

Bericht:
Test des Plasma-Cleaners der Firma Binder

Um die Wirkungsweise des Plasma-Cleaners zu demonstrieren, wurde eine Reihe von Experimenten mit den Mikroskopen *TecnaiF30* und *CM20FEG* angestellt. Die Mikroskope dienten dabei sowohl zur Erzeugung von Kohlenwasserstoff-Kontaminationsschichten als auch zu deren Beobachtung. Generell ist die Kontaminationsrate bei TEM-Untersuchungen stark vom Objekt und seiner Vorgeschichte abhängig. Es ist daher wenig sinnvoll, repräsentative Aussagen über *absolute* Wachstumsgeschwindigkeiten und Schichtdicken, etwa als Funktion der Cleaningzeit, zu machen. Vielmehr soll der Einfluss der Plasmabehandlung *qualitativ* demonstriert werden. Bei allen Behandlungen wurde der Probenhalter senkrecht gekippt in der Quelle angeordnet, so dass das Plasma vorbeiströmen konnte. Als Reaktionsgas diente Luft, der Druck im Reaktionsraum wurde bei $(3 \pm 1) \cdot 10^{-3}$ mbar gehalten.

Experiment 1: Abbau vorhandener Kontaminationsschichten

Als Objekt diente ein freitragender Film der rascherstarrten Legierung ZrAlCuNiFe (Metglas), der bei vorangegangenen TEM-Untersuchungen besonders starke

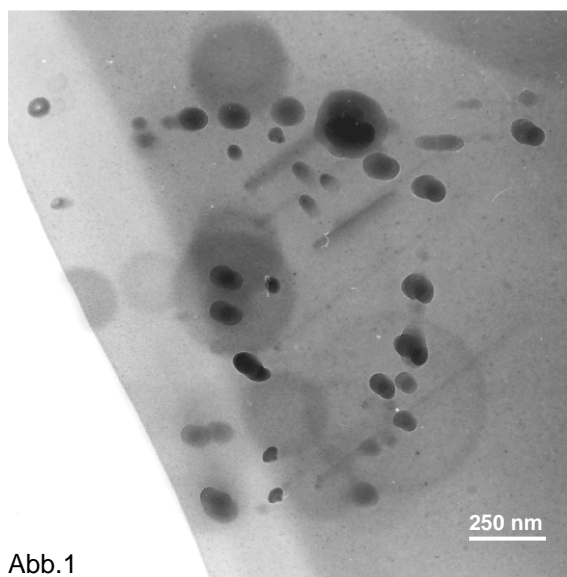


Abb.1



Abb.2

Kontamination zeigte. Ursache ist womöglich der Kleber, mit dem für Präparationszwecke der Film auf der Objektblende befestigt worden war. Die Abb.1 zeigt eine Reihe kreisrunder Kontaminationsflecke, die während konventioneller Hochauflösungs-Abbildungen im Tecnai entstanden sind. Zusätzlich sind engbegrenzte Kontaminationssspots und -streifen zu sehen, die mittels STEM-Modus im CM20 bei unterschiedlichen Bestrahlungsparametern erzeugt worden sind.

Das Objekt wurde nun samt Halter für zunächst 10 min der Plasmabehandlung ausgesetzt und danach wiederum im TEM beobachtet: Abb.2. Alle bereits auf Abb.1

beobachteten Kontaminationsspuren sind noch vorhanden, jedoch geringfügig schwächer geworden.

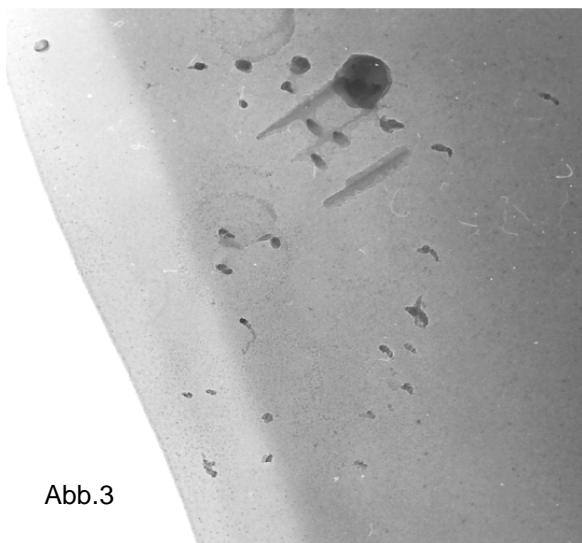


Abb.3

Daruffin wurde das Objekt 1 h lang im Cleaner behandelt. Abb.3 zeigt einen deutlichen Abbau an allen Kontaminationsflecken. Von den dickeren Spots sind Reste zurückgeblieben.

Experiment 2: Behinderung der Kontamination:

Für dieses Experiment wurden am gleichen Metglas-Objekt mit dem CM20 Kontaminationsspot-Reihen erzeugt. Dazu diente im STEM-Modus die fokussierte

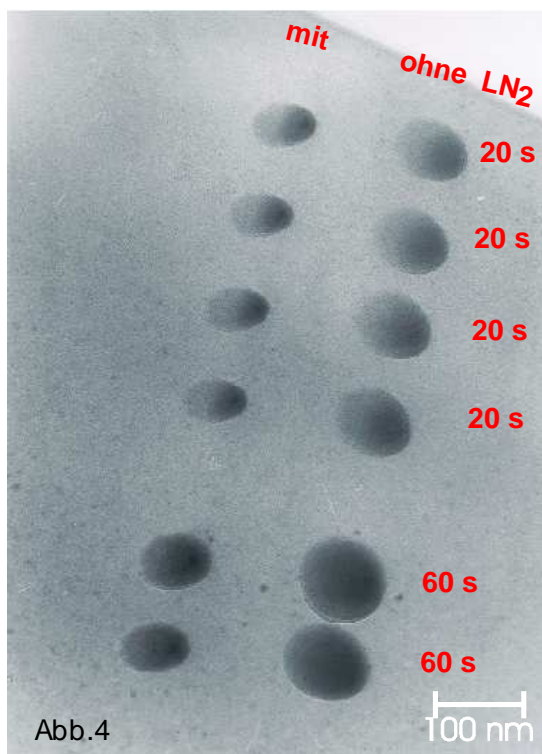


Abb.4

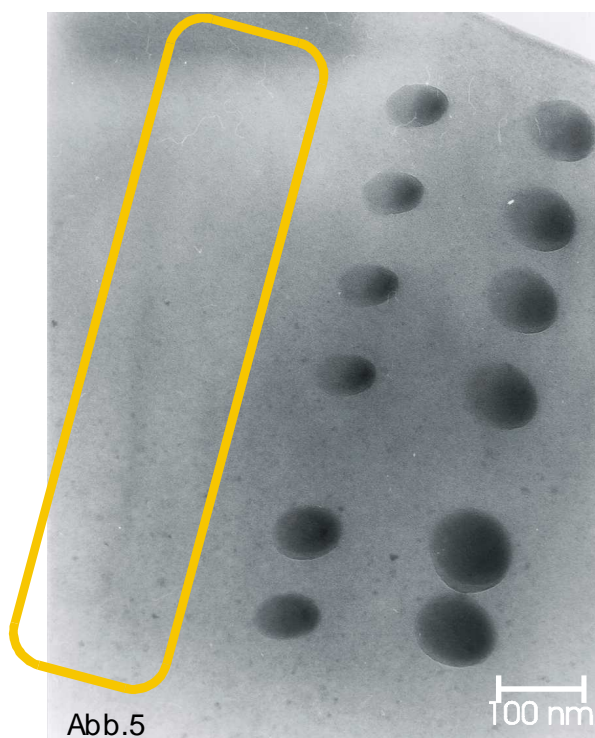
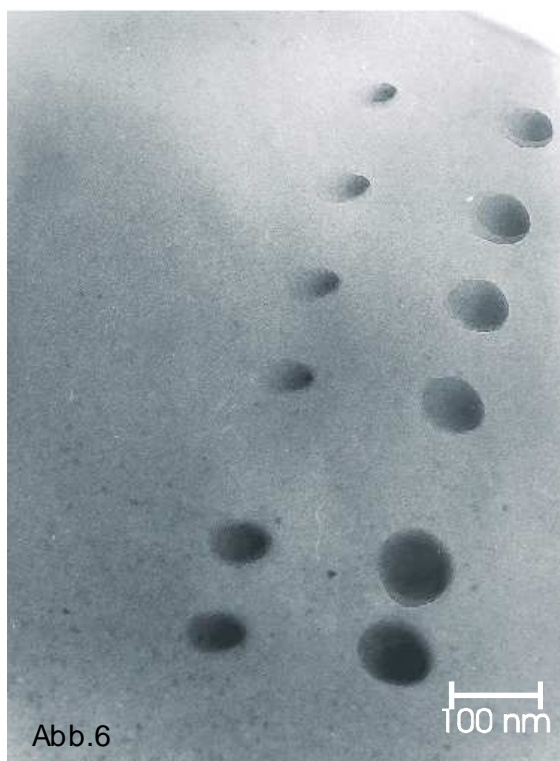


Abb.5

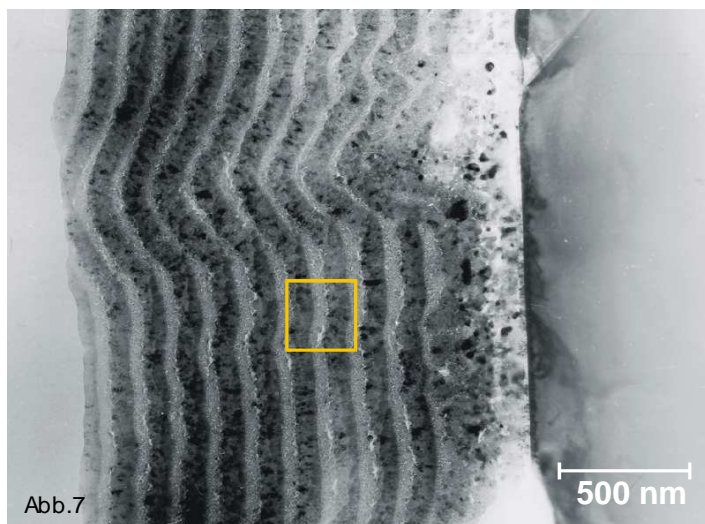
ruhende Elektronensonde (Parameter: 200 kV, Kondensorblende 200 μm , Spotsize 2, Gunlens 3, Extr. 3,8 kV, STEM-Magnification 100 k \times). Die Expositionszeiten betragen 20 s oder 60 s pro Spot, gearbeitet wurde zunächst ohne, dann mit LN_2 -Füllung der Objektraum-Kühlfalle. Die Abb.4 zeigt die erzeugten Spots, die bei gekühltem Objektraum erwartungsgemäß kleiner ausgefallen sind.



Jetzt wurde das Objekt für 10 min im Plasma-Cleaner behandelt und wieder ins CM20 gebracht. Bei eingekühlter Falle wurde versucht, mit den gleichen Bestrahlungsbedingungen wie oben eine dritte Spotreihe zu erzeugen. Die Abb.5 enthält das Ergebnis (markiertes Gebiet): Es sind keine 20 s – Spots sichtbar. Allenfalls sind erste Andeutungen der 60 s – Spots entstanden. Analog zu Experiment 1 ist an den sichtbaren Spotreihen eine Verringerung der Durchmesser im Vergleich zu Abb.4 zu registrieren.

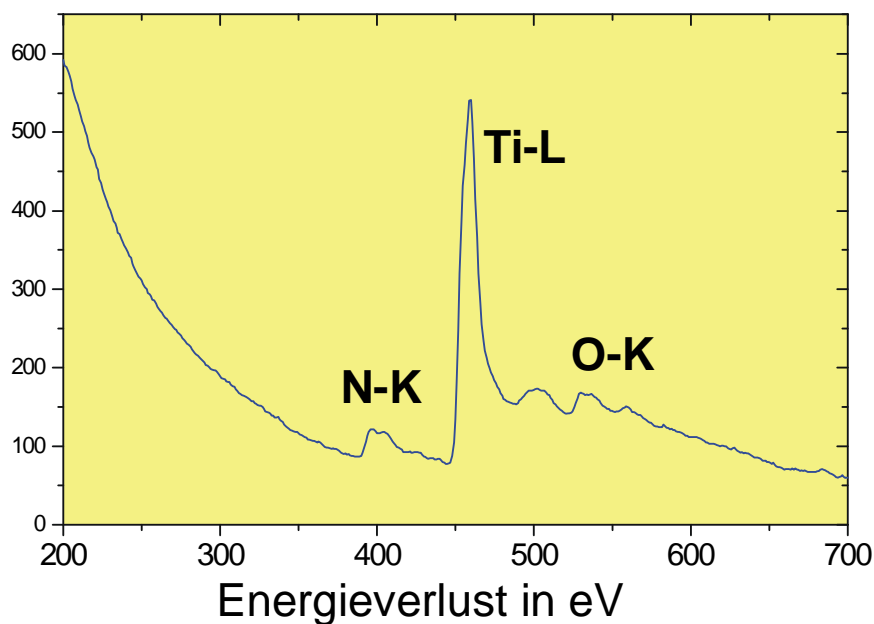
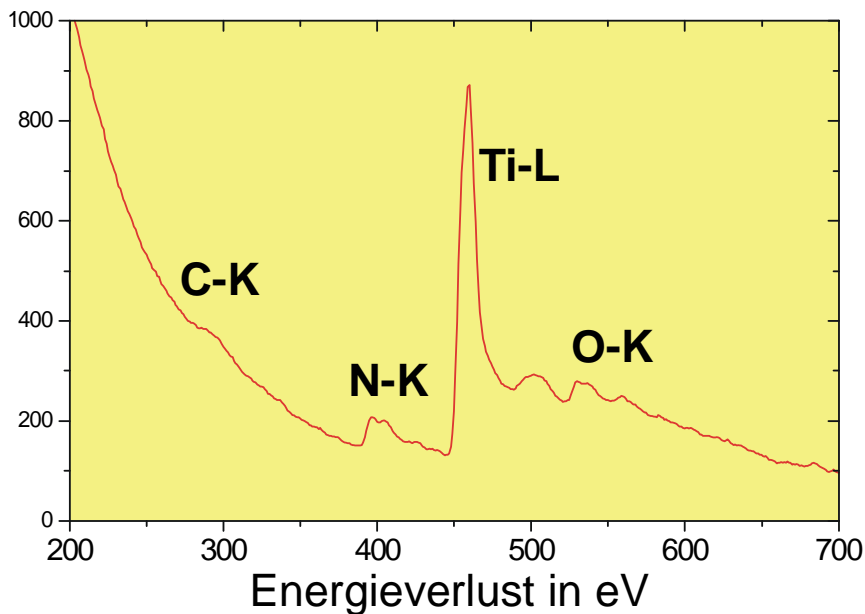
Schließlich wurde dieses Objekt wiederum für 1 h plasmabehandelt. Danach (Abb.6) sind die sichtbaren Spots weiterhin verkleinert.

Experiment 3: Vermeidung spektraler Artefakte



Die Experimente 1 und 2 waren bei relativ hohen Bestrahlungsdosen durchgeführt worden, wodurch die Kontaminationsschichten unmittelbar auf dem Bildschirm gesehen werden können. Häufiger sind in der elektronenmikroskopischen Praxis Einsatzfälle, wo unter geringerer Bestrahlungsdosis unsichtbare Schichten aufwachsen, die nur mit spektroskopischen Mitteln nachgewiesen werden können und dort in der Regel als Artefakte registriert

werden. Das im folgenden beschriebene Experiment verwendet als TEM-Objekt den Querschnitt einer TiN/Al₂O₃-Multilagenschicht (Abb.7), bei der die Elementverteilung mittels Energieverlustspektrometrie zu untersuchen war. Das mit dem *Gatan-PEELS666* am CM20 aufgenommene Verlustspektrum eines 250 nm großen Bereichs (auf Abb.7 markiert) ist in der Abb.8 wiedergegeben. Für ein ausreichendes Signal/Rausch-Verhältnis hätte in diesem Fall eine Integrationszeit von wenigen s genügt. Hier wurde jedoch absichtlich über 120 s aufgenommen, um zu zeigen, dass dann eine Verlustkante C-K entsteht, die auf Kontamination hinweist, ohne dass eine Schicht auf dem TEM-Bild sichtbar wird.



Jetzt wurde das Objekt 20 min im Plasma-Cleaner behandelt und sofort wieder ins TEM gebracht. Die Abb.9 zeigt das jetzt von der gleichen Stelle über 120 s registrierte Spektrum, diesmal ohne die C-K-Kante. Die Plasmabehandlung hat also sowohl die zuvor erzeugte Kontamination entfernt als auch die Entstehung einer neuen Schicht verhindert, zumindest über 120 s. Diese Ergebnis schließt natürlich nicht aus, dass nach sehr langer Wartezeit oder mit unüblich langer Aufnahmezeit wieder mit Kontamination gerechnet werden muss.

Zusammenfassung des Testergebnisses

Die Behandlung der TEM-Objekte mit dem Binderschen Plasma-Cleaner ist geeignet,

- vorhandene Kohlenwasserstoff-Kontaminationsschichten abzubauen, sowie
- die Entstehung neuer Schichten wirksam zu behindern.