray 광자의 양을 측정합니다. Be Window Detector는 Detector내부의 진공을 유지하기 위하여 8 ~ 12 um의 두께로 되어있어 2keV 이상의 X-ray는 100% 통과 시키지만 그 이하는 상당량이 흡수되어 Na(원자번호 11)보다 작은 element는 검출하지 못하였습니다. 하지만 최근의 UTW(Ultra Thin Window - 0.6um)나 SUTW(Super Ultra Thin Window - 0.3um) Detector는 Window 재질이 polymer로 되어 있어 Light element (Be, B, C, O) 검출과 정량분석에 널리 사용되어 지고 있습니다.

Si(Li) 단결정에 바이어스 전위를 걸어 주면서 X-ray에 노출되면 밴드갭의 천이에 의해 전자-전공 쌍(electron-hole pair)을 형성하며 이에 해당하는 전류로 흐르게 된다. 이때 검출기에 흐르는 전류 펄스는 조사된 X-ray의 에너지에 비례하고 이 펄스로부터 X-ray의 에너지를 측정할 수 있어 Si-단결정 소자를 X-ray 에너지 분산모드로 검출하는데 사용합니다. Si 반도체에 Li를 첨가시키는 이유는 Li 원자가 Si원자 내에서 유동도가 매우 빠르기 때문에 Si 단결정 내에 들어 있을 수 있는 불순물들을 완전히 제거할 수 있어 전자-전공 쌍을 형성하는데 항상 일정한 에너지가 소모 되므로 역산에 의하여 흡수된 X-ray의 에너지를 항상 재현성 있게 계산할 수 있습니다.

Si(Li) 검출기를 통과한 X-ray의 전류 펄스는 지극히 미미한 신호이기 때문에 증폭을 해야 합니다. 이를 위해 FET(Field Effect Transistor)라는 소자를 이용하여 1단계 증폭시킨 후 주 증폭 장치로 신호를 보내주게 됩니다. 이 소자는 가능한 Si(Li) 검출기에 가깝게 위치하여 잡음이 적게 끼어들 수 있도록 설계되어 있고 Si(Li) 반도체와 FET는 cold finger(CU-rod)에 연결되어 열적 잡음의 최소화를 위해 저온(80 ~ 90K)으로 냉각됩니다.



2-2. 검출신호의 처리

FET를 거쳐 증폭된 전류 펄스는 주 증폭 장치로 보내지게 됩니다. 시간에 따른 펄스 스펙트럼으로 펄스 프로세서(AMP)에서 출력된 신호는 아날로그 형태로 이 신호를 컴퓨터가 처리하기 위해서는 디지털화 하여야 합니다. 이런 역할을 하는 것이 ADC(Analog Digital Converter)라 하고 이를 거쳐 디지털 신호는 시간에 따른 스펙트럼으로 되는데 이를 X-ray 에너지 스펙트럼화하여 사람이 관찰할 수 있는 형태로 만드는 역할은 MCA(Multi-Channel Analyzer)가 합니다. MCA는 X-ray 에너지에 해당하는 여러 개의 선반을 설정해 놓고 각각 디지털 신호를 해당하는 선반에 순차적으로 쌓는 역할을 하고 일정한 시간(Live Time)동안 검출되어 ADC를 거친 펄스들이 MCA를 거치고 나면 그 시간동안 발생된 X-ray 모두가 한 개의 스펙트럼으로 됩니다. 이때 스펙트럼을 에너지의 함수로 만들기 때문에 EDS라 부릅니다.

최신의 EDAX Analyzer(EDAM-Edax Data Acquisition Module)는 기존의 AMP,ADC,MCA 및 기타의 여러 개의 PCB가 FA(Filter Amplifier)와 EDI로 그 기능들이 통합되었고 크기도 일반 PC처럼 매우 소형화 되었습니다. 또한 업계 최초로 기존의 SCSI에서 PCI방식으로 전환되어 속도 및 안정성이 획기적으로 향상 되었습니다.

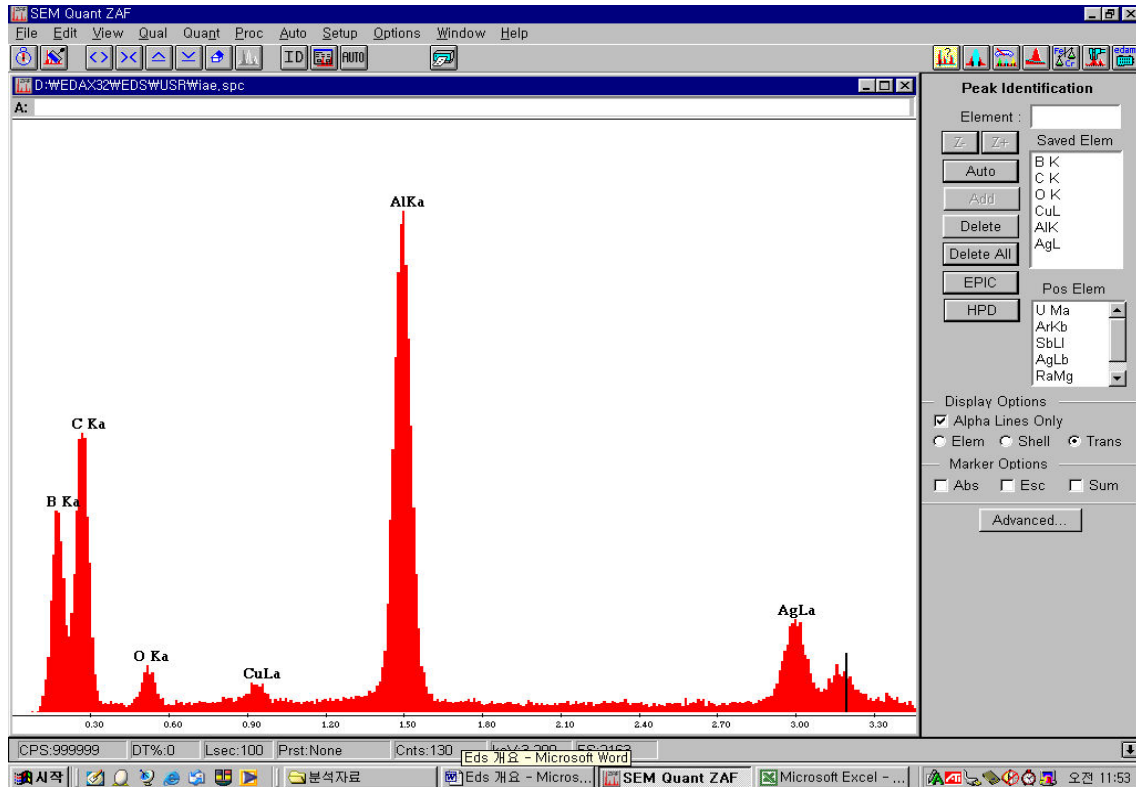


*그림 3. EDAX(EDAM & PC) System.

3. EDAX 스펙트럼 정성분석.

X-ray 스펙트럼은 X-ray의 Intensity(Y축)가 에너지 함수(X축)로 표시된 그래프 입니다. 에너지의 채널 번호로 피크의 최대값인 채널이 그 X-ray의 에너지가 됩니다. EDS 시스템

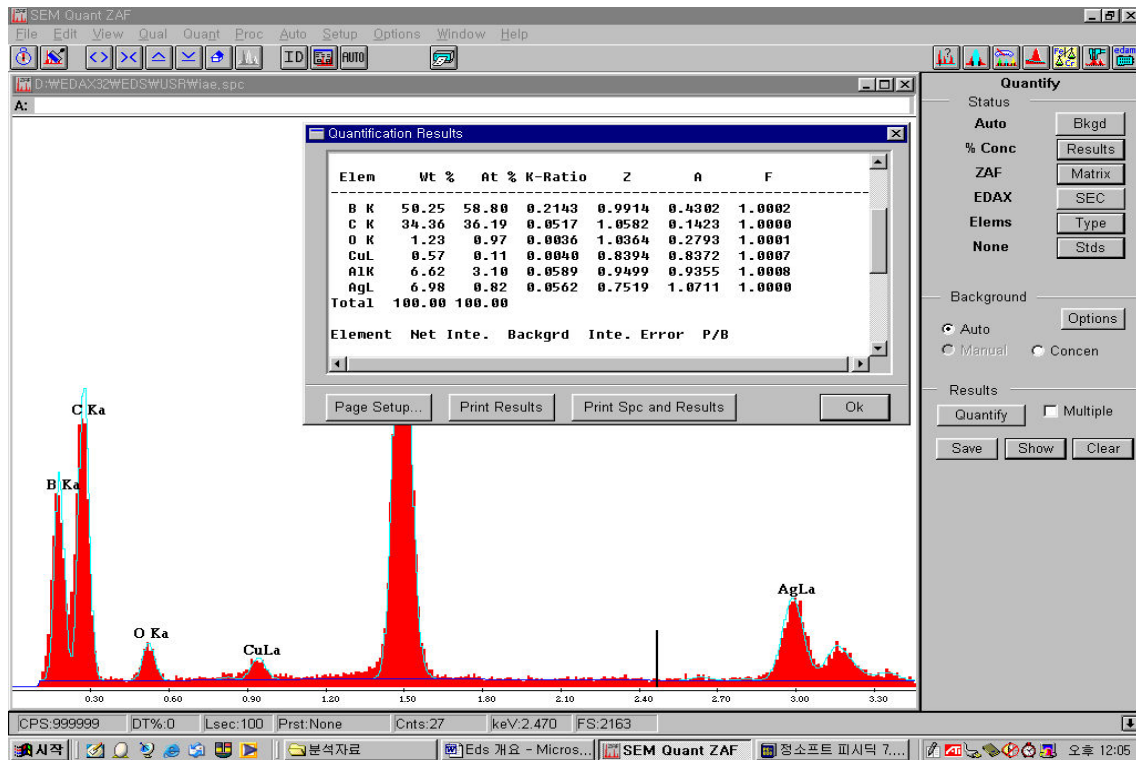
의 컴퓨터에는 모든 특성 X-ray의 위치가 기억되어 있고 K-,L-,M- 그룹의 X-ray들은 서로 구분되어 스크린에 나타나게 됩니다. 스펙트럼의 피크위치가 대략 10eV이내의 오차를 가지므로 피크로부터 원소를 알아내는 것은 매우 쉽습니다. 다만 다른 원소에서 발생하는 X-ray의 위치가 Resolution(128eV) 보다 가까우면 피크들이 겹쳐져 나타나게 되는데 이럴 경우는 Microscopy의 가속전압을 조절하여 겹칠 가능성이 전혀 없는 다른 X-ray를 검토함으로써 정확한 정성분석을 할 수 있습니다.



*그림 4. EDAX 정성분석

4. EDAX 정량분석

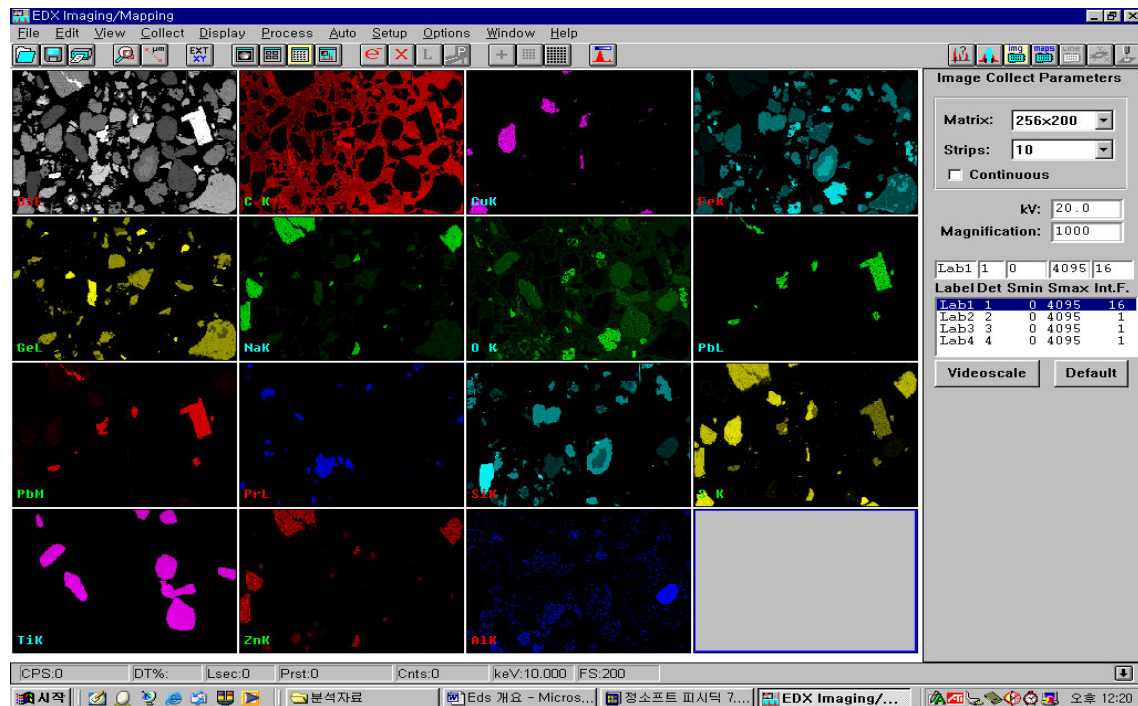
EDAX 정량분석을 위해서는 먼저 정성분석을 통하여 필요한 원소를 얻은 다음 Quantify 버튼을 클릭하는 단 하나의 과정으로 모든 것이 해결됩니다. 시스템의 알고리즘(ZAF)에 의하여 모든 계산이 자동으로 이루어지며 W%의 허용오차는 1%이하로 비교적 정확합니다. 또한 정량분석을 하기 전에 HPD(Holographic Peak & Deconvolution)를 이용하여 실제 얻어진 피크가 이론상의 피크보다 얼마나 벗어나는지 확인할 수 있고 또한 교정할 수도 있습니다.



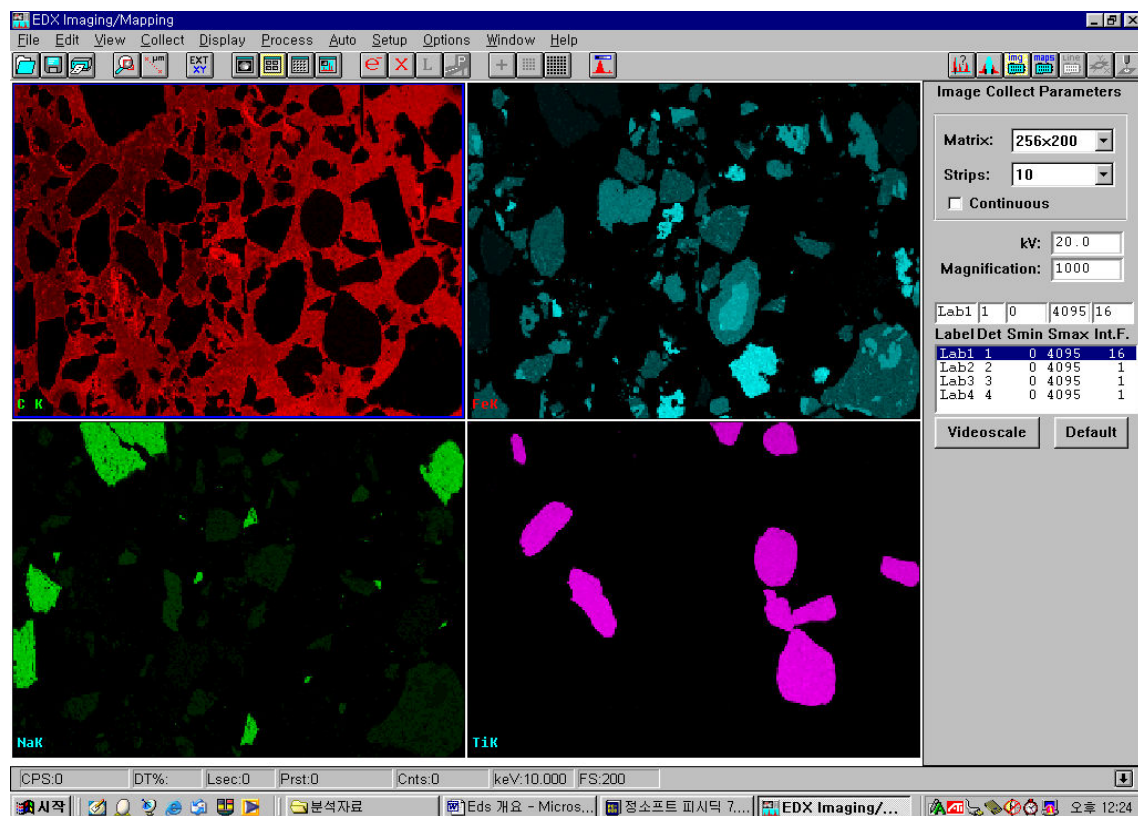
*그림 5 EDAX 정량분석(Deconvolution-하늘색 & Background-파란색 curve)

5. EDAX Mapping & Linescan

Mapping 과 Linescan은 Microscopy의 이미지를 EDAX 시스템으로 넘겨받아 각각의 원소의 위치 혹은 분포를 전체화면 혹은 특정한 선에 대하여 이미지 내지는 그래프로 확인할 수 있는 매우 유용한 프로그램입니다. 조작이 매우 간단하여 초보자도 쉽게 사용할 수 있으며 특히 EDAX에서 제공되는 Quant Mapping은 인접한 피크들에 대한 해상도를 더욱 향상시킨 기술입니다. Mapping의 경우 최대 15개의 원소까지 한번에 분석이 가능합니다.



*그림 6. Mapping(16화면)



*그림 7. Mapping(4화면)

5. EDAX의 장점과 향후전망

Microscope(SEM, TEM)는 오직 화상촬영만을 위한 장비인데 반하여 EDAX System은 수십종의 다양한 소프트웨어를 이용하여 정성&정량분석, mapping, linescan...등 미지의 시료 분석에 필요한 다양한 정보를 빠른시간내에 사용자에게 제공함으로써 더 이상 부속장비가 아닌 필수장비로 그 활용이 갈수록 중요해지고 있습니다. 특히 WDS와 비교하여 조작이 매우 간단하여 초보자도 쉽게 사용할 수 있고 분석시 이동부가 없어 매우 안정적이고 낮은 전자빔 전류로도 분석이 가능하며 검출가능한 모든 원소를 동시에 전부 검출할 수 있어서 분석이 매우 빠릅니다. 또한 Be(4) ~ U(92)까지 거의 모든 원소를 검출할 수 있으며 정량시의 오차도 1% 이내로 매우 안정되어 있습니다.



*그림 8. EDAX Detector Unit(CDU)