Application Note

XEI Scientific, Inc

プラズマクリーニングによるカーボン分析能力の改善

■ EDX によるカーボン分析

EDX によるカーボンの分析は様々な理由による難しさが報告されています。
カーボンの Kα線は低エネルギーであるため X 線検出器のウィンドウにより吸収を受け,更に電子線のスキャンにより試料表面に堆積したハイドロカーボンのコンタミネーションによるバックグラウンドからの影響も受けやすくなります。
ハイドロカーボンは試料室内壁表面、真空系、試料そのものの表面などに存在するものが、電子線に反応して黒いカーボンリッチなスポットとして試料上に堆積します。
また長年の使用により X 線検出器の膜上に堆積したオイル成分も試料中のカーボン分析に対しての障害となります。

■ クリーニングの必要性

写真は、X 線検出器先端のコリメーター及びエンドキャップ付近に堆積したオイルの様子です。このオイルによる汚染のため UTW 検出器によるカーボンや窒素の透過能力は大きく低下してしまい、カーボンによる吸収を受ける窒素の検出にも大きく影響します。

■ Evactron アンチコンタミネーター

Evacton製アンチコンタミネーターはSEM試料室内、及び試料表面のハイドロカーボンを除去することができます。このEvactron製アンチコンタミネーターは活性酸素を使用するプラズマデバイスで、試料室にRFジェネレーターを取り付けることにより使用されます。活性酸素は真空システムの排気中に作られ、ハイドロカーボンと反応して CO,CO_2及びH_2Oとなり真空排気されます。

Evactron による数分間のクリーニングで、SEM の試料室表面層のハイドロカーボンは取り除かれます。しかし長年使用されて蓄積されたコンタミネーションを持つシステムの場合には、僅かな時間でこれらを完全に取り除くことはできないため、これから示す分析結果は、据付後間もないシステムで収集されました。
完全にコンタミネーションを除去するためには、Evactron を使用して、長期間に渡り繰り返しクリーニングを実行するのが効果的で、EDS によるカーボンピークの測定により、そのモニタリングも可能です。

■ 測定条件

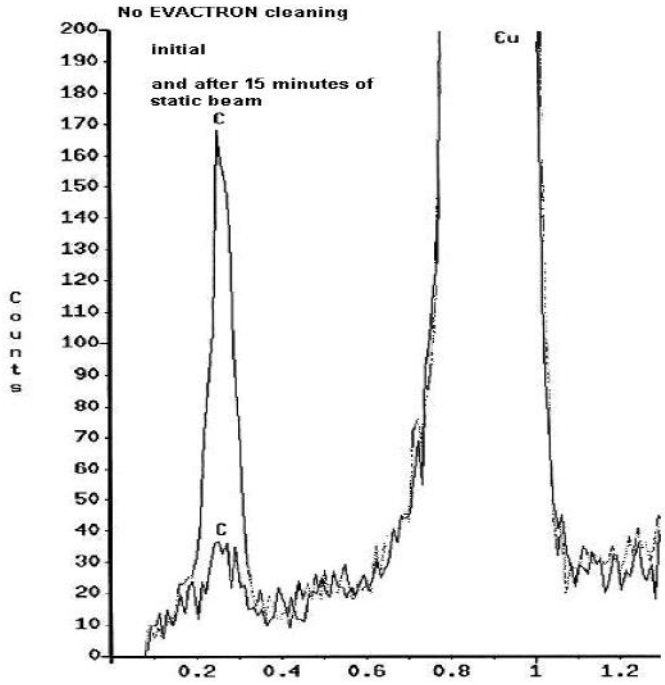
試料	ポシュッリュされた Cu
試料の洗浄	超音波洗浄、及びエタノール洗浄
EDX ウィンドウ	UTW タイプ
加速電圧	15kV
X 線強度計算	ネット強度計算
スペクトル収集時間	50 秒
スペクトル収集間隔	1 回目にスペクトルを収集した後もスポットをあて続け、3 分後、6 分後、15 分後に計測
Evactron 使用条件	10 ワット、80Pa

Techno Lab
Solution for Nanotech
株式会社テクノラボ
神奈川県横浜市西区高島 2-10-31　TEL045-349-8871

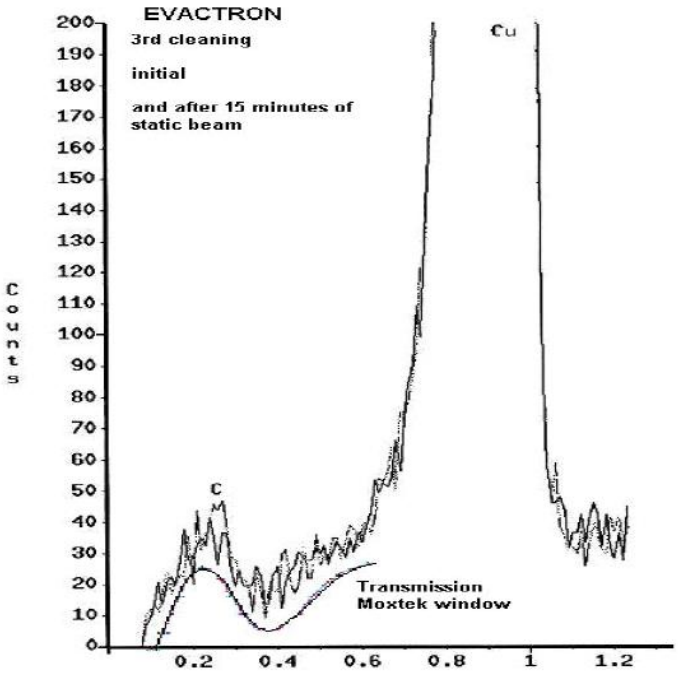
Application Note

■ 実験結果

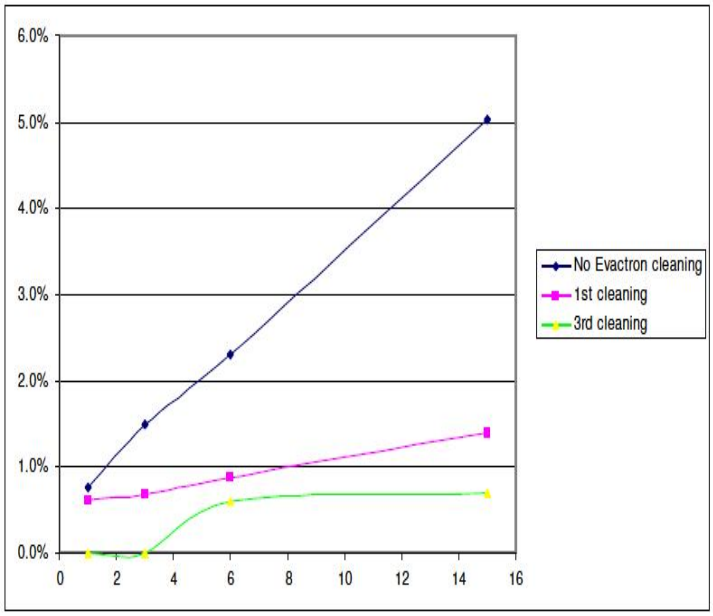
1 回目の測定（Evactron によるクリーニングなし）	0.76%から 5.06%に上昇
Evactron により 4 分間のクリーニング	
2 回目の測定	0.61%から 1.39%に上昇
再び Evactron により 4 分間のクリーニング	
この後約 2 時間放置	
3 回目の測定	測定開始直後、及び 3 分後には C ピークは認識できず、6 分後以降に C ピークを認識



クリーニングを行わない場合のカーボンの EDX スペクトルの比較



3 回のクリーニング後の EDX スペクトルの比較と、Moxtek, Inc のウィンドウ透過曲線



References:

[1] N.Sullivan et al, Microscopy and Microanalysis 8 (suppl.2)(2002) 720CD

[2] C.Roberts, Moxtek, Inc. Application report:Improvements to Light element X-ray Windows for Si(Li) Detectors, Moxtek, Inc, Utah 2002

Techno Lab
Solution for Nanotech
株式会社テクノラボ
神奈川県横浜市西区高島 2-10-31　TEL045-349-8871