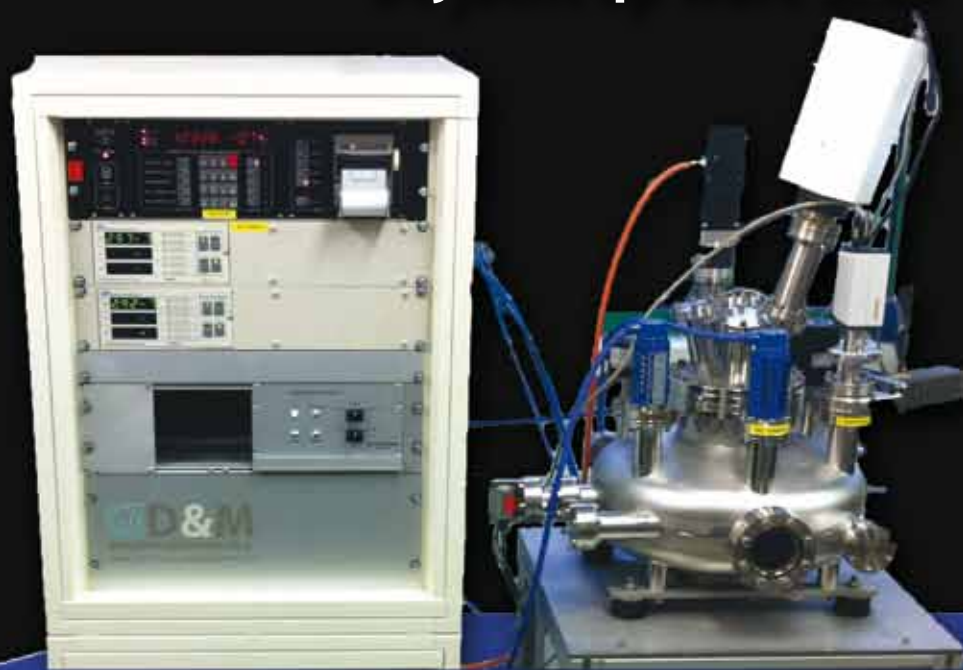


NEVAC BLAD

jaargang 51 / nummer 3 – december 2013

De jacht op ware druk



Design of a liquid flow cell for live cell observation in an integrated light and electron microscope

In situ spectroscopic ellipsometry for studying the growth and optical constants of ALD AlN films

↑ 85 nm

Nanofabricage van koolstofnanobuis-transistors met atoomlaagdepositie



NEDERLANDSE
VACUÛMVERENIGING

Hidden Products for UHV and Surface Science

Quadrupoles for UHV Science



The **3F/PIC** Series of triple filter mass spectrometers for precision analysis in UHV Science Applications.

- **PIC** for fast event UHV gas studies
- **EPIC** for radicals analysis and time resolved measurements
- **IDP** for electron/photon/laser stimulated desorption studies and mass analysis of low energy ions

Affordable Research Grade SIMS



High performance SIMS with the **MAXIM** range of secondary ion mass spectrometers.

- High transmission sector field energy filter
- Raster control for enhanced depth profiling
- Positive and negative ion counting

Fully integrates into Hiden's **SIMS Workstations** and **Surface/Interface Analysis** packages.

Residual Gas Analysis & Vacuum Diagnostics



The fast and precise **RC-RGA Series** with multimode program function for:

- Residual Gas Analysis
- Vacuum Diagnostics
- Vacuum Fingerprinting
- Vacuum Heat Treatment
- Leak Detection
- MBE
- Ion Implantation
- Bake-out Studies

for further details of Hiden Analytical products contact:



HIDEN
ANALYTICAL

info@hiden.co.uk | www.HidenAnalytical.com

represented by

 **BENELUX PROCESS**
PROCESS & VACUUM TECHNOLOGY

www.benelux-process.com

Colofon

Redactie

Claud Biemans, eindredacteur
 Bas Dielissen
 Hans van Eck, hoofdredacteur
 Ad Ettema
 Erwin Kessels
 Fred Schenkel

Web-adres

www.nevac.nl

Redactiesecretariaat

NEVAC
 Delftechpark 26
 2628 XH Delft
 redactie@nevac.nl

Abonnementenadministratie

NEVAC
 Delftechpark 26
 2628 XH Delft

Abonnementen

Binnenland € 25,- per jaar
 Buitenland € 100,- per jaar

Advertentie-exploitatie

NEVAC
 Delftechpark 26
 2628 XH Delft

Grafische vormgeving

Claud Biemans
 www.frontlinie.nl

Verschijningsstijdstippen 2013

April
 Juli
 December

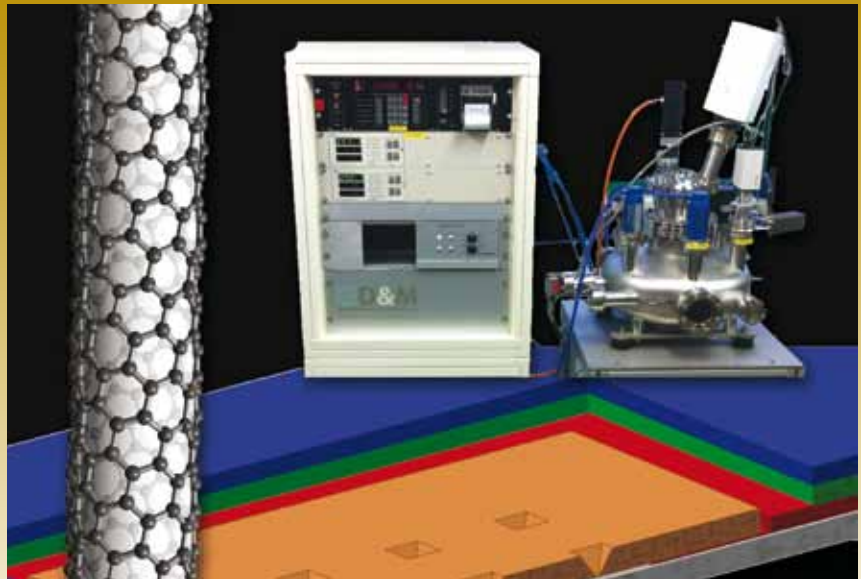
Kopij inzenden naar het redactiesecretariaat. Lidmaatschap opgeven bij de ledenadministratie. Abonnementen opgeven bij abonnementenadministratie.

Vergoeding kopij

Artikelen in het Nederlands over vacuümtechniek en haar toepassingen in de wetenschap en industrie worden door de redactie zeer op prijs gesteld. Voor studenten en promovendi is een vergoeding van € 250,- per gepubliceerd artikel beschikbaar.

ISSN 0169-9431

Bij de omslag



Op de voorpagina staat een compilatie van afbeeldingen afkomstig uit de vier lange artikelen in dit nummer.

- 5 Van de voorzitter *Sander Otte*
- 6 Design of a liquid flow cell for live cell observation in an integrated light and electron microscope *D.W. Morsink, A.C. Zonneville, D.S.B. van Oosten Slingeland, N. Liv, C.T.H. Heerkens, A.P.J. Effting, U. Staufer, J.P. Hoogenboom*
- 10 Nanofabricage van koolstofnanobuis-transistors met atoomlaagdepositie *Nick Thissen, Adrie Mackus, Hans Mulders, Erwin Kessels, Ageeth Bol*
- 19 Aart Kleyn richt nieuw instituut op in Chengdu
- 19 Pfeiffer Vacuum Benelux BV is verhuisd
- 20 De jacht op ware druk *Thom Bijsterbosch*
- 23 Mededeling van de Commissie Opleidingen
- 24 In situ spectroscopic ellipsometry for studying the growth and optical constants of ALD AlN films *H. Van Bui, A.A.I. Aarnink, M.P. de Jong, and A.Y. Kovalgin*
- 31 Agenda
- 31 NEVAC-prijsvraag 2014

De sluitingsdatum van kopij voor het eerste nummer van het *NEVAC blad* 2014 is 15 februari 2014.
 Deadline voor de NEVAC-prijsvraag is 15 januari 2014.



All-metal variable leak valve

Gas inlet valve for precise and stable pressure control
Series 59, DN 16 ($\frac{5}{8}$ "



- High reproducibility of small gas flows for constant system pressure
- Reliable and repeatable leaktight closing to a mechanical stop
- User-friendly and maintenance-free
- Bakeable to 300 °C in open and closed position

Hoofdkantoor in Zwitserland
VAT Vakuumventile AG
CH-9469 Haag
Tel +41 81 771 61 61
Fax +41 81 771 48 30
Email CH@vatvalve.com

Contactadres in Nederland
Zuiderstraat 30
NL-3434 BH Nieuwegein
Tel 030 601 8251
Fax 030 601 8252
Email NL@vatvalve.com

www.vatvalve.com



Verenigingsgegevens

Ereleden

L.G.J.M. Hassink, Stibbe 23,
2421 MR Nieuwkoop
G. Ikking, Artemisstraat 34,
2624 ZN Delft
† Prof.dr. J. Kistemaker
† Ir. J.H. Makkink
Th. Mulder, Ambachtsheerelaan 60,
3481 GM Harmelen
Dr.ir. E.P.Th.M. Suurmeijer, Elzenlaan 11,
9321 GL Peize
Prof.dr. J. v.d. Veen, Schubertlaan 8,
1411 HZ Naarden
Dr.ir. J. Verhoeven, Kon. Julianaweg 23,
3628 BN Kockengen

Bestuur

Dr. A.F. Otte, voorzitter
Prof.dr.ir. W.M.M. Kessels, vice-voorzitter
J.W.M. van Kessel, secretaris
Dr. A.R.H.F. Ettema, penningmeester

Verenigingssecretariaat

Jan W.M. van Kessel
jwmvankessel@gmail.com of
secretaris@nevac.nl

Adres ledenadministratie

p/a Dr. A.R.H.F. Ettema
NEVAC, Delftechpark 26,
2628 XH Delft, The Netherlands
Telefoon: +31 15 2600406
Fax: +31 15 2600405
e-mail: penningmeester@nevac.nl

Inlichtingen over opleidingen en examens

Dr.ir. E.P.Th.M. Suurmeijer
Elzenlaan 11, 9321 GL Peize
Telefoon: 050-5032556
e-mail: eptm.suurmeijer@kpnplanet.nl

Penningmeester NEVAC

Postgiro 1851529, o.v.v.:
Penningmeester NEVAC,
t.a.v. Dr. A.R.H.F. Ettema,
Delftechpark 26,
2628 XH Delft

Contributies

Contributie € 20,- per jaar
Studenten/promovendi € 5,- per jaar
Bedrijfsleden € 150,- per jaar

Van de voorzitter

Welkom in de derde uitgave van het *NEVAC blad* jaargang 51, de laatste van dit jaar. De vernieuwde look blijft een plezier om naar te kijken.

Zoals altijd is het blad gevuld met een aantal artikelen van hoge kwaliteit. We willen iedereen aanmoedigen om ook komend jaar mooie verhalen in te sturen. Daarom houden we binnenkort weer de inmiddels bekende NEVAC-prijsvraag. Dus: schrijf een technisch of wetenschappelijk artikel vóór 15 januari 2014 en maak kans op € 1000 aan prijzengeld!

Deze keer beginnen we met een artikel van Diederik Morsink uit Delft. Hij laat zien dat het mogelijk is om iets heel erg 'onvacuümachtigs' – namelijk

levende cellen in een vloeistof – te bestuderen in de uiterst schone vacuümomgeving van een elektronenmicroscop. Hiertoe maakt hij gebruik van een *flow cell* die wordt gevoerd door ingenieuze micropompen van slechts 5 mm in omvang. Dit soort *on-chip plumbing* vormt een prachtig staaltje microfabricage!

Nick Thissen (Eindhoven) vertelt ons over een nieuwe techniek om transistoren te maken van koolstofnanobuizen. Door gebruik te maken van een combinatie van elektronenbundelgeïnduceerde depositie en atoomlaagdepositie lukt het hem om elke vorm van lithografie in het fabricageproces te omzeilen. Zo komen de nanobuizen niet in contact met chemicaliën en blijven ze vele malen schoner. Thom Bijsterbosch beschrijft de ontwikkeling van een volledig geautomatiseerd ijksysteem voor drukmeters. Door slim gebruik te maken van een luchtsluit en een regelbaar lekventiel is er nagenoeg geen enkele menselijke handeling meer vereist in het ijkproces. Hierdoor neemt het aantal meetfouten af en houden de medewerkers van D&M Vacuümsystemen tijd over voor ander werk.

Tot slot een bijdrage van Hao van Bui uit Twente – naar aanleiding van de afgelopen april door Herbert Wormeester met steun van de NEVAC georganiseerde workshop – over het gebruik van spectroscopische ellipsometrie voor de analyse van films die door middel van atoomlaagdepositie gegroeid zijn. Het blijkt dat deze techniek bijzonder goed werkt op aluminiumnitride lagen: de optische constanten hangen hier uiterst gevoelig af van de laagdikte.

Ik wens u veel leesplezier en alvast een heel goede en gezonde afloop van 2013!

Sander Otte
Voorzitter NEVAC



Design of a liquid flow cell for live cell observation in an integrated light and electron microscope

In the development of new drugs and medicine it is of great importance to understand the interactions between living cells and a medicine that is introduced in the system. Synchronous high resolution imaging and accurately controlled drug dispense can provide fundamental insights in this field of research. Simultaneous Correlative Light and Electron Microscopy (SCLEM) is a recently developed imaging technique that integrates an optical fluorescence microscope into a scanning electron microscope. This technique enables the user to obtain both structural and functional information of the sample. However, the examination of living cells with this technique is complex, because the vacuum requirements for the electron beam puts limitations to the hydrated state of living cells. To overcome this incompatibility, several devices have been designed and evaluated. Most recently the possibilities to integrate microfluidic components such as pumps and reservoirs into these devices have been explored. The integration of such components enables simultaneous high resolution correlative imaging and manipulation of living cells on a molecular level. A conceptual design that integrates an imaging area, reservoirs, micropumps and microfluidic channels in a single $20 \times 20 \text{ mm}^2$ MEMS device is presented.

D.W. Morsink, A.C. Zonneville, D.S.B. van Oosten Slingeland, N. Liv, C.T.H. Heerkens, A.P.J. Eftting, U. Stauffer, J.P. Hoogenboom*

Technische Universiteit Delft, Lorentzweg 1, 2628 CJ Delft

* Corresponding author: j.p.hoogenboom@tudelft.nl

Fluorescent and electron microscopy

The fluorescence microscope provides colour contrast images with functional information of the sample, but with diffraction limited resolution. The Scanning Electron Microscope (SEM) provides high resolution, intensity contrast images that show the ultrastructure of the sample. The combination of these two techniques can be advantageous for several applications in the field of biology and life science imaging. By integrating a fluorescence microscope in a conventional SEM, the Scanning Electron and Confocal Optical Microscope (SECOM) platform enables the user to simultaneously obtain complementary structural and functional information with both imaging techniques (see figure 1). This technique is known as Simultaneous

Correlative Light and Electron Microscopy (SCLEM). Detailed descriptions of this technique and the SECOM platform are provided by Liv et al. [1] and Zonneville et al. [2].

One important drawback of SEM is that it requires a high vacuum environment (typically 10^{-5} - 10^{-6} mbar) to operate properly. The need for a vacuum environment imposes that the sample that is being imaged must be free of any fluids that could evaporate during imaging. This is in contradiction with the wish of being able to perform high resolution imaging of cells in their naturally hydrated state. In order to overcome these incompatible requirements several designs have been made. These designs and the most recent developments are discussed below.

Liquid cell

The liquid cell is a small vacuum tight container that contains a small amount of liquid inside. This container allows bringing a small volume of liquid at atmospheric pressure inside a high vacuum environment (see figure 2). The liquid cell contains a glass coverslip and a silicon nitride membrane that allow imaging of the fluid inside the container. The coverslip forms the bottom of the device. This is a standard #1.5 coverslip that is used in fluorescence microscopy with a specified thickness of 160-190 μm and a refractive index of 1.5255. The top membrane is made of a silicon chip containing a thin silicon nitride membrane. The thickness of this membrane is only 50 nm. Due to the high tensile strength of silicon nitride (5.5 GPa) this extremely

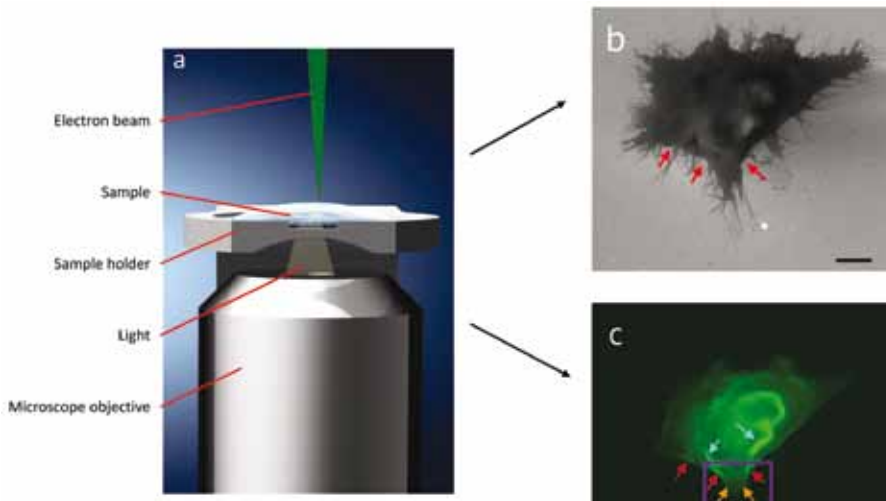


Figure 1 Simultaneous Correlative Light and Electron Microscopy. (a): Schematic view of a sample being imaged with the SECOM platform (b): SEM image of a cell showing structural information. Red arrows indicate positions where no tentacles grow from the cell (c): Fluorescence image of the same cell showing that the green fluorescent dye concentrates at the locations indicated with red arrows. Blue arrows indicate incremented protein concentration in the interior of the cell. The purple box indicates the area selected for high magnification SEM imaging (not shown). Image from [1].

thin membrane is able to withstand the pressure difference between the atmospheric pressure inside the device and the vacuum outside the device. The thickness of only 50 nm makes this membrane transparent for the electron beam of the SEM. The combination of the coverslip and the silicon nitride membrane creates an imaging area where the sample can be imaged with both the electron beam and the optical setup. By filling the device with a liquid containing living cells, this device can be used for SCLEM imaging of living cells.

In an improved design of the liquid cell two inlet and two outlet ports have been implemented in the imaging area. By connecting these ports with capillary tubing and a feedthrough to syringes outside the vacuum chamber, a liquid flow can be created in the device. The composition of the liquid in the device can be influenced by varying the dispense rates of the syringes at the inlet. Living cells can be introduced in the system through the capillary tubing or the sample can be fixed to the silicon nitride membrane before use in a similar way as is described by Thiberge et al. [3]. This

device has been successfully manufactured and used in several experiments at the department of Charged Particle Optics at Delft University of Technology.

Integrated liquid flow cell

One of the potential fields of research where devices like the liquid cell can be of great importance is for example the development of new drugs and medicine. For instance, a sample of cells can be imaged while a medicine is introduced in the system and the reaction of the sample to the medicine is observed with

SCLEM. In drug research the synthesis of even a small volume of medicine can be elaborate and very expensive. Therefore it is important that the volume of liquid that is brought into the device is used as efficiently as possible. The utilization of syringes and capillary tubing to and from the device introduces a relatively large internal volume of the device compared to the volume of the imaging area, where the actual interactions of interest take place. This provides a reason to minimize the internal volume of the device and peripherals.

A promising approach to reduce the internal volume is the integration of all the functionalities and peripherals into a single MEMS device. This integration also brings another advantage in the case of a leaking device or capillary; because the volume of liquid in the device is small and is not connected to syringes with a relatively large volume, the amount of liquid that could evaporate in the vacuum chamber in case of a leak is strongly reduced. This results in a reduced risk of damage to the electron source of the SEM. In order to design a useful device the following functionalities should be integrated in the device:

- A transparent glass membrane for optical imaging
- A silicon nitride membrane for SEM imaging
- A microfluidic pump to create a flow in the device

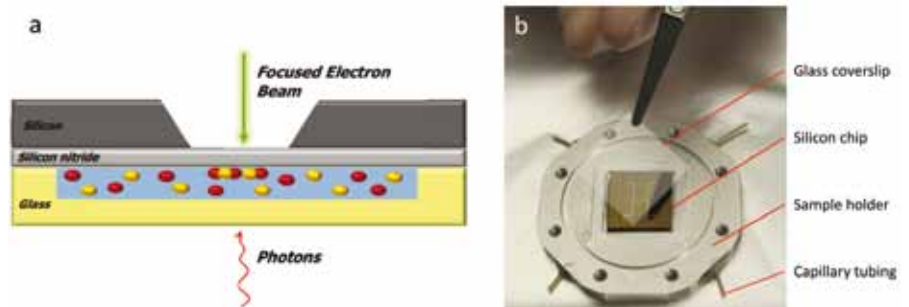


Figure 2 Liquid cell. (a): Schematic view of the liquid cell. The liquid cell holds a small volume of liquid in a vacuum tight container. The glass coverslip at the bottom allows fluorescence imaging of the sample. The top of the capsule is a silicon chip with a 50 nm thick silicon nitride membrane that enables SEM imaging. (b): Image of the improved device with in- and outlet ports to create a liquid flow in the imaging area. The imaging area is located in the horizontal bar of the H-shaped microfluidic channels.

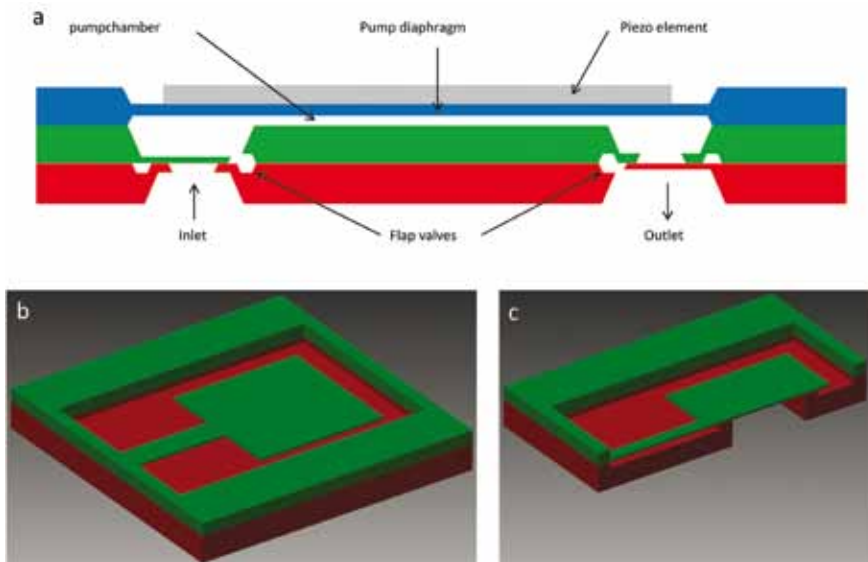


Figure 3 Micropump. (a): Schematic layout of the micropump built in three stacked layers of silicon. The bottom two layers (red and green) form a pair of flap valve structures and the top layer (blue) forms the pump membrane that is actuated with a piezoelectric element. (b): Detail of the inlet valve. (c): Cross section of the inlet valve. Images are not to scale.

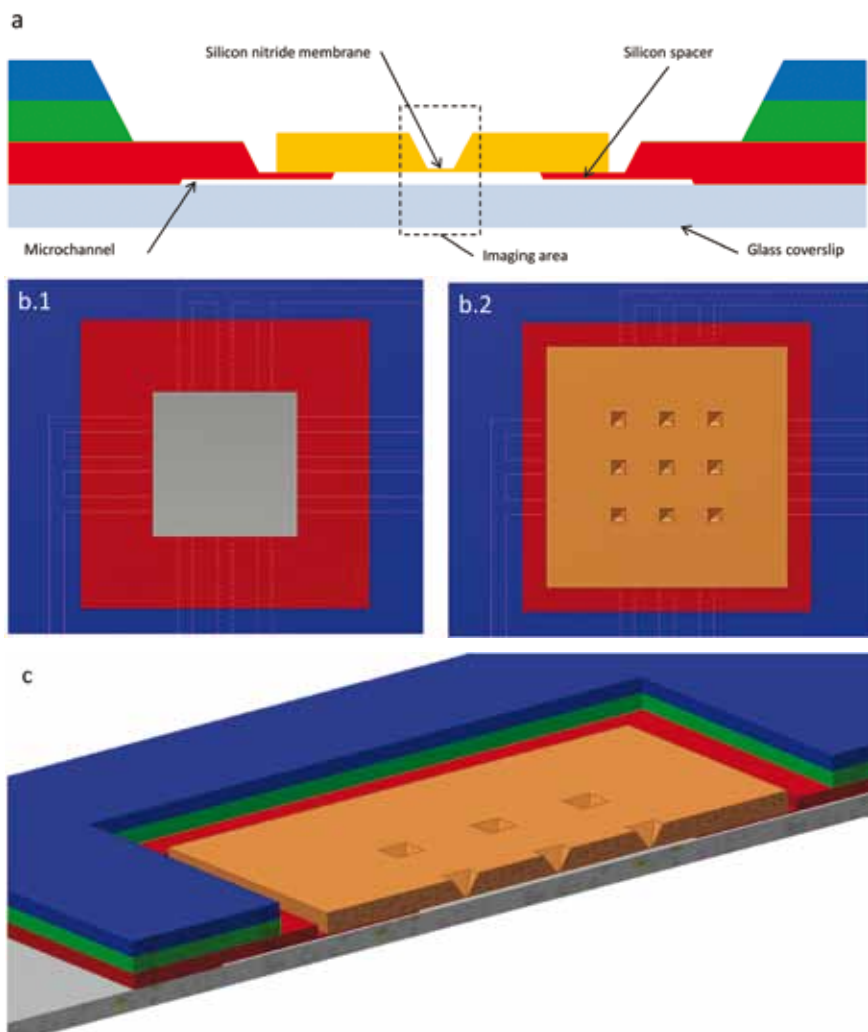


Figure 4 Imaging area. (a): Schematic layout of the imaging area showing the separate silicon chip with silicon nitride membrane on a silicon spacer and glass coverslip. Image not to scale. (b): Top view of the imaging area without (b.1) and with (b.2) separate chip. Microfluidic channels are indicated with dotted lines. (c): Cross section of the imaging area.

- Reservoirs for at least two liquids and a waste reservoir to collect the liquids after usage
- Microfluidic channels to connect the imaging area, reservoirs and pump

A conceptual design that incorporates the abovementioned functionalities in a $20 \times 20 \text{ mm}^2$ silicon MEMS device is presented in the next sections. First the designs of the micropump and the imaging area are presented, and then the integration of these components is discussed.

Micropump

The micropump is the most complex structure that must be integrated in the system, and therefore most strongly influences the design of the device. For this device the compact, self-priming designs that were developed by Linneman [4] and Kang [5] have been combined. The micropump is built in three stacked layers of $150 \mu\text{m}$ silicon (see figure 3). The lower two layers of the device together form a pair of flap valve structures ($900 \times 500 \mu\text{m}^2$) that restrict the flow in one direction. The top layer of this device forms the pump diaphragm of $40 \mu\text{m}$ thickness. The size of the diaphragm is $5 \times 5 \text{ mm}^2$. The diaphragm is actuated with a piezoelectric element to induce the pump stroke of the device.

Imaging area

The bottom of the imaging area is a glass coverslip that forms the optically transparent barrier between the vacuum and the liquid in the device. On top of the coverslip a silicon chip is placed. This chip contains a $3 \times 3 \text{ mm}^2$ hole that has been formed by etching the silicon and acts as a spacer. The hole in this chip is covered with a separate silicon chip with a silicon nitride membrane. The assembly of the coverslip, spacer and chip with the silicon nitride membrane forms the imaging area (see figure 4). The chip with the silicon nitride membrane is a separate part that can be taken from the device. This allows the user to culture the

sample on the silicon nitride membrane. After the sample is fixed at the membrane, the chip is placed on the device and forms a fully enclosed imaging area.

MEMS integration

By manufacturing the basis of the imaging area in the same layers as the micropump, the micropump and the imaging area are integrated. The imaging area and the outlet valve of the pump are connected with microfluidic channels to pump liquid through the imaging area. A reservoir is made in the same silicon structure and connected to the inlet valve with a microfluidic channel as well. From the imaging area microfluidic channels lead to a waste reservoir where the liquid is collected after usage. By efficiently placing these components on a footprint of $20 \times 20 \text{ mm}^2$ the reservoir, micropump and microfluidic channels fit twice in the device (see figure 5). This results in a device that has two reservoirs and two micropumps that are connected to the same imaging area. This design allows the user to pump two liquids with a different composition through the imaging area in order to manipulate the sample located there.

System integration

The design presented here builds on existing knowledge, expertise and proof of principles that were gained during prior research. In the future this design can be improved by incorporating additional functionalities that were investigated in earlier projects.

The manufacturing of a prototype of the complete device will be done in several intermediate steps to overcome the many challenges that are encountered when a concept is turned into reality. At this point several individual features of the design are converted to prototypes to show that the design is feasible. As a first step towards the realisation of this device a suitable bonding technique to bond the glass coverslip to the silicon base has been developed.

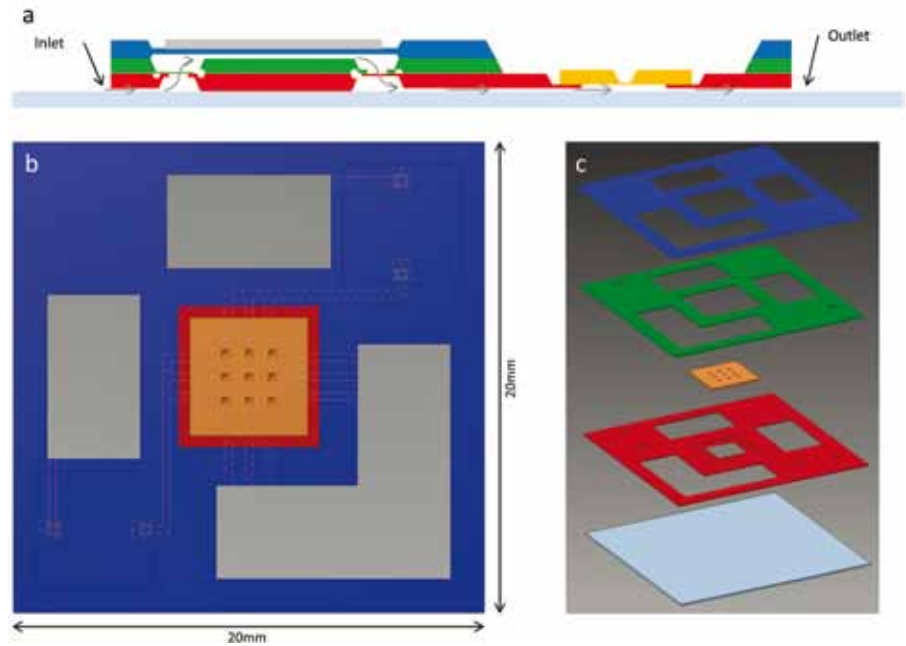


Figure 5 Complete device. (a): Schematic layout of the complete device with inlet, micropump, microchannels, imaging area and outlet. The grey arrows indicate the flow in the device. (b): Top view of the complete device showing two reservoirs, two micropumps, the imaging area with separate chip and the waste reservoir in the $20 \times 20 \text{ mm}^2$ device. (c): Exploded view of the complete device.

Conclusion

Simultaneous Correlative Light and Electron Microscopy (SCLEM) is a recently developed imaging technique that can be of great importance in life sciences and related fields of research. By combining a fluorescence microscope with a Scanning Electron Microscope both functional and structural information can be obtained in a single image.

Two designs have been presented that enable the use of SCLEM imaging on living cells and samples in their natural, hydrated state.

Most recently the possibilities to integrate all functionalities and peripherals of the earlier developed designs into a single MEMS device have been explored. A conceptual design for an integrated liquid flow for SCLEM imaging is presented.

In the future the conceptual design that is presented can be of use in drug research and other fields of research where interactions between living cells and a small amount of liquid are of great interest.

References

- 1 N. Liv, A.C. Zonneville, A.C. Narvaez, A.P.J. Efting, P.W. Voorneveld, M.S. Lucas, J.C. Hardwick, R.A. Wepf, P. Kruit, and J.P. Hoogenboom, Simultaneous Correlative Scanning Electron and High-NA Fluorescence Microscopy, *PLoS ONE*, **8** (2), e55707, Feb. 2013.
- 2 A.C. Zonneville; R.F.C. v. Tol; G.A. Schotte; C.A.N. Barends; A.C. Narvaez; N. Liv; P. Kruit; J.P. Hoogenboom, Licht- en elektronenmicroscopie geïntegreerd 'kleur geven aan de elektronenmicroscopie', *NEVAC blad*, **50** (3), 7–13, 2012.
- 3 S. Thiberge, A. Nechushtan, D. Sprinzak, O. Gileadi, V. Behar, O. Zik, Y. Chowers, S. Michaeli, J. Schlessinger, and E. Moses, Scanning electron microscopy of cells and tissues under fully hydrated conditions, *PNAS*, **101** (10), 3346–3351, 2004.
- 4 R. Linnemann, P. Woias, C.-D. Senfft, and J.A. Ditterich, A self-priming and bubble-tolerant piezoelectric silicon micropump for liquids and gases, *Proceedings MEMS 98. IEEE. Eleventh Annual International Workshop on Micro Electro Mechanical Systems. An Investigation of Micro Structures, Sensors, Actuators, Machines and Systems (Cat. No.98CH36176)*, 532–537, 1998.
- 5 J. Kang, J.V. Mantese, and G.W. Auner, A self-priming, high performance, check valve diaphragm micropump made from SOI wafers, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **18** (12), 125021, Dec. 2008.

Nanofabricage van koolstofnanobuis-transistors met atoomlaagdepositie

Koolstofnanobuisjes (*carbon nanotubes*, CNTs) zijn een relatief nieuw soort materiaal dat voorgesteld wordt als toekomstig alternatief voor het silicium dat sinds jaar en dag gebruikt wordt in nano-elektronica. De elektrische eigenschappen van koolstofnanobuisjes zijn zeer geschikt voor gebruik in geïntegreerde schakelingen (zoals transistors) en hun geringe grootte maakt ze geschikt om de schakelsnelheid van nano-elektronica nog verder te verbeteren [1].

De gangbare technieken om transistorcomponenten te fabriceren (een ‘top-downproces’ met foto- en elektronenbundellithografie [2,3]) hebben echter als nadeel dat er schadelijke chemische etsstappen gebruikt worden. Bovendien is het nodig een fotolaklaag aan te brengen op de koolstofnanobuisjes, die achteraf niet meer in zijn geheel te verwijderen is en de elektrische eigenschappen van de componenten aantast [4].

In dit artikel wordt de fabricage van koolstofnanobuistransistors met behulp van een nieuwe ‘directe’ en ‘lokale’ depositietechniek besproken, een combinatie van twee methoden: elektronenbundelgeïnduceerde depositie (*electron beam induced deposition*, EBID), en atoomlaagdepositie (*atomic layer deposition*, ALD).

Nick Thissen¹, Adrie Mackus¹, Hans Mulders², Erwin Kessels¹, Ageeth Bol¹

¹ Faculteit Technische Natuurkunde, Technische Universiteit Eindhoven, postbus 513, 5600 MB Eindhoven

² FEI Electron Optics, Achtseweg Noord 5, 5651 GG Eindhoven

Koolstofnanobuistransistors

Een veldeffecttransistor is het basisonderdeel van de meeste geïntegreerde schakelingen. Deze bestaat uit een halfgeleidend kanaal (meestal silicium) dat een elektrische stroom kan geleiden tussen de metallische *drain*- en *source*-contacten, zie figuur 1(a). Met behulp van een spanning op een derde contact (poort of *gate*) kan de geleiding van het kanaal veranderd worden, waarmee de transistor ‘aan’ (hoge geleiding) of ‘uit’ (lage geleiding) geschakeld kan worden. Hoewel dit soort componenten in geïntegreerde schakelingen steeds kleiner (en dus sneller en goedkoper) worden, zullen binnen enkele jaren de grenzen van het fabricageproces en het materiaal bereikt worden.

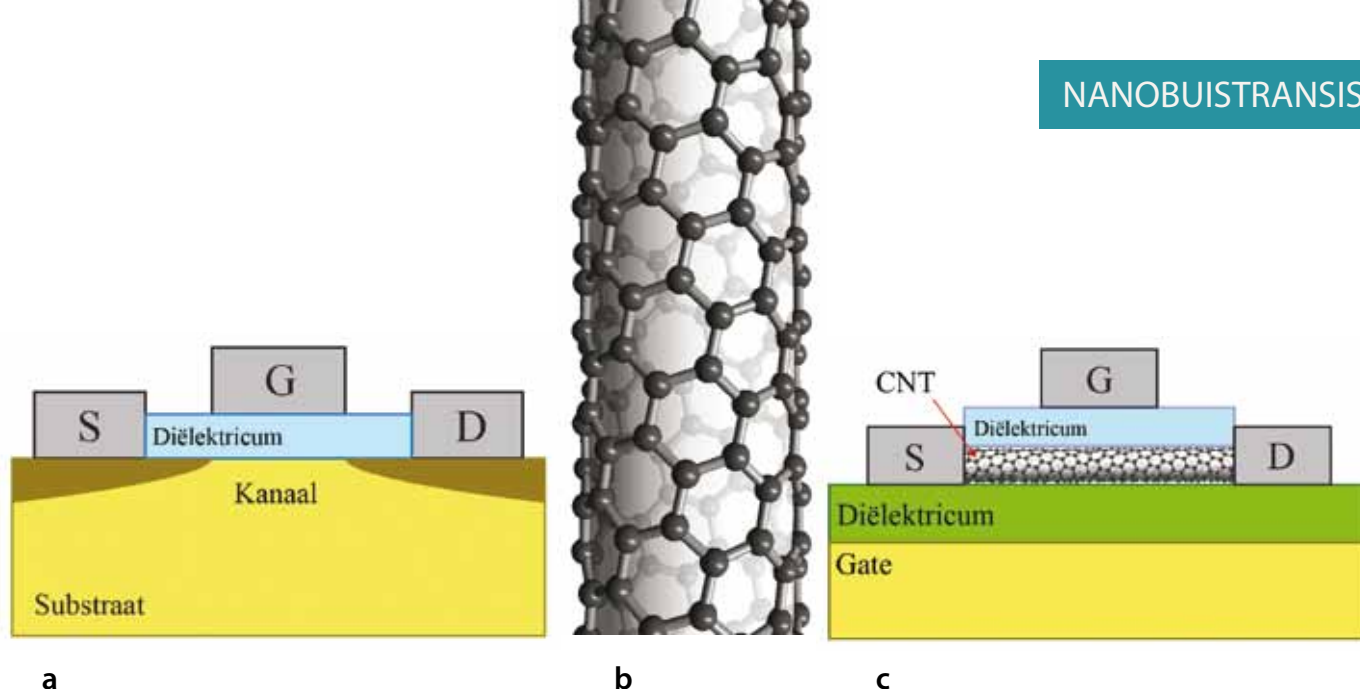
Het siliciumkanaal in gebruikelijke transistors kan echter vervangen worden door een halfgeleidende koolstofnano-

buis. Koolstofnanobuisjes bestaan uit enkele laag hexagonaal gerangschikte koolstofatomen, opgerold tot buisjes van slechts ongeveer een nanometer in diameter (zie figuur 1(b)). Door hun uitstekende elektrische eigenschappen en geringe diameter zijn ze uiterst geschikt om transistors nog sneller te maken [1]. Noodzakelijk voor het fabriceren van koolstofnanobuistransistors is het aanbrengen van de metallische *source*- en *drain*-contacten op de koolstofnanobuis, zoals in figuur 1(c). De gebruikelijke techniek die hiervoor gebruikt wordt, foto- of elektronenbundellithografie, omvat het aanbrengen van een dunne fotolaklaag (*resist*), die na lokale blootstelling aan licht of elektronen deels opgelost kan worden in een ontwikkel-oplossing. De patronen die zo ontstaan in de fotolaklaag worden opgevuld met een metaal, waarna de overtollige fotolaklaag verwijderd

wordt door chemicaliën. Deze op lithografie gebaseerde technieken zijn echter minder geschikt voor gevoelige nanomaterialen zoals koolstofnanobuisjes: het is lastig om de overtollige fotolaklaag van de koolstofnanobuisjes te verwijderen waardoor een dun laagje aanwezig blijft dat de elektrische eigenschappen aantast [4]. Daarnaast kunnen de gebruikte chemicaliën schadelijk zijn voor de schakeling.

Direct schrijven van contacten

Door de problemen met lithografie op gevoelige nanomaterialen is het wenselijk om een depositietechniek te ontwikkelen waarmee contacten lokaal en direct geschreven worden en er geen lithografiestappen meer nodig zijn. Een dergelijke ‘bottom-uptechniek’ is de combinatie van elektronenbundelgeïnduceerde depositie (EBID) en atoomlaagdepositie (ALD) [5,6].



Figuur 1 (a) Tekening van een standaard veldeffecttransistor. Weergegeven zijn de *source* (S), *drain* (D) en *gate* (G) contacten. (b) Schematisch zijaanzicht van een koolstofnanobuis met een diameter van 0,64 nm. (c) Tekening van een koolstofnanobuis-veldeffecttransistor. De koolstofnanobuis (CNT) ligt op een diëlektricum en een geleidend substraat aan de onderkant wordt vaak als tweede *gate* gebruikt.

Elektronenbundelgeïnduceerde depositie (EBID)

EBID maakt gebruik van een gefocusseerde elektronenbundel van een raster-elektronenmicroscop (*scanning electron microscope*, SEM) voor het deponeren van een patroon van moleculen. De elektronenbundel scant volgens een gewenst patroon over het oppervlak, waardoor geadsorbeerde precursormoleculen door energetische elektronen dissociëren in vluchtige reactieproducten – die weggepompt worden – en niet-vluchtige reactieproducten, die als depositie achterblijven. Door het gebruik van een goed gefocusseerde elektronenbundel kunnen op deze manier patronen met een laterale afmeting van minder dan 10 nm geschreven worden [7]. Een nadeel van EBID is dat de materiaalkwaliteit van de depositie meestal erg laag is [8]. Bij het gebruik van metaalorganische precursormoleculen voor de depositie van metalen bestaat het resulterende materiaal bijvoorbeeld vaak uit meer dan 80 % koolstof. Daarnaast is het niet praktisch om met een dergelijke seriële techniek één voor één driedimensionale contacten te schrijven: omdat de groeisnelheid erg laag is moet elk patroon een aantal malen met de elektronenbundel gescand worden voor het bereiken van een geschikte dikte.

Atoomlaagdepositie (ALD)

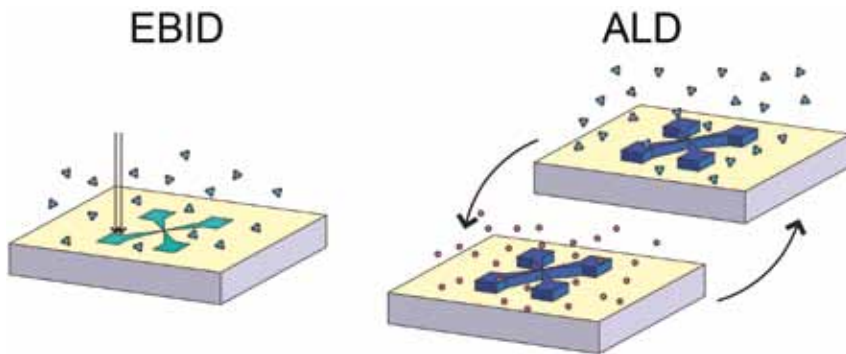
ALD is een techniek die gebruikt wordt om ultradunne laagjes van hoge materiaalkwaliteit te deponeren. Het substraat wordt afwisselend blootgesteld aan twee precursorgassen, gescheiden door pomp- of spoelstappen. De precursorgassen reageren op een zelflimiterende manier met het oppervlak; dat wil zeggen dat de chemische reacties vanzelf stoppen wanneer een enkele laag precursormoleculen is geadsorbeerd. De blootstelling aan de twee precursorgassen en de pompstappen vormen samen één cyclus die zo vaak als nodig herhaald kan worden. Door de zelflimiterende reacties groeien de laagjes met een vaste snelheid (typisch 0,05 tot 0,1 nm per cyclus) onafhankelijk van de lokale precursorflux, waardoor de dikte van een depositie tot op atomaire schaal beheerst kan worden en een erg hoge uniformiteit en materiaalkwaliteit behaald kan worden.

De combinatie van EBID en ALD

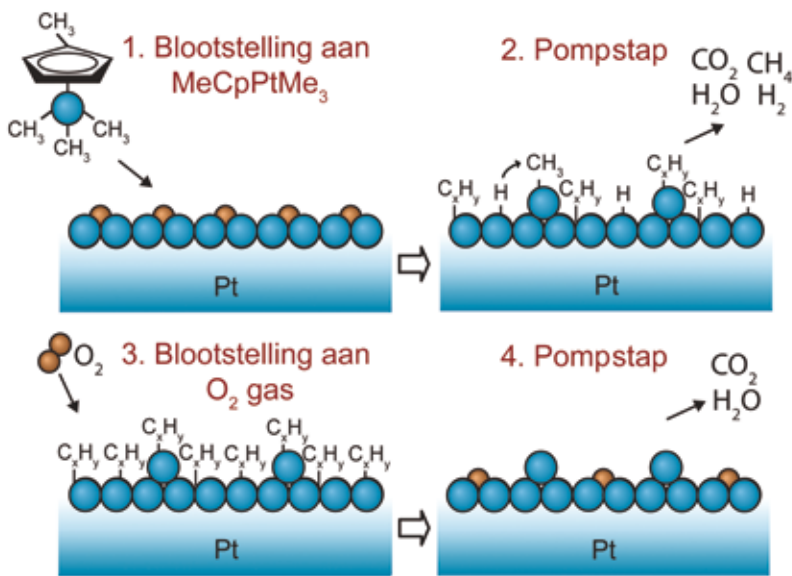
Omdat ALD gebruikmaakt van chemische oppervlaktereacties hangt het wel of niet plaatsvinden van veel ALD-processen af van het type substraat waarop de depositie plaatsvindt. Dit maakt het mogelijk dat de depositie enkel plaatsvindt op een vooraf gedefinieerd patroon

en niet over de hele oppervlakte van het substraat. Deze combinatie van EBID en ALD, plaats-selectieve ALD, benut deze selectiviteit en vormt zo een methode om lokaal en direct contacten te schrijven [5,6].

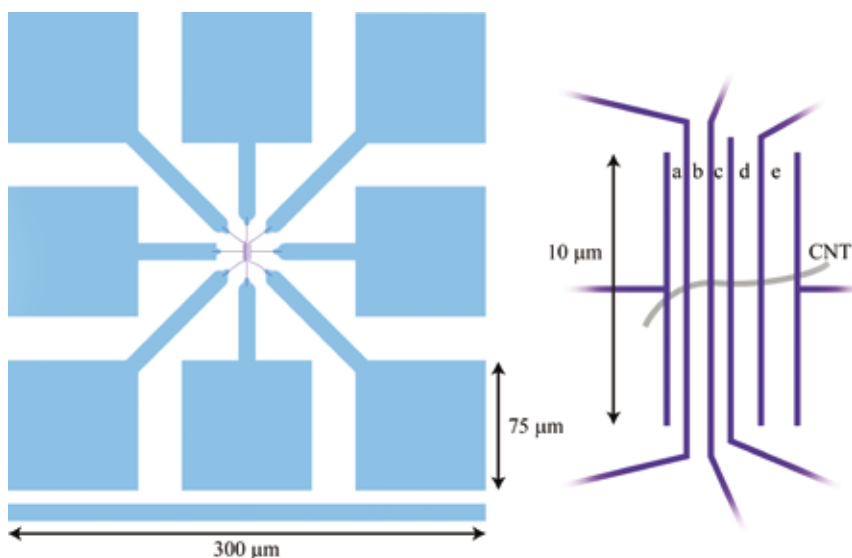
De methode bestaat uit twee stappen, namelijk (1) depositie van ultradunne kiemlagen in een gewenst patroon met EBID, en (2) het aandikken van genoemde kiemlagen tot driedimensionale structuren met plaats-selectieve ALD (zie figuur 2 voor een schematische weergave). Als de kiemlaag dun genoeg is en de ALD-groei selectief op de kiemlaag start dan is de materiaalkwaliteit van de gedeponeerde structuren uiteindelijk vergelijkbaar met de hoge kwaliteit van ALD-laagjes. De combinatie van EBID en ALD verenigt dus de hoge materiaalkwaliteit van ALD met de hoge laterale resolutie van EBID en maakt het mogelijk om lokaal en direct contacten te schrijven zonder gebruik te maken van lithografie. Daarnaast wordt het grootste deel van het materiaal van de contacten met ALD gedeponerd, wat door de chemische aard van het proces wellicht betere contacteigenschappen oplevert dan met fysische opdamming bij lithografie. Voor de depositie van platina (Pt) nanocontacten wordt tijdens beide stap-



Figuur 2 (links) Depositie van een dunne kiellaag in een gewenst patroon met EBID. (rechts) Aandikken van de kiellaag met selectieve ALD.



Figuur 3 Reactiemechanisme van platina-ALD. De MeCpPtMe₃ precursor adsorbeert op een platinalaag, waarna diverse koolwaterstoffen het oppervlak bedekken en voorkomen dat nieuwe precursormoleculen kunnen reageren. De zuurstofprecursor verbrandt deze koolwaterstoffen in de tweede helft van de cyclus waardoor enkel platina achterblijft en een nieuwe cyclus kan starten.



Figuur 4 Voorbeeld van een contactpatroon dat door EBID gedeponereerd wordt als kiellaag voor ALD-groei. Het overzicht links toont het gehele patroon waarbij de grote vlakken dienen om contact te maken met de meetapparatuur door middel van naaldjes. De close-up rechts toont de metaallijntjes in het midden die contact moeten maken met de koolstofnanobuis.

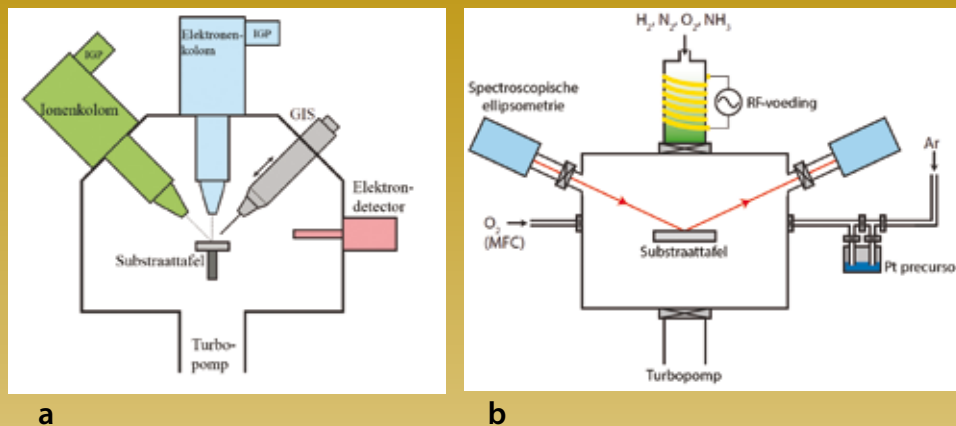
pen gebruikgemaakt van de precursor (methylcyclopentadiënyl)-trimethylplatina (MeCpPtMe₃). Tijdens het EBID-proces wordt deze precursor in gasvorm in de rasterelektronenmicroscop geïntroduceerd, waar geadsorbeerde moleculen door de elektronenbundel gedissocieerd worden. Dit resulteert in een depositie van voornamelijk amorf koolstof waarin zich ongeveer 16 atomaire procent platina bevindt in de vorm van nanodeeltjes [5,8,9].

Het ALD-proces maakt gebruik van dezelfde MeCpPtMe₃ precursor, die afwisselend met zuurstof bij een substraattemperatuur van 300 °C in de ALD-reactor geïntroduceerd wordt. Deze twee stappen worden gescheiden door pompstappen. Het proces is schematisch weergegeven in figuur 3. Bij een lage zuurstofdruk (~ 0,01 mbar) is het ALD-reactiemechanisme afhankelijk van de katalytische werking van de gedeponeerde platinalaag, namelijk de dissociatieve chemisorptie van zuurstof [10]. Hierdoor kan de depositie onder deze condities niet starten op een oppervlak dat deze reactie niet kan katalyseren (zoals bijvoorbeeld SiO₂ of Al₂O₃). De platina-deeltjes in de EBID-kiellaag vormen op deze manier een oppervlak waarop de ALD-groei selectief kan starten.

Fabricage met EBID-ALD

De substraten in dit onderzoek bestaan uit p-type gedoteerde siliciumwafers met 10 nm SiO₂. De siliciumwafer wordt als gate gebruikt, terwijl het SiO₂ laagje als diëlektricum dienst doet dat de gate isoleert van het kanaal (de koolstofnanobuisjes). De koolstofnanobuisjes worden op het substraat gedruppeld vanuit een oplossing. Omdat de koolstofnanobuisjes op deze manier willekeurig over het substraat verspreid liggen, is gekozen om daarna een groot aantal contactpatroonkiellagen te deponeren, waarbij elk

Experimentele opstellingen



Figuur 5 (a) Schematische weergave van de FEI Nova 600 DualBeam opstelling gebruikt voor EBID. (b) Schematische weergave van de ALD-I opstelling gebruikt voor ALD.

De experimentele opstellingen die gebruikt zijn voor het EBID- en het ALD-proces worden schematisch weergegeven in respectievelijk figuur 5 (a) en (b). Een FEI Nova 600 DualBeam (zie figuur 5(a)) combineert een elektronenkolom, ionenkolom en een gas-injectiesysteem (GIS) en kan gebruikt worden als rasterelektronenmicroscop voor EBID-deposities en zelfs voor nanofabricage met een gefocuseerde ionenbundel (FIB). De vacuümkamer wordt via een turbomoleculaire pomp tot een einddruk in de orde van 10^{-6} mbar gepompt zodat er tijdens het EBID-proces minimale verontreiniging (in de vorm van bijvoorbeeld water) aanwezig is. De elektronenbundel wordt gecreëerd en gefocuseerd) werkt op een nog lagere druk van ongeveer 10^{-7} - 10^{-9} mbar, wat met behulp van een speciale, trillingvrije ionenpomp (*ion getter pump*, IGP) gerealiseerd wordt. Het gas-injectiesysteem (GIS) bestaat uit een microscopische naald die zeer dicht naar het substraat toe geschoven kan worden om een precursorgas zo dicht mogelijk bij het substraat te doseren.

Voor het ALD-proces wordt de ALD-I opstelling in figuur 5(b) gebruikt. Deze opstelling bestaat uit een vacuümkamer die eveneens door een turbomoleculaire pomp tot een einddruk van 10^{-6} mbar gepompt wordt. De substraat-tafel kan verhit worden tot $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ en een plasmabron maakt plasma-geassisteerde ALD-processen mogelijk. Het MeCpPtMe₃ precursorgas wordt met behulp van argon in de kamer gebracht, terwijl de zuurstofdruk met behulp van een massastroomregelaar (*mass-flow controller*, MFC) geregeld wordt. Een spectroscopische ellipsometriediagnostiek is aanwezig waarmee de dikte van de gegroeide laag tijdens het proces tot op atomaire schaal gemeten kan worden.

patroon dus slechts een relatief kleine kans heeft om contact te maken met een koolstofnanobuis. De patronen bestaan uit vier of zes verticale lijntjes die, in het ideale geval, contact maken met een koolstofnanobuis. Deze contactjes lopen uit in vlakken die groot genoeg zijn om met behulp van microscopische naaldjes elektrisch te worden gekarakteriseerd. Een voorbeeld van een dergelijk patroon is afgebeeld in figuur 4. De afstanden tussen twee opeenvolgende contactjes (a, b, c, d, en e in figuur 4 rechts) wordt de kanaallengte genoemd en deze is respectievelijk 0,45, 0,60, 0,45, 0,80 en $1,0\text{ }\mu\text{m}$. Het gebruik van verschillende kanaal-

lengtes op een enkele koolstofnanobuis biedt de mogelijkheid om via elektrische metingen de contactweerstand van de contacten te meten, wat een maat is voor de kwaliteit van de contacten. In een geautomatiseerd proces kunnen in een nacht honderden kiemlagen geschreven worden met EBID, die daarna allemaal tegelijk (dus parallel) aangedikt worden met ALD.

Karakterisering door elektrische metingen

Transistors worden voor een groot deel gekarakteriseerd door de drain-stroom I_d die ze geleiden in de 'aan' en 'uit'-stand

(I_{on} en I_{off}), en de verhouding tussen de twee (aan/uit-ratio). Deze aan/uit-ratio moet hoog zijn (10^4 tot 10^6), omdat bij gebruik in een logische schakeling er een duidelijk onderscheid gemaakt moet kunnen worden tussen de 'aan' en 'uit'-stand [1]. Een andere belangrijke eigenschap is de subdrempelhelling S , die aangeeft hoeveel gate-spanning er nodig is om de drain-stroom met een factor tien te verhogen. Deze eigenschappen kunnen gemeten worden met behulp van de transferkarakteristiek van een transistor: de drain-stroom I_d (vaak logaritmisches) uitgezet tegen de gate-spanning V_{gs} , zoals aangegeven in figuur 6(a).

SPECIAL FASTENERS FOR VACUUM AND HIGH VACUUM APPLICATIONS

Jeveka has an extensive range of products for Ultra-high vacuum (UHV). Co-engineered for the semiconductor industry by Jeveka, these fasteners can be used in a wide range of applications, for instance aerospace-industry and solar systems.

Available products:

- Socket head capscrew
- Hex head bolts
- Nuts
- Captive head capscrews
- Rings
- Pins
- Large range of vented products available from stock

Available materials:

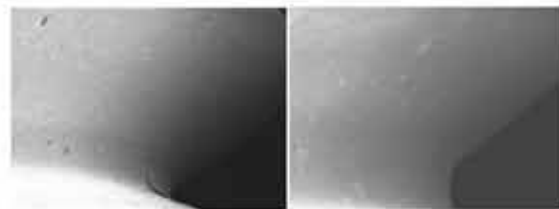
Our products for UHV are characterized by a standard stainless steel quality of A4-80. Where others often provide a range of A2 or A4-70. The products are also available in: Inconel 718 and Titanium (grade 2 and 5)

Choosing Jeveka means:

- many items are available from stock
- production of specials on request
- small packages and sales units possible
- technical support and advice
- growing range by market demand

Visit us at
Precision Fair Veldhoven
3 & 4 december 2013
STAND 85

A4 stainless steel cap screw

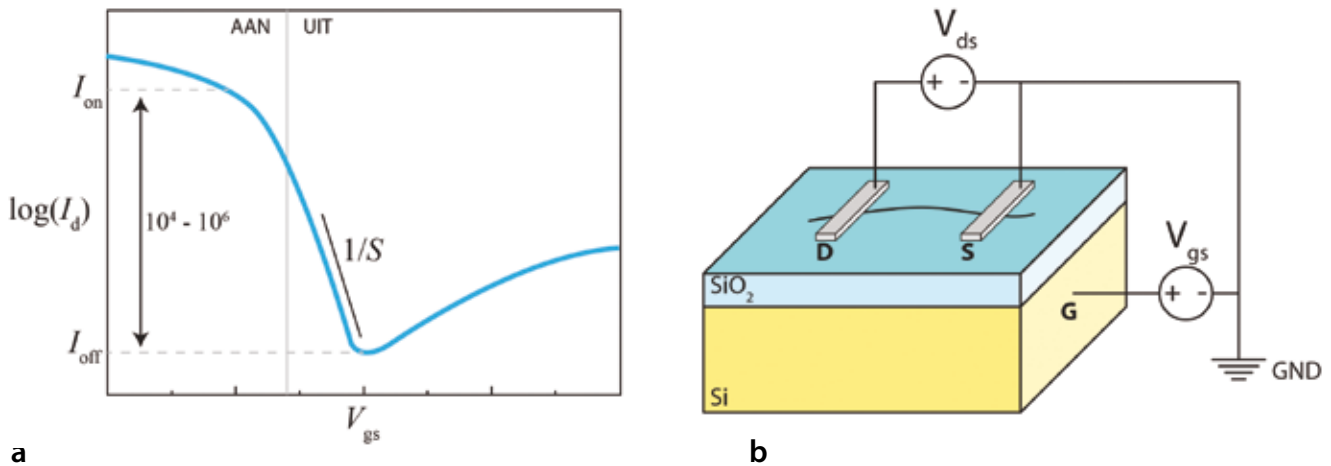


Photo's by FEI Electron Optics BV

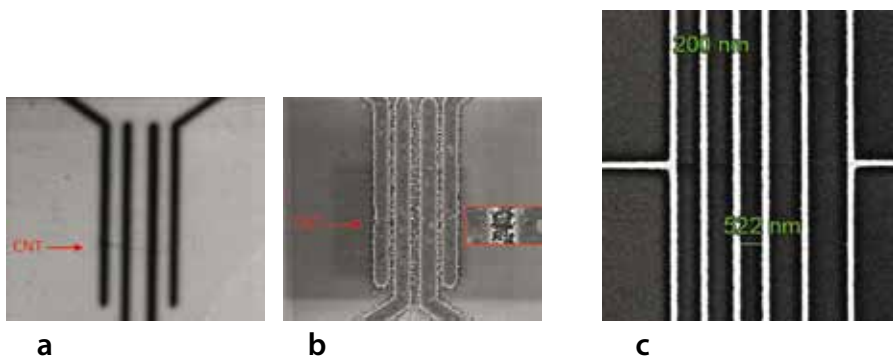
T +31 (0)20 - 342 0 342 E sales@jeveka.com
F +31 (0)20 - 342 0 302 I www.jeveka.com

 **Jeveka**

Jeveka | Since 1937 a leading specialist in the field of fasteners and tools.



Figuur 6 (a) Voorbeeld (schematisch) van een typische transferkarakteristiek (drain-stroom I_d tegen gate-spanning V_{gs}). Aangegeven zijn de 'aan' en 'uit' stroom, en de subdrempelhelling S . (b) Tekening van de elektrische karakterisering van de koolstofnanobuistransistors. Een spanning V_{ds} wekt een stroom op die door de gate-spanning V_{gs} gemoduleerd wordt.



Figuur 7 (a) SEM-afbeelding van een kiemlaag gedeponerd met EBID vóór de aandikking met ALD. (b) Dezelfde set contacten na 500 ALD-cycli. (c) Een set contacten op een sample gedeponerd met geoptimaliseerde depositieparameters resulteert in smallere en beter gedefinieerde contacten dan weergegeven in (b).

De transferkarakteristiek van de koolstofnanobuistransistors wordt gemeten met het elektrische schema weergegeven in figuur 6(b). Er wordt een kleine, constante drain-source-spanning V_{ds} aangelegd tussen twee opeenvolgende contactjes die dienst doen als drain- en source-contact. De gate-spanning V_{gs} wordt dan langzaam gevarieerd tussen ongeveer -4 en 4 V en de drain-stroom I_d wordt voor elke gate-spanning gemeten. De spanning tussen drain en source wordt aangelegd via een tweetal minuscule naaldjes die contact maken met de grote vlakken in figuur 5, terwijl de gate-spanning aangelegd wordt door simpelweg een spanning te zetten op de sampletafel.

Resultaten

Figuur 7(a) en (b) tonen een close-up van een set contacten op een koolstofnanobuis, gedeponerd met de combinatie van EBID en ALD. De kanaallengte (afstand tussen de twee middelste contacten) is ongeveer 300 nm. De kleine platina-eilandjes naast en tussen de contacten in figuur 7(b) worden veroorzaakt door niet-geoptimaliseerde depositieparameters en zijn niet meer aanwezig in geoptimaliseerde samples zoals te zien in figuur 7(c). Experimenten met deze geoptimaliseerde samples zijn momenteel nog in uitvoering. De platina-eilandjes naast de niet-geoptimaliseerde contacten zorgen in veel gevallen voor kortsluiting tussen de

contacten waardoor er geen transistormetingen mogelijk zijn. Hierdoor is er slechts een enkele werkende transistor gevonden op het desbetreffende sample. Hoewel de werkende transistor niet door de SEM afgebeeld is (om schade door de elektronenbundel aan de koolstofnanobuis te voorkomen) hebben we aangenomen dat de contacten vergelijkbaar zijn met de contacten in figuur 7(b).

De gemeten transferkarakteristiek van deze transistor is weergegeven in figuur 8. Directe vergelijking met koolstofnanobuistransistors gerapporteerd in de literatuur is niet mogelijk op basis van een enkele transistor, omdat (door natuurlijke variatie in onder andere koolstofnanobuisdiameter) er vaak een statistische verdeling van de eigenschappen gemeten wordt. Er wordt daarom slechts een indirecte vergelijking gemaakt met de koolstofnanobuisjes gerapporteerd door Franklin et al. [3,11]. Deze hebben tot nu de beste eigenschappen, voor zover gerapporteerd in de literatuur. Zoals in figuur 8 te zien is, wordt de geleiding van (en dus de stroom door) de koolstofnanobuis gemoduleerd door de gatespanning V_{gs} . Bij negatieve gatespanningen neemt de stroom lineair toe tot een 'aan' stroom van $I_{on} = (14 \pm 1)$ nA. Deze stroom is significant lager dan de 'aan' stromen die door Franklin et al. gerapporteerd worden (in de orde

DISCOVER VALUE IN VACUUM TECHNOLOGY

The New Agilent TwisTorr 84 FS and 304 FS

- Proven best performance on the market, with new TwisTorr stages optimized for H₂ Compression Ratio
- Agilent Floating Suspension, the breakthrough bearing technology that reduces acoustical noise and vibration

NEW



The New Agilent IDP-15 Dry Scroll Pump

- Hermetic pump with motor and bearings completely isolated from the vacuum path
- Provides rapid pump-down
- Single-sided scroll design allows simple, fifteen minute service
- Designed specifically for low noise (<50 dBA) and vibration

NEW



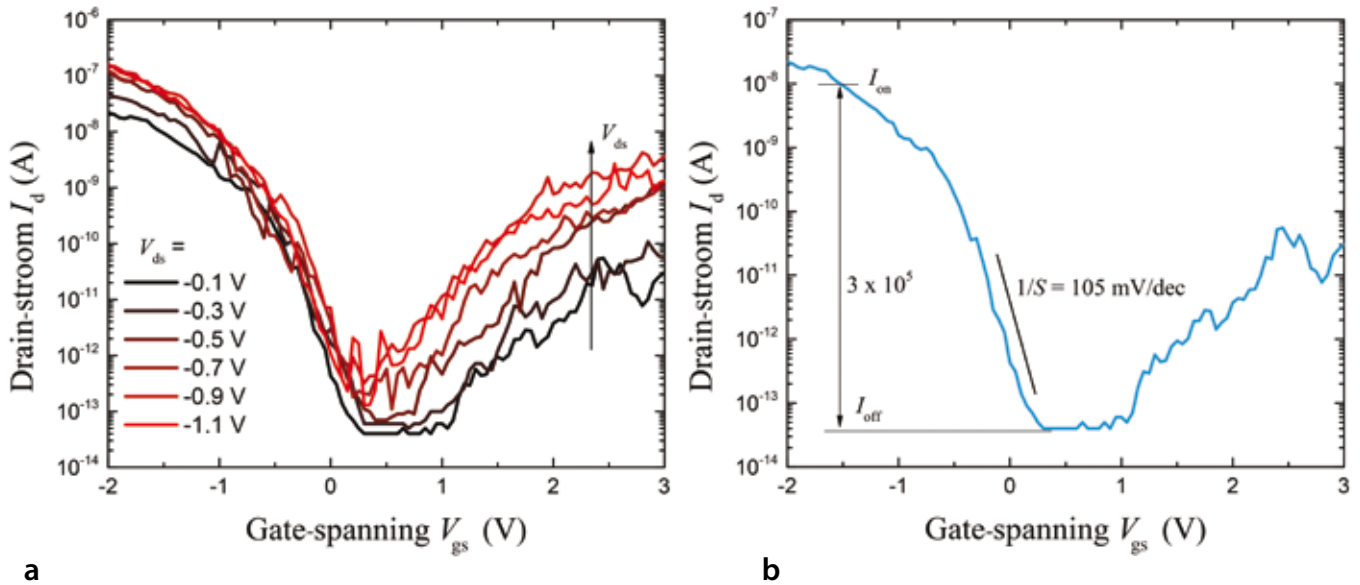
Agilent Technologies Netherlands BV
Groenelaan 5, 1186 AA Amstelveen, The Netherlands
Tel: +31 20 547 2000 - Fax: +31 20 547 2093
Toll free: 00 800 234 234 00
www.agilent.com/chem/vacuum

The Measure of Confidence



Learn more:
Ask for your free copies





Figuur 8 Transferkarakteristiek van de koolstofnanobuistransistor. (a) Transferkarakteristiek voor verschillende drain-source-spanningen V_{ds} . (b) Transferkarakteristiek voor $V_{ds} = -0,1$ V inclusief gemeten transistor eigenschappen zoals de aan/uit-ratio en subdrempelhelling.

van $10 \mu\text{A}$ [3,11]), wat gedeeltelijk verklaard kan worden door het gebruik van een veel langere kanaallengte (ongeveer 300 nm vergeleken met slechts 9 nm). Daarnaast is het mogelijk dat de kwaliteit van de koolstofnanobuisjes (zoals het aantal defecten) slechter is in ons geval. Bij lage gate-spanningen (dicht bij 0 V) neemt de stroom af tot minder dan $I_{\text{off}} = 10^{-4}$ nA, wat een aan/uit-ratio van meer dan 10^5 oplevert, precies in het juiste bereik voor logische schakelingen en vergelijkbaar met literatuur [3,11].

De subdrempelhelling S is stijl en levert een inverse subdrempelhelling van $1/S = (105 \pm 10)$ mV/decade – dat wil zeggen dat de gate-spanning met slechts 105 mV veranderd hoeft te worden om de drain-stroom een factor 10 (decade) te verhogen. Deze waarde is vergelijkbaar met waarden gerapporteerd door Franklin et al. (85 en 94 mV/dec), ondanks dat Franklin een betere isolator gebruikt van slechts 2 nm dik HfO_2 . Dit geeft aan dat de gate een uitstekende controle heeft over de transistor en dat het energieverbruik laag kan blijven tijdens schakelen.

Conclusies

In dit onderzoek is een eerste koolstofnanobuistransistor gemaakt waarvan

de contacten met een nieuwe ALD-methode aangebracht zijn. De combinatie van EBID en ALD maakt het mogelijk contacten te schrijven zonder gebruik te maken van lithografie, waardoor verontreiniging door de fotolaklaag voorkomen wordt en er mogelijk betere contacteigenschappen ontstaan door de chemische aard van het proces. De transferkarakteristiek van de transistor is vergelijkbaar met transistors gerapporteerd in de literatuur, voor zover deze vergelijking op basis van een enkele transistor mogelijk is. Dit maakt het direct schrijven van contacten met ALD een mogelijk alternatief voor top-downprocessen met lithografie.

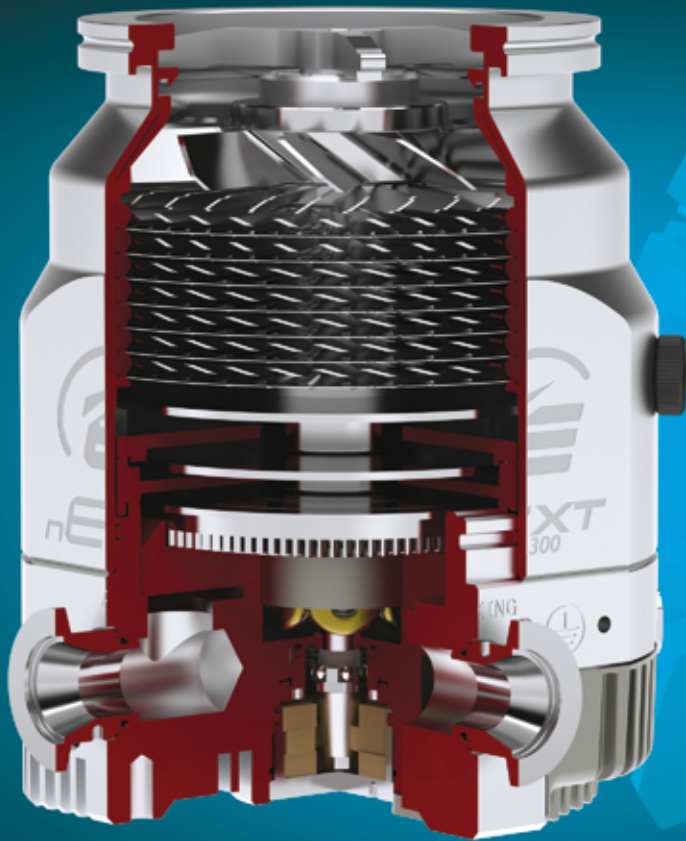
Referenties

- 1 P. Avouris, Carbon nanotube electronics and photonics, *Physics Today*, **62** (1) 34–40, 2009.
- 2 Z.H. Chen, J. Appenzeller, J. Knoch, Y.M. Lin, and P. Avouris, The role of metal-nanotube contact in the performance of carbon nanotube field-effect transistors, *Nano Letters*, **5** (7) 1497–1502, 2005.
- 3 A. Franklin and Z. Chen, Length scaling of carbon nanotube transistors., *Nature nanotechnology*, **5** (12) 858–862, 2010.
- 4 A. Pirkle, J. Chan, A. Venugopal, D. Hinojos, C.W. Magnuson, S. McDonnell, L. Colombo, E.M. Vogel, R.S. Ruoff, and R.M. Wallace, The effect of chemical residues

on the physical and electrical properties of chemical vapor deposited graphene transferred to SiO_2 , *Applied Physics Letters*, **99**, 2011.

- 5 A.J.M. Mackus, S.A.F. Dielissen, J.J.L. Mulders, and W.M.M. Kessels, Nanopatterning by direct-write atomic layer deposition, *Nanoscale*, **4** (15) 4477–4480, 2012.
- 6 S. Dielissen, A. Mackus, J. Mulders, and W. Kessels, Plaatsopgeloste depositie van Pt nanostructuren door het combineren van elektronenbundel geïnduceerde depositie en atoomlaagdepositie, *NEVAC blad*, **50** (2) 7–13, 2012.
- 7 W. F. van Dorp, B. van Someren, C.W. Hagen, P. Kruit, and P.A. Crozier, Approaching the resolution limit of nanometer-scale electron beam-induced deposition, *Nano Letters*, **5**, (7) 1303–1307, 2005.
- 8 A. Botman, J.J.L. Mulders, R. Weemaes, and S. Mentink, Purification of platinum and gold structures after electron-beam-induced deposition, *Nanotechnology*, **17** (15) 3779–3785, 2006.
- 9 A. Botman, J.J.L. Mulders, and C.W. Hagen, Creating pure nanostructures from electron-beam-induced deposition using purification techniques: a technology perspective, *Nanotechnology*, **20** (37), 2009.
- 10 A.J.M. Mackus, N. Leick, L. Baker, and W.M.M. Kessels, Catalytic Combustion and Dehydrogenation Reactions during Atomic Layer Deposition of Platinum, *Chemistry Of Materials*, **24** (10) 1752–1761, 2012.
- 11 A.D. Franklin, M.Luisier, S.-J. Han, G. Tulevski, C.M. Breslin, L. Gignac, M.S. Lundstrom, and W. Haensch, Sub-10 nm Carbon Nanotube Transistor, *Nanoletters*, **12** (2) 758–762, Feb. 2012.

*a clear edge
performance you can rely on*



Edwards nEXT are the new experience in turbopumps from Edwards the market leader.

They are the only turbopumps that offer up to 3 pumping mechanisms on a single rotor and that can be serviced by all end users, saving thousands in maintenance costs!

- True pumping speeds of 240, 300 or 400 l/s
- State-of-the-art rotor design for exceptional pumping speeds and compression ratios
- Fully end user serviceable in minimum time without complex tooling or major disassembly
- Affordable – excellent value for money

Find out more:
www.acclontechnologies.com

ACCLON TECHNOLOGIES

www.acclontechnologies.com
Official distributor in the Netherlands

EDWARDS

Vacuum science... product solution.

Aart Kleijn richt nieuw instituut op in Chengdu



Prof.dr. Aart Kleijn – bestuursvoorzitter van de NEVAC van 1991 tot 1994 en kersverse fellow van de AVS (voorheen American Vacuum Society) – is op 1 november 2013 gestopt als directeur van het Van 't Hoff Institute for Molecular Sciences. Hij gaat in Chengdu, China, een instituut oprichten binnen het Chengdu Development Center for Research and Development. Dit instituut zal zich bezighouden met wisselwerking aan oppervlakten, CO₂-conversie en plasma-wand wisselwerking. Kleijn was van 2003 tot september 2010 directeur van het voormalige FOM-Instituut voor Plasmafysica Rijnhuizen, het huidige FOM-instituut DIFFER.

Pfeiffer Vacuum Benelux BV is verhuisd

Op 20 september 2013 is Pfeiffer Vacuum Benelux BV verhuisd naar een nieuw, vrijstaand gebouw in Culemborg. Het gebouw heeft de naam Pascal Plaza gekregen. Een zeer toepasselijke naam die een duidelijke link met de vacuümtechniek weerspiegelt. De verhuizing was noodzakelijk omdat de kantoorruimte, de werkplaats en het magazijn onvoldoende ruimte boden om de huidige werkzaamheden op een hoogwaardige manier uit te voeren. De overname van Trinos en Adixen door Pfeiffer Vacuum heeft namelijk voor Pfeiffer Vacuum Benelux BV een enorme groei opgeleverd. Door deze groei zijn hier nu achttien personen werkzaam. De samenvoeging van de producten van Pfeiffer, Trinos en Adixen heeft er voor gezorgd dat er een zeer uitgebreid pakket aan vacuümplossingen aangeboden kan worden. In het nieuwe gebouw is extra veel ruimte gereserveerd voor de serviceafdeling. De werkplaats is uitgerust met de modernste apparatuur waarmee de dienstverlening nog verder geoptimaliseerd wordt.



Hebt u interesse om het nieuwe pand eens te komen bekijken? Neem dan contact met ons op via office@pfeiffer-vacuum.nl of via telefoonnummer 0345-478400.

Het nieuwe adres is:
Pfeiffer Vacuum Benelux BV
Newtonweg 11
NL – 4104 BK Culemborg
Nederland

De jacht op ware druk

In vrijwel geen enkel vakgebied in de natuurkunde koop je met goed verstand een meetinstrument van 10.000 euro, waarna je een afwijking kunt hebben van tien tot honderden procenten. Dit gebeurt alleen in de vacuümtechniek, waarin men daarom eigenlijk altijd gedwongen is het meetinstrument te valideren. Sinds jaar en dag wordt dit tijdrovende werk gedaan door oude, grijze mannen met engelengeduld, die als monniken opstellingen instellen en uitlezen.

Thom Bijsterbosch, stagiair D&M Vacuümsystemen, Budel

Bij D&M Vacuümsystemen vond men dat dit tijdrovende en daardoor ook vaak dure proces beter moest kunnen. Men besloot om dit proces naar de 21^e eeuw te tillen, door het ontwikkelen van een volledig geautomatiseerd validatiesysteem. De voordelen van een dergelijk systeem zijn dat de validatie automatisch en op altijd dezelfde, gecontroleerde manier wordt uitgevoerd. Daarnaast is de opstel-

ling aangepast ten opzichte van de oude systemen om de betrouwbaarheid van de validatie te verhogen.

Eerst zal het nieuwe validatiesysteem worden uitgelegd. Vervolgens zal worden toegelicht hoe de betrouwbaarheid van de validatie is vergroot, door de toevoeging van een *loadlock* en een regelbaar lek. Daarna wordt ingegaan op de automatische validatieprocedure die is ontwikkeld.

Het systeem

D&M heeft veel klanten in de halfgeleiderindustrie, deze bedrijven hebben vaak zeer schone, droge systemen. Daarom is ervoor gekozen om ook een compleet droog en schoon validatiesysteem te ontwerpen. Dit om contaminatie van oliedampen op de drukmeters te voorkomen, die zowel de validatie kan beïnvloeden als de systemen bij de klant kan vervuilen. Het systeem heeft als voorvacuümpompen twee membraanpompen (Vacuubrand MD-4), zie het kader *Loadlock*, en als hoogvacuümpomp een magnetisch gelagerde turbo-moleculaire pomp (Shimadzu TMP-203LM). Deze pompen maken het mogelijk een systeemdruk van $2 \cdot 10^{-8}$ mbar te genereren. Om de druk in het systeem te kunnen regelen is er een regelbaar lek geplaatst (Nenion gemotoriseerd regelbaar lek), zie het kader *Het regelbaar lek*. Verder is het systeem voorzien van een aantal referentie-drukmeters. De opstelling is te zien in figuur 1.

De opstelling heeft als primaire referentie een door de Deutscher Kalibrierdienst (DKD) gekalibreerde wrijvingsmanome-



Figuur 1 De opstelling met (A): de druksensoren, andere meetapparatuur en het gemotoriseerd regelbaar lek, (B) de vacuümkamer, (C) de vacuümpomp, en (D) de afleesapparatuur.

Loadlock

Een groot probleem bij oude validatiesystemen is dat bij het wisselen van drukmeters het hele systeem teruggebracht moet worden naar atmosferische druk, waarna het ook enige tijd openstaat. In deze periode vervuult het systeem. Dit heeft tot gevolg dat de hete-kathodemanometers opnieuw moeten worden uitgestookt om de vervuiling eraf te laten dampen. Hierna is het validatieverband, dat door de wrijvingsmanometer (*spinning rotor gauge*) bepaald was, niet meer geldig, wat betekent dat voor iedere drukmeter opnieuw de afwijking van de hete kathodes bepaald moet worden. Dit is een tijdrovend proces wat vatbaar is voor dag-tot-dag verschillen. Om dit te voorkomen is besloten om een *loadlock* te maken. Door middel van een *VAT gate valve* is de testpoort, waar de drukmeter op wordt aangesloten, af te sluiten van de rest van het systeem. Om te voorkomen dat het systeem overbelast wordt door een drukpuls, bij het openen van de gate valve naar de testpoort van de nog op atmosferische druk staande drukmeter, is er een voorvacuüm-*bypass* geplaatst. Hierdoor kan de drukmeter eerst naar voorvacuüm-druk worden afgepompt, alvorens de *gate valve* geopend wordt en de turbopomp het overneemt. Deze constructie maakt het mogelijk om het systeem altijd op ultrahoog vacuüm te houden, wat vervuilingen tot een minimum beperkt en waardoor de vele tijdrovende uitstookcycli tot het verleden behoren.

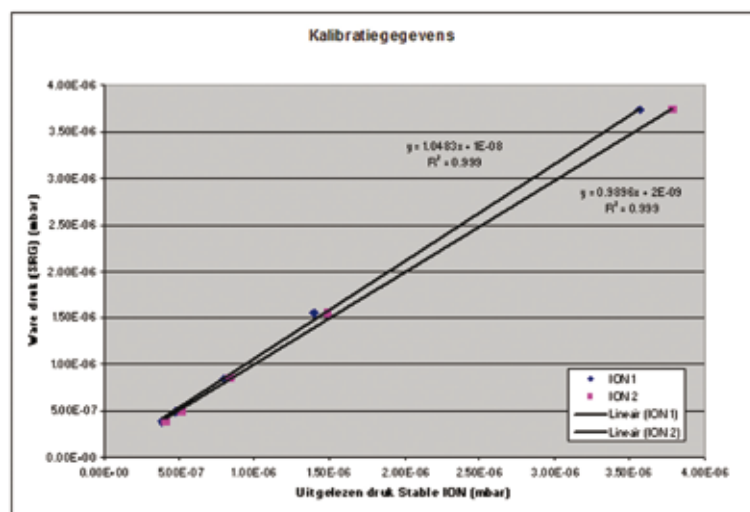
ter (MKS spinning rotor gauge 3), met een nauwkeurigheid van 1 %. Aan de hand van dit instrument worden de twee hete-kathodemanometers (Grandville-Phillips stable ion) gevalideerd, dit zijn de secundaire referentiebronnen van het systeem. Deze hete-kathodemanometers hebben een zeer lineair gedrag, wat het mogelijk maakt om na de validatie met de wrijvingsmanometer ook de druk buiten het bereik van de wrijvingsmanometer met grote betrouwbaarheid te bepalen. Dit wordt gedaan door extrapolatie van het uit de validatie verkregen verband zoals te zien is in figuur 2. Verder is voor het laag-vacuümdrukgebied ook een MKS Baratron 690A.1TRC geïnstalleerd. Deze uiterst nauwkeurige

Het regelbaar lek

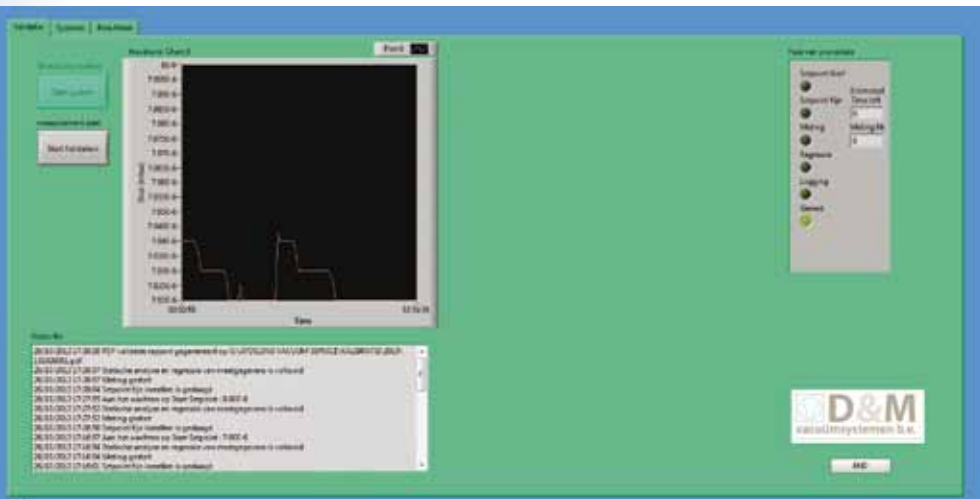
De te valideren druksensoren dienen gekalibreerd te worden over een bepaald drukbereik. Om de druk in het systeem te kunnen veranderen is er een regelbaar lek geïnstalleerd (Nenion, zie figuur 3). Het bijzondere aan dit lek is dat het gemotoriseerd is. Hierdoor kan het via de controller worden ingesteld door de software. Door middel van de stappenmotor kan de gasinlaat zeer nauwkeurig gecontroleerd worden, waarbij lekken van $2 \cdot 10^{-8}$ mbar/l-s tot 60 mbar/l-s bereikt kunnen worden. Hierdoor kan de druk van 10^{-10} mbar tot aan atmosferisch worden ingesteld. Zuivere stikstof (99,98 %) is gebruikt als lekgas om het systeem zo droog mogelijk te houden waardoor extra uitstookcycli niet nodig zijn.



Figuur 3 Nenion gemotoriseerd regelbaar lek.



Figuur 2 Validatiegegevens van de twee secundaire referentiebronnen, uitgezet tegen de ware druk gemeten met de MKS SRG 3. De lineaire trend van de secundaire referentiebronnen is duidelijk zichtbaar, wat het mogelijk maakt ook de druk buiten het gebied van de SRG correct te bepalen.



Figuur 4 Screenshot van de interface van het validatieprogramma.

membraandrukmeter heeft een nauwkeurigheid van 0,12 % en een bereik van 0,1 tot 10^{-6} mbar. Dit maakt het mogelijk om ook in het laag-vacuümdrukgebied, waar de SRG niet in staat is om accuraat te meten, de druksmeter toch te kunnen valideren.

Validatieprogramma

De validatieprocedure wordt volledig automatisch uitgevoerd en geregeld door de zelfgeschreven software in NI Labview. Het programma regelt de bediening van alle pompen en druksmeters. Het stuurt de uitstookcycli van de te testen meters aan, regelt de druk in het systeem, leest de druksmeters uit, verwerkt de data en genereert rapporten. Het systeem is volledig plug-and-play, dat wil zeggen dat de operator alleen nog maar de druksmeter hoeft aan te sluiten en de gegevens in te voeren. Hierna neemt het systeem alles over en kan de operator iets anders gaan doen. Na een aantal uur is het validatieprogramma afgerond. Hierbij wordt ook meteen een rapport gegenereerd. Een screenshot van het programma is te zien in figuur 4.

Nadat de operator de meter heeft aangesloten en het systeem heeft ingesteld, begint de software met het doorlopen van de validatieroutine. Hierbij wordt eerst de druk met grove stappen van het regelbaar lek naar het eerste druksetpoint gebracht, tot deze binnen 1 % hiervan is.

Vervolgens gaat het systeem de druk regelen door middel van een proportionele regeling, tot deze binnen 0,5 % van het setpoint is. Als hieraan voldaan wordt zet het systeem het regelbaar lek stil. Daarna wacht het systeem 2,5 minuut, tenzij de druk binnen deze tijd buiten de 0,5 % grens komt. Dan zal het regelbaar lek opnieuw worden ingesteld tot de druk weer binnen de grens valt. Dit wordt net zolang herhaald tot de druk gestabiliseerd is en 2,5 minuten binnen de grens valt. Dit neemt gemiddeld 30 minuten in beslag. Hierna wordt pas begonnen met de echte validatie, alle druksmeters worden nu 150 maal uitgelezen met een interval van 1 seconde. Vervolgens wordt er een statistische analyse losgelaten op de verkregen meetgegevens. Daarna wordt het systeem automatisch naar het volgende druksetpoint geregeld. Bij de meeste validaties wordt er gemeten over vier tot zes decades met acht setpoints per decade – waar dat er vroeger meestal maar drie waren – waardoor de betrouwbaarheid van de validatie toeneemt. Als alle setpoints zijn gemeten, wordt er direct een rapport gegenereerd.

Een voorbeeld van een resultatenpagina uit het automatisch gegenereerd validatierapport is te zien in figuur 5. In het rapport wordt de gemeten referentiedruk met bijbehorende, statistisch bepaalde afwijking opgenomen. Verder wordt de gemeten druk van het testobject met bij-

behorende afwijking opgenomen. Voor meters die zowel een digitale (RS-232) alsook een analoge uitlezing hebben, wordt de validatie voor beide uitgevoerd. Verder wordt in het rapport de absolute en de relatieve afwijking van de meter weergegeven. Alle gegevens worden in tabelvorm en grafisch weergegeven, zoals te zien in figuur 5.

De voordelen

Een van de voordelen van automatisch valideren is dat de meting altijd identiek verloopt. Het verkeerd uitlezen van meters, wat in het verleden nog wel eens voorkwam, is ook niet meer mogelijk. Meetfouten worden met dit nieuwe systeem echt iets van het verleden. Daarnaast is het makkelijker om meerdere meetpunten per druk te nemen. In het verleden werd bij een validatie gebruikgemaakt van een of twee metingen per ingestelde druk. De kans dat hier een uitschieter tussen zit, is vrij groot, wat kan resulteren in een onjuiste validatie. Om dit te voorkomen doet het systeem bij ieder drukpunt minimaal 150 metingen. Hierna worden de uitschieters uit de dataset verwijderd op basis van statistische analyse. Waarna ook de standaarddeviatie wordt bepaald, zodat er voor het eerst ook een goed inzicht wordt verkregen in de spreiding van de meetwaarden. Door deze drie punten wordt de betrouwbaarheid van het systeem vergroot en voor het eerst ook meetbaar gemaakt.

Een ander groot voordeel van de automatisering is dat er veel minder manuren nodig zijn om een validatie uit te voeren. Er is ook geen tijd meer nodig voor de verwerking van de gegevens. Zodra de validatie voltooid is, heeft het systeem direct een rapport beschikbaar. Daarnaast is het ook voor het eerst mogelijk om 24 uur per dag validaties uit te voeren, omdat het systeem volledig zelfstandig functioneert.

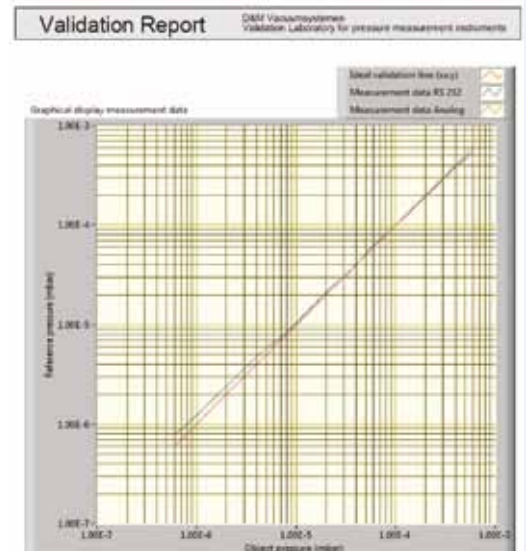
Conclusies

Het nieuwe automatische validatiesysteem maakt het mogelijk om sneller,

goedkoper en nauwkeuriger te valideren, zoals dat niet eerder mogelijk was. Door de implementatie van een loadlock is het niet meer nodig om de verontreinigingen uit het systeem te verwijderen, die er tijdens het monteren van de te valideren druksensor in zijn gekomen. Daarnaast is het, door middel van het gemotoriseerd lek, mogelijk om de druk in het systeem over een groot bereik automatisch te regelen, met een hogere nauwkeurigheid dan mogelijk is wanneer dat met de hand gebeurt.

Door de validatie door software uit te laten voeren is het mogelijk om gemakkelijk vele metingen per druksetpoint uit te voeren, wat de betrouwbaarheid ver-

groot. Daarnaast gebeurt de meting altijd op dezelfde manier. Hierdoor wordt de menselijke factor uit het systeem gehaald en de betrouwbaarheid van de validatie drastisch verbeterd. Een ander voordeel is dat door de automatisering er veel minder manuren nodig zijn om een validatie uit te voeren. Daarnaast zorgt het systeem er ook voor dat, zodra de meting is afgelopen, er ook meteen een rapport beschikbaar is. Hierdoor hoeft men niet meer te wachten tot iemand gegevens in een rapport heeft verwerkt, wat ook weer tot fouten kan leiden. Door al deze vernieuwingen komen nauwkeurigere drukmeters beschikbaar voor meer gebruikers.



Figuur 5 Voorbeeld van een resultatenpagina uit een automatisch gegenereerd validatierapport.

Mededeling van de Commissie Opleidingen

Nieuw:

Maak kennis met het *Supplement bij het Basisboek Vacuümtechniek*. Negentig pagina's preprints van de belangrijkste wijzigingen en aanvullingen, op te nemen in een toekomstige derde editie van dit boek.

Overzicht inhoud:

Compressie, Zijkanaalverdichter, Rootspomp, Klauwpomp, Schroefpomp, MDP/zijkanaalpomp, Getterionpomp, Bourdonmanometer (elektronische uitvoering), Capsuleveermanometer, Mechanische membraanmanometer, Kwarts kristal frictiemanometer, Ionenbronnen, Spectrumanalyse, Lekdetectiemethoden, Atmosfeermethode versus 'Bombing', Snuffelsystemen, Ontgassing van oppervlakken, Verontreinigingen aan oppervlakken.

Een uitgave van de Commissie Opleidingen der Nederlandse Vacuümvereniging.

Ringbanduitvoering, A4 formaat in zwart/wit met full colour omslag in de kleur van het BBVT. Prijs € 20 (België € 24) inclusief verzendkosten.

U kunt het *Supplement* bestellen, door € 20 (België € 24) over te maken naar:

IBAN: NL39 INGB 000 3362114, BIC: INGBNL2A

t.n.v. Nevac Commissie Opleidingen, Peize.

o.v.v. 'Supplement BBVT' én het verzendadres.

Na ontvangst van uw betaling wordt het *Supplement* naar u opgestuurd.



In situ spectroscopic ellipsometry for studying the growth and optical constants of ALD AlN films

This work reports on the applications of in situ spectroscopic ellipsometry (SE) in studying the growth characteristics and optical functions of aluminum nitride (AlN) thin films made by atomic layer deposition (ALD). We used SE to measure the film thickness in real-time during the deposition, and to study the growth rate and the self-limiting reaction of the ALD growth mode. The Cauchy-Urbach model was applied to parameterize and study the evolution of the refractive index, n , and extinction coefficient, k , of the AlN layers during growth. We observed a strong thickness dependence of the optical constants.

H. Van Bui*, A.A.I. Aarnink, M.P. de Jong, and A.Y. Kovalgin

MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente, P. O. Box 217, 7500 AE Enschede

*E-mail: H.VanBui@utwente.nl

Introduction

Spectroscopic ellipsometry (SE) is a non-destructive optical measurement technique in which the sample to be analyzed is illuminated with a beam of polarized light. Ellipsometry characterizes the light reflected from (or transmitted through) the sample upon measuring the change in polarization state, in terms of the ellipsometry parameters Ψ and Δ defined as [1]

$$\tan(\Psi) \cdot e^{i\Delta} = \rho = r_p / r_s, \quad (1)$$

where ρ is the ratio of the reflectivity for p -polarized light (r_p) and that for s -polarized light (r_s). Ψ and Δ represent the amplitude ratio and the phase difference between p - and s -polarized light.

SE has been widely used to measure optical constants and the thickness of thin films of various materials [2]. In addition, owing to its high sensitivity and fast measurement, SE allows process diagnostics on the atomic scale in real-time during film growth. This makes SE highly suitable for the studies on growth and physical properties of thin films made by

atomic layer deposition (ALD), in which the film growth can be controlled on the atomic scale [3-6].

In this work, we use in situ SE to investigate the growth characteristics and optical functions of ALD AlN. The film thickness, as a function of the number of ALD cycles, is recorded in real-time during the growth, from which the growth rate and the self-limiting reaction of ALD are studied. We further show that sub-monolayer changes in film thickness can be probed by SE. The Cauchy-Urbach model is applied to parameterize and study the evolution of the optical properties (n and k) of AlN. A strong thickness dependence of the optical constants is observed, which can only be obtained by in situ measurement techniques.

ALD of AlN

The ALD of AlN was carried out using trimethylaluminum (TMA) and ammonia (NH_3) as precursors in our home-built single wafer ALD reactor [7]. Standard 4-inch Si wafers, with or without a 100-nm thermally grown SiO_2 top layer, were used as substrates. For

blank Si wafers, the native oxide was removed in an HF (1%) solution prior to the deposition. The experiments were carried out in the temperature range of 330-370 °C. During the deposition, the process pressure varied between 8×10^{-3} and 2×10^{-2} mbar. TMA and NH_3 pulse lengths were varied from 1 to 5 s to study the self-limiting reaction mechanism of ALD. An N_2 purge of 6 s was introduced in between the precursor pulses to remove the unused precursors and the reaction by-products.

Materials characterization

The film thickness as a function of the number of ALD cycles and its optical constants were studied in real-time during the deposition using a Woollam M2000 spectroscopic ellipsometer operating in the wavelength range between 254 and 1688 nm. The ellipsometer is mounted on the chamber with an angle of incidence of 70°. The measurements were taken every 2.5 s. High-resolution scanning electron microscopy (HR-SEM) was employed to verify the film thickness measured by SE.

Parameterization of AlN optical constants

AlN is a wide bandgap semiconductor (~ 6.2 eV), which means that it is optically transparent in our SE wavelength range. The Cauchy-Urbach dispersion model is applicable to parameterize the optical functions of AlN. Accordingly, the refractive index, n , and the extinction coefficient, k , of AlN as a function of the wavelength, λ , are described as [8]

$$n(\lambda) = A_n + B_n/\lambda^2 + C_n/\lambda^2 \quad (2)$$

$$k(\lambda) = \alpha \exp \beta (12400[1/\lambda - 1/\gamma]),$$

where A_n , B_n , and C_n are the index parameters. A_n relates to the approximate amplitude of the refractive index, while B_n and C_n determine the shape of the index versus wavelength. Parameters α , β , and γ are the extinction coefficient amplitude, the exponent factor and the band edge, respectively, describing Urbach absorption. In the SE model, A_n , B_n , C_n , α and β are fitting parameters. The band edge γ can be set manually and is not a fitting parameter since it is directly correlated to α ($k = \alpha$ at $\lambda = \gamma$). In general, the Cauchy-Urbach relation is only valid over the region of wavelength of normal dispersion. As soon as the refractive index starts to decrease toward shorter wavelengths, it is in a region of the so-called *anomalous* dispersion. In this case, the Kramers-Kronig relation is commonly used to describe the optical constants [8].

Figure 1 shows the refractive index and the extinction coefficient of an 83 nm AlN obtained from the Cauchy-Urbach model. The optical constants exhibit a strong dispersion and decrease monotonically with increasing wavelength. The refractive index varies in the range 2.02 - 2.53. At the wavelength $\lambda = 632.8$ nm, a refractive index of 2.08 was obtained. This value is in good agreement with the index reported in the literature, which varies from 1.85 to 2.09 at the same wavelength for films with comparable thickness or

Workshop ellipsometrie

Op 11 april 2013 werd aan de Universiteit Twente voor de tweede keer een workshop ellipsometrie georganiseerd. Voor de deelnemers was deze dag een waardevolle ontmoetingsplek.

Ruim veertig onderzoekers van met name de drie technische universiteiten kregen om te beginnen een inspirerend verhaal van Hans Arwin van de universiteit van Linköping te horen. Arwin vertelde over de belangrijke rol die modelleren van data speelt in deze optische karakteriseringstechniek. Wanneer beschrijft een model de gemeten data en wanneer is een model te verbeteren? Deze wetenschap werd daarna toegepast op metingen aan het schild van verschillende kevers. Dit schild blijkt verrassende optische eigenschappen te bezitten.

Het programma bestond verder uit bijdragen over de in-situ karakterisering van zwellende polymeerlagen, de monitoring en analyse van dunne oxidische en metallische films. Met name de bepaling van het metallische karakter kreeg veel aandacht.

Het bijgaande artikel is een weergave van de bijdrage van dr. Hao van Bui aan de workshop, die gesponsord werd door de NEVAC.

Herbert Wormeester

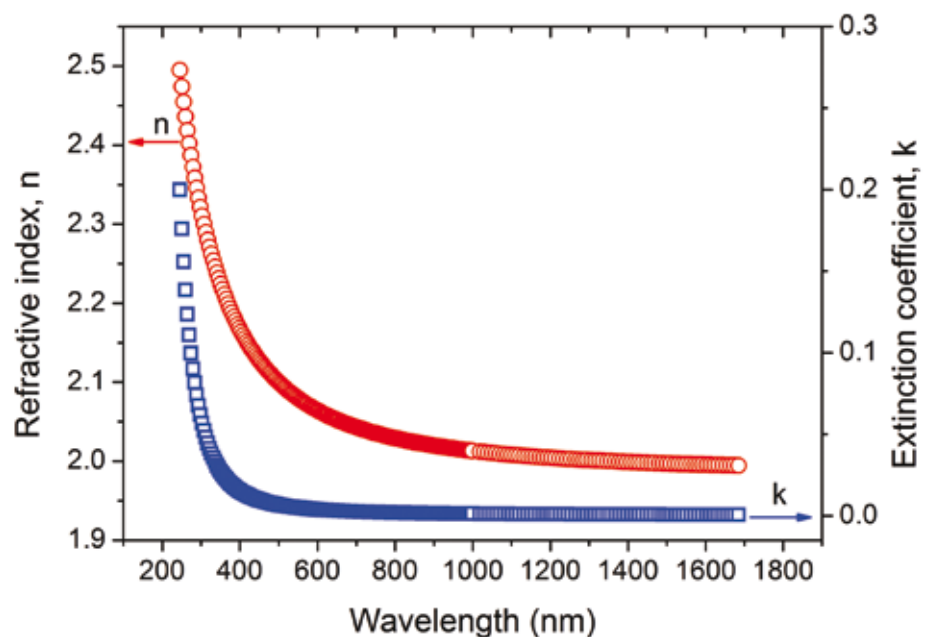


Figure 1 Refractive index (circles) and extinction coefficient (squares) of an 83 nm AlN grown on Si(111) at 350 °C described by the Cauchy-Urbach model. The obtained fitted parameters are $A_n = 2.016$, $B_n = 0.02482$, $C_n = 0.00039$; the extinction coefficient amplitude $\alpha = 1.78205$ and exponent factor $\beta = 1.647$ for $\gamma = 200$ nm.

PHOENIX L300i

High Speed Leak Detection



©BICOM_12153.06
0-10.2013

Setting new standards in Helium leak testing

Oerlikon Leybold's Helium Leak Detection systems PHOENIXL are famed as best-in-class, because they combine mobility with rugged design, precise measurement and unmatched operating efficiency.

Now, the new PHOENIX L300i helium leak detector generation represents an innovative and pioneering solution for components leak testing again, like all predecessor models did before. Designed for a production environment, numerous features makes the PHOENIX L300i easy and comfortable to use while its robustness will reduce the cost of ownership and ensure highest uptime. Apart from an attractive visual appearance and numerous reporting options, the PHOENIX L300i excels with accurate high-speed leak detection, reproducibility, and an absolutely new user experience.

The PHOENIX L300i opens up new dimensions of productivity and reliability

Oerlikon Leybold Vacuum Nederland B.V.
Proostwetering 24 N
3543 AE Utrecht
T +31 30 24 26 330
F +31 30 24 26 331
sales.vacuum.ut@oerlikon.com
www.oerlikon.com/leyboldvacuum



Intuitive operation via an optional iPad touch panel which can be installed either on the leak detector or allows for mobile use.

oerlikon
leybold vacuum

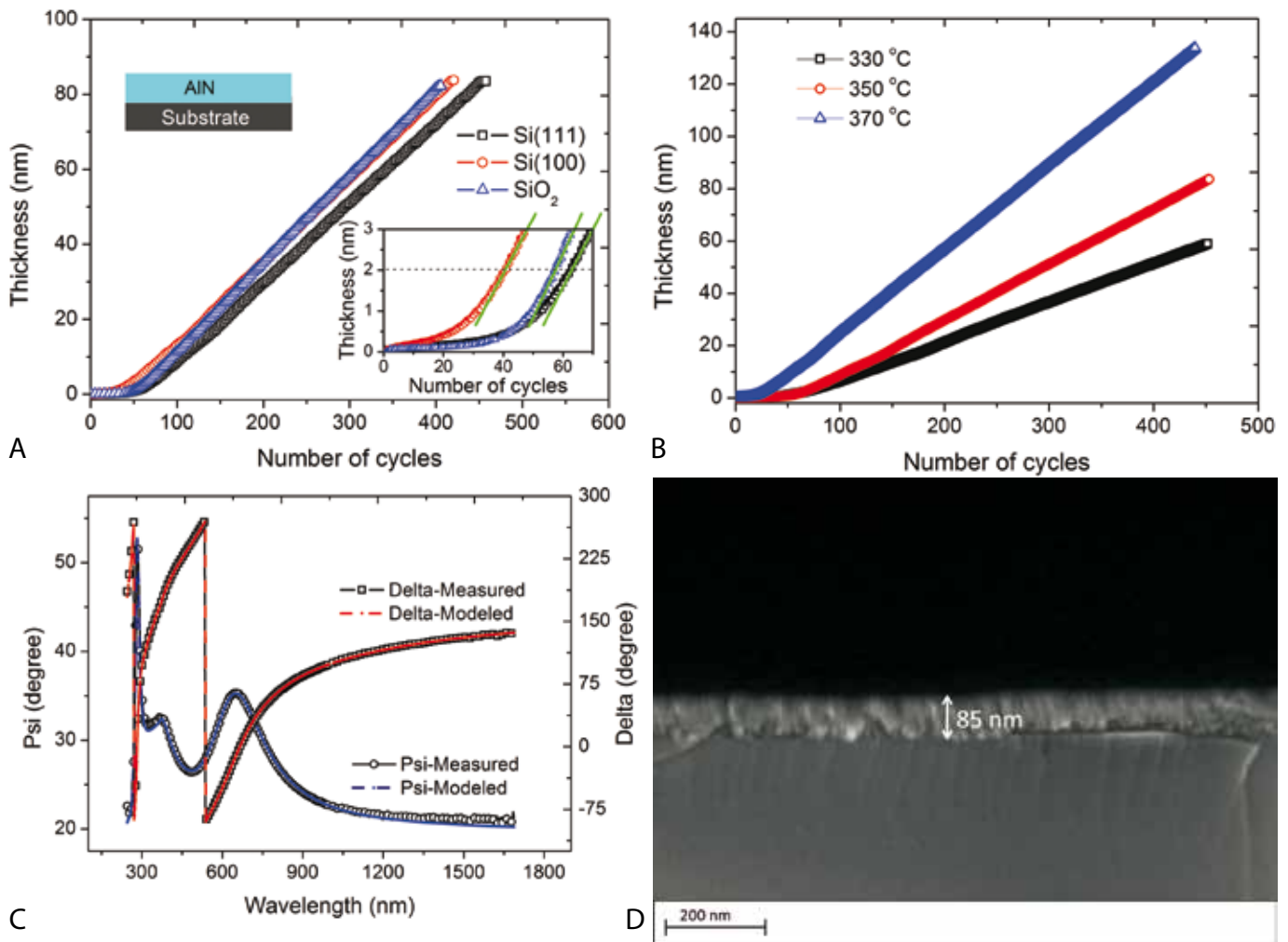


Figure 2 (a) Growth of AlN at 350 °C on different substrates: Si(111) (squares), Si(100) (circles) and 100-nm SiO₂ on Si (triangles). The insets in (a) show the optical model for the SE in situ monitoring (upper) and a zoomed-in view of the initial growth (lower); (b) the growth of AlN on Si(111) at different temperatures; (c) the fitting between measured and modeled (Ψ , Δ) spectra, from which a film thickness of 83.5 nm was extracted; (d) HR-SEM image showing the thickness of the layer described in (c).

thicker. A good agreement of k values was also found [9, 10].

Growth of AlN monitored by SE

The growth of AlN films was monitored in real-time during deposition using in situ spectroscopic ellipsometry. The optical model is schematically depicted in the upper inset of figure 2(a). During the data acquisition, the film thickness of the AlN was defined as a fitting parameter while the substrate properties were fixed. The AlN film thickness as a function of the number of ALD cycles at 350 °C on different substrates and the growth at different temperatures are shown in figure 2(a & b). The growth curves show similar behavior and can be divided into two stages. The first stage, known as the in-

cubation period [11], takes place in the initial 30-50 ALD cycles. The incubation stage is typical for thermal ALD due to the inhomogeneous nucleation caused by the chemical differences of the substrate material and the growing film. As the length of the incubation period is unpredictable and can vary from a few tens to a hundred cycles, in situ characterization techniques, including SE, are of importance to control the film thickness precisely. The second stage, the linear growth, starts as the film thickness approaches ~2 nm (see the lower inset in figure 2(a)). Hereafter, the growth proceeds in a linear mode with a growth rate of 2.1 Å/cycle on blank Si and 2.3 Å/cycle on SiO₂. For the film grown on Si(111) wafer for 450 cycles, a film thickness of

83.5 nm was measured (by SE) after a good fit between the measured and modeled (Ψ , Δ) spectra was obtained (figure 2(c)). The value is in good agreement with the thickness measured by HR-SEM (figure 2(d)). This verifies the applicability of the optical model and modeled optical functions.

In addition, using in situ SE, the sub-nanometer change in film thickness of AlN during deposition can be detected. Figure 3 shows the thickness variation of AlN during growth. This is a zoomed-in view of the growth curve shown in figure 2(a) (the squares). The magnitude of the thickness variation is only an approximation since the change of optical functions in every half ALD cycle is not taken into account. In addition, the time intervals



Vacuum solutions from a single source

Pfeiffer Vacuum stands for innovative and custom vacuum solutions worldwide, technological perfection, competent advice and reliable service. We are the only supplier of vacuum technology that provides a complete product portfolio:

- Pumps for vacuum generation up to 10^{-13} hPa
- Vacuum measurement and analysis equipment
- Leak detectors and leak testing systems
- System technology and contamination management solutions
- Chambers and components

Are you looking for a perfect vacuum solution? Please contact us:

Pfeiffer Vacuum Benelux B.V.
T +31 345 478 400 · F +31 345 531 076
office@pfeiffer-vacuum.nl

www.pfeiffer-vacuum.com



between the measurements are not synchronized with the precursor pulses. Nevertheless, the observed changes can be attributed to the chemical reactions occurring on the surface. Accordingly, the increase of the film thickness in the first half of the cycles can be related to the chemisorption of $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ on the previously formed N-H terminated surface. In the second half, when NH_3 is introduced, the $-\text{CH}_3$ ligands are removed, resulting in the decrease of the film thickness. Similar observations were reported for ALD of Al_2O_3 and Er_2O_3 by Langereis et al. [3].

Growth rate

The growth rate is determined from the slope of the linear part of the growth curves recorded by SE. The growth rate in ALD is generally quite temperature-independent within a range of temperatures (i.e., temperature window) [12]. However, in our case the growth rate increases remarkably with temperature (figure 2(b)). This is due to the faster thermal decomposition of TMA with increasing temperature. A similar trend has been observed for both plasma enhanced and thermal ALD processes [9, 13-15]. As the growth of AlN on different types of substrates shows similar growth rates, therefore, in this work we focus on the

growth and properties of AlN on Si(111) substrates only.

Despite the increasing growth rate with temperature, the self-limiting growth at a rate lower than 1 monolayer/cycle was observed for the films grown at 330 and 350 °C (1 monolayer of AlN is approximately 2.5 Å [16]). This is evident from the saturation of the growth rate with increasing TMA and NH_3 pulse time (figure 4). Here, we performed two series of experiments. In one series, the NH_3 pulse time was fixed at 3 s (this value was chosen after a number of trial experiments to ensure that the pulse time is long enough to obtain the saturation), while the TMA

pulse time was varied. For films grown at 330 °C, varying the TMA pulse time between 2 and 4 seconds does not result in any significant change of the growth rate (1.5 Å/cycle). At 350 °C, the growth rate increases slightly with increasing TMA pulse time, and reaches saturation at 3 s, with a rate of 2.1 Å/cycle (Fig. 4(a)). In the other series, the NH_3 pulse time was varied from 2 to 5 s while the TMA pulse time was kept at 3 s. No significant influence on the growth rate is observed (Fig. 4(b)). However, the growth rate at 370 °C increases drastically with increasing TMA pulse time, indicative of non-self-limiting growth. The tem-

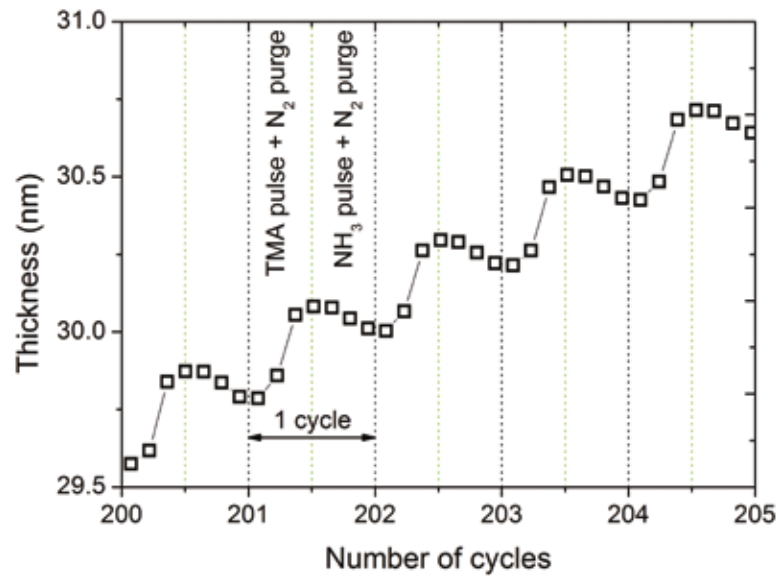


Figure 3 Step-wise growth of AlN detected by in situ SE.

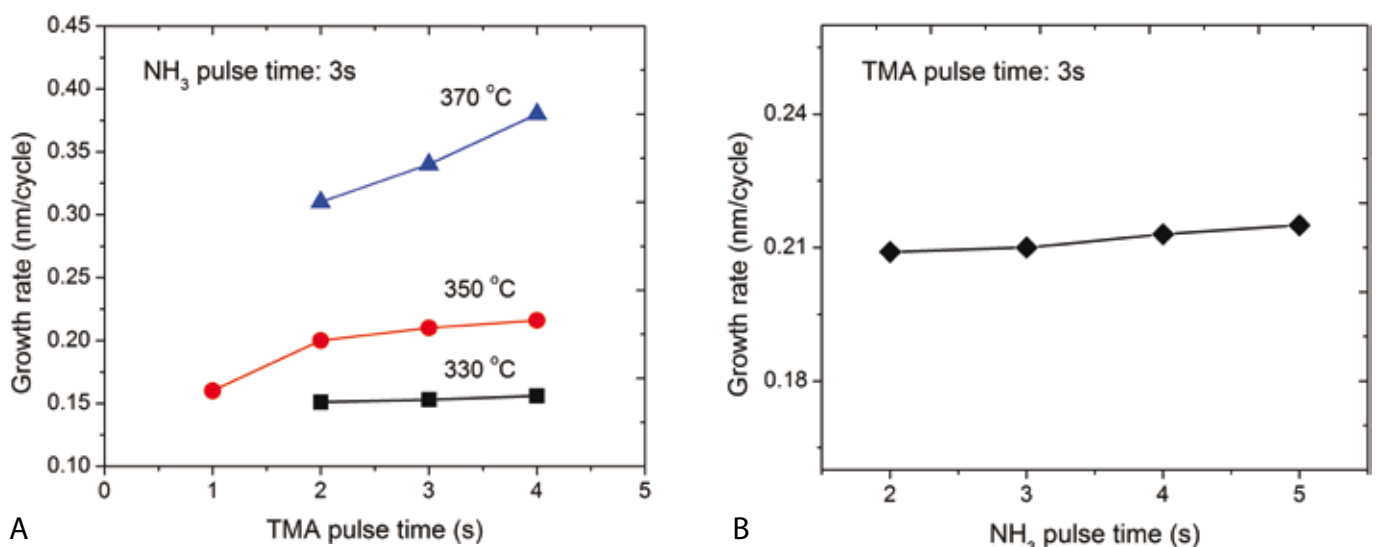


Figure 4 Temperature- and precursor pulse time dependence of the growth rate of AlN on Si(111). In (a), the NH_3 pulse time was kept at 3 s, while varying the TMA pulse time. In (b), the TMA pulse time was fixed at 3 s, while varying NH_3 pulse time (at 350 °C).

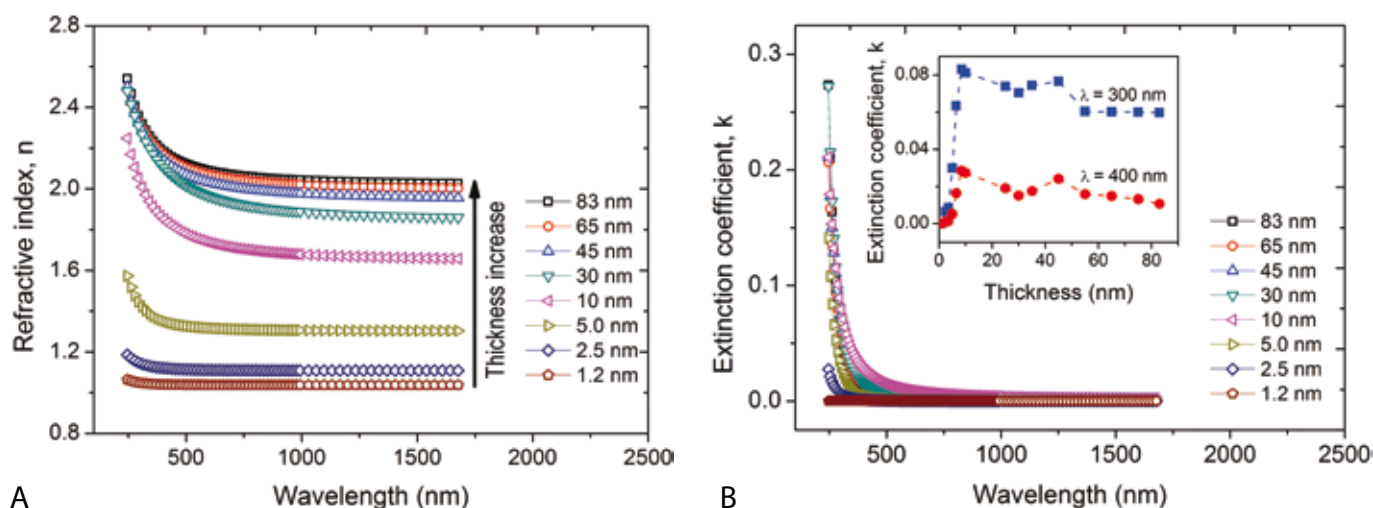


Figure 5 Evolution of the refractive index (a) and extinction coefficient (b) of an AlN film during growth at 350 °C. The inset of (b) shows the variation of k with film thickness at $\lambda = 300$ nm (squares) and $\lambda = 400$ nm (circles).

perature dependence of the growth rate can be explained by the mechanism for atomic layer growth of AlN from TMA and NH_3 reported by Mayer et al. [17]. Accordingly, the adsorption of TMA at 350 °C (and lower temperatures) is self-limiting, due to absorption site blocking by the dissociated organic fragments. At 370 °C, the adsorption of TMA is no longer self-limiting; the decomposition of CH_3 ligands leads to further adsorption of TMA and the formation of carbide species.

Evolution of the optical constants

As the optical constants of a material are generally dependent on film thickness, one can expect that the refractive index and extinction coefficient of AlN would change during growth. Using in situ SE in combination with the Cauchy-Urbach model, the evolution of the optical constants of the AlN films during the growth was studied. A strong thickness dependence of $n(\lambda)$ and $k(\lambda)$ was observed, as shown in figure 5. On one hand, $n(\lambda)$ rises rapidly with increasing film thickness up to 40 nm. Above this thickness, $n(\lambda)$ shifts upwards slightly and eventually saturates. On the other hand, the extinction coefficient for short wavelength shows a sharp increase with film thickness up to 10 nm, then a slight

decrease, and finally a saturation (see the inset of figure 5(b) for the variation of k at $\lambda = 300$ nm (circles) and $\lambda = 400$ nm (squares)). The thickness dependence of the optical functions can be related to the microstructure, morphology and mass density of the films. It has been demonstrated that with decreasing film thickness, the refractive index decreases due to lower densities and the lack of continuity or homogeneity [9, 18].

Conclusions

In conclusion, we have investigated the growth and optical functions of ALD AlN films using in situ SE. The film thickness, as a function of the number of ALD cycles, was recorded in real-time, from which the growth rate and the self-limiting characteristics of ALD were studied. We obtained self-limiting ALD growth at temperatures 350 °C with deposition rates of about 2.1 Å/cycle. At 370 °C, the decomposition of TMA was dominant, resulting in a fast and non-self-limiting deposition of AlN. We indicated that sub-monolayer changes in film thickness in an ALD cycle can be detected by in situ SE. By real-time monitoring, the evolution of the optical properties (n and k) of AlN during growth was studied, showing a strong thickness dependence of the optical constants.

Acknowledgement

The authors thank Mark Smithers (MESA+) for the HR-SEM measurement. This work is financially supported by the research program of the Foundation for Fundamental Research on Matter (FOM, Grant No. 12PR3054), which is part of the Netherlands Organization for Scientific Research (NWO).

References

- 1 H. Fujiwara, *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*, John Wiley & Sons, New York (2007).
- 2 H.G. Tompkins, and E.A. Irene, *Handbook of Ellipsometry*, William Andrew, New York, p.180 (2005).
- 3 E. Langereis, S.B.S. Heil, H.C.M. Knoops, W. Keuning, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42**, 073001 (2009).
- 4 H. Van Bui, A. W. Groenland, A. A. I. Aarnink, R. A. M. Wolters, J. Schmitz, and A. Y. Kovalgin, *J. Electrochem. Soc.* **158**, H214 (2011).
- 5 S.B. Heil, E. Langereis, A. Kemmeren, F. Roozeboom, M.C. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Vac. Sci. Technol. A* **23**, L5 (2013).
- 6 H. Wang, and K. Fu, *J. Vac. Sci. Technol. A* **31**, 06F101 (2013).
- 7 H. Van Bui, A.Y. Kovalgin, A.A.I. Aarnink, and R.A.M. Wolters, *ECS J. Solid State Sci. Technol.* **2**, P149 (2013).
- 8 J.M. Khoshman, and M.E. Kordesch, *J. Non-Cryst. Solids* **351**, 3334 (2005).
- 9 M. Bosunda, T. Sajavaara, M. Laitinen, T. Huhtio, M. Putkonen, V.-M. Airaksinen, and H. Lipsanen, *Appl. Surf. Sci.* **257**, 7827 (2011).

- 10 X. Tang, Y. Yuan, K. Wongchotigul, and M. G. Spencer, *Appl. Phys. Lett.* **70**, 3206 (1997).
- 11 S.S. Lee, J.Y. Baik, K.-S. An, Y.D. Suh, J.-H. Oh, and Y. Kim, *J. Phys. Chem. B* **108**, 15128 (2004).
- 12 R. Doering, and Y. Nishi, *Handbook of Semiconductor Manufacturing Technology*, 2nd Ed., CRC Press, Boca Raton, FL (2008).
- 13 C. Ozgit, I. Donmez, M. Alevli, and N. Biyikli, *Thin Solid Films* **520**, 2750 (2012).
- 14 M. Alevli, C. Ozgit, I. Donmez, and N. Biyikli, *J. Vac. Sci. Technol. A* **30**, 021506 (2012).
- 15 X. Liu, S. Ramanathan, E. Lee, and T.E. Seidel, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **811**, D1.9.1 (2004).
- 16 M. Holtz, G. Kipshidze, A. Chandolu, J. Yun, B. Borisov, V. Kuryatkov, K. Zhu, S.N.G. Chu, S.A. Nikishin, and H. Temkin, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **744**, M10.1 (2002).
- 17 T.M. Mayer, J.W. Rogers, Jr., and T.A. Michalske, *Chem. Mater.* **3**, 641 (1991).
- 18 H.K. Kim, and F.G. Shi, *J. Mater. Sci.: Mater. Electron.* **12**, 361 (2001).

Agenda

11-12 december 2013
Micro Nano Conferentie 2013,
Ede

15 januari 2014
Deadline inzendingen NEVAC-
prijs 2014

21-22 januari 2014
Physics@FOM Veldhoven,
Veldhoven

28-30 maart 2014
ECM 118, Trento (Italie)

1 april 2014
verschijning *NEVAC blad*
vol 52 nr 1

1 april 2014
Fysica 2014, Leiden
25 april 2014
NEVAC-dag, Delft

6-11 april 2014
72ste IUVESTA workshop
Schloß Seggau (Oostenrijk)

13-16 oktober 2014
ICTF16, Dubrovnik, Kroatië



Win 1000 euro

Winnaars van de NEVAC-prijs 2013: Bart Macco (TUE, links) en Marko Sturm (DIFFER/M2i, rechts)

Ben jij de student, promovendus, of technicus die volgend jaar met een cheque op de foto staat met hoofdredacteur Hans van Eck (midden)?

Deel je onderzoek en je kennis op het gebied van vacuümtechniek in een helder geschreven technisch of wetenschappelijk artikel van 2000 woorden.

Stuur het uiterlijk 15 januari 2014 naar:
redactie@nevac.nl

Bijdragen in het Engels van in Nederland werkende niet-Nederlandstaligen zijn ook welkom.

De lezers van het *NEVAC blad* hebben een technische, fysische of chemische achtergrond en aan jou de taak om voor dit brede publiek een begrijpelijk verhaal te schrijven.

Uitgebreide richtlijnen voor auteurs staan op:
www.nevac.nl

NEVAC-prijsvraag

NanoTech

Forging Links with Nanoscience - For Decades



*Triton[®]DR -
Dry Dilution
Refrigerator*



*SpectromagPT Cryofree
optical split pair magnet system*



Combined SPM, PVD, ALD & Sputtering System



*R&D 100 winner
LT NANOPROBE*



Ultimate iXPS & μARUPS with NanoESCA

PLD CVD **SPM** Plasma
Cryofree[®] ULT PVD
GIS Nanotools Deposition iXPS
Superconducting Magnets ALD **ESCA**
3D-Magnet LEED EFM ION Beam
Nanotechnology
FIB HE³ SAM Nanoprobe EBSD
UPS XPS Thin Film Dilution Cryostat
Graphene High Field & Custom Magnets
AES Process Techniques PEEM Etch
Combined Environments
AFM MFM Nanomechanics μK
Optical Cryostat SEM
MBE STM EDS nc-AFM
Vector Rotating Magnets
Flow Crvostat

OXFORD
INSTRUMENTS

The Business of Science[®]

For further information:
omicron.nanoscience@oxinst.com
www.oxford-instruments.com

Your contact in NL:
Dr. Ad Ettema
Tel.: +31 (0) 15 2600 406
Mail: ad.ettema@oxinst.com

