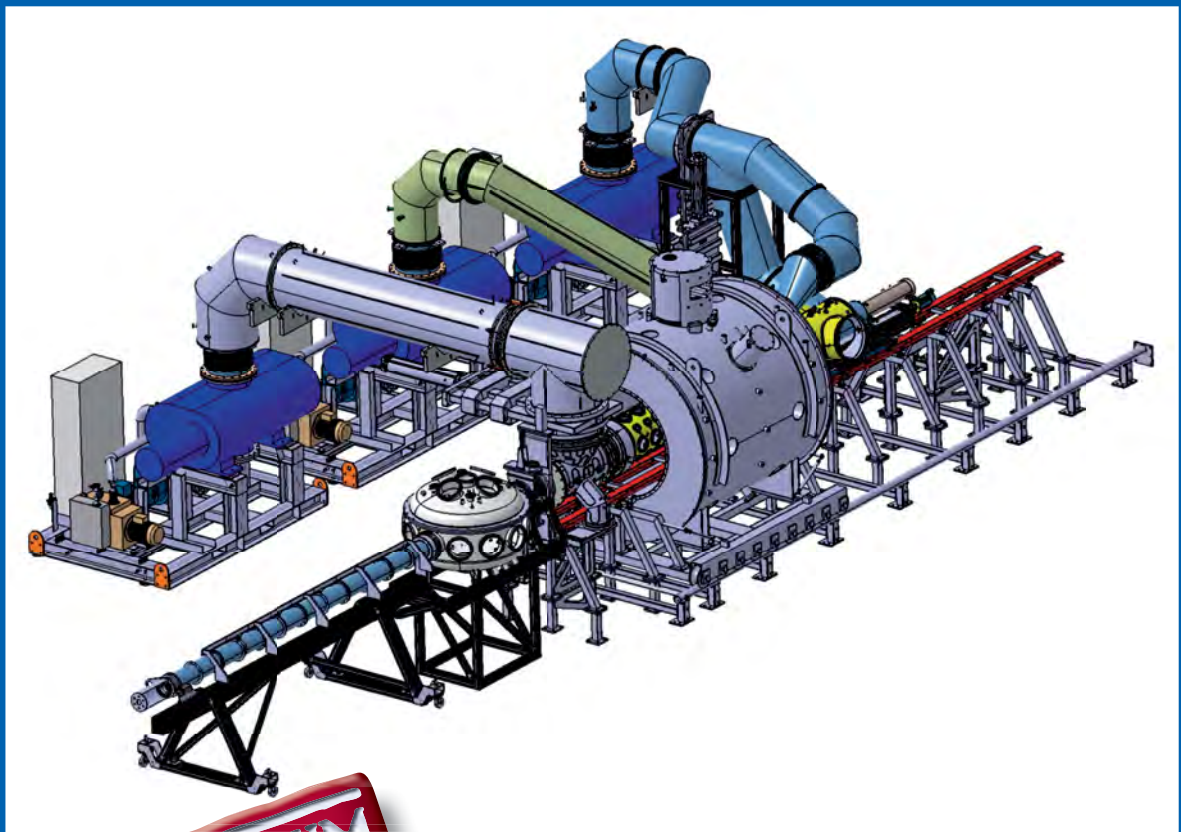


NEVAC *blad*

JAARGANG 50 / UITGAVE 3

Het Magnum-PSI- vacuümsysteem



**JUBILEUM
EDITIE**

Verder in de uitgave:

- Licht- en elektronenmicroscopie geïntegreerd: 'kleur geven aan de elektronenmicroscopie'
- De invloed van ionen tijdens plasma-geassisteerde atoomlaagdepositie

Vacuum Technology

Basis for Innovation and Process Optimization



Vacuum is the enabling technology for modern applications and a decisive factor for performance and manufacturing success. Oerlikon Leybold Vacuum masters all challenges with innovative vacuum components and systems solutions with ample experience in a wide range of customer applications.

Our range of high-performance products comprises:

- Vacuum components
- System solutions
- Services



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

oerlikon
leybold vacuum

Colofon

Redactie

Claud Biemans
Fred Schenkel
Bas Diehlissen
Hans van Eck
Sander Otte
Ad Ettema

Web-adres

www.nevac.nl

Redactiesecretariaat:

NEVAC
Delftechpark 26
2628XH Delft
redactie@nevac.nl

Adres abonnementenadministratie

NEVAC
Delftechpark 26
2628XH Delft

Abonnementen

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

Advertentie-exploitatie en druk

AriëS Grafische vormgeving / Ben Mobach
Torenberglaan 42
5628 EP Eindhoven
Telefoon 040-242 23 66 / 06 248 60 322
e-mail: ben.mobach@chello.nl

Grafische vormgeving en realisatie

AriëS Grafische vormgeving / Ben Mobach
Eindhoven

Verschijningsstijdstippen 2013

Februari
Mei
September
December

Diversen

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

Op de voorpagina

In deze bijdrage wordt het ontwerp en de realisatie van het Magnum-PSI-vacuümsysteem besproken.

Magnum-PSI is een nieuwe experimentele faciliteit waarin de wisselwerking van een intense, gemagnetiseerde plasmabundel met een materiaaloppervlak onderzocht kan worden. Dit onderzoek is belangrijk voor de kernfusiereactor ITER die momenteel in Zuid-Frankrijk gebouwd wordt.

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

Prof.dr.ir. W.M.M. Kessels, voorzitter

J.W.M. van Kessel, secretaris

Dr.A.F. Otte, vice-voorzitter

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

Bedrijfsleden € 150,- per jaar

Studenten/promovendi € 5,- per jaar

Inhoud

Aankondiging NEVAC prijs 2013	pagina 6
Licht- en elektronenmicroscopie geïntegreerd: 'kleur geven aan de elektronenmicroscop'	pagina 7
Agenda	pagina 10
Het Magnum-PSI-vacuümsysteem	pagina 15
De invloed van ionen tijdens plasma-geassisteerde atoomlaagdepositie	pagina 21

Vacuum Solutions

Research & Development



Technology from Pfeiffer Vacuum on board the international space station ISS

Containerless processing in space

In mid 2011, Pfeiffer Vacuum delivered turbopumps and vacuum gauges to EADS Astrium Space Transportation for use in an experiment on board the international space station (ISS)¹⁾. The turbopump is based on the HiPace 80 model which, together with the vacuum gauges, was adapted to the special conditions encountered in space through a co-creative process in cooperation with the client. The turbopump and vacuum gauges will be used in the Columbus European Research Laboratory in the MSL-EML module (Materials Science Laboratory - Electromagnetic Levitator). This is where the basic experiment planned for containerless melting of material samples under conditions of weightlessness will take place. The principal aim of the research is to efficiently produce materials with improved properties.

When this project begins, this will be the second Pfeiffer Vacuum turbopump to be used in the ISS space station. In 2001, a specially designed Compact Turbo model was put to work in the Columbus module for investigating plasma crystals.

¹⁾ The research project is commissioned by the German Aerospace Center (DLR) and is funded by the German Federal Ministry of Economics and Technology under grant no. 50WP0808.

Experiment under conditions of weightlessness

In conventional melting down of materials, substances are heated in a container. Due to the tremendous heat which is generated during this process, foreign matter from the container walls gets into the molten mass. This places severe limits on the level of purity which these samples can achieve.

The experimental set-up designed by the aerospace company Astrium, however, makes it possible to produce particularly pure materials since the use of a container can be dispensed with. But how can materials be melted if they are not in a container?

Under conditions of weightlessness in space, the specimen is held in place in a special chamber under high vacuum by exposing it to an electromagnetic field. This experiment is conditional upon the material being electrically conductive. Under these conditions the substances, will disturb the purity of the sample, do not come into contact with other materials and levitate in the sample chamber without any contact.

Redactioneel

Hierbij verschijnt het derde en laatste nummer van het NEVAC blad 2012. Het is het eerste nummer met weer een volwaardige redactie en een extra dik nummer met drie interessante wetenschappelijke bijdragen waarmee we het jubileumjaar afsluiten.

Het eerste artikel van Christiaan Zonneville betreft de integratie van een elektronenmicroscop met een lichtmicroscop. Een monster kan hierdoor zowel met een gewone microscoop als met een elektronenmicroscop bekeken worden, met behoud van de voordelen van beide technieken, zoals afbeelden in kleur en een hoge resolutie. Bovendien kan met een lichtdetector de fluorescentie in het zichtbare gebied worden gemeten. Uiteraard leidt deze nieuwe vinding uit de groep van Pieter Kruit tot een nieuwe spin-off-onderneming.

Hans van Eck leidt ons naar de extreme condities waaraan de ITER-reactorwand moet voldoen om kernfusie als energiebron in de toekomst mogelijk te maken. Let op de dimensies in deze bijdrage! Het gaat echt om grote pompvolumes en debieten.

Als afsluitend verhaal een bijdrage over plasma-geassisteerde atoomlaagdepositie (ALD). Atoomlaagdepositie is een verfijnde techniek voor dunne films zonder dat er schaduweffecten optreden. Gewoonlijk reageren precursors in ALD in een temperatuurbereik tussen circa 100-300 °C, wat een beperking vormt voor de te groeien films en de te gebruiken precursors. Met behulp van een plasma kunnen nu veel meer precursors gebruikt worden en deze kunnen bij lagere temperaturen ingezet worden. Bovendien kunnen de eigenschappen met substraatbiasing worden beïnvloed.

Bijdragen voor het volgende NEVAC blad kunnen worden ingezonden tot 15 januari 2013. Dit is tevens de sluitingsdatum voor de inzendingen voor de NEVAC-prijzen.

Voor 2013 streeft de redactie weer naar een verschijningsfrequentie van vier maal per jaar.

Ad Ettema

De sluitingsdatum van kopij voor het eerste nummer van het NEVAC-blad 2013 is 15 januari 2013



NEVAC prijs

Deel je onderzoek of kennis op het gebied
van vacuümtechniek en

Win €1000,-

De NEVAC beloont zowel het beste **wetenschappelijke***
als het beste **technische** verhaal met €1000,-.

Stuur voor 15 januari 2013 een duidelijk
en helder wetenschappelijk of technisch
artikel voor een breed fysisch en
chemisch publiek naar het NEVAC blad.

Het artikel kan per **email** worden verzonden aan
redactie@nevac.nl

Kijk voor meer informatie op de website van de NEVAC:

www.nevac.nl

* NEVAC-studentenprijs: alleen studenten en promovendi komen hiervoor in aanmerking

Licht- en elektronenmicroscopie geïntegreerd 'kleur geven aan de elektronenmicroscopie'

A.C. Zonneville*, R.F.C. v. Tol, G.A. Schotte, C.A.N. Barends, A.C. Narvaez, N.Liv, P. Kruit en J. P. Hoogenboom
Technische Universiteit Delft, Lorentzweg 1, 2628 CJ Delft

*voor correspondentie: a.c.zonneville@tudelft.nl

Elektronenmicroscopie en lichtmicroscopie zijn twee van de belangrijkste microscopietechnieken in de nano- en biomedische technologie. Een groot voordeel van lichtmicroscopie is de mogelijkheid om naast intensiteitscontrast ook kleurcontrast te gebruiken. Zo kunnen bijvoorbeeld verschillende functionele componenten van een structuur in verschillende kleuren zichtbaar worden gemaakt. De ruimtelijke resolutie is bij een lichtmicroscopie echter altijd beperkt door diffractie. Daarentegen is met een rasterelektronenmicroscopie (SEM: Scanning Electron Microscope) resolutie op nanometerschaal mogelijk, zij het enkel met intensiteitscontrast. De combinatie van elektronenmicroscopie en lichtmicroscopie in een enkel apparaat biedt krachtige nieuwe mogelijkheden voor de analyse van structuren op nanometerschaal. Zo kan een object eerst optisch in lagere resolutie maar met kleurcontrast bekeken worden waarna direct aansluitend van exact hetzelfde gebied een hoge-resolutie-opname van de structuur gemaakt kan worden met behulp van elektronen. Daarnaast zijn er andere technieken mogelijk, zoals lichtdetectie na het aanslaan van het materiaal met elektronen. Dit lichtsignaal kan in de optische microscoop naar believen worden gefilterd en geanalyseerd. Zo wordt kleurcontrast met hoge ruimtelijke resolutie mogelijk.

In deze bijdrage presenteren we een apparaat waar een SEM en een lichtmicroscopie geïntegreerd zijn in één apparaat. De integratie is zo gedaan dat een bestaande SEM met een simpele procedure uitgerust kan worden met een optische microscoop en even eenvoudig weer in zijn oorspronkelijke staat kan worden hersteld. Allereerst bespreken we op hoofdlijnen het ontwerp en de ontwerpcriteria van de opstelling. Tot slot demonstreren we de werking van het apparaat aan de hand van een aantal experimentele resultaten.

Ontwerpcriteria

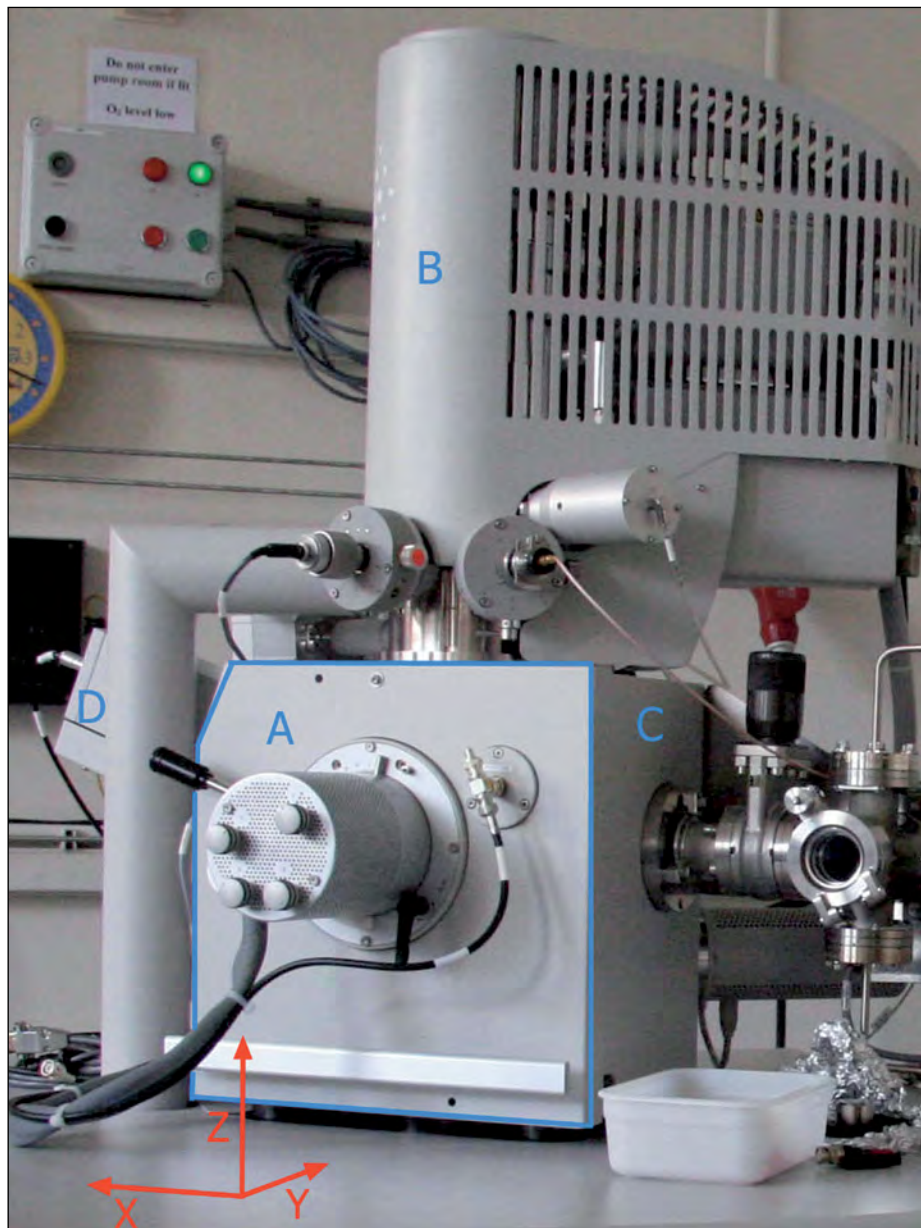
Het gewenste systeem is een geïntegreerd apparaat uitgerust met zowel een licht- als een rasterelektronenmicroscopie. We willen echter niet het apparaat in al zijn complexiteit nieuw gaan ontwerpen, maar veeleer uitgaan van bestaande componenten. In de optische microscopie bestaan veel verschillende detectiemogelijkheden en gewoonlijk kunnen deze makkelijk gewisseld worden door bijvoorbeeld filters of lenzen in de opstelling te plaatsen. Daarom willen we de optische

microscopie voor de gebruiker zo flexibel mogelijk houden. De SEM is echter een stuk complexer, omdat er hoogspanning en een hoog vacuüm nodig is. We kiezen er dus voor om uit te gaan van een bestaande SEM, in ons geval de FEI Quanta 200FEG, getoond in figuur 1. Willen we de optische microscoop voor de gebruiker flexibel houden, dan moeten we de optische componenten zo mogelijk buiten het vacuüm plaatsen, zodat deze te allen tijde instelbaar en verwisselbaar zijn. Daarnaast willen dat een gebruiker zijn bestaande SEM met behulp van ons systeem kan uitrusten met een optische microscoop, maar ook weer terug kan naar zijn 'kale' SEM. Wij kiezen er daarom voor om ons systeem te ontwerpen op een ketel deur voor de SEM. De deur van een SEM (zie figuur 1) is in vijf minuten te demonteren en een nieuwe deur is even eenvoudig op de SEM te plaatsen. De houder waarop het monster geplaatst wordt, is in de SEM gemonteerd op de deur. Bij onze nieuwe deur kunnen we dus een nieuwe monsterhouder plaatsen, met enkele optische componenten. Deze op-

tische componenten, die dus in het vacuüm worden geplaatst, moeten het licht naar het monster geleiden, of daarvan opvangen en vervolgens buiten het vacuüm brengen. Buiten het vacuüm willen we dan de verdere optische componenten, onder andere voor detectie, plaatsen. Dit doen we door een lichtdoorvoerder in de ketel deur te plaatsen zodat de niet-vacuüm-optiek aan de buitenzijde van de deur bevestigd kan worden. In het vacuüm, onder de monsterhouder, is dan alleen een objectief nodig met een kinematisch instelbare 45°-spiegel om het licht naar buiten te geleiden. Gezien de benodigde lengte van het optische pad, moet het objectief naar oneindig gecorrigeerd zijn.

Als de te ontwerpen nieuwe deur met optische microscoop gemonteerd is op de SEM, mag de prestatie van de elektronenmicroscopie niet afnemen. De grootste uitdaging hierbij is de afscherming van externe oscillerende magneetvelden, die worden opgewekt door onder andere het lichtnet. Voor een niet-afgeschermd gebied kan dit AC-veld variëren tussen circa 100 nT en 1 µT. Ter illustratie, een veld met een sterkte van zo'n 40 nT (dat is 0,08 % van het aardmagnetisch veld) buigt een elektronenbundel met een energie van 5 keV over een afgelegde afstand van 5 mm al 2 nm af. Dit lijkt weinig, maar als dit een oscillerend magneetveld is, wordt het onmogelijk om een goede elektronenmicroscopie-opname te maken met resolutie op nanometerschaal. Hier zal tijdens de ontwerpfase rekening mee moeten worden gehouden. Doorvoeren (bijvoorbeeld voor draden en lichtpad) moeten afgeschermd worden of vervaardigd zijn van een materiaal met een hoge magnetische permeabiliteit. Naast alle boven omschreven eisen, zijn er ook eisen met betrekking tot bijvoorbeeld de instelnaauwkeurigheden en het bereik waarover het monster verplaatst kan worden. Deze worden opgelegd met oog op de toekomstige experimenten die we met het systeem willen gaan doen. Een overzicht van de belangrijkste functionele eisen die aan de nieuw te bouwen deur met geïntegreerde optische microscoop gesteld worden, zijn

Figuur 1: De SEM in oorspronkelijke staat: blauw omlijnd is de ketel deur A die vervangen wordt door een nieuwe deur met een geïntegreerde lichtmicroscop. B is de elektronenkolom waar de bron en een deel van de lenzen voor elektronen zich bevinden. C is de vacuümkamer van de SEM en D is de elektronendetector. Verder is in rood het in de tekst gebruikte coördinatensysteem weergegeven.



weergegeven in tabel 1. In de volgende paragraaf zullen we ingaan op hoe deze eisen in het uiteindelijke ontwerp gerealiseerd zijn.

Ontwerpresultaat

In figuur 2 is het resultaat te zien van de nieuwe SEM-deur die wij hebben gebouwd. We hebben gebruikgemaakt van een staal-soort met een hoge magnetische permeabiliteit, om externe magneetvelden zoveel mogelijk af te schermen. Voor de lichtdoorvoer hebben wij zelf een constructie ontworpen waar we 'standaard' optische glasvensters in kunnen plaatsen. Afhankelijk van de toepassing kan hier gekozen worden voor een bepaalde glassoort in combinatie met een gewenste coating. Op deze manier hoeft alleen het glas vervangen te worden en niet een gehele doorvoer zoals gebruikelijk is met een glasdoorvoer voor vacuüm.

Aan de buitenkant hebben wij een standaard

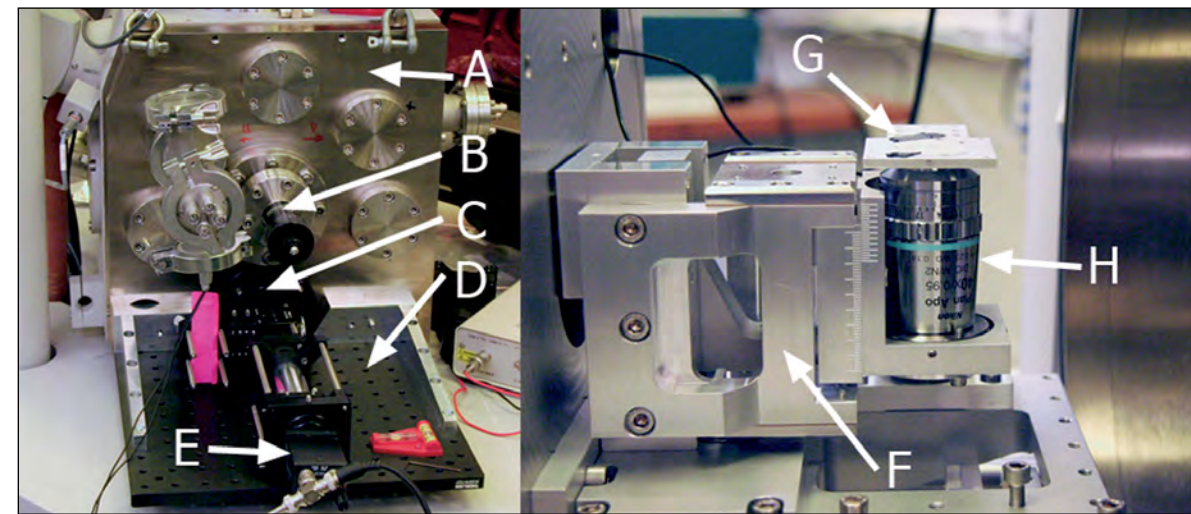
kleinschalig optisch tafelblad gemonteerd, waarop verschillende standaard verkrijgbare optische componenten gemonteerd kunnen

worden. Ook zijn er meerdere blinde flenzen aan de deur toegevoegd, zodat een breed scala van doorvoeren gebruikt kan worden bij toekomstige experimenten. Verder is aan de voorzijde een draibare instelknop zichtbaar waarmee het objectief in het vacuüm in focus kan worden gebracht. We maken gebruik van een standaard Nikon-objectief dat compatibel is gemaakt met vacuüm.

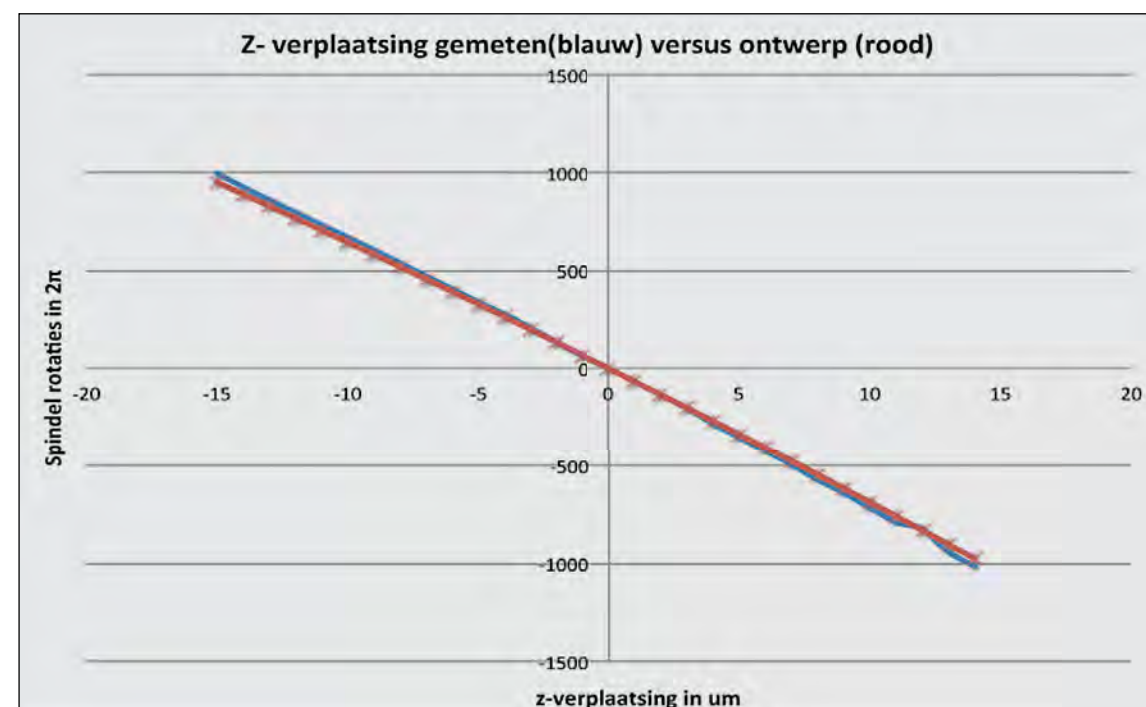
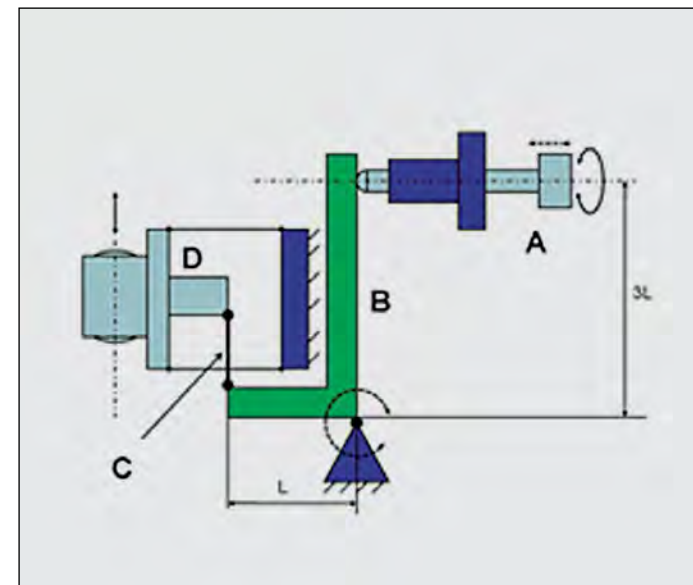
Aan de binnen-, of vacuümzijde van de deur (figuur 2, rechts) is de houder voor het monster gemonteerd, met daaronder het objectief en het mechaniek (z-stage) voor het instellen van deze lens in de z-richting. Het ontwerp van deze drie vacuümcomponenten zullen we hieronder één voor één bespreken.

Z-stage

Het mechaniek van de z-stage voor het objectief bestaat uit twee delen. Het eerste gedeelte is een handmatig in z instelbare slede voorzien van een nonius voor enigszins pre-



Figuur 2: Links: A, de nieuwe vacuümketel deur; B, de instelknop voor de bediening van de z-stage voor het objectief in het vacuüm; C, de positie van het optische venster; D, het optische tafelblad; E, de CCD (charge-coupled device) -camera. Rechts: F, de z-stage voor het focuseren van het objectief; G, het monster gemonteerd op een xy-tafel; H, het objectief.



Figuur 3: Linksboven: Overbrengmechaniek met (3:1)-overbrenging, A is de schroefspindel, B is de L-vormige hefboom, C is de overbrenging tussen bladveer en hefboom en D is de bladveerrechtgeleiding.

Rechtsboven: 3D-CAD tekening van de z-stage.

Onder: De verplaatsing van de stage in de z-richting als functie van de spindelrotatie. De theoretische beweging (in rood) komt vrijwel perfect overeen met de gemeten beweging (in blauw).

- | |
|---|
| 1 Elektron-optische eigenschappen van de SEM mogen niet veranderen door de nieuwe deur |
| 2 Optische detectie buiten het vacuüm flexibel aanpasbaar met standaard verkrijgbare optiek |
| 3 Optisch venster voor uitkoppeling van licht naar buiten in commercieel verkrijgbare maat en makkelijk verwisselbaar |
| 4 Objectief moet oneindig gecorrigeerd en diffractielimiteerd zijn voor optimale optische resolutie |
| 5 Objectief en 45°-spiegel met kinematische instelling moeten compatibel zijn met vacuüm |
| 6 Objectiefbeweging vanaf buiten in $z \pm 1$ mm, instelnaauwkeurigheid beter dan 500 nm |
| 7 Objectief grofinstelling in $z \pm 50$ mm |
| 8 Objectiefverplaatsing in $x/y \pm 2$ mm, instelnaauwkeurigheid beter dan 10 μm |
| 9 Monster moet beweegbaar zijn in $x/y \pm 9$ mm, minimale stapgrootte 1 μm |
| 10 Tilt- en yaw-hoeken tussen monster en objectief moeten gecorrigeerd kunnen worden. |

Tabel 1: Gestelde ontwerp-eisen aan de nieuwe ketel deur met geïntegreerde optische microscoop.

Agenda

15 januari 2013

Sluiting inzendingen NEVAC-prijs
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

15 februari 2013

Versijning NEVAC blad vol 51 nr 1
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

10-13 maart 2013

EuroMBE, Levi, Finland
Voor meer informatie zie: <http://www.tut.fi/eurombel>

5-7 april 2013

ECMI 15, Krakau, Polen
Voor meer informatie zie: <http://iuvsta-us.org/iuvsta2/index.php>

19 april 2013

Fysica, Delft
Voor meer informatie zie: <http://www.fysica.nl>

26 april 2013

NEVAC-dag, Sciencepark Amsterdam
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

15 juni 2013

Versijning NEVAC blad vol 51 nr 2
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

9-13 september 2013

IVC I9-ICSS I5, Parijs, Frankrijk
Voor meer informatie zie: <http://www.ivc19.com/>

15 september 2013

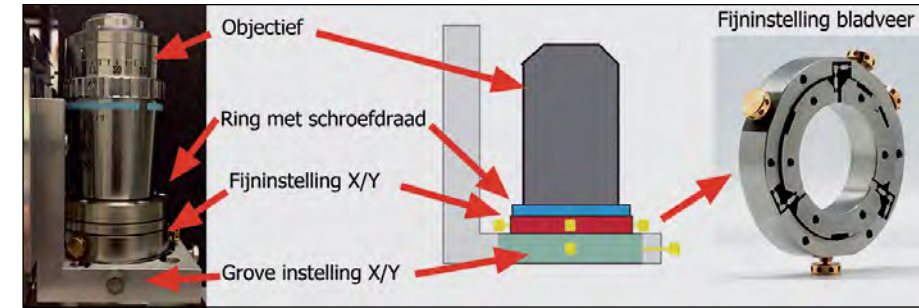
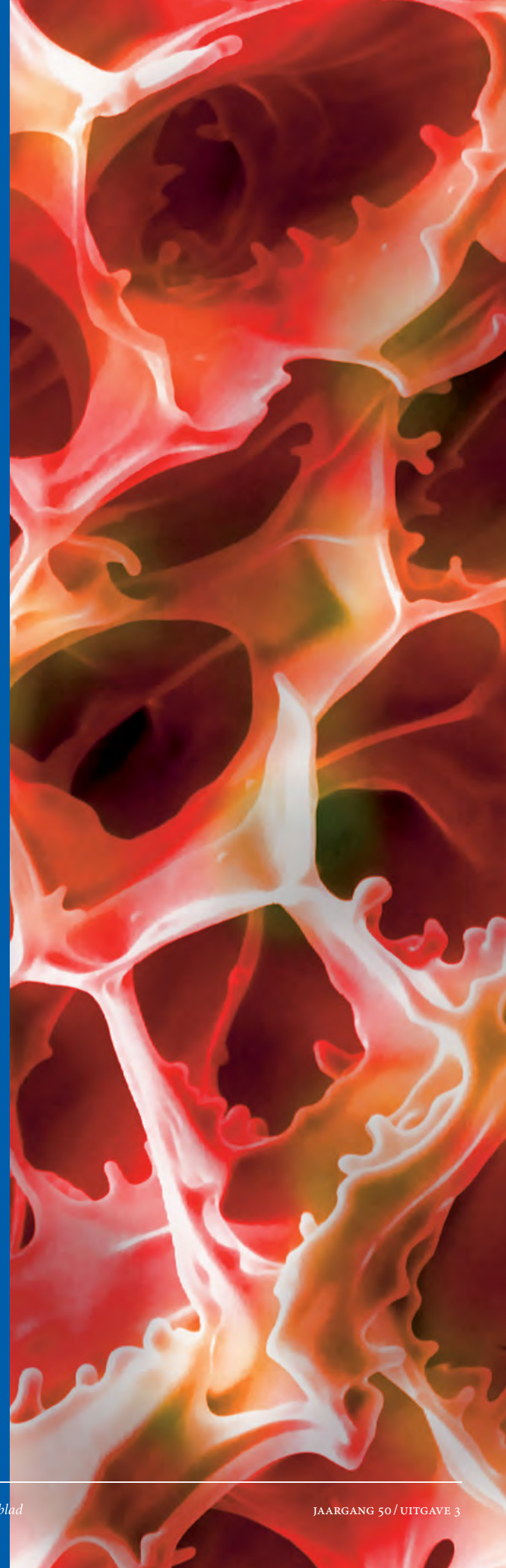
Versijning NEVAC blad vol 51 nr 3
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

15 december 2013

Versijning NEVAC blad vol 51 nr 4
Voor meer informatie zie: <http://www.nevac.nl>

13-16 oktober 2014

ICTFI 6, Dubrovnik, Kroatië
Voor meer informatie zie: <http://ictf16.com/>



Figuur 4: Objectief met xy-instelmechaniek. Dit mechaniek bestaat uit een grove positionering over een glijvlak en een continu instelbare fijn-instelmechaniek door middel van een gevonkte bladveerring. De gele knopjes in de middelste tekening zijn de stelschroeven.

cieze plaatsing. Dit mechaniek heeft een bereik van circa 100 mm. Het tweede gedeelte werkt met een bladveerconstructie in combinatie met een hefboom, zoals weergegeven in figuur 3. Dit systeem om het objectief van buitenaf te kunnen bewegen, hebben we experimenteel getest. Het resultaat hiervan is ook te zien in figuur 3. Het blijkt dat het objectief handmatig met een precisie beter dan 500 nm te positioneren is in z, volledig conform de ontwerpen.

Met het hierboven beschreven instelmechaniek wordt een monster in het focus van het objectief gebracht. De houder voor het monster is op een vaste hoogte gemonteerd, zodat er altijd een vaste focusafstand tot de elektronenlens is.

x/y-instelling van het objectief

Het mag duidelijk zijn dat, om met beide microscopietechnieken een afbeelding van dezelfde locatie op het monster te maken, de twee assen van beide microscopen ook op elkaar uitgelijnd moeten kunnen worden. Als we uitgaan van een vaste as van de elektronenbundel, en het objectief ook in laterale, xy-, richting verplaatsbaar maken, kunnen we de optische as naar de elektronenbundel-as toebrengen. Dit is gerealiseerd met behulp van een grof en een fijn instelmechaniek zoals weergegeven in figuur 4. Eerst wordt het grove mechaniek gebruikt, waarna de beide assen met de gewenste nauwkeurigheid worden uitgelijnd met behulp van het fijnmechaniek.

Het grove instelmechaniek werkt als volgt: het objectief beweegt door middel van stelschroeven over een glijvlak met een bereik van ± 2 mm. Met een speciaal hiervoor ontwikkeld monster wordt hierbij de uitlijning van de optische en elektronenbundel-as gevolgd. Als de uitlijning beter is dan 100 μ m wordt het grof-instelmechaniek vastgezet met behulp van een viertal lockschroeven. Het fijn-instelmechaniek bestaat uit een buiten-

en een binnenring die met elkaar verbonden zijn door drie bladveren. Beide ringen zijn met vonk-erosie uit één stuk materiaal gefabriceerd. De binnenring, waarop het objectief is gemonteerd, kan worden bewogen met vier instelschroefjes. Dit zou een instelnaauwkeurigheid op moeten leveren van 10 μ m; in de praktijk halen we met behulp van ons uitlijnmonster een uitlijning van beter dan een micrometer! Binnen deze afstand kan de elektronenbundel-as door verschuiving van de gehele bundel worden bijgesteld.

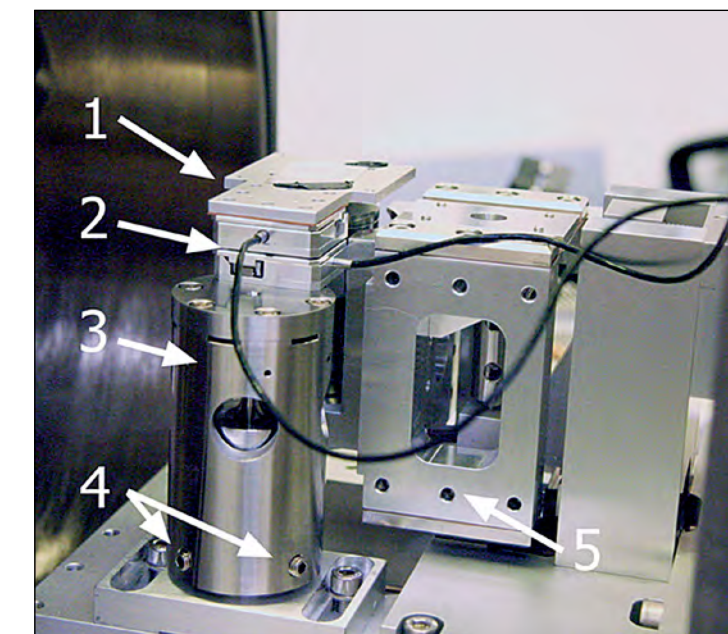
x/y-tafel voor het monster

De beweging van het monster wordt mogelijk gemaakt met twee vacuüm-compatibele lineaire piëzomotoren (type: PI M662v) van Physik Instrumente. Deze hebben wij gestapeld om zowel een x- als een y-beweging mogelijk te maken. Dit geeft een maximale

slag van 18 mm en een instelnaauwkeurigheid van minder dan 100 nm. De constructie is weergegeven in figuur 5. De tafel met de piëzo's is geplaatst op een pilaar. Met deze pilaar is het mogelijk de tilt- en yaw-hoeken tussen monster en objectief te corrigeren.

Experimentele resultaten

Aan de hand van twee voorbeelden laten wij de werking van onze geïntegreerde microscoop zien. Zoals eerder besproken is één van de sterke punten van het systeem de flexibiliteit in de keuze van optische detectiemethoden. Een simpel voorbeeld hiervan is een wit-lichttransmissiemicroscoop, de methode die we in het algemeen ook hantieren om ons monster in het focus van het objectief te brengen. Hiervoor hangen we in de vacuümkamer een aantal wit-lichtledlampen die op het monster gericht zijn. Detectie vindt plaats met behulp van de camera die is weergegeven in het schema in figuur 6a en te zien is voor op de foto in figuur 6b. We hebben cellen genomen van een waterplant, Elodea, en die aangebracht op een glasplaatje met daarop een dunne, transparante, geleidende laag van indiumtinoxide (ITO, geleverd door SPI Supplies). In figuur 6c en d zijn de licht- en elektronenmicroscopische afbeeldingen te zien die we van de rand van een cluster Elodeacellen hebben gemaakt. Het is duidelijk dat we met beide technieken van dezelfde locatie op het monster afbeeldingen maken, direct na elkaar.



Figuur 5: De constructie van de xy-tafel voor het monster. Nummer 1 is de houder met daarop een dun monster, vastgeplakt met koolstoftape; nummer 2: de xly-piezotafel; nummer 3: de pilaar met correctiemechaniek voor tilt en yaw tussen objectief en monster; nummer 4: de schroeven van het instelmechaniek; nummer 5: de z-stage.

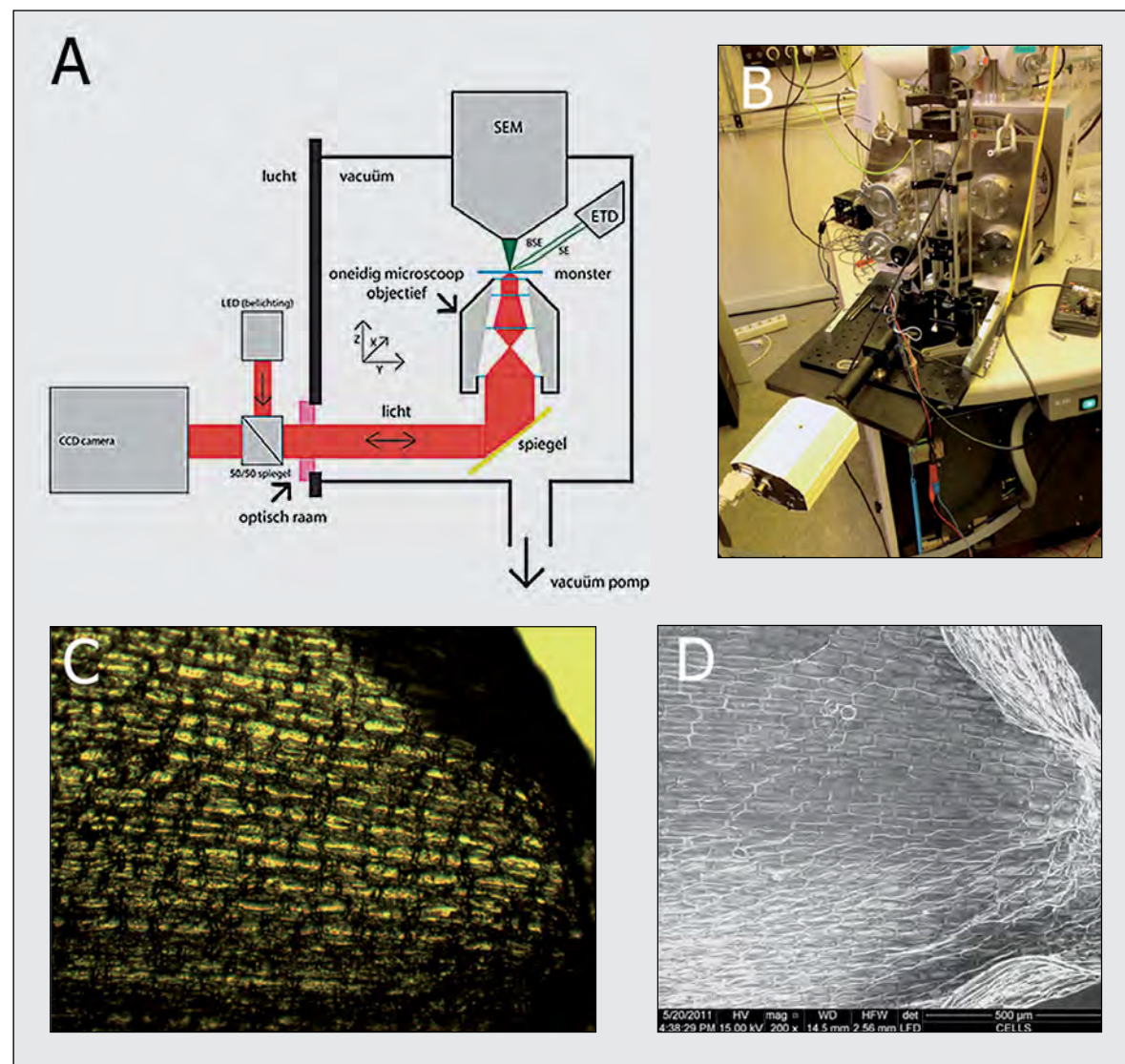
De opstelling die we hier gebouwd hebben, is nu ook ingericht voor optische belichting van buitenaf (zoals weergegeven in figuur 6a, b). Er wordt dan gebruikgemaakt van fluorescentiemicroscopie, een veel gebruikte methode in de biomedische wetenschap om verschillende stoffen in een cel in kleur weer te geven. Op het moment zijn we veel experimenten met deze methode aan het doen, in samenwerking met partners van onder andere het Leids Universitair Medisch Centrum en het Erasmus Medisch Centrum. De eerste resultaten hiervan zien er zeer veelbelovend uit.

Zoals we in de inleiding beschreven, is de kracht van onze geïntegreerde opstelling dat we niet alleen heel makkelijk opnames van

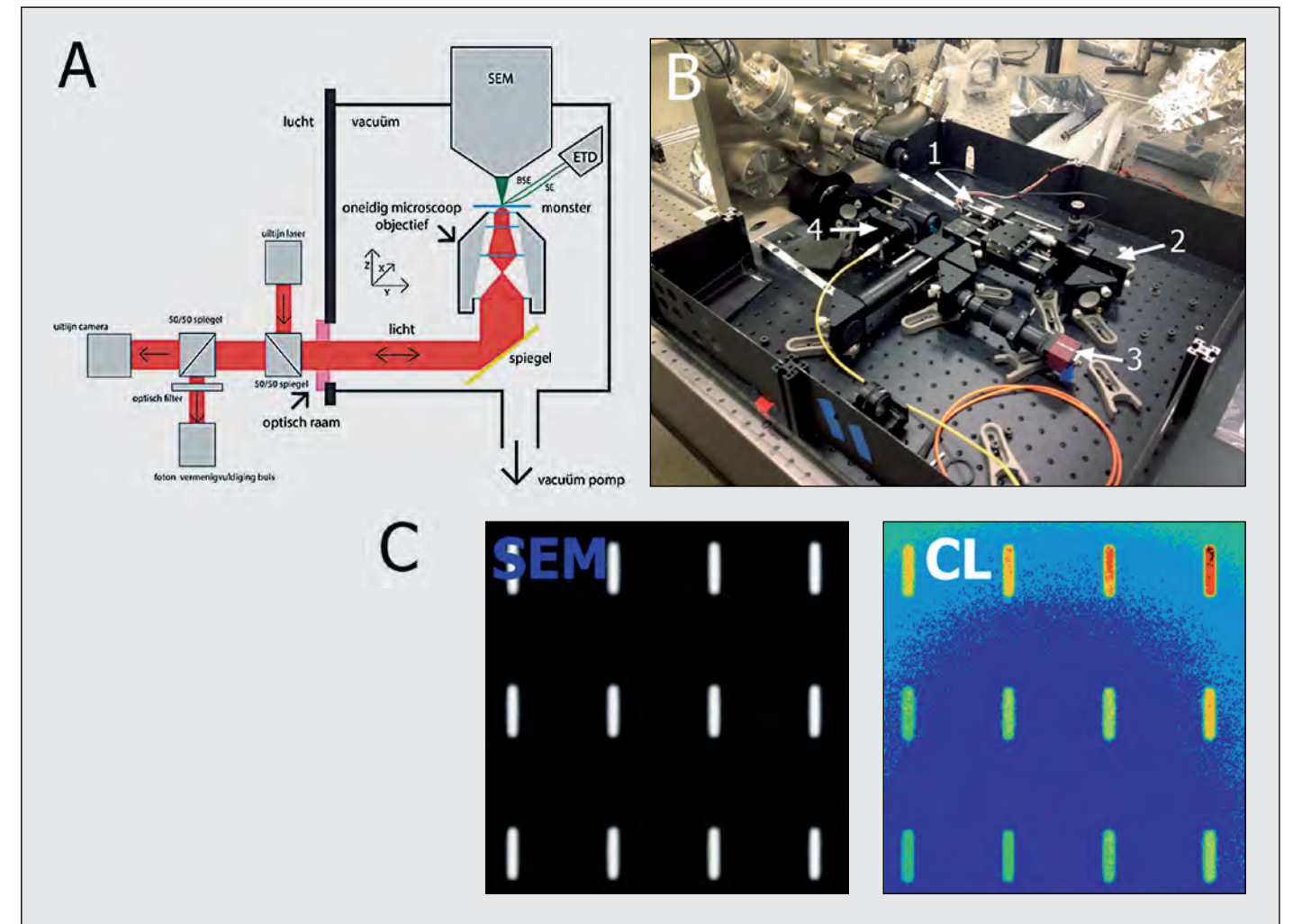
hetzelfde gebied kunnen maken met de twee complementaire microscopietechnieken, maar ook dat we nieuwe mogelijkheden hebben. Eén daarvan is dat we het licht dat door de belichting met de elektronenbundel in het monster wordt gegenereerd met behulp van een optisch objectief heel efficiënt op kunnen vangen. In figuur 7 laten we de opstelling zien die we hiervoor hebben ingericht. Die is gebouwd op een tweede deur en we kunnen naar gelang het experiment dat we willen doen de deur in figuur 6 vervangen door de deur in figuur 7 en vice versa. Dit is een voordeel van de uitvoering van ons systeem als een retrofit. De gehele opbouw van een ingewikkeld meerkanaals optisch detectiepad als in figuur 7b is los van de elektronenmicroscopie te doen en te testen.

De SEM blijft dan dus gewoon beschikbaar voor andere gebruikers.

In figuur 7a en b is te zien dat we hier een laser richten op de vacuümkamer. Deze wordt gebruikt om de assen van beide microscopen heel precies uit te lijnen, wat bij deze techniek essentieel is dan in het vorige voorbeeld. Figuur 7c laat een SEM-opname zien van een structuur van gouden staven. In figuur 7d is de synchroon genomen optische opname te zien van het licht dat door de elektronenbundel in deze goudstructuren wordt gegenereerd. We zien hierin dat deze optische afbeelding net zulke scherpe randen heeft als de SEM-opname. Op deze manier, met excitatie door de elektronenbundel, kunnen we dus inderdaad lichtinformatie



Figuur 6: Optische microscopie gecombineerd met elektronenmicroscopie. A: Schematische weergave van een microscoop waarbij optische belichting van het monster via het objectief plaatsvindt. B: Foto van de realisatie van dit systeem. Hierin is met nummer 1 de CCD-camera en bijbehorende optiek aangegeven en met nummer 2 de ledbelichting met bijbehorende optiek. C: Lichtmicroscopische opname van een Elodea waterplant gemaakt met onze opstelling. D: Elektronenmicroscopische opname van dezelfde locatie als in C, gemaakt met dezelfde opstelling, zonder verdere verplaatsing van het monster.



Figuur 7: Detectie van het door een elektronenbundel in een monster gegenereerde licht met behulp van een optisch objectief. A: Schematische weergave van dit systeem, een zogeheten kathodeluminescentiemicroscop (CL). B: Foto van de realisatie van dit systeem. Nummer 1 is de fotomultiplicator (PMT), die gebruikt wordt voor optische detectie; nummer 2: de uitlijnspiegels en lenzen; nummer 3: de camera die gebruikt wordt bij de uitlijning; nummer 4: de fiber-inkoppeling van de laser, ook gebruikt bij uitlijning. C: Elektronen- (SEM) en lichtopname (CL) van 1 μm lange gouden nanodraden.

krijgen zonder last te hebben van de optische diffractielimiet.

Conclusie

In dit artikel is een systeem besproken waarin een lichtmicroscopie en een raster-elektronenmicroscopie, of SEM, geïntegreerd zijn. De vooraf opgestelde criteria, weergegeven in tabel 1, zijn middels specifiek voor dit apparaat ontworpen vacuümcomponenten ruimschoots gehaald. Het systeem is uitgevoerd als een retrofit: door alle benodigde optische componenten te monteren op een ketel deur die op een bestaande SEM geplaatst kan worden, is elke SEM in principe uit te rusten met een optische microscoop. Aan de hand van twee voorbeelden is de werking als geïntegreerde licht- en elektronenmicroscopie aangetoond. We hebben laten zien dat simultaan van exact dezelfde locatie op een monster zowel een lichtmicroscopische als een elektronenmicroscopi-

sche opname te maken is. Hierdoor kan op een eenvoudige, eenduidige en snelle manier de informatie uit optisch kleurcontrast gecorreleerd worden met de structuur die met nanometerresolutie opgenomen wordt door de elektronenmicroscopie. Daarnaast is aangetoond dat het licht dat door interactie met een elektronenbundel in een monster gegenereerd wordt, met behulp van een optisch objectief kan worden opgevangen. Dit leidt tot een hoge detectie-efficiëntie en geeft nieuwe mogelijkheden om bijvoorbeeld eiwitten via kleurmarkering direct met de elektronenbundel zichtbaar te maken. De twee prototypes die we in dit artikel hebben laten zien, zijn momenteel in gebruik op de TU Delft. Daarnaast wordt dit systeem verder ontwikkeld en geschikt gemaakt voor commerciële productie door een spin-off bedrijf van de TU Delft, DELMIC B.V. De verwachting is dat dergelijke geïntegreerde microscopen in de nabije toekomst veel ge-

bruikt zullen gaan worden in biomedisch en nanotechnologisch onderzoek om betrouwbaar en snel veel complementaire informatie uit een monster te halen.

Dankwoord

Dit project werd uitgevoerd binnen het Departement Imaging Science and Technology (IST) van de Technische Universiteit Delft, met ondersteuning van DEMO TU Delft en de Nano Facility TU Delft. Het werk aan het fijnmechaniek voor de objectief-instelling werd mede gefinancierd door de Technologiestichting STW middels een Valorisatie Grant fase 1. Verder willen wij graag Jan de Looft, Frans Berwald, Carel Heerkens en Vladimir Kutchoukov bedanken voor hun technische ondersteuning.

ACCELERATE ULTRA-HIGH VACUUM PERFORMANCE

Confidence means knowing the vacuum technology accelerating your lab's performance has been proven by the most powerful physics experiment ever built, CERN's Big Bang machine. Since 1967, Agilent's line of ultra-high vacuum ion pumps have been there—from the engineering to the experiments—to the remarkable discovery of the Higgs boson particle.

Combine Agilent's leading UHV solutions to accelerate your results:

- Agilent Diode, Noble Diode and StarCell pumps' UHV versatility
- Agilent 4UHV, the first true 4 channel ion pump controller
- Agilent TwisTorr turbo pumps' leading speed and compression
- Agilent Dry Scroll pumps' clean oil-free vacuum

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



Het Magnum-PSI-vacuümsysteem

H.J.N. van Eck, P.H.M. Smeets en P.A. Zeijlmans van Emmichoven
FOM-instituut DIFFER – Dutch Institute for Fundamental Energy Research, Associatie EURATOM-FOM, Trilateral Euregio Cluster, Postbus 1207, 3430 BE Nieuwegein

In deze bijdrage bespreken we het ontwerp en de realisatie van het Magnum-PSI-vacuümsysteem. Magnum-PSI is een nieuwe experimentele faciliteit waarin de wisselwerking van een intense, gemagnetiseerde plasmabundel met een materiaaloppervlak onderzocht kan worden. Dit onderzoek is belangrijk voor de kernfusiereactor ITER die momenteel in Zuid-Frankrijk gebouwd wordt.

Een van de kandidaten in onze zoektocht naar schone, veilige en duurzame energie is kernfusie. Kernfusie is het proces waarbij lichte atoomkernen samensmelten tot zwaardere atomen. Daarbij komt erg veel energie vrij. In een fusiereactor verloopt deze reactie het beste bij een temperatuur van zo'n 150 miljoen °C, waarbij de brandstof een plasma is geworden. Om de wetenschappelijke en technische haalbaarheid van kernfusie als energiebron aan te tonen is men begonnen met de bouw van ITER in het Zuid-Franse Cadarache. ITER is een kernfusiereactor van het tokamak-type waarin het plasma bij elkaar wordt gehouden met sterke magnetische velden, opgewekt door supergeleidende spoelen. Meer informatie is te vinden in [1]. Eén van de meest essentiële onderzoeksgebieden in magnetische fusie is de wisselwerking van het hete plasma met het materiaal van de wand. Deze zogenaamde "plasma-surface-interaction" (PSI) heeft een grote invloed op het gedrag, de veiligheid en de prestaties van een toekomstige fusiereactor. De belangrijkste processen hierbij zijn erosie, de vorming van stof en absorptie van de brandstof. Om deze te kunnen controleren is uitgebreide kennis van de wisselwerking tussen plasma en wand noodzakelijk.

Om aan dit belangrijke onderwerp een bijdrage te leveren is het FOM-Instituut DIFFER een onderzoekslijn begonnen waarbij de wisselwerking van een intense plasmabundel met een materiaaloppervlak onderzocht kan worden. Een belangrijke experimentele faciliteit hierbij is de lineaire hoge flux plasmagenerator Magnum-PSI. In Magnum-PSI worden de omstandigheden zoals deze heersen aan de wand van de ITER-fusiereactor zo goed mogelijk nagebootst. Belangrijk hierbij is dat de deeltjes die van het wandoppervlak komen deel uit

blijven maken van het PSI-systeem, een zogenaamd sterk gekoppeld systeem. Om deze staat te bereiken zal Magnum-PSI gebruikmaken van een plasmabundel met een diameter van 10 cm. Deze bundel bestaat uit een hoge deeltjesflux van 10^{24} ionen $m^{-2} s^{-1}$ gevangen in een axiaal magneetveld van 2,5 T. Deeltjes die van het wandoppervlak komen, worden geïoniseerd en komen door de invloed van het magneetveld weer terug in de reactie. Op deze manier kunnen materialen snel geanalyseerd worden, wat in huidige tokamaks maar eens in de 1 à 2 jaar mogelijk is.

Magnum-PSI is in eerste instantie van start gegaan als een gepulste machine. Het magneetveld wordt opgewekt met oliegekoelde koperspoelen die voor een korte periode een veld van 1,9 T kunnen leveren. In de tweede fase zal een supergeleidende magneet continue experimenten mogelijk maken. Dit artikel beschrijft het vacuümsysteem van Magnum-PSI.

Eisen aan het vacuümsysteem

In Magnum-PSI wordt het plasma geproduceerd door een plasmabron van het cascadeboog-type [2]. Het ontwerp van deze bron is gebaseerd op uitvoerig werk van de Technische Universiteit Eindhoven

[3]. Deze bron heeft een ionisatiepercentage van ongeveer 10 %, waardoor er op vol vermogen 40 standaard liter per minuut (slm) neutraal gas het vacuümvat in kan komen. Echter, om voor ITER relevant onderzoek te kunnen doen, moet de bijdrage van het neutrale gas dat het te onderzoeken oppervlak (target) bereikt kleiner zijn dan de bijdrage van de plasmflux. Dit betekent dat de druk ten gevolge van de neutralen van de bron lager dan 1 Pa moet blijven. De eisen aan het vacuümsysteem van Magnum-PSI zijn samengevat in tabel 1.

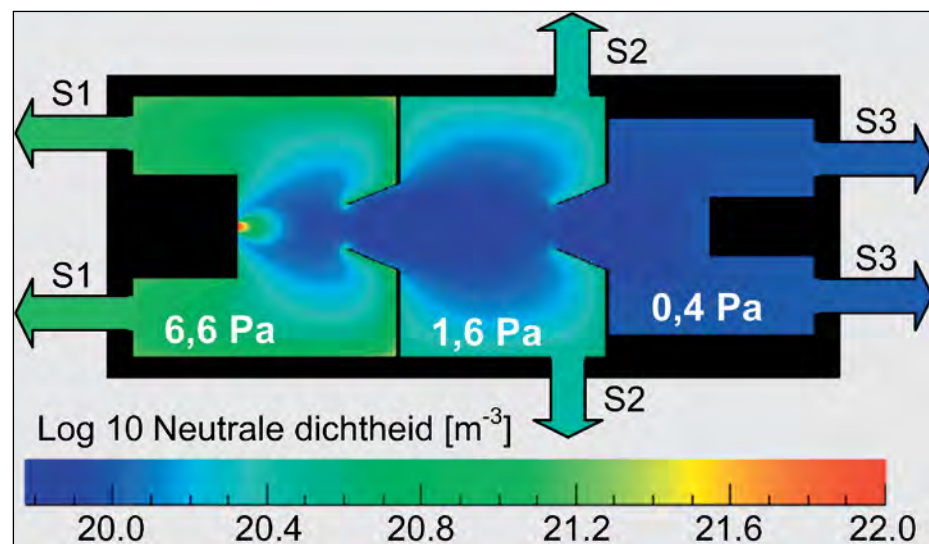
Een goede manier om lage drukken te bereiken bij grote hoeveelheden gas is differentieel pompen, waarbij het vacuümvat wordt opgedeeld in meerdere kamers. De kamers worden van elkaar gescheiden met behulp van skimmers en hebben elk een eigen pompsysteem. Om uit te zoeken of differentieel pompen toegepast kan worden in een lineaire plasmagenerator zijn vele simulaties en experimenten gedaan [4].

Simulaties

De meeste gasstromingen kunnen gemodelleerd worden door de Navier-Stokes-transportvergelijkingen op te lossen. Deze vergelijkingen beschrijven het transport van massa, impuls en energie. Om deze vergelijkingen te mogen gebruiken moet de gemiddelde vrije weglengte λ echter heel klein zijn in vergelijking met de karakteristieke lengte van het systeem L . Het dimensieloze Knudsengetal Kn kan gebruikt worden om het juiste stromingsgebied te bepalen: $Kn = \lambda / L$. Wanneer het Knudsengetal klein is, $Kn \leq 0,01$, kan de stroming beschouwd worden als een continu medium en kunnen

Neutrale druk bij het target ten gevolge van neutralen van de bron	< 1 Pa
Hoeveelheid gas afkomstig van de plasmabron	3 – 40 slm
Te verpompen gassen op vol vermogen	H ₂ , D ₂
Te verpompen gassen op laag vermogen (~10 % van maximale gasbelasting)	Ar, He
Gewenste variatie van de pompsnelheid	25 – 100 %
Partiële oliedruk	< 10 ⁻⁶ Pa
Pulsduur	continu

Tabel 1. Eisen aan het Magnum-PSI-vacuümsysteem



Figuur 1. DSMC-resultaat van de neutrale dichtheid waarbij 40 slm D_2 gas expandeert (links) in een differentieel gepompt vacuümvat. Door het vat op te delen in drie kamers wordt een neutrale druk lager dan 1 Pa in de buurt van het target (rechts) bereikt. De eerste twee kamers hebben een diameter van 60 cm. De derde kamer heeft een diameter van 50 cm. De kamers zijn van elkaar gescheiden door skimmers met een opening van 10 cm in diameter. De in deze simulatie gebruikte pompsnelheden zijn $S1 \approx 42000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$, $S2 \approx 32000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$, $S3 \approx 34000 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$.

de moleculen met de wand dan tussen de moleculen onderling. Indien $Kn > 10$ is er sprake van een vrije moleculaire stroming en kunnen de botsingen tussen de deeltjes onderling verwaarloosd worden.

Omdat de gasstroming in Magnum-PSI zich in het overgangsgebied bevindt tussen continue en vrije moleculaire stroming, kan deze alleen uitgerekend worden door zowel intermoleculaire botsingen als botsingen met de wand mee te nemen [4]. Dit kan bijvoorbeeld met het programma DS2V, dat gebruikmaakt van de Directe Simulatie Monte Carlo (DSMC)-methode ontwikkeld door G. Bird [5]. Hierbij wordt een stroming gemodelleerd door een groot aantal gesimuleerde deeltjes, waarbij elk gesimuleerd deeltje een groot aantal werkelijke deeltjes voorstelt. Voor elke tijdstap worden de positie, snelheid en energie van de gesimuleerde deeltjes opgeslagen en bijgewerkt. Hierbij is het belangrijk dat de tijdstap kleiner is dan de tijd tussen twee botsingen en dat het raster fijner is dan de vrije weglengte.

Om de neutrale druk laag genoeg te krijgen in de buurt van het te onderzoeken materiaal blijkt het nodig te zijn het Magnum-PSI-vacuümsysteem op te delen in drie kamers. De door DSMC berekende neutrale dichtheid en de resulterende drukken zijn te zien in figuur 1. Vanuit de bron (links) komt

de Navier-Stokes-vergelijkingen probleemloos gebruikt worden. Voor stromingen met Knudsengetallen rond 1 ($0,01 < Kn < 10$) worden de gradiënten van de macroscopische variabelen (snelheid, dichtheid, druk en temperatuur) zo groot dat de schalinglengte vergelijkbaar wordt met de vrije weglengte. De Navier-Stokes-vergelijkingen

beginnen dan afwijkingen te vertonen en een andere benadering is vereist waarbij de afzonderlijke banen van de deeltjes meegenomen worden. De macroscopische variabelen kunnen vervolgens statistisch bepaald worden uit de individuele bewegingen. Voor stromingen met grotere Knudsengetallen geldt dat er veel meer botsingen zijn tussen

	Rootspomp	Kryopomp	Turbopomp	Boosterpomp
Veiligheid	++	-	++	+
Aanschaffkosten	+	-	--	++
Bedrijfskosten	-	-	++	+
Onderhoudskosten	++	--	--	++
Prestaties bij 10 Pa	++	--	-	+
Prestaties bij 0,1 Pa	--	++	+	+
Tolerantie magneetveld	-	-	--	++
Betrouwbaarheid	++	++	-	+
Olievervuiling	+	++	++	--
Geluidsoverlast	-	-	-	+
Continu bedrijf	++	--	++	++
Onderhoud (tijd)	++	+	+	-
Verpompen van argon	+	+	+	-
Consequenties voor infrastructuur	-	+	-	+
Consequenties van een vacuümbreuk	++	+	--	--
Gebruiksvriendelijkheid	++	-	+	--

Tabel 2. Voor- en nadelen voor vier verschillende pompcombinaties voor de derde vacuümkamer.

40 slm D_2 gas met een initiële temperatuur van 10.000 K het vacuümvat binnen en expandeert supersoon in de eerste kamer. In deze kamer wordt ongeveer 80 % (32 slm) van het gas weggepompt. De rest van het gas komt in de tweede kamer waar nog eens 6 slm wordt weggepompt. Uiteindelijk komt een klein deel van de stroming (~5 %) in de derde kamer terecht. De DSMC-berekening laat zien dat een differentieel gepompt vacuümsysteem met drie kamers voldoende is om de druk in de buurt van het target laag genoeg te krijgen.

Pompkeuze

Voor de eerste twee kamers is de pompkeuze relatief eenvoudig. Door de grote hoeveelheid te verpompen gas bij een druk tussen de 1 en 10 Pa viel de keuze voor beide al snel op een combinatie van twee rootspompen met voorpomp.

Omdat de prestatie van een rootspompcombinatie voor lagere drukken snel afneemt,

is voor de derde kamer ook naar andere pompssystemen gekeken. Drie andere pompcombinaties met voldoende pompcapaciteit kwamen in aanmerking: een set van kryopompen, een set van turbopompen en een boosterpomp.

De voor- en nadelen van de verschillende pomptypes zijn gegeven in tabel 2.

- De rootspompcombinatie is de meest betrouwbare en gebruiksvriendelijke optie. Goedkoper dan de kryopompen en de turbopompen. Wel moeten maatregelen getroffen worden om de olieterugstroming tegen te gaan en moet het magneetveld afgeschermd worden.
- Het gebruik van kryopompen is een mooie oplossing, maar ook een vrij complexe, omdat deze continu in bedrijf moeten zijn. Vanwege de beperkte opslagcapaciteit zijn er veel pompen en kleppen nodig, waardoor de prijs hoog is.
- Vanwege de beperkte capaciteit zijn er veel turbopompen nodig. Verder zijn ze relatief

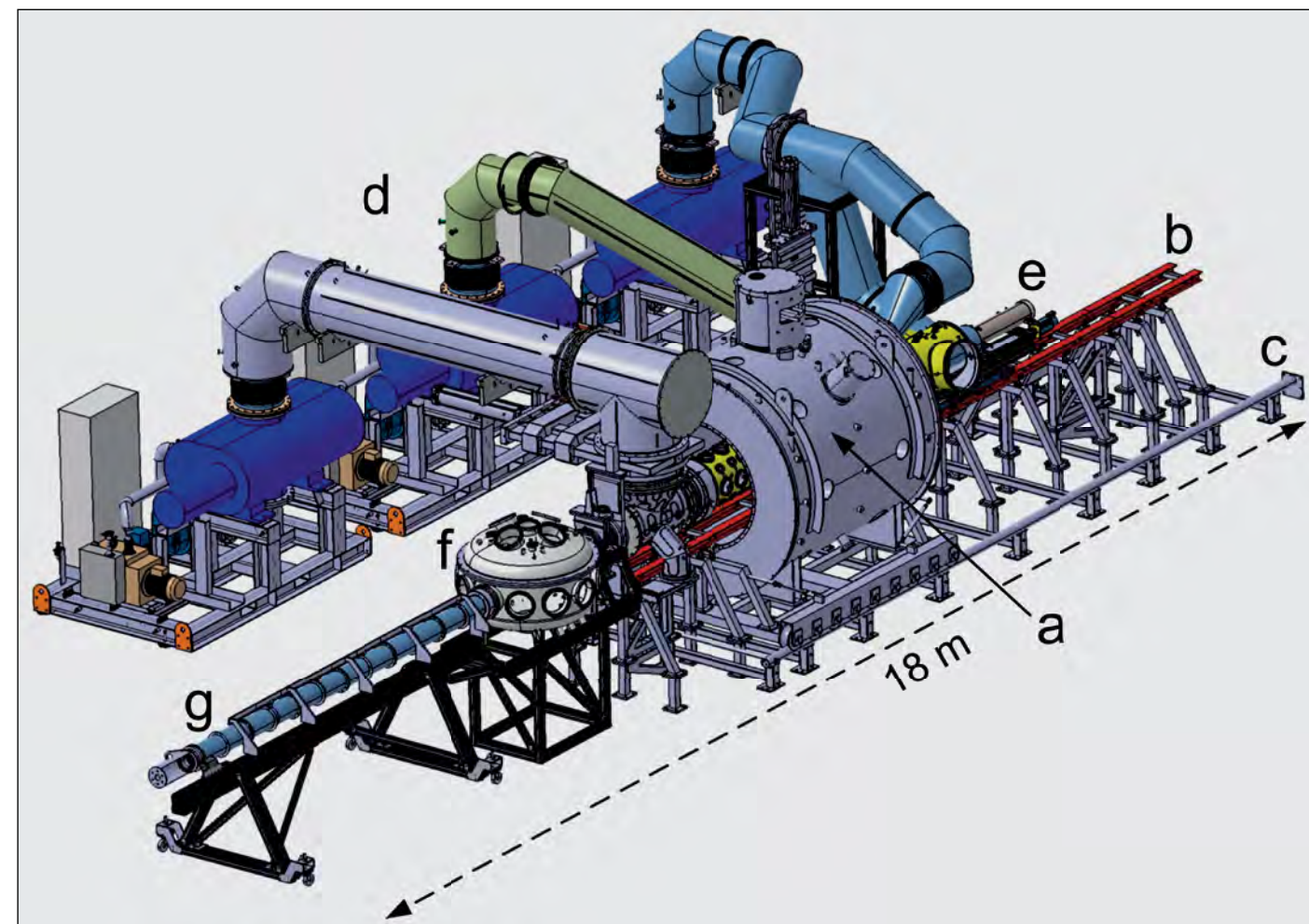
kwetsbaar en duur. De afscherming van deze pompen vergt extra aandacht vanwege de lage tolerantie voor magneetvelden. Een boosterpomp is een goed en goedkoop alternatief indien gekeken wordt naar de pompsnelheden. Grote nadelen zijn de olievervuiling en het gebrek aan gebruiksvriendelijkheid.

Om deze redenen is ervoor gekozen om ook de derde kamer met een combinatie van twee rootspompen met voorpomp af te pompen.

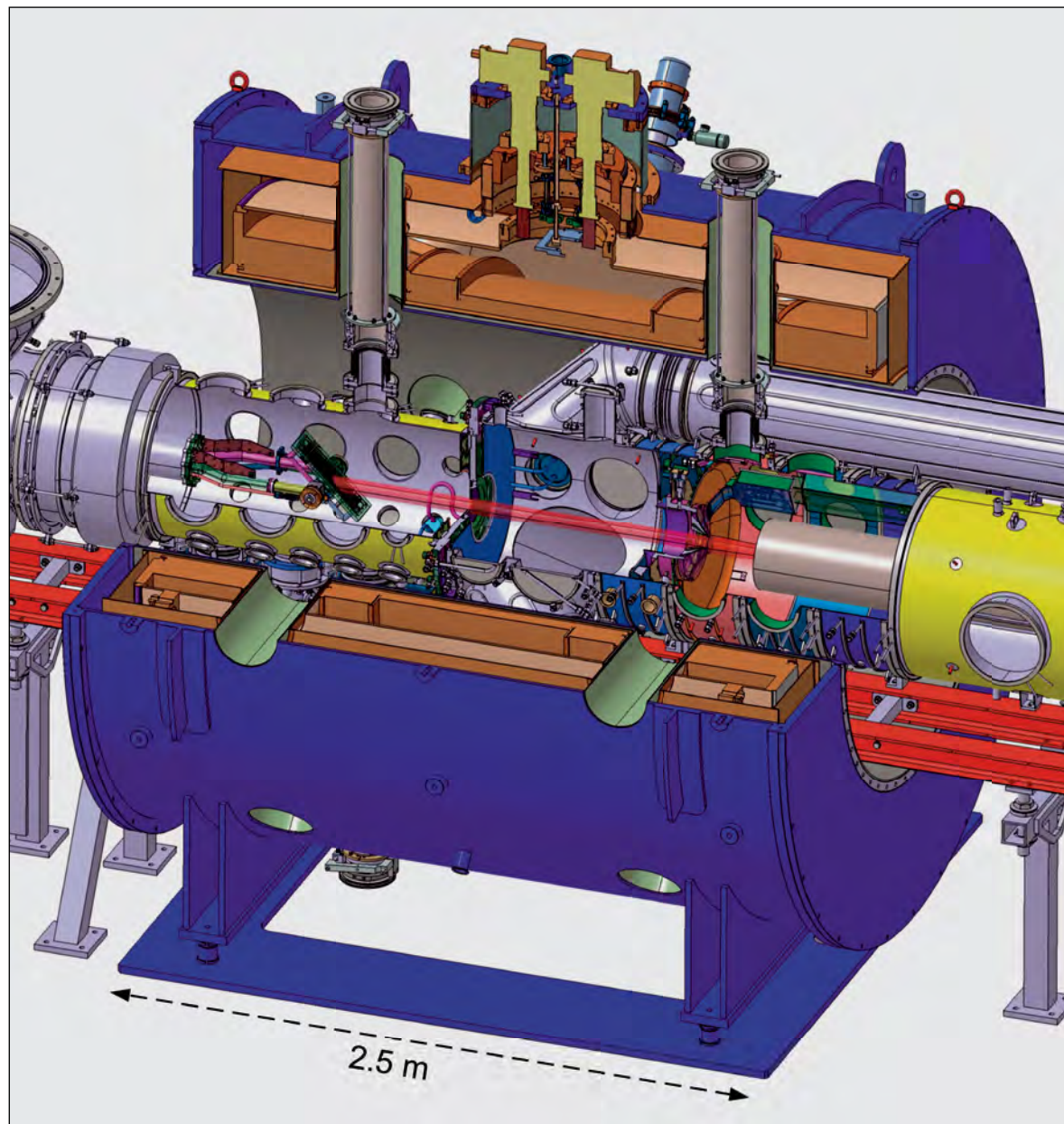
Opbouw van het experiment

Een overzicht van het Magnum-PSI-experiment is te zien in figuur 2. Het target kan onder vacuüm van de exposure-positie naar de target exchange and analysis chamber (TEAC) gebracht worden (linksonder). In deze kamer kan het materiaal bestudeerd worden met oppervlaktediagnostieken.

Het differentieel gepompte vacuümvat in de



Figuur 2. Overzicht van het Magnum-PSI-experiment. In het midden is de supergeleidende magneet (a) te zien. Het modulaire vacuümsysteem en de magneet zijn beide op een rail (b en c) geplaatst. De drie rootspompcombinaties (d) met de bijbehorende pompbuizen zijn linksboven te zien. Rechtsboven is de buis van de beweegbare plasmabron (e) te zien. Linksonder is de TEAC (f) met de lange balg (g) voor het beweegbare target te zien.



Figuur 3. Kijkje in het vacuümvat binnenin de supergeleidende magneet (donkerblauw). De bron-, verhittings- en targetkamer zijn zichtbaar (van rechts naar links). De plasmabundel (rood) stroomt door twee skimmers (bruin en blauw) van de bron naar het target.

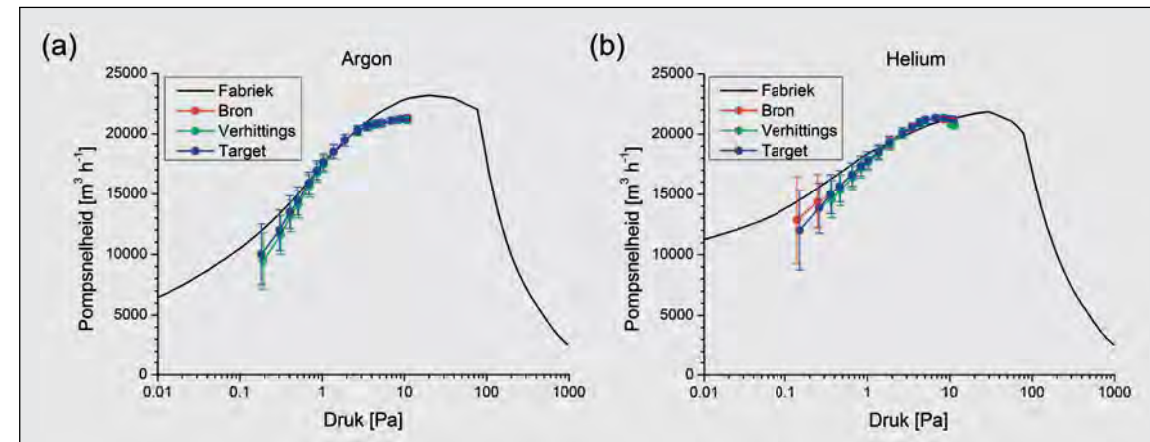
1,3 meter doorsnede boring van de magneet is zichtbaar in figuur 3. De meest rechtse kamer met daarin de beweegbare plasmabron is de bronkamer. Het plasma dat uit de bron komt wordt gemagnetiseerd en vormt een bundel. Het neutrale gas expandeert op een normale manier en wordt voor het grootste deel weggepompt. De gemagnetiseerde plasmabundel stroomt door de eerste skimmer en komt in de tweede kamer. In deze kamer kan de bundel extra verhit worden. Daarom heet deze kamer de verhittingskamer. Ten slotte komt de bundel in de linkerkamer op het target terecht. Deze kamer, met zijn vele diagnostiekpoorten, heet dan ook de targetkamer. De buizen door de magneet zijn voor plasmadiagnostieken die gebruikmaken van

de verstrooiing van laserlicht (Thomsonverstrooiing).

Pompsnelheden

Elke pompset bestaat uit twee mechanische rootsblowers (Edwards HV30000 en SN7000) in serie met een oliegesmeerde draaischuifpomp (Edwards E2M275). De rotatiesnelheid van de grootste rootspomp (HV30000) kan met behulp van een frequentieomvormer gevarieerd worden tussen 15 en 60 Hz (25 - 100 %). Om te controleren of de door de fabriek opgegeven pompsnelheid klopt, hebben we de pompsnelheid van elk van deze pompcombinaties gemeten voor argon en helium bij een frequentie van 50 Hz (82 %). Bij deze metingen is een

temperatuur-gestabiliseerde condensator-membraamdrukmeter vlak boven de ingang van de pomp geplaatst. Vervolgens is druk P gemeten als functie van de hoeveelheid ingelaten gas Q tot een maximum van $66 \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ ($\sim 40 \text{ slm}$). De pompsnelheid S kan dan bepaald worden met de bekende formule: $S = Q / P$. De pompsnelheid is uitgezet als functie van de druk in figuur 4, waarbij de metingen vergeleken worden met de theoretische curve van de fabriek (met een kleine correctie voor de exacte positie van de drukmeter). Over het algemeen stemmen de theoretische en gemeten curven goed overeen. Voor argon zijn de gemeten waarden voor een druk boven 3 Pa lager dan de theoretische curve en ook voor helium lijkt de



Figuur 4. Theoretische en gemeten pompsnelheid van de drie pompsets als functie van de druk voor (a) argon en (b) helium. De hoeveelheid gas is gevarieerd van 0,5 tot $66 \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$.

gemeten curve al bij lagere druk af te gaan nemen. Ook voor het drukgebied lager dan 1 Pa duikt de gemeten curve onder de theoretische curve. Dit kan wellicht verklaard worden door het feit dat in de theoretische curven niet alle fysische effecten meegenomen worden (zoals de absorptie van gas aan het oppervlak van de rotoren van de pomp). Verder is het juist modelleren van de zogenaamde spleetcompressie vrij complex.

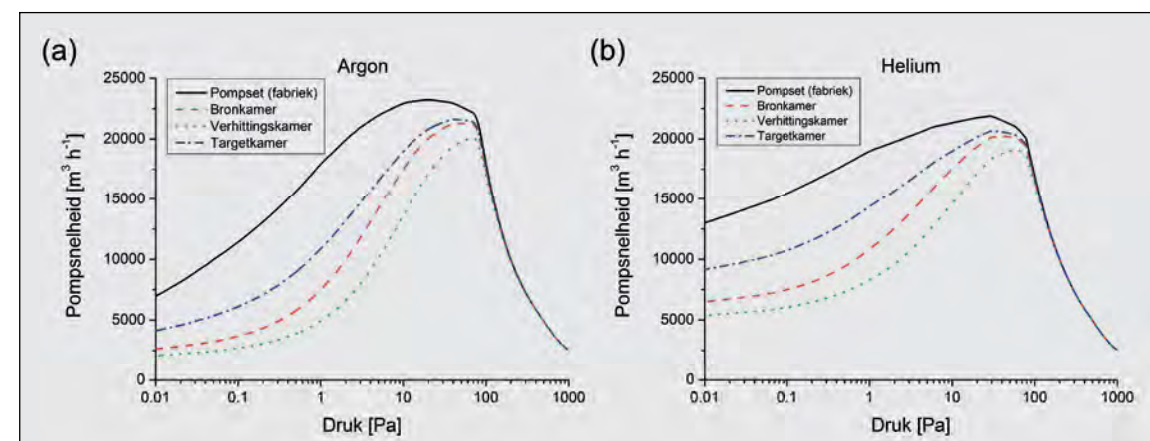
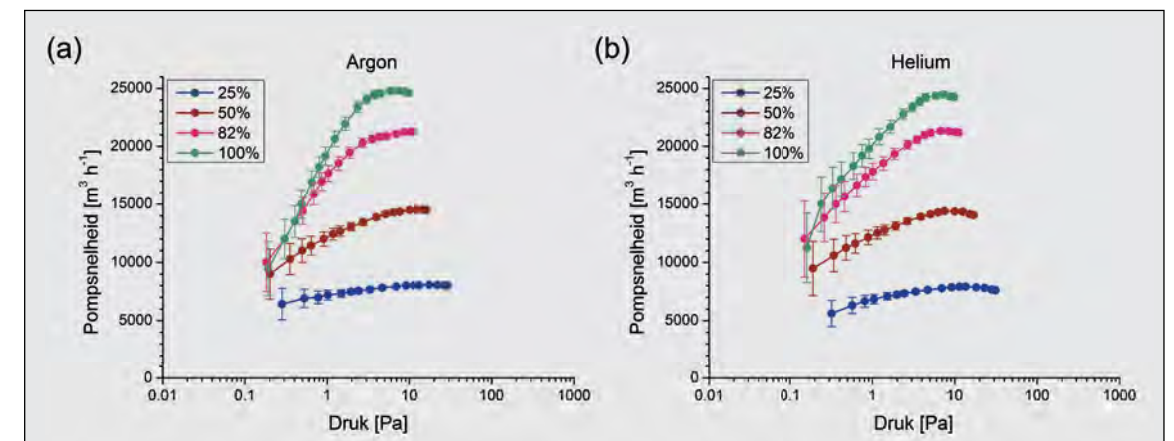
Om het effect van de rotatiesnelheid van de HV30000 op de pompsnelheid van de pompset te zien, is de pompsnelheidsmeting

herhaald voor vier verschillende draaisnelheden. Het resultaat is weergegeven in figuur 5 voor argon en helium. Duidelijk is te zien dat de pompsnelheid van de gehele pompset uitstekend geregeld kan worden door alleen de draaisnelheid van de HV30000 te variëren. Door de variabele rotatiesnelheid is een groot bereik in pompsnelheid gerealiseerd voor beide gassen.

De uiteindelijke prestaties van het vacuumsysteem zijn uiteraard afhankelijk van de gerealiseerde effectieve pompsnelheid. In figuur 6 zijn de berekende effectieve

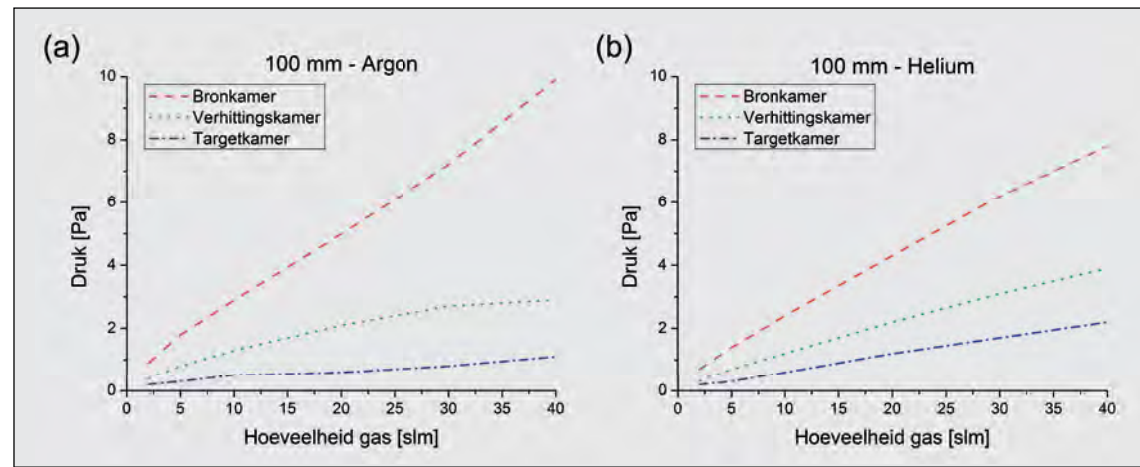
pompsnelheden voor de drie vacuümkamers weergegeven. Deze zijn berekend met het VacTran-softwarepakket [6], dat overweg kan met viskeuze, transitie- en moleculaire stroming. De theoretische curves van de fabriek zijn hier als input gebruikt. Voor een druk onder 80 Pa wordt de effectieve pompsnelheid beduidend lager dan de pompsnelheid aan de pomp. Dit is het gevolg van de lange buizen die nodig zijn om de pompen in een gebied met een laag magneetveld te plaatsen (zie figuur 2). Om zo min mogelijk pompsnelheid te verliezen zijn de diameters van de pompbuizen zo

Figuur 5. Gemeten pompsnelheid van de pompset als functie van de druk voor verschillende rotatiesnelheden van de HV30000 voor (a) argon en (b) helium. De hoeveelheid gas is gevarieerd van 0,5 tot $66 \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$.



Figuur 6. Berekende effectieve pompsnelheid bij de drie vacuümkamers voor (a) argon en (b) helium als functie van de druk. De berekeningen gebruiken de theoretische pompsnelheidscurve van de fabriek (zwarte lijn).

Figuur 7. Druk in de drie vacuümkamers voor (a) argon en (b) helium als functie van de hoeveelheid ingelaten gas. Het gas wordt ingelaten in de bronkamer. De kamers zijn van elkaar gescheiden door vlakke skimmers met een opening van 100 mm in diameter.



groot mogelijk gekozen. Ten gevolge van de beperkte ruimte binnen de supergeleidende magneet hebben de pompbuizen van de verhittingskamer de kleinste diameter. De effectieve pompsnelheid van deze kamer is dan ook het laagste.

Discussie

Voor het Magnum-PSI-experiment zijn skimmers met openingen van verschillende diameters beschikbaar. Op deze manier kunnen experimenten gedaan worden met plasmabundels met verschillende diameter. De diameter van de bundel zal in de komende jaren opgeschaald worden tot 100 mm. In figuur 7 is het resultaat te zien van een drukmeting aan het differentieel gepompte systeem waarbij de kamers van elkaar gescheiden zijn door vlakke skimmers met een opening van 100 mm in diameter. Tot 40 slm gas werd de bronkamer ingelaten, terwijl de druk in de verschillende kamers gemeten werd. Te zien is dat het differentieel pompen voor het zwaardere argon beter werkt dan voor het lichtere helium. Voor beide gassen geldt dat de druk in de targetkamer boven de 1 Pa komt voor hogere gasbelastingen. Bij argon is dit het geval voor een gasbelasting van meer dan 36 slm en bij helium voor een gasbelasting van meer dan 16 slm.

De gemeten druk bij een gasbelasting van 40 slm, weergegeven in figuur 7, komt niet goed overeen met de DSMC-berekening van figuur 1. Er zijn echter een paar belangrijke verschillen:

- De gebruikte pompsnelheden in de DSMC-berekening zijn aanzienlijk hoger dan de effectieve pompsnelheden aan het Magnum-PSI-vacuümvat.
- De DSMC-berekening is gedaan voor D^2 gas, de meting met argon en helium.
- Bij de meting is gas op kamertemperatuur

de bronkamer ingelaten, terwijl in de berekening het gas een initiële temperatuur van 10.000 K heeft. Deze temperatuur heeft een grote invloed op de vorm van de supersonische expansie. De hete expansie zal breder zijn waardoor de skimmer meer neutralen tegenhoudt.

- In de DSMC-berekening zijn conische skimmers gebruikt. De hoek van deze skimmers is zo gekozen dat de neutralen op een zo effectief mogelijke manier worden tegengehouden. De gebruikte skimmer in de berekening is geoptimaliseerd voor een supersonische expansie met een heet gas. Tijdens de meting was het experiment uitgerust met vlakke skimmers.

Door deze verschillen is de verwachting dat de druk in de targetkamer onder bedrijfsomstandigheden, dus met een plasma en conische skimmers, lager uitvalt dan tijdens deze meting. Het was een bewuste keuze dat de gekozen pompcombinatie een lagere pompsnelheid heeft dan in de berekening van figuur 1. Er zijn namelijk aanwijzingen dat de benodigde pompcapaciteit lager uit zal vallen. Ten eerste lijkt de effectiviteit van de plasmabron toe te nemen bij opschaling naar groter vermogen, waardoor er relatief minder neutralen verpompt hoeven te worden. Ten tweede zal de plasmabundel een deel van de skimmeropening blokkeren waardoor er minder neutralen bij het target komen. Door deze twee effecten denken we het voor ITER relevante regime van plasmawand-interactie met de huidige pompsets te kunnen bereiken. Overigens is het Magnum-PSI-experiment zo geconstrueerd dat de mogelijkheid bestaat om het geïnstalleerde pompvermogen te verdubbelen.

Conclusie

Het differentieel gepompte vacuümsysteem van Magnum-PSI is gerealiseerd en in gebruik genomen. De gemeten pompsnelhe-

den komen goed overeen met de theoretisch bepaalde curven. Verder zijn de effectieve pompsnelheden aan de kamers berekend. Magnum-PSI is ondertussen gestart met een gepulst magneetveld opgewekt door oliegekoelde koperspoelen. Als de diameter van de plasmabundel langzaam wordt opgeschaald, zullen de exacte prestaties van het differentieel gepompte vacuümsysteem duidelijk worden. Het wetenschappelijk programma is begin 2012 van start gegaan en de eerste resultaten zijn onlangs gepubliceerd [7].

Dankwoord

Dit werk is mogelijk gemaakt door de geweldige prestaties van het Magnum-PSI-opbouwteam. De metingen zijn met name mogelijk gemaakt door de technische expertise van John Scholten en Andries Lof.

Referenties

1. <http://www.fusie-energie.nl>
2. H. Maecker, Z. Naturforsch. 11a 457 (1956).
3. M. de Graaf, Z. Qing, H. Tolido and D. Schram, J. High Temp. Chem. Processes 11 (1992).
4. H.J.N. van Eck, W.R. Koppers, G.J. van Rooij, W.J. Goedheer, R. Engeln, D.C. Schram, N.J. Lopes Cardozo and A.W. Kleyn, J. Appl. Phys. 105 063307 (2009).
5. G.A. Bird, Molecular Gas Dynamics and the Direct Simulation of Gas Flows, Oxford: Clarendon (1994).
6. <http://www.vactran.com/>
7. H.J.N. van Eck, A.W. Kleyn, A. Lof, H.J. van der Meiden, G.J. van Rooij, J. Scholten and P.A. Zeijlmans van Emmichoven, Appl. Phys. Lett. 101 224107 (2012).

De invloed van ionen tijdens plasma-geassisteerde atoomlaagdepositie

Harald Profijt, Richard van de Sanden en Erwin Kessels*

Faculteit Technische Natuurkunde, Technische Universiteit Eindhoven, Postbus 513, 5600 MB Eindhoven

* w.m.kessels@tue.nl

Plasma-geassisteerde atoomlaagdepositie (engels: *atomic layer deposition, ALD*) is een methode om ultradunne lagen uiterst gecontroleerd op een substraat te deponeren. Dit gebeurt door twee doseringsstappen met zelflimiterende oppervlakereacties om en om uit te voeren [1], zoals is geïllustreerd in figuur 1.

Bij plasma-geassisteerde ALD (engels: *plasma-assisted ALD*, of *plasma-enhanced ALD*) wordt het oppervlak tijdens de tweede doseringsstap blootgesteld aan een plasma in plaats van aan reactantmoleculen. Dankzij de reactiviteit van de plasmadeeltjes, kan meer vrijheid in de materiaal- en proces-eigenschappen bereikt worden [2 - 4]. Zo is het bijvoorbeeld mogelijk om materialen te deponeren bij lagere temperaturen (zelfs op kamertemperatuur) en kunnen materiaal-eigenschappen gevarieerd worden door het gas, de druk of het vermogen van het plasma te veranderen.

Een plasma is een geïoniseerd gas, wat betekent dat het naast neutrale gasdeeltjes ook elektronen en ionen bevat. Plasma's voor het deponeren van materialen worden vaak gegenereerd door elektronen te versnellen in elektrische velden. Wanneer de energetische elektronen vervolgens botsen met gasmoleculen ontstaan fragmenten waaronder radicalen, ionen, geëxciteerde gasdeeltjes en nieuwe elek-

tronen. De radicalen uit het plasma zijn zeer reactief en kunnen reageren met de oppervlaktegroepen tijdens de tweede doseringsstap van het plasma-geassisteerde ALD-proces. Over de invloed van de aanwezige ionen tijdens het depositieproces is echter nog niet veel bekend. Om te bepalen welke rol de ionen spelen tijdens plasma-geassisteerde ALD, is een serie experimenten uitgevoerd die in dit artikel besproken wordt [4]. De experimenten zijn uitgevoerd op zuurstofplasma's, omdat deze het vaakst gebruikt worden tijdens plasma-geassisteerde ALD-processen.

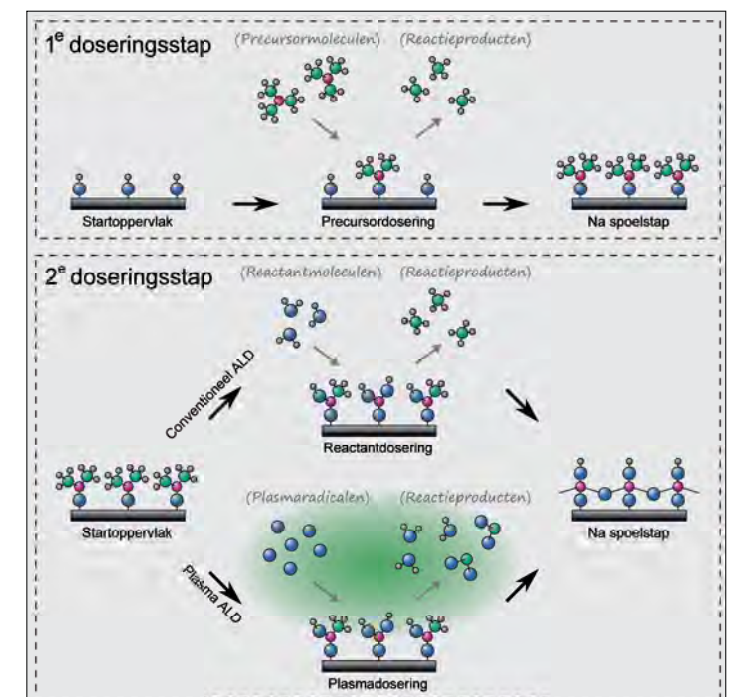
Experimentele details

De experimenten zijn uitgevoerd in een zelfgebouwde reactor [5], schematisch weergegeven in figuur 2. De opstelling is uitgerust met een draaischuifpomp (capaciteit 9,7 m³/uur) en een magnetisch gelagerde turbomoleculaire pomp (capaciteit 410 l/s) om tot een achtergronddruk te komen van 10⁻⁴ Pa.

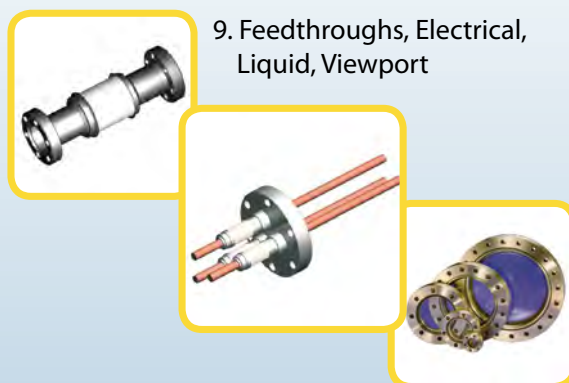
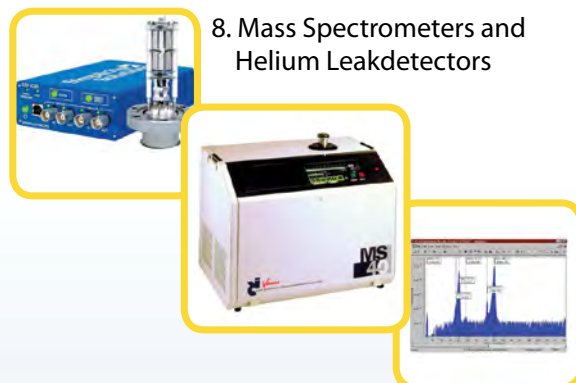
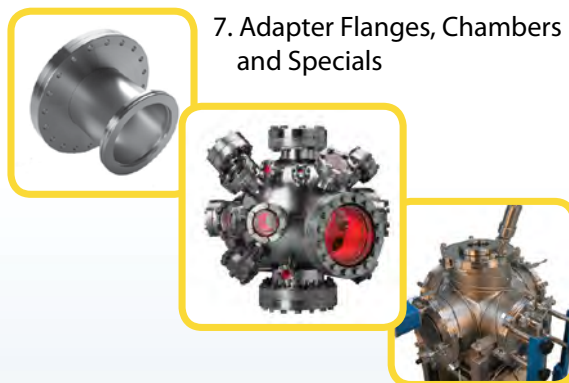
De reactor is uitgerust met een inductief gekoppelde plasmabron (ICP) die bestaat uit een kwartsbuis met een diameter van 60 mm, waar een spoel met acht wikkelingen omheen gewonden is. De kwartsbuis biedt tevens doorvoer voor een aantal gassen, te weten waterstof, stikstof, ammoniak, argon en zuurstof, waarmee plasma's opgewekt kunnen worden. Het vermogen dat nodig is om een plasma te genereren wordt geleverd door een vermogensbron (13,56 MHz, 50 Ω) die via een impedantie-aanpassingsnetwerk is aangesloten op de spoel. Tijdens de plasmastap is de gasdruk typisch 1,0 Pa bij een vermogen van 200 W. De substraattafel heeft een diameter van 10 cm en bevindt zich circa 30 cm onder de kwartsbuis in de reactor. Tijdens het proces kan een substraat verwarmd worden tot maximaal 400 °C. De reactor biedt verder ruimte voor vier (individueel verwarmde) precursorpotten, die met leidingen en kleppen zijn verbonden met de reactor. Ook elke precursorlijn is individueel verwarmd en bevat een speciaal door Swagelok ontworpen elektronisch-aangestuurde ALD-klep die doseringstijden van slechts enkele tientallen milliseconden mogelijk maakt. Een dergelijk korte doseringstijd is vooral interessant voor precursoren met een bovengemiddeld hoge dampdruk, waarbij een

Figuur 1. Illustratie van het conventionele en het plasma-geassisteerde ALD-proces.

In de eerste doseringsstap worden precursormoleculen gedoseerd die reageren met de chemische groepen op het startoppervlak. Hierbij ontstaat een laagje met nieuwe oppervlaktegroepen die niet reactief zijn met de precursormoleculen. Zodra alle oorspronkelijke oppervlaktegroepen gereageerd hebben stoppen de reacties (oftewel: de dosering is zelflimiterend) waarna de teveel gedoseerde precursormoleculen en reactieproducten weggespoeld kunnen worden met een niet-reactief gas (bijvoorbeeld argon). Voor de tweede doseringsstap is er keuze uit het conventionele ALD-proces, waarbij reactantmoleculen worden gebruikt, of het plasma-geassisteerde ALD-proces, waarbij het oppervlak bloot wordt gesteld aan plasmadeeltjes. Na deze, wederom zelflimiterende, doseringsstap is een laag van het gewenste materiaal gedeponeerd met identieke oppervlaktegroepen waarmee de ALD-cyclus begon. Na een spoelstap kan de volgende ALD-cyclus dus uitgevoerd worden om uiteindelijk de gewenste materiaaldikte te verkrijgen. Dankzij de zelflimiterende eigenschappen van de oppervlakereacties wordt de dikte van de laag bepaald door het aantal ALD-cycli in plaats van de duur van de doseringsstappen, zoals het geval is bij chemisch opdampen (engels: *chemical vapor deposition, CVD*). Dit biedt unieke mogelijkheden, zoals controle van de laagdikte met sub-nanometerprecisie (de diktoename per ALD-cyclus is 0,05 - 0,1 nm). Het is verder mogelijk om dunne lagen uniform op grote oppervlakken te deponeren en om lagen met een perfecte stapbedekking op nanostructuren te deponeren.



Vacuum Products

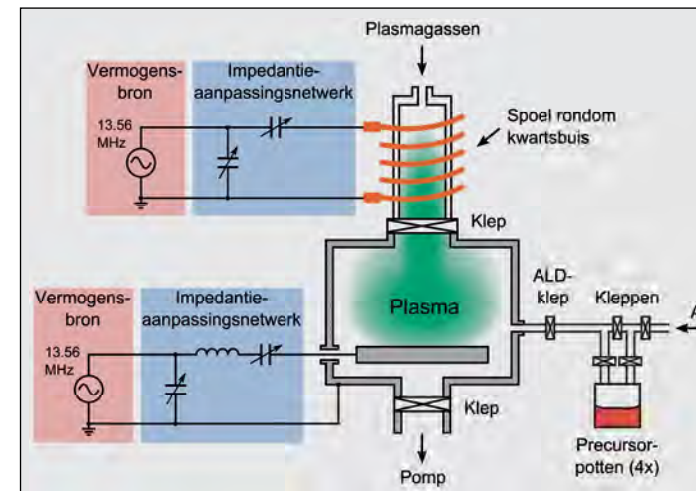


DeMaCo Holland bv
Oester 2
Postbus 4
NL 1723 ZG Noord-Scharwoude
www.DeMaCo.nl
vacuum@DeMaCo.nl
Tel.: +31(0)226 33 21 00
Fax: +31(0)226 33 21 11



ISO 9001 - ISO 3834-2 - PED H/H1 - VCA**

Oct.2011



Figuur 2. Schema van de zelfgebouwde reactor voor plasma-geassisteerde ALD.

zeer korte dosering volstaat. De reactor wordt aangestuurd met zelfgeschreven Labview-software.

Ionen tijdens plasma-geassisteerde ALD

Aangezien de elektronen in het plasma een veel hogere snelheid hebben dan de relatief zware ionen, zullen er vlak na het starten van het plasma veel elektronen verloren gaan aan de reactorwand [6]. Als gevolg hiervan ontstaat er een ruimteladinglaag tussen het plasma en de wand (de *plasma-sheath*) en krijgt het plasma een positieve potentiaal van doorgaans enkele tientallen volt ten opzichte van de wand. In de *plasma-sheath* worden ionen versneld naar de wand en het substraat. De kinetische energie waarmee de ionen naar het substraat versneld worden is gelijk aan $e \cdot V_{sheath} = e \cdot (V_{plasma} - V_{substraat})$, waarbij V_{sheath} de spanning over de *plasma-sheath* is, V_{plasma} de *plasma* potentiaal, en $V_{substraat}$ de substraatpotentiaal. Het aantal ionen dat richting de reactorwand wordt versneld (de ionenflux), wordt vooral bepaald door de ionendichtheid en de snelheid waarmee ze het plasma verlaten. De energie en flux van de ionen tijdens het depositieproces kunnen worden gemeten met behulp van een ionenanalysator (engels: *retarding field energy analyzer*, RFEA) [7]. Dit instrument, schematisch afgebeeld in figuur 3, wordt geplaatst op de substraattafel en wordt blootgesteld aan het plasma.

Met de ionenanalysator kan de ionenflux worden bepaald aan de hand van de gemeten ionenstroom. Vlak boven de meetelektrode is een rooster geplaatst waar de ionen doorheen kunnen bewegen. Wanneer vervolgens een afremspanning V_{afrem} aangebracht wordt op het rooster, dan zullen de ionen met een energie $\geq e \cdot V_{afrem}$ afgeremd worden en ionen met een energie $< e \cdot V_{afrem}$ geblokkeerd worden. Door de afremspanning over een bepaald bereik te

variëren (bijvoorbeeld 0 tot 100 V) en telkens de bijbehorende ionenstroom te meten, wordt een spanning-stroomcurve verkregen waaruit de energieverdeling van de ionen wordt afgeleid door de stroom te differentiëren naar de spanning. De ionenflux (uitgedrukt in het aantal ionen per vierkante centimeter per seconde) kan worden berekend uit de ionenstroom gemeten voor een afremvoltage van 0 V. De figuren 4a en 4b laten energieverdelingen van ionen zien, gemeten in een zuurstofplasma voor verschillende gasdrukken en plasmavermogens [8]. Tijdens de meting is de substraathouder elektrisch verbonden met de aarde, zodat de ionenenergie gelijk is aan $e \cdot V_{sheath} = e \cdot V_{plasma}$.

De energieverdelingen illustreren dat de zuurstofionen in het plasma, voornamelijk O_2^+ ionen [9], energieën van enkele tientallen eV hebben. Onder standaardcondities (200 W; 1,0 Pa) is de ionenenergie 39 ± 1 eV en de ionenflux $(1,7 \pm 0,1) \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Wanneer we het aantal atomen dat gedeponeerd wordt per ALD-cyclus vergelijken met de energie en flux van de ionen, dan wordt duidelijk dat deze ionen een behoorlijke energie naar het materiaaloppervlak brengen. Het plasma-geassisteerde ALD-proces van Al_2O_3 met trimethylaluminium (TMA) als precursor, bijvoorbeeld, heeft een diktetoename van $1,1 \times 10^{15}$ atomen $\text{cm}^{-2} \text{ cyclus}^{-1}$, wanneer een plasmadosering van 2 s wordt gebruikt. Deze plasmadosering staat gelijk aan $3,4 \times 10^{14}$ ionen cm^{-2} en zo krijgt elk atoom dat gedeponeerd wordt gemiddeld 12 eV aan kinetische energie mee van de ionen. Uit de literatuur is het bekend dat deze hoeveelheid energie ruim voldoende is om chemische bindingen te breken in de gedeponeerde lagen of in de precursor-moleculen en zo kan het depositieproces dus beïnvloed worden [10]. Gezien de uitstekende materiaaleigenschappen die we behaald

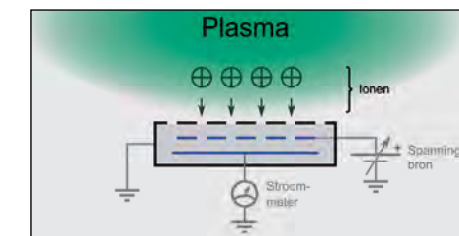
hebben in het verleden, weten we echter dat de ionen het materiaal niet beschadigen [11].

De energieverdelingen laten verder zien dat de ionenenergie en de ionenflux afnemen wanneer de druk in de reactor verhoogd wordt, terwijl beide parameters toenemen wanneer het plasmavermogen verhoogd wordt. Zo zijn de energie en flux gedaald tot 33 ± 1 eV en $(1,1 \pm 0,1) \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ voor een gasdruk van 3,0 Pa (bij 200 W vermogen) en gestegen tot 51 ± 1 eV en $(2,4 \pm 0,1) \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ voor 500 W (bij 1,0 Pa gasdruk). Aan de hand van deze resultaten valt te concluderen dat de energie en flux van ionen ingesteld kunnen worden door de gasdruk en het vermogen te variëren.

De invloed van de ionenenergie op materiaaleigenschappen

Om nader vast te stellen of de ionen een positieve of negatieve invloed kunnen hebben op de eigenschappen van gedeponeerde lagen, is de reactor aangepast om substraat-biases mogelijk te maken [12]. Bij substraat-biases wordt een gelijkspanning, een wisselspanning of een complexer signaal op de substraathouder aangeboden, waardoor positieve ionen worden versneld naar het substraat met een kinetische energie gelijk aan $e \cdot V_{sheath} = e \cdot (V_{plasma} - V_{bias})$. Voor deze studie is een RF-vermogensbron (13,56 MHz) gebruikt die via een impedantie-aanpassingsnetwerk is aangesloten op de substraathouder (zie figuur 2). Door het vermogen van de vermogensbron te variëren van 0 tot 24 W kan een gemiddelde spanning van 0 tot -200 V verkregen worden op de substraathouder tijdens de plasmastap. Het principe achter biases met een RF-signaal is dat de flux van ionen en elektronen naar het substraat verhoogd wordt, waardoor er aan het substraattooppervlak een negatieve spanning ontstaat waarvoor de flux van ionen en elektronen gelijk is binnen een RF-periode. De energieverdelingen van de zuurstofionen in het plasma zijn weergegeven in figuur 5 voor verschillende gemiddelde RF-biasspanningen [13, 14].

De figuur laat zien dat de ionenenergie toeneemt met de biasspanning, maar ook dat de



Figuur 3. Schema van de ionenanalysator, die we gebruiken om de ionenenergie en de ionenflux te meten.



Vacuum Valves



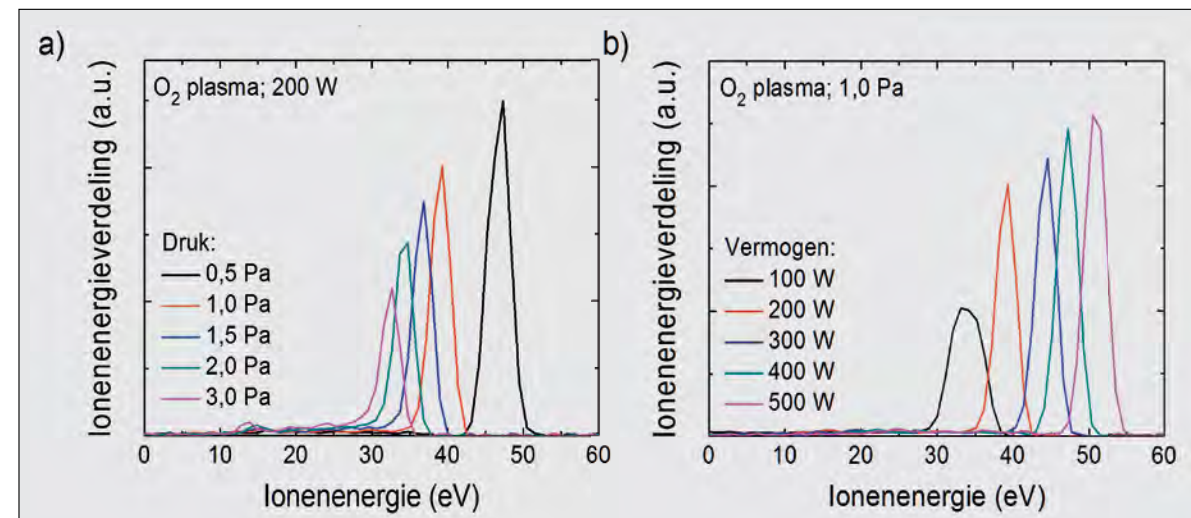
Leader in
Vacuum Valves

- Largest Selection
- Ultimate Quality
- Short Delivery Times

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



Figuur 4. Energieverdelingen van ionen in een zuurstofplasma gemeten voor a) verschillende gasdrukken en b) verschillende plasmavermogens.

energieverdeling breder wordt. Voor -200 V is de ionenergie bijvoorbeeld toegenomen tot gemiddeld 246 ± 1 eV met een breedte van de verdeling van 52 ± 1 eV. De verbreding van de energieverdeling is een gevolg van het sinusvormige biassignaal, dat ervoor zorgt dat de spanning over de *plasma-sheath* fluctueert in de tijd. Ionen die de *sheath* passeren wanneer deze spanning relatief laag is, krijgen hierdoor een lagere kinetische energie dan ionen die de *sheath* passeren wanneer het voltage hoger is [12]. Er ontstaat als gevolg hiervan een energieverdeling met bijdragen van ionen met hogere en lagere energieën.

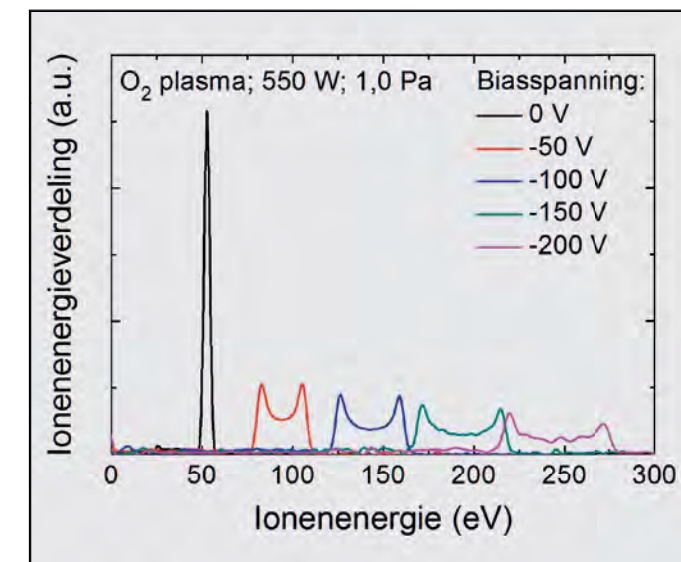
Hoewel substraatbiasen al jaren gebruikt wordt om ionenergieën te beïnvloeden tijdens processen zoals plasma-geassisteerde opdamming (engels: *plasma-enhanced chemical vapor deposition*, PE-CVD) en reactief plasma-etsen (engels: *reactive ion etching*, RIE), is de toepassing ervan nieuw voor plasma-geassisteerde ALD. De invloed van ionen met zulke hoge energieën op de eigenschappen van dunne lagen is daarom onderzocht voor drie verschillende metaaloxiden gedeponerd op n-type Si met een (100) oriëntatie en een weerstand van $10\text{-}20 \Omega \text{ cm}$. Deze materialen zijn Al_2O_3 gedeponerd met trimethylaluminium [AlMe_3 , met $\text{Me} = \text{CH}_3$] als precursor, Co_3O_4 met cobaltoceen [CoCp_2 , met $\text{Cp} = (\text{C}_5\text{H}_5)$] als precursor en TiO_2 met Star-Ti [$\text{Ti}(\text{CpMe}_5)(\text{OMe})_3$] als precursor. Alle processen maken gebruik van een zuurstofplasma tijdens de tweede doseringsstap. Na depositie is de dikte van de lagen bepaald met spectroscopische ellipsometrie (engels: *spectroscopic ellipsometry*, SE) [15], waaruit vervolgens de diktetoename per cyclus is berekend. De mechanische restspanning van de Al_2O_3 lagen op de Si substraten is bepaald door de substraatkromming voor en na depositie van de Al_2O_3 lagen te meten. Vervolgens is de restspanning bepaald aan de hand van Stoney's vergelijking [16].

De dichtheid van de Co_3O_4 lagen is bepaald met röntgenreflectie (engels: *x-ray reflectivity*, XRR) -metingen, terwijl de kristallisatie van de TiO_2 lagen bepaald is met röntgendiffractie (engels: *x-ray diffraction*, XRD) -metingen. De samenstelling van alle lagen is bestudeerd met röntgenfoto-emissiespectroscopie (engels: *x-ray photo emission spectroscopy*, XPS). Figuur 6 illustreert de restspanning van de Al_2O_3 lagen gegeven als functie van de gemiddelde RF-biasspanning [14].

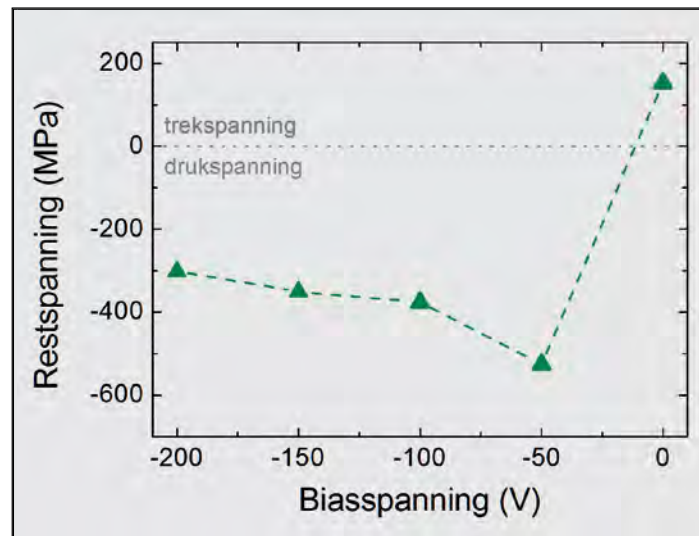
De restspanning is positief voor Al_2O_3 films gedeponerd bij een biasvoltage van 0 V. Dit duidt op een trekspanning (engels: *tensile stress*) in het materiaal als gevolg van een verschil in warmteuitzettingscoëfficiënt tussen het Si substraat en de Al_2O_3 laag [17]. Een verhoging van de biasspanning verandert echter de polariteit van de restspanning, wat duidt op een drukspanning (engels: *compressive stress*) in het materiaal. Deze verandering komt overeen met eerder gerapporteerde bevindingen en kan worden toegeschreven aan de impact van energetische ionen op het materiaal [18]. De

drukspanning daalt wanneer de biasspanning verder verhoogd wordt als gevolg van een daling in de massadichtheid van de Al_2O_3 lagen; met XRR is $2,9 \text{ g cm}^{-3}$ gevonden voor 0 V, terwijl films gedeponerd bij -200 V een dichtheid hebben van $2,6 \text{ g cm}^{-3}$. De resultaten van de XPS-metingen laten zien dat dit effect veroorzaakt wordt door hydroxylgroepen ($-\text{OH}$) die zich in toenemende mate in de Al_2O_3 laag bevinden. Deze hydroxylgroepen zijn vermoedelijk gevormd tijdens de plasmadosering, waarbij zuurstofradicalen een reactie aan zijn gegaan met waterstof uit de precursor. In figuur 7 zijn de diktetoename en de massadichtheid van Co_3O_4 geïllustreerd als functie van de gemiddelde biasspanning.

Wanneer de biasspanning verhoogd wordt van 0 tot -175 V neemt de diktetoename af, terwijl de massadichtheid stijgt [14]. Volgens de XPS-metingen blijven de lagen vrij van overige elementen uit de precursor, waaruit te concluderen valt dat de ionen het materiaal verdichten. Dit is een interessant effect aangezien materialen met een hogere massadicht-



Figuur 5. Energieverdelingen van zuurstofionen voor verschillende gemiddelde RF-biasspanningen op het substraat.



Figuur 6. Restspanning in Al₂O₃ lagen gedeponeerd op Si voor gemiddelde RF-biasspanningen van 0 tot -200 V. De lagen hebben een dikte van 25 nm en zijn gedeponeerd bij 200 °C.

heid vaak verbeterde eigenschappen hebben. Voor een biasspanning van -200 V is een massadichtheid gevonden die flink lager is dan voor -175 V. We vermoeden dat het materiaal bij deze biasspanning beschadigd wordt door het bombardement van ionen, bijvoorbeeld door sputteren.

TiO₂ is het derde materiaal waarvoor de invloed van energetische ionen is onderzocht. Hoewel er bij hogere biasspanning wederom hydroxylgroepen gedetecteerd zijn met XPS, is het vooral interessant om de kristalfase van de lagen nader te bekijken. TiO₂ komt voor in verschillende kristalfasen, waarvan anataas en

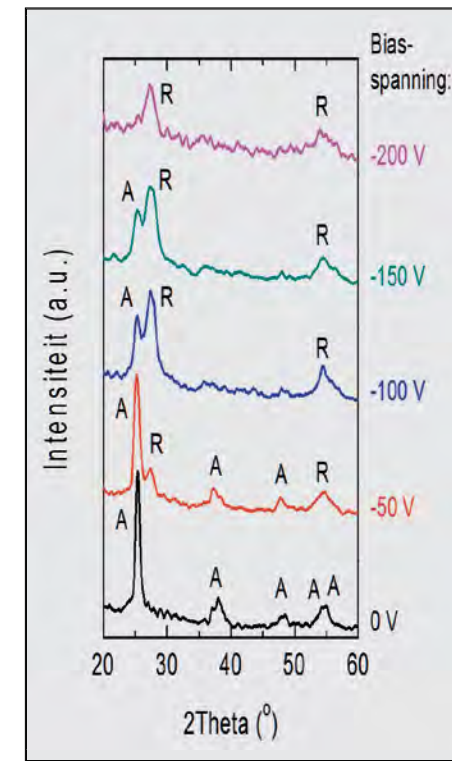
rutiel de meest gerapporteerde vormen zijn. Uit de literatuur is bekend dat de keuze voor de precursor en de depositietemperatuur een invloed kunnen hebben op de kristalfase van de lagen. Een eventuele nabehandeling van het materiaal bij hoge temperatuur kan ervoor zorgen dat het materiaal in een gewenste fase kristalliseert. De fase van de TiO₂ lagen bepaalt onder andere de elektrische, optische en katalytische eigenschappen. In figuur 8 zijn de röntgendiffractiespectra gegeven voor verschillende waarden van de gemiddelde biasspanning.

De pieken in het spectrum laten zien dat de lagen die gedeponeerd zijn bij een spanning van 0 V anataas zijn [13, 14]. Voor een biasspanning van -200 V, laat het spectrum echter alleen pieken zien die bij de rutiefase horen. Dunne lagen gedeponeerd bij -50 tot -150 V bevatten zowel kristallen met de anataas- als de rutiefase. Het is dus mogelijk om de kristalfase van de films op een gecontroleerde manier te beïnvloeden en dit kan zeer wenselijk zijn voor bepaalde toepassingen.

Conclusie

In dit artikel is de rol van ionen tijdens

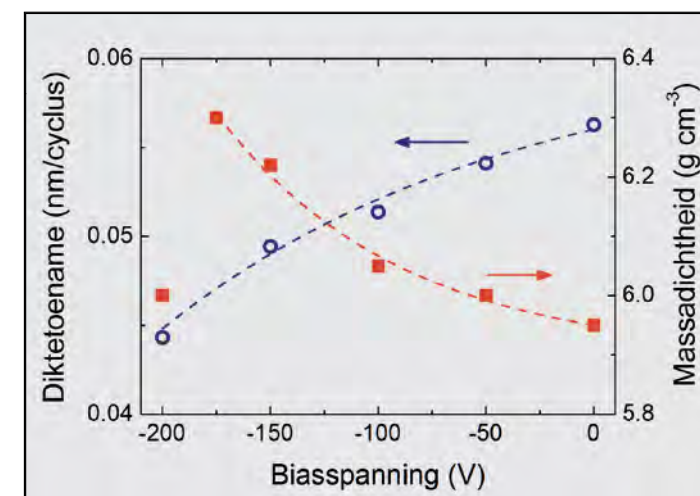
plasma-geassisteerde ALD besproken voor een reactor met een inductief gekoppelde plasmabron (ICP). Uit metingen met een ionenanalysator is gebleken dat de ionen in een zuurstofplasma een energie hebben van enkele tientallen elektronvolt bij een flux van $\sim 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Hiermee brengen de ionen voldoende energie naar het materiaaloppervlak om een bijdrage te kunnen leveren aan het depositieproces, terwijl de energie te laag is om schade te veroorzaken. De ionenenergie en -flux kunnen worden beïnvloed door het plasmavermogen en de gasdruk in de reactor te variëren. Door middel van het aanleggen van een RF-biasspanning op de substraathouder is de ionenenergie verhoogd tot gemiddeld $246 \pm 1 \text{ eV}$. Het effect van deze energetische ionen op de materiaaleigenschappen van Al₂O₃, Co₃O₄ en TiO₂ films is vervolgens onderzocht. Voor Al₂O₃ lagen is gedemonstreerd dat de mechanische restspanning verandert van een trekspanning naar een drukspanning wanneer de ionenenergie verhoogd wordt. Bij -200 V is de drukspanning lager gebleken dan bij -50 V, wat toegeschreven kan worden aan de afgenomen massadichtheid als gevolg van de aanwezigheid van hydroxylgroepen in de lagen. Voor Co₃O₄ is gedemonstreerd dat de groeisnelheid afneemt bij een hogere biasspanning. Dit is het gevolg van een hogere massadichtheid van het materiaal, terwijl de samenstelling van de lagen gelijk blijft. Voor TiO₂ is ten slotte gedemonstreerd dat de kristalfase kan worden gevarieerd van anataas naar rutiel door de ionenenergie in te stellen met RF-substraatbiasen. Afhankelijk van de uiteindelijke toepassing van de lagen in het elektrische, optische, mechanische of katalytische domein, kan controle over de ionen-energie tijdens plasma-geassisteerde ALD nuttig zijn om materiaaleigenschappen naar wens in te stellen.



Figuur 8. Röntgendiffractiespectra voor TiO₂ lagen, gegeven voor gemiddelde RF-biasspanningen van 0 tot -200 V. De lagen hebben een dikte van 30 nm en zijn gedeponeerd bij 300 °C. De pieken behorende bij anataas en rutiel TiO₂ zijn gemarkeerd met 'A' en 'R'.

Dankwoord

De resultaten zijn mede tot stand gekomen dankzij Wytze Keuning, dr. Tatiana Fernández Landaluce, Cristian van Helvoirt, Ries van de Sande, Joris Meulendijks, Janneke Zeebregts, Herman de Jong en dr. Wim Arnold Bik. Dit werk is onderdeel van project TFN10018, uitgevoerd binnen het Thin Film Nanomanufacturing (TFN) Programma van Technologiestichting STW.



Figuur 7. Diktetoename en massadichtheid van Co₃O₄ lagen, gegeven voor gemiddelde RF-biasspanningen van 0 tot -200 V. De lagen hebben een dikte van 25 nm en zijn gedeponeerd bij 300 °C.

Literatuur

1. S.M. George, *Chem. Rev.* 110, 111 (2010).
2. H.B. Profijt, S.E. Potts, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Vac. Sci. Technol. A* 29, 050801 (2011).
3. W.M.M. Kessels, S.E. Potts, H.B. Profijt, and M.C.M. van de Sanden, in *Atomic Layer Deposition of Nanostructures Materials*, edited by M. Knez and N. Pinna (Wiley VCH, New York, 2011).
4. H.B. Profijt, "Plasma-Surface Interaction in Plasma-Assisted Atomic Layer Deposition", PhD thesis, Eindhoven University of Technology, Eindhoven (2012), <http://repository.tue.nl/738955>.
5. S.B.S. Heil, P. Kudlacek, E. Langereis, R. Engeln, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *Appl. Phys. Lett.* 89, 131505 (2006).
6. M.A. Lieberman and A.J. Lichtenberg, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*, 2nd ed. (John Wiley & Sons, New York, 2005).
7. D. Gahan, B. Dolinaj, and M.B. Hopkins, *Rev. Sci. Instrum.* 79, 033502 (2008).
8. H.B. Profijt, P. Kudlacek, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Electrochem. Soc.* 158, G88 (2011).
9. J.T. Gudmundsson, I.G. Kouznetsov, K.K. Patel, and M.A. Lieberman, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 34, 1100 (2001).
10. T. Takagi, *J. Vac. Sci. Technol. A* 2, 382 (1984).
11. S.E. Potts, W. Keuning, E. Langereis, G. Dingemans, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Electrochem. Soc.* 157, P66 (2010).
12. E.A. Edelberg, A. Perry, N. Benjamin, and E.S. Aydil, *J. Vac. Sci. Technol. A* 17, 506 (1999).
13. H.B. Profijt, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *Electrochem. Solid-State Lett.* 15, G1 (2012).
14. H.B. Profijt, M.C.M. van de Sanden, and W.M.M. Kessels, *J. Vac. Sci. Technol. A* 31, 01A106 (2013).
15. 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).
16. L.B. Freund and S. Suresh, *Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution* (Cambridge University Press, Cambridge, U.K., 2004).
17. J.A. Thornton and D. W. Hoffman, *Thin Solid Films* 171, 5 (1989).
18. C.A. Davis, *Thin Solid Films* 226, 30 (1993).



MDC vacuum products are now available from Evatec Process Systems BV

Contact us for **MDC** products including:

- Valves: Gate, Angle, In-Line and Leak
- Flanges and Fittings
- Roughing Components
- Pressure Measurement
- Glass and Ceramic Components

- Feedthroughs: Electrical and Optical
- Motion and Manipulation
- Thin Film and Sputter Deposition
- Chambers
- Custom Fabrications





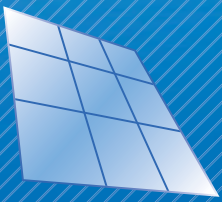







Evatec Process Systems B.V.
Hoefzijde 4-01
3961 MX Wijk bij Duurstede

Systems and Processes for Evaporation, Sputter, PECVD, ICP Tel. +31 343 595 470 info@evatec.nl www.evatec.nl



DELFT NANOTECHNOLOGY

New Technology for New Science



Low Temperature STM/AFM Systems

Benefits

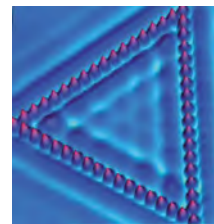
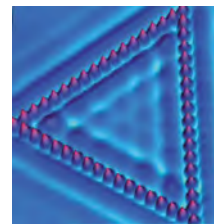
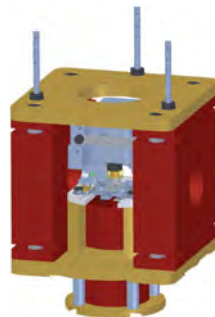
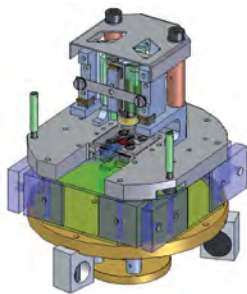
- AFM and STM
- Proven Concept
- Most stable microscope
- Flexibility in sample handling

Options

- Q-Plus sensor
- 1D or 2D
Magnetic Fields
- Pan-style slider or
Besocke scanner

Applications

- Atom manipulation
- Molecule spectroscopy
- Atom & Orbital imaging
- Solid State k-vector analyses
- Spectroscopy of superconductors



Delft Nanotechnology • Delftechpark 26 • Delft • The Netherlands

Tel: +31 (0)15 2600 406 • info@delft-nanotechnology.com

www.delft-nanotechnology.com