

# NEVAC BLAD

jaargang 55 / nummer 3 – december 2017

## Realisation of a vacuum system for EUV beam line EBL2

De centrale rol van TNO  
in het ecosysteem van  
ultraschoon vacuüm

Atoomlaagdepositie van  
tinoxide voor zonnecellen



NEDERLANDSE  
VACUÛMVERENIGING

Geschiedenis: Gloeilampen

# KREIOS 150

NEXT GENERATION ELECTRON ANALYZER  
FOR SMALL SPOT ARPES AND MOMENTUM MICROSCOPY

## KEY FEATURES

- Full 180° angle ARPES
- $\mu$ ARPES (< 2  $\mu\text{m}$  field of view)
- Extractor zoom lens design
- Kinetic energy range 0-1500 eV
- Energy resolution < 15 meV
- Angle resolution < 0.1°



---

SPECS Surface Nano Analysis GmbH

T +49 30 46 78 24-0

E [info@specs.com](mailto:info@specs.com)

H [www.specs.com](http://www.specs.com)

SPECS™

## Colofon

### Redactie

Claud Biemans, eindredacteur  
Bas Dielissen  
Hans van Eck, hoofdredacteur  
Ad Ettema  
Rients de Groot  
Karine van der Werf

### 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  
penningmeester@nevac.nl

### Grafische vormgeving

Claud Biemans  
www.frontlinie.nl

### Verschijningsdijdstippen 2018

Maart  
Juli  
December

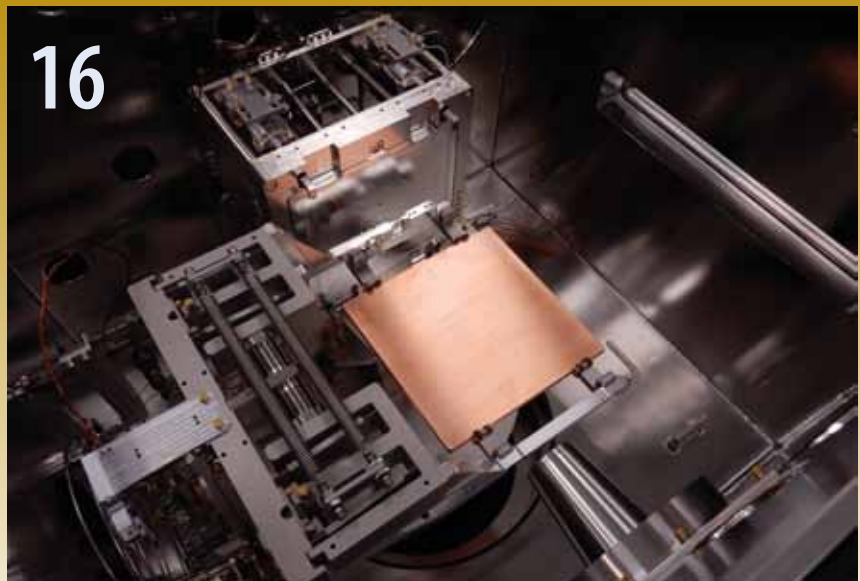
Kopij inzenden naar het redactiesecretariaat. Lidmaatschap opgeven bij de ledenadministratie. Abonnementen opgeven bij de abonnementenadministratie.

### 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



Copper plate sample in the vacuum handler robot in the exposure chamber of the EBL2 at TNO Delft.

- 5 **Van de redactie:** De link met de regio Eindhoven  
*Karine van der Werf*
- 6 **Atoomlaagdepositie van tinoxide:** een veelbelovende elektronentransportlaag in perovskiete zonnecellen *Roderick van Gils, Yinghuan Kuang, Valerio Zardetto, Mariadriana Creatore*
- 13 **Excursie Japan:** Nieuws van de Buitenland Excursiecommissie
- 14 **Interview:** De centrale rol van TNO in het ecosysteem van ultraschoon vacuüm *Claud Biemans*
- 17 **Book review:** *Vacuum Science and Technology*
- 18 **Realisation of a vacuum system for EUV beam line EBL2** *Freek Molkenboer, Norbert Koster, Alfred Abutan, Alex Deutz, Hans Diesveld, Christiaan Hollemans, Andre Hoogstrate, Peter Kerkhof, Pim Muilwijk, Wouter Mulckhuyse, Bjorn Nijland, Bastiaan Oostdijck, Michel van Putten, Edwin te Slighte, Peter van der Walle, Jeroen Westerhout*
- 25 **Nieuws:** Radiobuistechnologie herleeft bij ruimtevaart
- 26 **Geschiedenis:** Gloeilampen *Theo Mulder*
- 29 **Nieuw product:** SMC para-seal gate valve: Minder deeltjes en langere levensduur
- 30 **Student of promovendus?** Win 15 minutes of fame & 1000 euro!
- 31 **Agenda**

De sluitingsdatum van kopij voor het eerste nummer van het *NEVAC blad* 2018 is 1 februari 2018

# Finds every leak. Now with an even finer nose.



## PHOENIX

In R&D as well as production, quality requirements continue to increase. Ever greater demands are placed on intuitive operation and intelligent interfaces. What's more, applications are becoming increasingly specialized, so one device can no longer meet every need. This holds especially true for leak detection in vacuum applications.

Leybold fulfils all these demands with its new PHOENIX leak detectors, offering you more precision, speed and convenience than ever before.

See what new "noses" can do for you:  
[phoenix-series.com](http://phoenix-series.com)

**Leybold**

Leybold Nederland B.V.  
Floridadreef 102  
NL-3565 AM Utrecht  
T +31 (30) 242 63 30  
[sales.ut@leybold.com](mailto:sales.ut@leybold.com)  
[www.leybold.com](http://www.leybold.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. I. Swart, voorzitter  
Dr. S.J. van der Molen, vicevoorzitter  
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. A.D. van Langeveld  
Gageldonk 12, 4854 LH Bavel  
GSM: 06-29561797  
e-mail: advanlangeveld@gmail.com

### Penningmeester NEVAC

IBAN: NL50 INGB 0001 8515 29 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

## De link met de regio Eindhoven

In de natuurwetenschap en de techniek houden wij ons doorgaans bezig met het heden en de toekomst. Het verleden komt daarbij minder aan bod. Ofschoon, steeds als we gebruikmaken van eenheden als de Newton, Pascal, Torr, Watt, Volt, Ampere, Coulomb, Farad, Ohm, Siemens en wat dies meer zij, worden we bewust of onbewust geconfronteerd met de rijke geschiedenis van de wetenschap en de techniek.

In dit laatste *NEVAC blad* van de jaargang 2017 wordt een vierdelige artikelenreeks gelanceerd, van de hand van Theo Mulder, over een deel van de geschiedenis van de vacuümtechniek. Deze eerste aflevering gaat over de ontwikkeling van de gloeilamp en de vacuümtechniek die daarvoor nodig was. De volgende drie afleveringen beloven ook nog veel moois!

De gloeilamp is onlosmakelijk verbonden met de regio Eindhoven. En hoewel de gloeilamp inmiddels (bijna) geschiedenis is, wordt er in diezelfde regio Eindhoven hard gewerkt aan de zonnecellen van de toekomst. In het artikel van Roderick van Gils c.s. wordt uitgelegd hoe deze zogenaamde perovskiete zonnecellen werken en hoe toepassing van atoomlaagdepositie (ALD) het rendement ervan (nog verder) kan verbeteren.

Ook het artikel van Freek Molkenboer c.s. heeft een link met de regio Eindhoven en de toekomst. Om onze smartphones nog compacter en slimmer en wellicht zelfs de "bionische mens" mogelijk te maken (zie het nieuwste boek van Dan Brown) moeten microchips nóg compacter worden. Dit lukt alleen door gebruik te maken van extreem-UV lithografie, iets waar ASML (in de regio Eindhoven) al de nodige jaren aan werkt. Maar het gebruik van en het meten aan EUV brengt een hele nieuwe tak van sport en de bijbehorende infrastructuur, die tot ver buiten de regio Eindhoven reikt, met zich mee: die van het ultraschoon vacuüm. In het artikel van Freek Molkenboer c.s. en het interview door Claud Biemans wordt hier dieper op ingegaan.

De redactie is er, vooral dankzij de diverse ingezonden bijdragen, naar mijn idee weer in geslaagd u een zeer gevarieerd blad te bieden met voor elk wat wils. Ik wens u dan ook veel leesplezier toe!

Karine van der Werf



# Atoomlaagdepositie van tinoxide: een veelbelovende elektronentransportlaag in perovskiete zonnecellen

Perovskiete zonnecellen hebben de afgelopen drie jaar een enorme groei in efficiëntie doorgemaakt, waardoor onderzoekers gemotiveerd zijn om bij te dragen aan onderzoek hiernaar. Het onderzoek dat in dit artikel wordt besproken gaat in deze ontwikkeling mee door het bestuderen van een dunne laag tinoxide die moet dienen als elektronentransportlaag met betere prestaties dan het traditioneel toegepaste titaniumoxide. De laag tinoxide wordt gemaakt middels atoomlaagdepositie (ALD): een methode om ultradunne en uniforme lagen te groeien. Om te doorgronden hoe de efficiëntie verder verhoogd kan worden, zijn de gemaakte materialen structureel en optisch geanalyseerd, en de samenstelling en werking van perovskiete zonnecellen is onderzocht. In dit artikel worden de eerste resultaten van dit onderzoek getoond.

Roderick van Gils<sup>a</sup>, Yinghuan Kuang<sup>a</sup>, Valerio Zardetto<sup>b</sup>, Mariadriana Creatore<sup>a,b</sup>

*a* Capaciteitsgroep Plasma & Materials Processing, Faculteit Technische Natuurkunde, Technische Universiteit Eindhoven, Postbus 513, 5600MB Eindhoven

*b* Solliance – Holst Centre, High Tech Campus 21, 5656AE Eindhoven  
E-mail: m.creatore@tue.nl

De afgelopen decennia is de wereldwijde energieconsumptie alsmaar toegenomen, voornamelijk gefaciliteerd door energieopwekking uit de verbranding van fossiele brandstoffen. Aangezien deze bronnen niet onuitputtelijk zijn, is het implementeren van duurzame energieomzettingsprocessen onvermijdelijk. Zonnecellen worden hiervoor al een tijdlang ingezet en bieden nog veel perspectief. Kristallijn silicium (c-Si) is momenteel de meest gebruikte halfgeleider in zonnecellen vanwege enerzijds betaalbaarheid en opschaalbaarheid, en anderzijds fotovoltaïsche efficiëntie. Maar c-Si zonnecellen zijn bijvoorbeeld niet flexibel en minder efficiënt binnenshuis [1]. Vandaar dat de zoektocht naar efficiënte en goedkope halfgeleiders doorgaat.

Een interessante kandidaat is het kristallijne perovskiet methylammonium-lood-

trijodide (MAPbI<sub>3</sub>), vanwege de lage productiekosten en de recente, aanzienlijke toename van fotovoltaïsche efficiëntie. De hoogst behaalde efficiëntie van perovskiete zonnecellen steeg van 3,8 % in 2009 [2] naar 22,1 % in 2016 [3], door voortdurende implementatie van verbeteringen in de celopzet (voor informatie over de verschillende lagen in de celopzet en hun functies, zie het kader op pagina 7).

Er wordt onder andere onderzoek gedaan naar:

- Verschillende chemische samenstellingen van het perovskiet (materiaal met vlakgecentreerde kubische kristalstructuur). Door variatie in bestanddelen  $[\text{Cs}_x(\text{MA}_y\text{FA}_{1-y})_{1-x}\text{Pb}(\text{I}_z\text{Br}_{1-z})_3]$  | FA: formamidinium,  $\text{CH}_3(\text{NH}_2)_2^+$ ] kan het perovskiet beter tegen vocht, licht en temperatuur [7,8] en kan een hogere efficiëntie verkregen worden [7,9].

- Verschillende structuren van de lagen; traditioneel wordt perovskiet gedeponeerd in holtes van een mesoscopische structuur titaniumoxide (TiO<sub>x</sub>) [10]. Alhoewel cellen met vlakke, dunne lagen (zoals in dit onderzoek) nog niet even efficiënt zijn, zijn ze gemakkelijker te produceren [11].
- Het gebruik van anorganische in plaats van organische gaten- en elektronentransportlagen; perovskiet wordt daardoor beter beschermd tegen vochtige lucht [4,12].

## Tinoxide als elektronentransportlaag: motivatie

Binnen deze laatste onderzoekslijn wordt vaak voor de elektronentransportlaag titaniumoxide (TiO<sub>x</sub>) gebruikt, maar een nadeel van dit materiaal is dat de rand

# Opbouw en werking perovskiete zonnecel

De schematische opzet van een zonnecel opgebouwd uit dunne lagen is weergegeven in figuur 1a. Het licht betreedt de cel van onderen, waarna het door glas en twee sterk transparante lagen de lichtabsorberende halfgeleider (perovskiet) bereikt. Fotonen exciteren aldaar elektronen van de valentie- naar de geleidingsband, waardoor elektron-gatparen worden gegenereerd, zie figuur 1a-b.

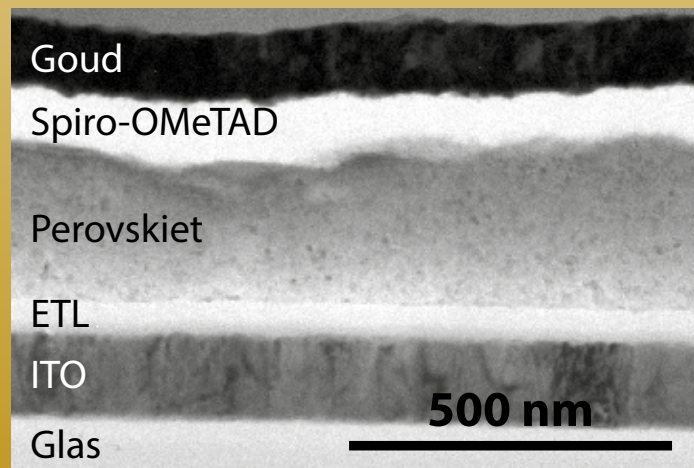
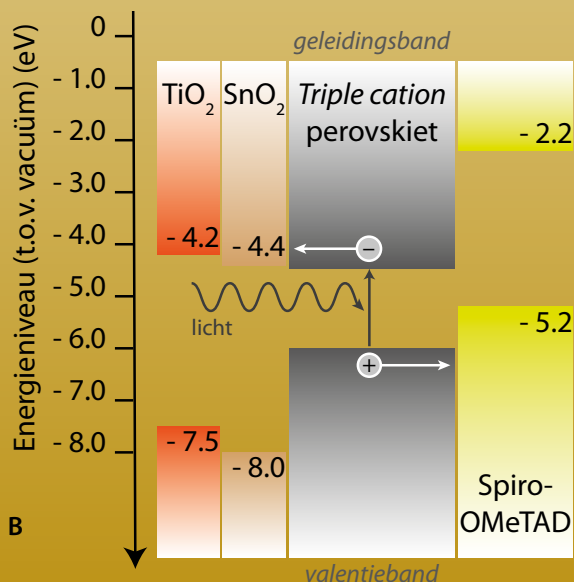
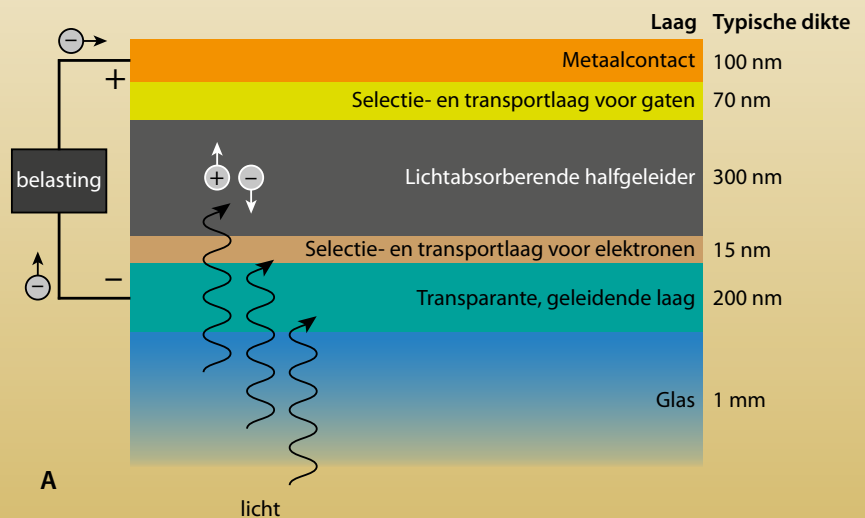
Figuur 1c laat een voorbeeld zien van een dwarsdoorsnede van een volledige cel. De laag (Spiro-OMeTAD) boven

de lichtabsorberende halfgeleider laat slechts gaten door en geleidt deze naar het metaalcontact (goud). Daarentegen laat de laag eronder (titaanoxide of tinoxide) alleen elektronen door en geleidt deze naar een transparante, geleidende laag (tingedoteerde indiumoxide, ITO). Tussen het metaalcontact en de transparante, geleidende laag wordt zo door gescheiden ladingdragers een spanning gevormd, en door een extern circuit kan een elektronenstroom lopen. Deze elektronen recombineren uiteindelijk met de gaten in het goud.

**Figuur 1a** Schematische weergave van de lagen en hun typische dikte in een vlakke perovskiete zonnecel.

**Figuur 1b** Schematische weergave van de energieniveaus van de zonnecellagen.  $\text{TiO}_x$  en  $\text{SnO}_x$  staan ter vergelijking naast elkaar, maar in een zonnecel komt telkens slechts één van de twee voor. Waarden ontleend aan [4,5].

**Figuur 1c** Afbeelding van een dwarsdoorsnede van een perovskiete zonnecel met dezelfde opzet als in figuur 1a. In deze specifieke cel zijn  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbI}_{3-x}\text{Cl}_x$  als perovskiet en titaniumoxide als elektronentransportlaag (ETL) geïmplementeerd. Verkregen via een transmissie-elektronenmicroscop (TEM), aangepast van [6].

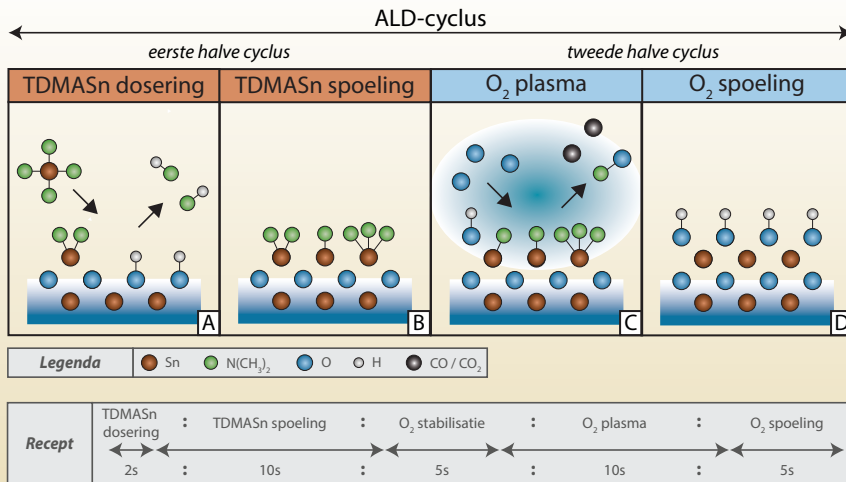


van de geleidingsband niet goed aansluit op die van het perovskiet; zie figuur 1b. Het energieniveau van  $\text{TiO}_x$  ligt namelijk wat hoger, wat het voor elektronen bemoeilijkt om de elektronentransportlaag te betreden. Een laag van tinoxide

( $\text{SnO}_x$ )<sup>1</sup> zou hiervoor geschikter zijn, omdat de geleidingsbanden beter aansluiten, wat zou leiden tot een hogere efficiëntie [5]. Wel heeft de verhouding van tin, zuurstof en waterstof (en eventuele onzuiverheden) in de laag invloed op

deze energiebandenstructuur. Daarom wordt in dit onderzoek getest óf en hoe een elektronentransportlaag van  $\text{SnO}_x$  tot een hogere efficiëntie leidt in perovskiete zonnecellen. Verschillende eigenschappen van de lagen  $\text{SnO}_x$  worden be-

# Atoomlaagdepositie van tinoxide



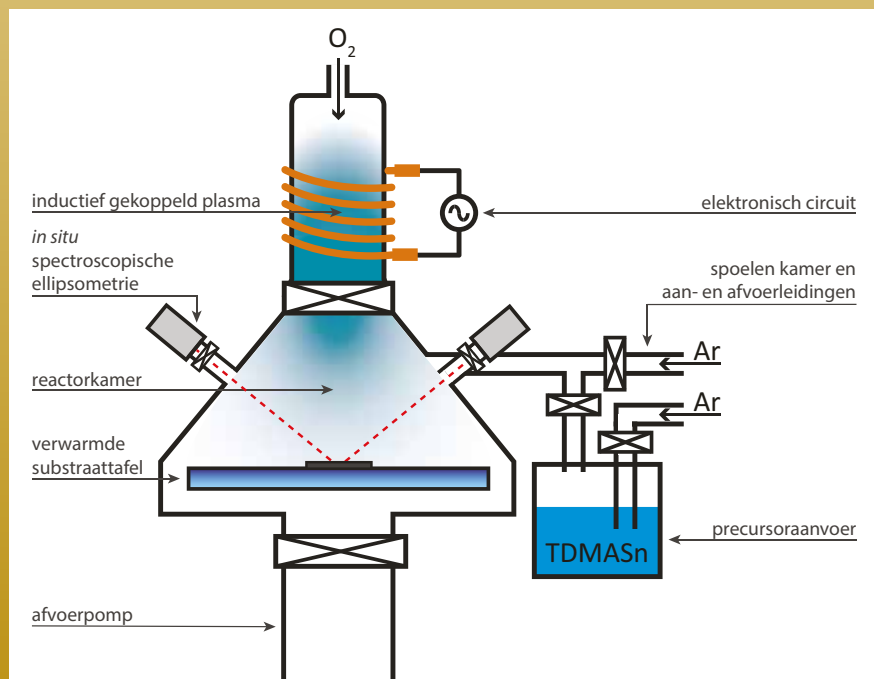
**Figuur 2** Schematische weergave van het SnO<sub>x</sub> plasma-geassisteerde ALD-proces in twee halve cycli, met Sn(N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)<sub>4</sub> als precursor en een O<sub>2</sub> plasma als reactant. Daaronder schematisch weergegeven hoe een ALD-recept wordt opgesteld. Aangepast uit [15].

Atoomlaagdepositie biedt (idealiter) de mogelijkheid om een ultradunne en uniforme film atoomlaag voor atoomlaag op een substraat te groeien. In figuur 2 is dit schematisch weergegeven in twee halve cycli.

In de eerste halve cyclus wordt een precursor, in dit geval tetrakis(dimethylamino)tin(IV) (TDMASn, Sn(N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)<sub>4</sub>), geïntroduceerd in de kamer (A) door er argon doorheen te 'bubbelen'. TDMASn is namelijk een vloeistof die ondanks het verwarmen tot 45 °C niet gemakkelijk damp. Deze precursor chemisorbeert aan het substraatooppervlak op de plekken waar OH-groepen zich bevinden (bij een druk van ongeveer 32 Pa), waarbij liganden (N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) gedeeltelijk vrijkomen. Nieuwe precursormoleculen reageren niet met de zojuist gevormde oppervlaktegroepen, waardoor de groei zichzelf limiteert tot één laag. Als het gehele oppervlak verzadigd is met precursormoleculen, wordt de kamer met argon schoongespoeld van reactieproducten en overgebleven precursormoleculen (B). Nu begint de tweede halve cyclus met de reactant: zuurstof wordt geïntroduceerd in de kamer, waarna een inductief gekoppeld plasma (300 W, ≈ 13 Pa) wordt ontstoken. Hierdoor worden de oppervlaktegroepen weggehaald en neemt zuurstof de oppervlakteplekken in (C). Ook deze groei is zelflimiterend, waarna de reactieproducten en de overgebleven reactant met argon worden weggespoeld (D). Op deze manier is één monolaag (of minder) SnO<sub>x</sub> gegroeid. De gehele cyclus wordt meermaals herhaald tot de gewenste dikte is bereikt.

Dit proces wordt uitgevoerd in een OpAL™ (Compact open-load system for ALD, Oxford Instruments); in figuur 3 is een schematische opstelling van dit apparaat bijgevoegd.

**Figuur 3** Een schematische weergave van de ALD-reactor die wordt gebruikt voor de depositie van SnO<sub>x</sub> met onder andere een bron voor inductief gekoppelde plasma's en twee droge pompen: scrollpomp (Edwards XDS 35) en rootspomp (Edwards EH500). De gastoevoer wordt aangestuurd door Swagelok ALD-kleppen, VAT-afsluiters en MKS-massastroomcontrollers. De algemene druk in de reactorkamer wordt gemeten door een MKS Etch Baratron-manometer.





studeerd om diepgaand begrip te vormen over hun werking.

De dunne lagen  $\text{SnO}_x$  worden gevormd door atoomlaagdepositie (ALD), wat bij  $\text{TiO}_x$  ten opzichte van andere depositiemethoden (zoals *spin coating*, *sol-gel* en *solution process*) bewezen heeft een ultradunne film van hoge kwaliteit te verschaffen [4]. Dit laatste uit zich met name in een lager aantal poriën in de laag, welke kunnen zorgen voor *shunting* door direct contact tussen de ITO-laag en het perovskiet [1,13]. Ten eerste is een proces ontwikkeld om verschillende lagen  $\text{SnO}_x$  via ALD te produceren. Ten tweede zijn deze lagen gekarakteriseerd om de structurele en optische eigenschappen te begrijpen. Tot slot is getest of  $\text{SnO}_x$  inderdaad een goede elektronentransportlaag voor perovskiete zonnecellen vormt door te kijken naar stroom-spanningkarakteristieken.

#### Atoomlaagdepositie van tinoxide: techniek en opstelling

ALD is een techniek waarbij zelflimiterende oppervlaktereacties afwisselend toegepast worden om per stappencyclus (maximaal) één atoomlaag te deponeren. In dit onderzoek wordt gebruikgemaakt van plasma-geassisteerde ALD, vanwege de voordelen van een hogere oppervlaktereactiviteit voor metaalprecursoren, een snellere groei van tevens dichtere lagen, en lagere substraattemperaturen [14]. Zie het kader hiernaast voor uitleg over het ALD-proces, dat wordt uitgevoerd bij een lage druk om vervuiling van de omgeving te voorkomen.

Voorafgaand aan een depositie worden gewenste substraten op de substraattafel geplaatst: bijvoorbeeld een c-Si wafer voor karakteriseringsdoeleinden, of een glasplaatje met ITO (zoals in figuur 1) voor zonnecelproductie. De reactorkamer wordt dan afgepompt tot een druk van ongeveer 0,13 Pa, de kamer en de leidingen worden schoongespoeld met argon, en de substraten worden gereinigd met een inductief gekoppeld zuurstofplasma (300 W). Nadat de resten van

deze reinigungsstap zijn weggezogen, vindt de depositie plaats door het uitvoeren van een bepaald aantal ALD-cycli, zoals beschreven in het kader.

Elke vijf cycli wordt de diëlektrische functie van de laag  $\text{SnO}_x$  gemeten met in situ spectroscopische ellipsometrie (SE), een optische meetmethode. Door meetgegevens te vergelijken met een toepasselijk model, kunnen eigenschappen zoals de brekingsindex en de dikte bepaald worden.

#### Ontwikkeling van het ALD-proces

Om de groei van de laag  $\text{SnO}_x$  te optimaliseren, worden systematisch verschillende combinaties van procesparameters ingesteld, waarna onderzocht wordt hoe dik de gegroeide laag is. Zo kan gecontroleerd worden of de doseerstappen lang genoeg duren om een volledig verzadigde laag te groeien, en of de spoelstappen en spoelsterkte voldoen om alle restproducten te verwijderen. Een geschikte combinatie van staptijden wordt dan tot een ALD-recept gevormd.

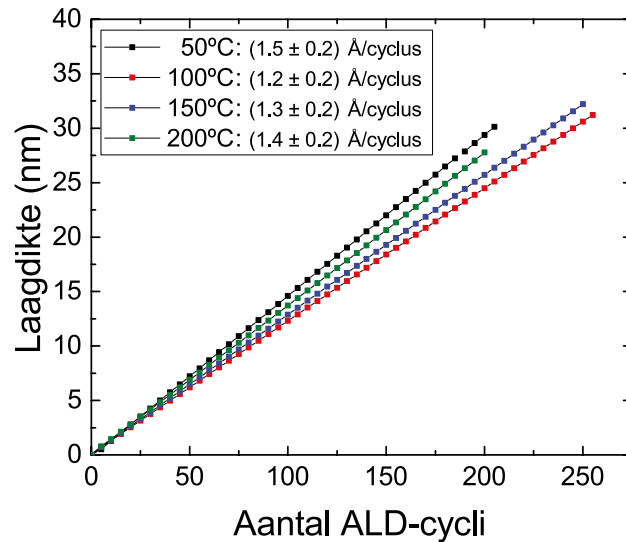
Uit proeven is gebleken dat het recept 2 s : 10 s : 5 s : 10 s : 5 s (zie voor deze notatie figuur 2, onderaan) goed werkt om een laag  $\text{SnO}_x$  te groeien. Daarom is het toegepast op meerdere depositietemperaturen, waarna uit in situ SE-metgegevens bepaald kan worden hoe de groei

in laagdikte per cyclus (GPC) van deze temperatuur afhangt. In figuur 4 zijn deze gegevens afgebeeld.

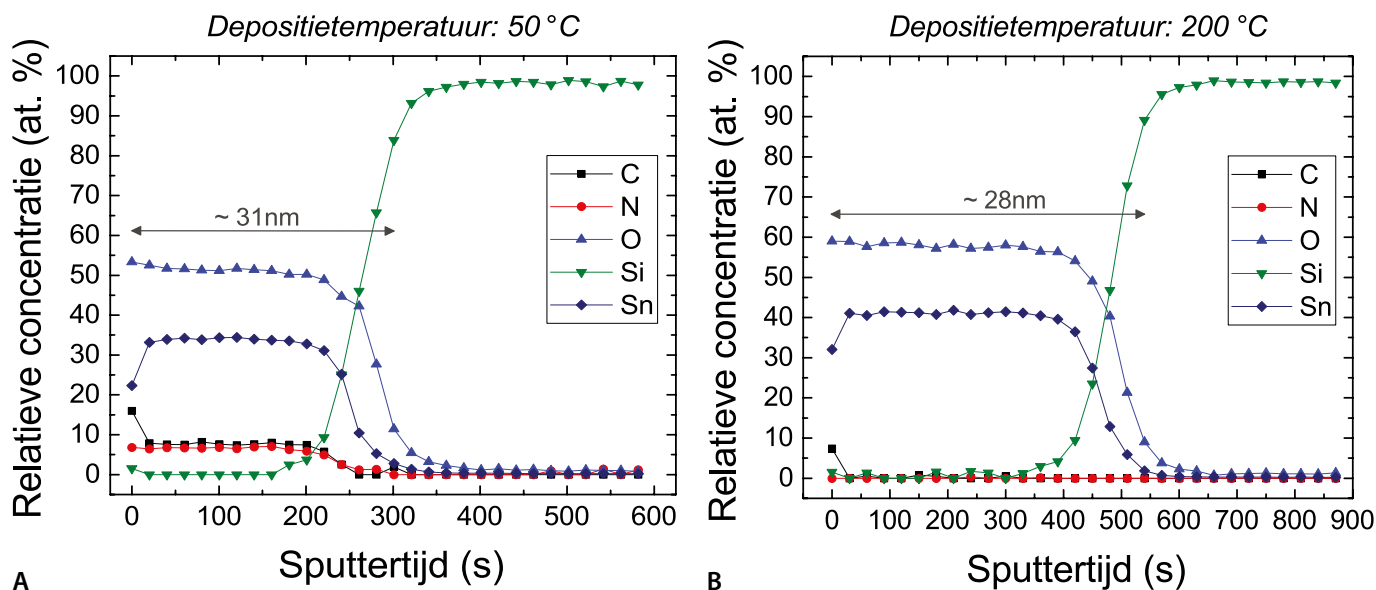
Zoals men kan zien is voor elke depositietemperatuur de groei lineair. De GPC-waarden voor de verschillende temperaturen vallen alle binnen elkaars foutmarge (bepaald op basis van reproduceerbaarheid), waardoor geconcludeerd kan worden dat de GPC onafhankelijk is van de temperatuur. Wel blijkt uit in situ SE-metingen dat de brekingsindex (bepaald bij 1,96 eV) toeneemt voor toenemende depositietemperatuur: van  $(1,74 \pm 0,02)$  bij 50 °C naar  $(2,05 \pm 0,02)$  bij 200 °C. Dit suggereert dat de dichtheid van de laag  $\text{SnO}_x$  toeneemt. Mogelijk worden de oppervlaktegroepen bij een lage depositietemperatuur niet allemaal verwijderd door de reactant (het zuurstofplasma), waardoor een minder dichte, poreuze laag zou kunnen groeien. Bij hogere temperaturen zijn de reacties tussen plasmaradicalen en het oppervlak efficiënter, waardoor een dichtere laag (met tevens minder verontreinigingen, zoals later wordt aangetoond) ontstaat.

#### Karakterisering van de lagen

Om een diepteprofiel van de elementaire samenstelling van de lagen  $\text{SnO}_x$  te vormen, is röntgenfoto-elektronspectroscopie (XPS) met sputterfunctie toegepast.



**Figuur 4** Ontwikkeling van de dikte van de lagen  $\text{SnO}_x$  gegroeid bij verschillende depositietemperaturen, uitgezet tegen het aantal ALD-cycli. In de legenda is de groei in laagdikte per cyclus (GPC) per depositietemperatuur gegeven. Verkregen via in situ SE.



**Figuur 5** (a en b): Diepteprofiel van de relatieve concentratie van elementen aanwezig in lagen SnO<sub>x</sub> (ongeveer 30 nm dik), gegroeid bij 50 °C (a) en 200 °C (b). Hoe groter de sputtertijd, hoe dieper er in de laag gemeten wordt. Verkregen via XPS.

Zie figuren 5a en 5b voor voorbeelden hiervan, waarbij de lagen SnO<sub>x</sub> zijn gegroeid bij 50 °C en 200 °C.

In beide figuren zijn aanvankelijk duidelijk bijdragen van tin en zuurstof te zien. Waar deze bijdragen afnemen, neemt die van silicium toe: het siliciumsubstraat is dan bereikt. Belangrijke verschillen tussen de figuren zijn de bijdragen van koolstof en stikstof in de lagen SnO<sub>x</sub>; alleen in de bij 50 °C gegroeide laag zijn deze duidelijk aanwezig (8 % resp. 7 %), terwijl zich in de bij 200 °C gegroeide laag (binnen de detectiegevoeligheid) geen onzuiverheden bevinden. Een verklaring hiervoor is dezelfde als eerder genoemd: bij 50 °C worden in de tweede halve ALD-cyclus N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-groepen van de precursor waarschijnlijk niet volledig verwijderd door het zuurstofplasma. Ten slotte is een ander opvallend verschil, de sputtertijd die nodig is om het substraat te bereiken: voor de bij 200 °C gedeponeerde laag is deze groter, wat (zoals eerder geconcludeerd) duidt op een hogere dichtheid van deze laag SnO<sub>x</sub>.

Verder zijn de optische transmissie en reflectie door de lagen SnO<sub>x</sub> met UV/VIS/NIR-spectroscopie gemeten. Hieruit is gebleken dat de lagen van alle depositietemperaturen overwegend transparant zijn voor licht boven de 450 nm, wat belangrijk is voor het zoveel mogelijk licht

doorlaten tot de lichtabsorberende laag (het perovskiet).

### Implementatie in perovskiete zonnecellen

Tegelijk met de bovengenoemde karakterisering zijn enkele perovskiete zonnecellen geproduceerd, met een opzet zoals beschreven in het eerste kader: glas, ITO, SnO<sub>x</sub>, perovskiet (*triple cation*: Cs<sub>x</sub>(MA<sub>y</sub>FA<sub>1-y</sub>)<sub>1-x</sub>Pb(I<sub>z</sub>Br<sub>1-z</sub>)<sub>3</sub> [7,16]), Spiro-OMeTAD, goud. De lagen SnO<sub>x</sub> zijn bij vier verschillende depositietemperaturen gegroeid volgens het eerder vermelde ALD-proces. Voor informatie over de fabricatie van de overige lagen wordt verwezen naar een eerdere groepspublicatie [6].

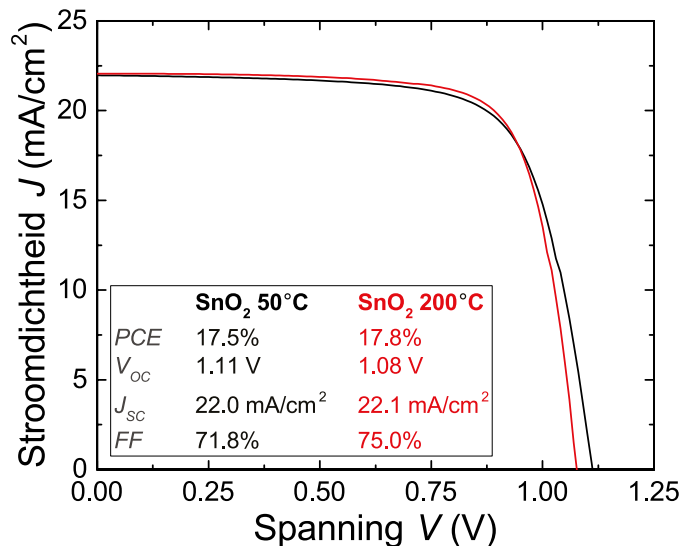
Om de efficiëntie te bepalen, zijn de stroom door en spanning over de zonnecellen onder belichting gemeten. Deze metingen zijn binnen drie uur na het voltooiën van de celopzet uitgevoerd, aangezien het perovskiet snel kan degraderen [4]. Uit de metingen volgt een zogenaamde stroom-spanningkarakteristiek, waarmee de efficiëntie bepaald wordt. Zie figuur 6 voor de stroom-spanningkarakteristieken van zonnecellen met een SnO<sub>x</sub> laag gegroeid bij 50 °C en bij 200 °C, tezamen met de grootheden die de zonnecelprestaties karakteriseren. Deze zijn betrouwbaar gezien de resulta-

ten van respectievelijk 30 en 12 andere geproduceerde zonnecellen met SnO<sub>x</sub> lagen gegroeid bij 50 °C en 200 °C. Er waren te weinig zonnecellen geproduceerd met SnO<sub>x</sub> lagen gegroeid bij 100 °C en 150 °C om daarvan de resultaten te vermelden.

De hoogst behaalde efficiënties van beide cellen met een SnO<sub>x</sub> laag gegroeid bij 50 °C en 200 °C zijn 17,5 % en 17,8 %, respectievelijk; bemoedigende resultaten, gezien ze dicht bij de hoogst behaalde efficiëntie van 18 % komen [5]! Hoewel de cellen met SnO<sub>x</sub> lagen gegroeid bij 50 °C en 200 °C qua efficiëntie dicht bij elkaar zitten, is er wel een verschil wat betreft de open-klemspanning en de *fill factor*. Een mogelijke oorzaak voor het verschil in de open-klemspanning is gedeeltelijke *shunting* tussen de SnO<sub>x</sub> laag gegroeid bij 200 °C en het ITO. Een mogelijke oorzaak voor het verschil in de *fill factor* is een hoge weerstand van de SnO<sub>x</sub> laag gegroeid bij 50 °C, waardoor het onttrekken van elektronen wordt bemoeilijkt.

### Conclusies

In dit onderzoek is beschreven hoe het ALD-proces voor lagen SnO<sub>x</sub> is ontwikkeld en hoe deze lagen zijn gekarakteriseerd. Door deze karakterisering zijn aanwijzingen gevonden dat lagen SnO<sub>x</sub>



**Figuur 6** Stroom-spanningkarakteristieken van zonnecellen met dezelfde opzet als gegeven in figuur 1a, waarbij de lagen SnO<sub>x</sub> (15 nm) zijn gegroeid bij 50 °C en 200 °C. In de legenda zijn per SnO<sub>x</sub> depositietemperatuur de bepaalde fotovoltaïsche efficiëntie (PCE), open-klemspanning (V<sub>oc</sub>), kortsluitstroomdichtheid (J<sub>sc</sub>) en fill factor (FF, geeft aan hoe dicht de zonnecel bij het maximaal haalbare vermogen komt) gegeven.

gegroeid bij lage depositietemperatuur poreus zijn en koolstof- en stikstofresten van de precursor bevatten. Daarentegen is gebleken dat lagen SnO<sub>x</sub> gegroeid bij hoge depositietemperatuur een hogere dichtheid en minimale hoeveelheden verontreinigingen hebben. Verder zijn beide soorten lagen vrij transparant, wat de toepassing in zonnecellen ten goede komt. Als laatste is gebleken dat perovskiete zonnecellen met lagen SnO<sub>x</sub> als elektronentransportlaag gedeponerd bij 50 °C en 200 °C efficiënties behalen van respectievelijk 17,5 % en 17,8 %!

#### Dankwoord

Onze dank gaat uit naar Solliance voor hulp bij de productie van en de IV-metingen aan de perovskiete zonnecellen, naar Marcel Verheijen (Philips Innovation Labs, Eindhoven) voor het uitvoeren van de TEM-metingen, en naar Jeroen van Gerwen voor technische hulp bij de atoomlaagdeposities. Dit onderzoek wordt gefinancierd door het TKI Urban Energy High Efficiency project (www.rvo.nl).

#### Referenties

1 F. Di Giacomo, V. Zardetto, G. Lucarelli, L. Cinà, A. Di Carlo, M. Creatore en T. Brown, 'Mesoporous perovskite solar cells

and the role of nanoscale compact layers for remarkable all-round high efficiency under both indoor and outdoor illumination,' *Nano Energy*, **30**, pp. 460-469, 2016.

- 2 A. Kojima, K. Teshima, Y. Shirai en T. Miyasaka, 'Organometal Halide Perovskites as Visible-Light Sensitizers for Photovoltaic Cells,' *J. Am. Chem. Soc.*, **131**, nr. 17, pp. 6050-6051, 2009.
- 3 'Best Research-Cell Efficiencies,' National Renewable Energy Laboratory, 12 februari 2016. [Online]. [http://www.nrel.gov/pv/assets/images/efficiency\\_chart.jpg](http://www.nrel.gov/pv/assets/images/efficiency_chart.jpg). [Gepend 17 januari 2017].
- 4 V. Zardetto, B. Williams, A. Perotta, F. Di Giacomo, M. Verheijen, R. Andriessen, W. Kessels en M. Creatore, 'Atomic layer deposition for perovskite solar cells: research status, opportunities and challenges,' *Sustainable Energy & Fuels*, 2017, geaccepteerd op 24 december 2016.
- 5 J. P. C. Baena, L. Steier, W. Tress, M. Saliba, S. Neutzner, T. Matsui, F. Giordano, T. Jesper Jacobsson, A. Ram Srimath Kandada, S. M. Zakeeruddin, A. Petrozza, A. Abate, M. Khaja Nazeeruddin, M. Grätzel en A. Hagfeldt, 'Highly efficient planar perovskite solar cells through band alignment engineering,' *Energy Environ. Sci.*, **8**, pp. 2928-2934, 2015.
- 6 D. Koushik, W. J. Verhees, Y. Kuang, S. Veenstra, D. Zhang, M. A. Verheijen, M. Creatore en R. E. Schropp, 'High-efficiency humidity-stable planar perovskite solar cells based on atomic layer architecture,' *Energy Environ. Sci.*, **10**, nr. 1, pp. 91-100, 2017.
- 7 M. Saliba, T. Matsui, J.-Y. Seo, K. Domanski, J.-P. Correa-Baena, M. Khaja Nazeeruddin, S. M. Zakeeruddin, W. Tress, A.

Abate, A. Hagfeldt en M. Grätzel, 'Cesium-containing triple cation perovskite solar cells: improved stability, reproducibility and high efficiency,' *Energy Environ. Sci.*, **9**, nr. 6, pp. 1989-1997, 2016.

- 8 J.-W. Lee, D.-H. Kim, H.-S. Kim, S.-W. Seo, S. Min Cho en N.-G. Park, 'Formamidinium and Cesium Hybridization for Photo- and Moisture-Stable Perovskite Solar Cell,' *Adv. Energy Mater.*, **5**, nr. 20, pp. 1614-6840, 2015.
- 9 G. E. Eperon, S. D. Stranks, C. Menelaou, M. B. Johnston, L. M. Herz en H. J. Snaith, 'Formamidinium lead trihalide: a broadly tunable perovskite for efficient planar heterojunction solar cells,' *Energy Environ. Sci.*, **7**, pp. 982-988, 2014.
- 10 H.-S. Kim, C.-R. Lee, J.-H. Im, K.-B. Lee, T. Moehl, A. Marchioro, S.-J. Moon, R. Humphry-Baker, J.-H. Yum, J. E. Moser, M. Grätzel en N.-G. Park, 'Lead Iodide Perovskite Sensitized All-Solid-State Sub-micron Thin Film Mesoscopic Solar Cell with Efficiency Exceeding 9%,' *Scientific Reports*, **2**, p. 591, 2012.
- 11 M. Liu, M. B. Johnston en H. J. Snaith, 'Efficient planar heterojunction perovskite solar cells by vapour deposition,' *Nature*, **501**, pp. 395-398, 2013.
- 12 J. You, L. Meng, T.-B. Song, T.-F. Guo, Y. Yang, W.-H. Chang, Z. Hong, H. Chen, H. Zhou, Q. Chen, Y. Liu, N. De Marco en Y. Yang, 'Improved air stability of perovskite solar cells via solution-processed metal oxide transport layers,' *Nature Nanotechnology*, nr. October, pp. 1-8, 2015.
- 13 F. Di Giacomo, V. Zardetto, A. D'Epifanio, S. Pescetelli, F. Matteocci, S. Razza, A. Di Carlo, S. Licocchia, W. M. M. Kessels, M. Creatore en T. M. Brown, 'Flexible Perovskite Photovoltaic Modules and Solar Cells Based on Atomic Layer Deposited Compact Layers and UV-Irradiated TiO<sub>2</sub> Scaffolds on Plastic Substrates,' *Advanced Energy Materials*, **5**, nr. 8, pp. 1-9, 2015.
- 14 H. B. Profijt, S. Potts, M. van de Sanden en W. Kessels, 'Plasma-Assisted Atomic Layer Deposition: Basics, Opportunities, and Challenges,' *J. Vac. Sci. Technol. A*, **29**, nr. 5, 2011.
- 15 E. Langereis, *Plasma-assisted atomic layer deposition: an in situ diagnostic study*, Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven, 2008, p. 4.
- 16 M. Saliba, T. Matsui, K. Domanski, J.-Y. Seo, A. Ummadisingu, S. Zakeeruddin, J.-P. Correa-Baena, W. Tress, A. Abate, A. Hagfeldt en M. Grätzel, 'Incorporation of rubidium cations into perovskite solar cells improves photovoltaic performance,' *Science*, **351**, nr. 6309, pp. 206-209, 2016.

#### Voetnoot

- 1 Omdat de ratio O/Sn per depositieconditie kan verschillen, wordt het aandeel zuurstof met een x aangegeven.

2018

# PVD 36 NANO



## Available Glovebox Option



## Thin Film Deposition System Platform

The Kurt J. Lesker Company® 2018 NANO 36™ is our newly optimized entry level deposition system. Our updated chamber design is uniquely suited for glovebox integration. With increased capabilities and a smaller footprint, the NANO 36 provides an accessible price point while maintaining the quality you expect from Kurt J. Lesker Company.

- Thermal evaporation (up to 4 boat assemblies)
- TORUS® magnetron sputtering sources (up to 3)
- Multiple substrate platen options available for heating, rotation and water cooling
- Fully equipped with eKlipse™ automated controls package
- Combination of 2 thermal and 2 LTE (Low Temperature Evaporator) sources
- 1cc or 10cc LTE Organic deposition sources (up to 4)

**More Information:**

[www.lesker.com/go/NANO36](http://www.lesker.com/go/NANO36)

[www.lesker.com](http://www.lesker.com) | Enabling Technology for a Better World

**Kurt J. Lesker**  
Company

# Nieuws van de Buitenland Excursiecommissie



Pacifico, Yokohama

De Japan-excursie kan eindelijk gepland worden. De data van de Vacuum Show van 2018 zijn eindelijk bekendgemaakt: woensdag 5 tot vrijdag 7 september, Pacifico, Yokohama. Uw Excursiecommissie is nu volop aan de slag om de voorlopige plannen om te zetten in een definitief programma en een begroting. We hebben nu zo'n twintig aanmeldingen maar de aanmeldtermijn wordt eenmalig verlengd tot eind december. Daarna kunnen we deelname niet meer garanderen. Opgeven is nog vrijblijvend en kan dus nog tot eind van het jaar via de NEVAC-site, [www.nevac.nl](http://www.nevac.nl). We streven naar een maximum aantal deelnemers van ongeveer 30. Alleen wie zich heeft opgegeven wordt per mail op de hoogte gehouden van de ontwikkeling van het programma en kan er invloed op uitoefenen. Verder wordt van iedere deelnemer gevraagd om te helpen bij het maken van een gedetailleerd verslag met foto's voor het *NEVAC blad* van december 2018, zodat de achterblijvers ook nog kunnen profiteren van onze leerzame bezoeken.

## Programma

Naast een uitgebreid bezoek aan de Vacuum Show maken we een kleine rondreis. Op zo'n vier uur rijden aan de andere kant van het eiland van Yokohama ligt het Kamiokande laboratorium waar we een bezoek aan willen afleggen. Onderweg gaan we een aantal bedrijven bezoeken. Ook is het plan om langs KEK-versneller labs te gaan, waarvan er één weer zo'n 250 km verderop ligt. Van daaruit via Tokyo terug naar Yokohama. Ver-

der natuurlijk altijd in elke buitenlandexcursie de welkomstborrel, bezoek aan toeristische attracties en het afscheidsdiner. Of we nog een tweede week aan het programma gaan toevoegen bepalen we in januari samen met alle deelnemers als we de vluchten gaan boeken.

## Kosten

Na het opstellen van het programma en de begroting gaan we de NEVAC vragen om onze reis te sponsoren. We streven naar een eigen bijdrage van 1000,- per persoon. De definitieve kosten zullen bekend zijn vroeg in januari vóór we de vluchten gaan boeken. Vanaf dat moment is je opgave definitief. Tot ziens in Januari, mogelijk zullen we een Deelnemersbijeenkomst willen organiseren, maar dat hoor je nog, geef je dus op en mis niets.

**de Buitenland Excursiecommissie**

De Buitenland Excursiecommissie bestaat nu uit:

Rients de Groot (programmacoördinator)

Cristian van Helvoirt (mede-programmacoördinator)

Rob Klöpping (CTRL-f en excursieleider/-lijder)

We worden bijgestaan door:

Claud Biemans (eindredacteur van de deelnemersverslagen voor het *NEVAC blad*)

Coen Driessen (financiën)

Ad Ettema, Penningmeester van de NEVAC en verantwoordelijk voor de juiste besteding van de NEVAC-subsidie

# De centrale rol van TNO in het ecosysteem van ultraschoon vacuüm

De miniaturisering in de halfgeleiderindustrie bracht met zich mee dat er extreem ultraviolet (EUV) licht wordt gebruikt in de nieuwste machines voor de productie van chips. EUV wordt echter geabsorbeerd door alle materialen en de kleinste vervuiling verstoort de productie. Dit heeft geleid tot de ontwikkeling van het nieuwe vakgebied van ultraschoon vacuüm. Daaromheen ontwikkelt zich inmiddels een heel ecosysteem van (vooral Nederlandse) grote en kleine bedrijven die in staat zijn tot op het moleculaire niveau schone producten te maken. TNO speelt in deze wereld een centrale rol. Op de locatie Stieltjesweg in Delft vertellen drie heren over de ontwikkelingen op dit gebied: Rogier Verberk, programmadirecteur Semiconductor Equipment, Jan Leendert Joppe, researchmanager Nano-instrumentatie, en Freek Molkenboer, vacuümspecialist met als grootste project de EBL2 (zie ook het artikel hierover in dit nummer).

## Claud Biemans

De belangrijkste taak van TNO is het vooruit helpen van bedrijven, of het oplossen van een maatschappelijk probleem. Verberk: “We kijken naar welke kennis daarvoor nodig is. We hebben een goed netwerk met alle universiteiten. Daar speuren we naar nieuwe technologieën. We eindigen niet zelden als vertaalbureau tussen fundamentele kennis en de applicatie daarvan in het bedrijfsleven. Traditioneel was TNO opgericht voor Nederlandse bedrijven, maar tegenwoordig werkt dat niet zo goed meer, want de economieën zijn erg open. We bekijken de markten uiteraard wel met een nationaal tintje. Bedrijven komen vaak naar ons, maar we ontwikkelen proactief ook zelf nieuwe technologie, omdat wij denken te weten waar de markten heengaan. Wij gaan dan ook zelf naar bedrijven met suggesties om hun concurrentiepositie te verbeteren.”

Joppe: “De resultaten die we willen boeken zijn gefocust op innovatie. De kreet die wij gebruiken is: “*Make it happen*”.

Pas als er iets nieuws gebeurt in het bedrijfsleven, dan hebben wij het succes dat we willen behalen.”

## De rol van vacuüm bij TNO

TNO is al meer dan tachtig jaar actief in de ruimtevaart, en maakt onder andere optische instrumenten die gebruikt worden voor bijvoorbeeld ozonmetingen en klimaatmonitoring door satellieten van ESA en NASA. Zo ontstond al tientallen jaren geleden een basiskennis op het gebied van vacuüm en beheersing van vervuiling. Toen ASML twintig jaar geleden overging van het gebruik van zichtbaar licht naar EUV, moest het maken van chips ineens in vacuüm plaatsvinden. ASML had daar geen ervaring mee, maar ze konden bij TNO terecht. Rond 2005 kregen de allereerste twee EUV-demonstratiemachines van ASML, met hulp van TNO, Philips en Carl Zeiss, vorm. Ze zijn gebruikt om te leren werken met EUV, en voor het verder ontwikkelen van de onderdelen en de lithografieprocessen.

Joppe: “De interactie tussen EUV-licht en oppervlakken kan in vacuüm net wat anders verlopen dan wat je gewend bent van niet-vacuümsystemen. We hebben veel nieuwe dingen ontdekt, die vervolgens verwerkt zijn in een beter design.”

Molkenboer: “Zes jaar geleden ging ik voor het eerst naar de jaarlijkse conferentie van de AVS in de Verenigde Staten. Toen kenden ze daar de term *ultra clean* vacuüm nog niet. Maar dat is veranderd, want dit jaar is er voor het eerst een sessie over moleculaire en deeltjes-vervuiling. Dat gebied hebben wij samen met ASML en Carl Zeiss ontwikkeld. Je hebt bij het werken met EUV last van de kleinste vervuiling. Het systeem is gemaakt van RVS en daar zitten altijd elementen in die wij als vervuiling zien. Waar wij altijd goed op letten is de toplaag, die moet extreem schoon zijn. Daarvoor hebben wij hier wasstraten in huis. De vacuümketel moet ook heel goed uitstoot worden. Je hebt al last van een monolaag koolwaterstoffen, want daardoor ontstaat er koolstof. Je kunt het niet zien, maar gooi 1 nm koolstof op je EUV-spiegel en je hebt geen productie meer. Dit kun je zien met röntgenfoto-elektron spectroscopie (*x-ray photoelectron spectroscopy*, XPS), waarmee je de bovenste 10 nm van een oppervlak kunt bemeten. Maar het signaal gaat dan over slechts 0,05 atoomprocent! Probeer dat maar eens thuis uit te leggen. Je praat over niks.

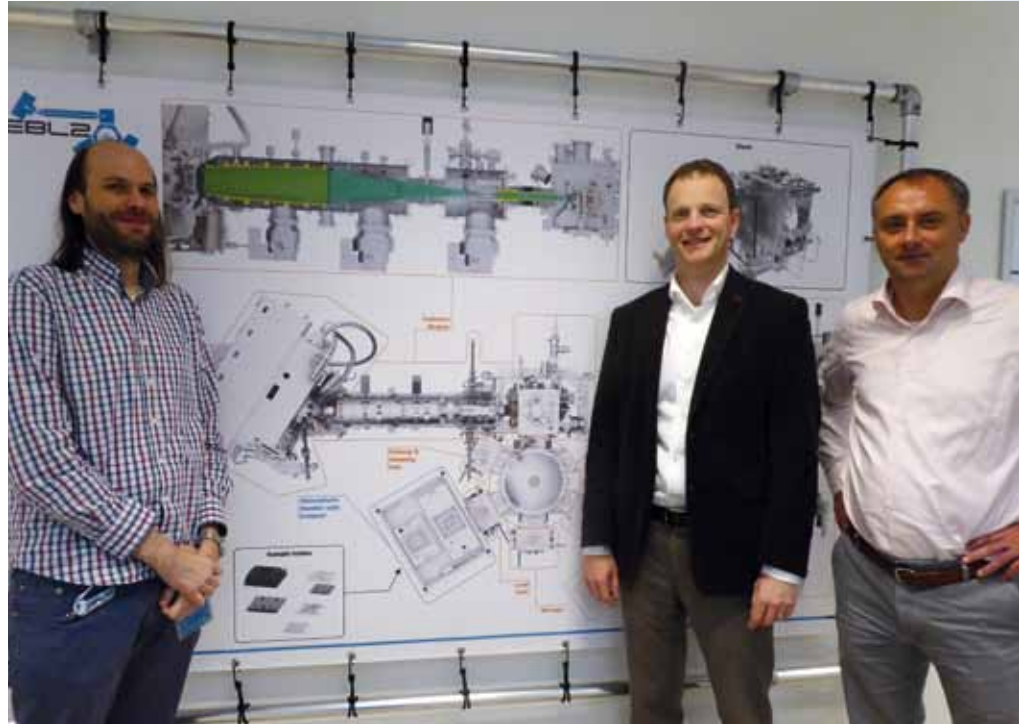
Het ontwerpproces, het bouwproces, en het schoonmaakproces van onze nieuwe machine, EBL2, heeft onnoemelijk veel geld gekost. De reinigingskosten alleen al bedragen tienduizenden euro's. Dat is nodig om het zo goed te krijgen dat wij onze experimenten kunnen doen. We zijn nu al weken bezig om te kijken of de

EBL2 met betrekking tot de hoeveelheid deeltjes schoon genoeg is. Dat gaat wel automatisch, maar we hebben al 600 keer dezelfde cyclus gedaan om te zien of de machine wel schoon blijft. Het is best een crime om dat statistisch te kwalificeren. Het is alsof je moet voorkomen dat er één dor grassprietje op een voetbalveld staat.”

### De analyse van bijna niets

Joppe: “Ons werk bestaat uit drie onderdelen. Ten eerste proberen we contaminatie te voorkomen, maar uiteindelijk houd je toch een hoeveelheid ellende over. De volgende stap is dan analyse. Daarvoor gebruiken we verschillende oppervlakteanalysetechnieken. De derde stap noemen we *mitigation*: een manier bedenken waardoor de vervuiling die er misschien nog is, niet op een plaats kan komen in de machine waardoor er problemen ontstaan.”

Verberk: “We hebben een uitgebreide studie gedaan naar welke analysetechnologieën het meest geschikt zijn. In de praktijk blijkt dat je een combinatie van technologieën nodig hebt, die deels commercieel beschikbaar zijn, en deels maken we zelf gepimpte versies van commercieel beschikbare apparaten. De werkpaarden voor het waarnemen van moleculaire



Freek Molkenboer (links), Rogier Verberk en Jan Leendert Joppe (rechts) bij een poster van de EBL2.

verontreiniging die we nu gebruiken zijn XPS en rasterelektronmicroscopie (SEM). Deeltjes detecteren op een oppervlak blijft natuurlijk heel moeilijk. Daarom heeft TNO een eigen apparaat in ontwikkeling, de Rapid Nano, voor het snel detecteren van deeltjes kleiner dan 40 nm, de dikte van lijntjes op een chip. We doen ook metingen in de gasfase. Een RGA is

voor dit domein niet goed genoeg, want er is een achtergronddruk van procesgasen. Daarom hebben we een ‘superRGA’ gemaakt (geavanceerde RGA met differentieel pompsysteem) en de MFIG (*mass filtered ion gauge*). Met MFIG kunnen bijvoorbeeld de wat zwaardere massa's, van 100-5000 atomaire massa-eenheden, gemeten worden. Je kunt daarmee een



Een belangrijk, door TNO gemaakt onderdeel van de allereerste EUV-machine staat tentoongesteld in het laboratorium aan de Stieltjesweg in Delft. Deze *reticle handler* zorgde ervoor dat maskers ultraschoon bleven tijdens het verplaatsen van atmosferische omstandigheden naar vacuüm.



**De wasstraat om onderdelen ultraschoon te maken, zes baden met zeep, ultrasoon geluid en demiwater.**

### Ecosysteem van leveranciers

Het onderzoek dat gedaan kan worden met de EBL2 ondersteunt het consortium dat de EUV-machines bouwt, ASML en Carl Zeiss. De bouw van EBL2 heeft ook bijgedragen aan de totstandkoming van de infrastructuur van toeleveranciers van materialen voor de nieuwste chipmachines. Omdat er gewerkt wordt in ultraschoon vacuüm worden er zeer strenge eisen gesteld.

Verberk: “Je kunt voor deze machines niet zomaar een willekeurig stuk staal of onderdeel bestellen. Het zijn alleen de redelijk innovatieve MKB-ers en grotere leveranciers die kunnen toeleveren voor dit soort projecten. Zij moeten kunnen uitleggen wat de bron van hun staal is en hoe het gereinigd, verpakt en getransporteerd is. Anders komt pas aan het eind van de keten het probleem boven tafel en een oplossing kost dan heel veel tijd en geld. De meestal Nederlandse leveranciers van ASML, Carl Zeiss en TNO hebben zich bewezen en zijn eerder partners dan leveranciers in deze projecten.” Molkenboer: “Een niet-gespecialiseerde leverancier zal zeggen: ‘Dit onderdeel kan tegen vacuüm.’ ‘Ja’, zeg ik dan, ‘maar kan mijn vacuüm ook tegen jouw onderdeel?’”

Joppe: “De leveranciers hebben zelf heel veel moeten leren. Het was voor hen dan ook *do or die*, want de eisen die ASML stelt worden alleen nog maar strenger. Dat betekent dat er in de regio Eindhoven en daarbuiten ontzettend veel vernieuwd is door de kracht van ASML.”

Verberk: “Je kunt een nieuw bedrijf niet zomaar een boek geven om te lezen, je moet zeker weten dat de boodschap overkomt aan de andere kant. Daarin heeft deze regio zich echt kunnen onderscheiden van de rest van de wereld. Dit ecosysteem levert ook aan andere delen van de wereld waar machines gemaakt worden met vergelijkbare hoge eisen. Onder merknamen is dat meestal niet te zien, maar de halffabrikaten komen wel uit Nederland. Dat is iets waar we wel trots op mogen zijn. Op deze manier

stijging meten in dat koolwaterstofgebied als er ergens ver weg in de machine een klep schakelt. Je meet heel snel een soort vingerafdruk van vervuilingen en die kun je relateren aan iets dat een operator onhandig doet in zijn proces. Je ziet vaak dat de menselijke component direct van invloed is op zo’n vervuiling. Als er bijvoorbeeld een wafer geladen wordt met een nog uitdampende resist - wanneer iemand vergeten is een bepaalde bakstap te doen - dan kan deze sensor meteen een alarm geven. De wafer kan er dan meteen weer uitgehaald worden, zodat je niet weken bezig bent om je hele vacuümsysteem weer schoon te krijgen.”

### Lege ketel

De nieuwe EUV-machines van ASML staan inmiddels bij enkele bedrijven in de wereld die daarmee de laatste stappen van de procesontwikkeling doen. Naar verwachting starten de eerste bedrijven eind dit jaar of begin volgend jaar met de volumeproductie van chips met behulp van EUV.

Joppe: “In de media worden bedragen genoemd van 100 miljoen euro voor één EUV-machine, dus er moet heel wat terugverdiend worden. Ik denk dat wij met

ons werk op het gebied van *contamination control* daar een bijdrage aan leveren, want deeltjesvervuiling heeft effect op het aantal werkende chips per wafer. En ons onderzoek op het gebied van de optische levensduur van de EUV-spiegels heeft invloed op hoeveel wafers er per uur geproduceerd kunnen worden.”

Verberk: “De EUV-spiegels zijn eigenlijk een soort multi-lagen, want een echte spiegel absorbeert EUV. De basis voor deze multilagen is gelegd bij het huidige DIFFER. Carl Zeiss heeft ze opgeschaald tot een volwaardig product. De toplaag en onderliggende lagen kunnen echter degraderen, waardoor de reflectie achteruit gaat. Wij doen al vijftien jaar onderzoek naar hoe we dat kunnen voorkomen. Je ontdekt dan dat er in de vacuümketel een aantal elementen rondvliegen die invloed hebben op de spiegels. Die elementen, of de onderdelen die deze elementen afgeven, zou je dus niet meer willen gebruiken. Maar zo makkelijk is dat niet, want dan mogen we eigenlijk geen enkel materiaal meer gebruiken. Ons eerste advies is dan ook: een lege ketel. Maar je kunt natuurlijk niet zonder materiaal en je moet ook een enigszins betaalbare oplossing vinden.”



wordt er duurzame en interessante werkgelegenheid gecreëerd.”

### Maskers en pellicles

Een van de dingen die nodig zijn voor de productie van chips met EUV zijn maskers van 6 bij 6 inch die het patroon bevatten dat wordt afgebeeld op de wafers. Die zijn echter nog niet uitontwikkeld, omdat de maskerindustrie lang heeft gewacht om te zien of ASML de machine wel kon maken. Met de EBL2 is TNO de enige in de wereld die onderzoek met zulke grote maskers kan aanbieden.

Joppe: “Voor elke chip is een setje maskers nodig en die gaan ook maar een bepaalde periode mee. De kosten daarvan lopen in de honderdduizenden euro's voor de meest geavanceerde set. Daarnaast duurt het maken van de maskers zes weken, dus als zo'n plaat kapot gaat kun je niet even bellen voor een nieuw kopietje. Dus het is belangrijk voor de industrie om te begrijpen hoe maskers - gemaakt van extreem glad *ultra low expansion glass* met daarbovenop de spiegelende multilagen - zich gedragen onder EUV belichtingen. Naast de maskers wordt er ook gewerkt aan de *pellicles*, dat zijn heel dunne membranen die over een masker gezet worden om het te beschermen tegen deeltjesverontreiniging. Maar die staan ook nog in de kinderschoenen. Hiervoor moet ook weer ultraschone apparatuur ontwikkeld worden, door die hele keten van bedrijven om ASML heen.”

Verberk: “Dat hele ecosysteem is nodig om van ASML een commercieel succes te maken. Daarom vinden wij het als TNO belangrijk om daaraan bij te dragen, want geen partij heeft meer ervaring in dit domein en is actief in deze masker- en pellicle-wereld. Hoewel het voor een belangrijk deel internationaal werk is, doen we dit in het belang van de BV Nederland.”

## Vacuum Science and Technology

Authors: Bert Suurmeijer, Theo Mulder, Jan Verhoeven; hardcover, 19 x 24 cm, 728 pages, ISBN 978-90-9029137-6, NEVAC member price € 129,50.

Writing any text book must be a huge undertaking, but one on the subject of Vacuum Science and Technology has unique challenges. These include the enormous breadth of Vacuum; its dynamic range and associated principles within this, a continually evolving range of applications and their impact on the requirements for future generations of vacuum equipment and systems.

The authors have produced an important contemporary book on the subject of vacuum which will be a valuable addition to the resources of students, educators, theorists and practitioners alike.

The concepts and materials are accessible to all from those with high school diploma to those in academia. This is complemented by clear first principles derivations, for example in the early sections on kinetic theory and adsorption mechanisms (a theme which runs through all sections of the book). The treatment of flow is impressive, however this would be enhanced with a section on transmission probabilities for molecular flow.

Pump mechanisms and their operational principles are comprehensively reviewed. A table (akin to that included for pressure gauges) summarising pump mechanisms, range of operation, typical applications and positive/negative features would have been useful.

The chapters on pressure measurement are probably the most clear and detailed I have seen published. Similarly the leak-detection chapter comprehensively covers theory and practical methods. The level of treatment given to sealing techniques and other components is deserved. However, as many processes and applications in vacuum rely fundamentally on mass flow control, more detail on these would have been a very useful addition.

The calculated examples are useful and the exercises are generally well constructed and relevant but in some cases 'worked solutions' would be helpful. Some of the black and white diagrams would be clearer with higher resolution e.g. cryopumps, ion sources and valves.

In the absence of references more examples of specific applications and a bibliography and directed reading resources are needed.

The English language translation is excellent, though there are a few minor typos (e.g. 'lucht' not 'air' in equation 3.120 p 151). A mistake though in the translation which does need correcting is the use of the word 'blocked' (first in section 3.7) – the correct term in this context is 'choked'.



Dr Andrew Chew

Global Application Manager Edwards Vacuum, Burgess Hill, UK

Global Technology Centre

Part of the Atlas Copco Group

# Realisation of a vacuum system for EUV beam line EBL2

In 2014 TNO started collecting requirements for a new setup used to expose samples with Extreme Ultraviolet (EUV) radiation. The realisation started in April 2016, first light was achieved 7 December 2016 [1]. The EBL2 system will be fully operational by the end of 2017. This setup is the successor of EUV Beam Line 1 (EBL1), also a dedicated high vacuum system designed and built by TNO for illuminating samples with EUV radiation. The experiments done in EBL1 have contributed to the development and validation of the optics lifetime strategies. EBL1 is now more than ten years in operation, and the then state of the art EUV source is surpassed by the current EUV power in the EUV steppers. Interviewed parties for the requirements on the new EUV Beam Line 2 (EBL2) system were Carl Zeiss SMT, ASML and the members of the European program SeNaTe. The new EBL2 setup should match the roadmap of EUV dose and intensity on the mirrors and EUV reticles in the current and future ASML NXE tools. This paper focuses on the vacuum philosophy of the EBL2 system design.

**Freek Molkenboer, Norbert Koster, Alfred Abutan, Alex Deutz, Hans Diesveld, Christiaan Hollemans, Andre Hoogstrate, Peter Kerkhof, Pim Muilwijk, Wouter Mulckhuysse, Bjorn Nijland, Bastiaan Oostdijck, Michel van Putten, Edwin te Sligte, Peter van der Walle, Jeroen Westerhout**

TNO, Stieltjesweg 1, 2628 CK, Delft

The most common purpose of an EUV exposure by EBL2 is to assess the performance of a reticle or pellicle (protective layer), optics sample, or other component) over its lifetime, simulating the circumstances in an EUV lithography system. One requirement was to irradiate complete 6 by 6 inch EUV reticles, containing the patterns that are printed

on the wafer, instead of 1 inch diameter samples, the limit in EBL1. The bigger sample size enables to see the effects on wafer level after the exposure of an EUV reticle in EBL2, since the exposed reticle can still be loaded in an EUV stepper. More details on the experimental opportunities can be found in the references.

## Functional description of EBL2 Atmospheric handler

The EBL2 system can be divided in six major subsystems, see figure 1. Samples are loaded into the EBL2 system at the atmospheric handler. A sample consists of a reticle on a base plate (see figure 2b) or any other sample mounted on the specially designed sample holders (see

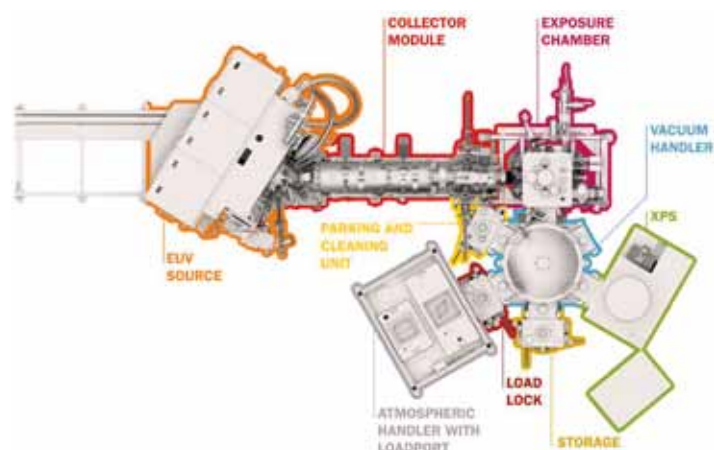


Figure 1 Overview of EBL2.

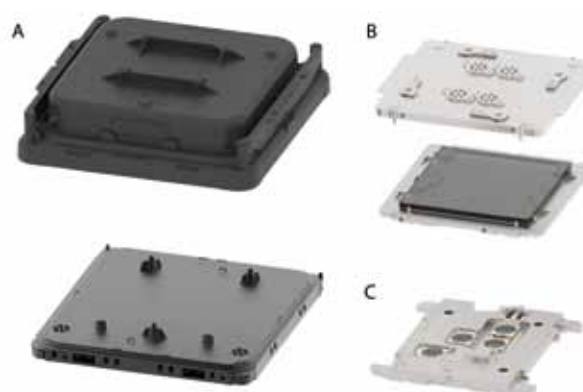
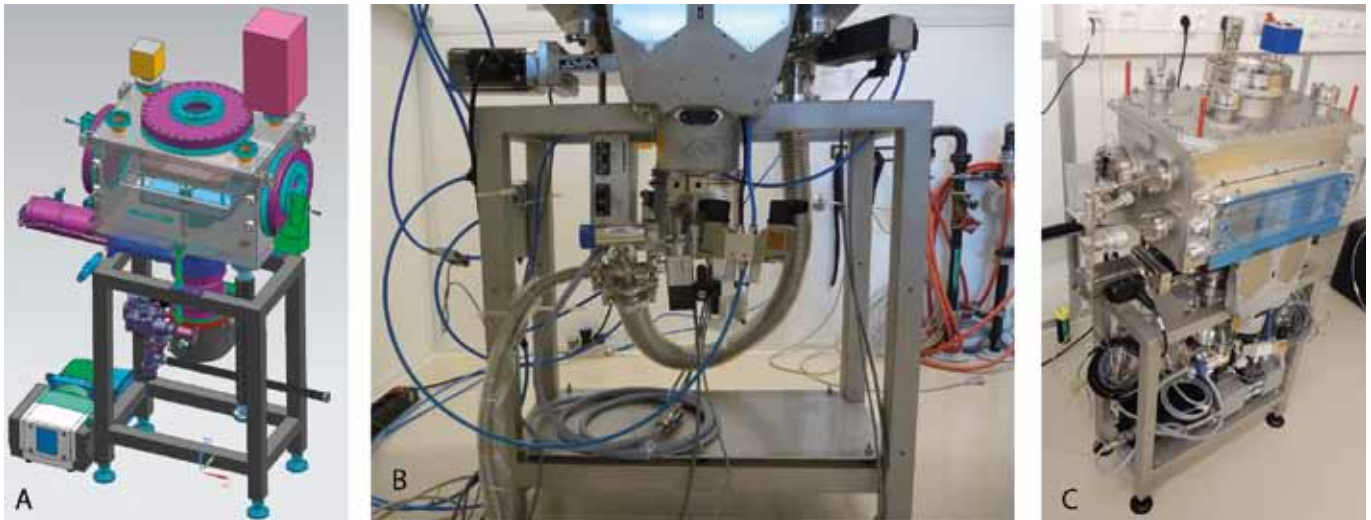


Figure 2 (a) EUV outer pod; (b) EUV reticle on inner base plate with inner cover; (c) Sample holder (200 mm by 200 mm).



**Figure 3** (a) Load lock in CAD model; (b) Valves of load lock; (c) Before shipment to ASYS automatic system GmbH & Co. KG.

figure 2c). The atmospheric handler is a joint development of TNO and technology partner ASYS Automatic System GmbH & Co. KG.

Every sample enters the system in an EUV dual pod (see figure 2a). This is the semiconductor standard for EUV reticles and we have adopted this standard for the entire EBL2 system. The EUV dual pod consists of an inner and an outer pod to maintain a contamination free environment for the EUV reticle. The EUV outer pod is automatically opened by the pod opener and the inner pod is picked up by the robot of the atmospheric handler. When an EUV reticle is loaded into the EBL2 system, the reticle has to be flipped from quality side (containing the patterns) down to quality side up. The flipping is performed inside the atmospheric handler by the flipping module. The flipping module and the atmospheric transfer robot are located in a ISO 1 class environment to limit particle contamination on the samples as much as possible. The atmospheric transfer robot will transport the sample to the load lock between the atmospheric and vacuum handlers. All sample handling is fully automated and has many checks to prevent damage to the samples during handling.

### Load lock

The load lock of EBL2 (figure 3a) is the vacuum chamber that is connected be-

tween the atmospheric handler and the vacuum handler. In the load lock, the loaded sample is evacuated from atmospheric pressure to vacuum and vice versa for venting. In order to avoid disturbing particles and protect the potentially present EUV pellicle, the pump down is very slow and always kept in the laminar regime before the free molecular regime of a high vacuum system is reached.

The practical solution to obtain the slow evacuation is to pump down the system with a rather large and long bellow, which acts as a flow restriction, with a bypass directly connected on the load lock chamber. After reaching 1 mbar the bypass valve is closed and the valve above the turbopump is opened while the system continues to evacuate to high vacuum. A pump down sequence takes about 15 minutes to reach  $10^{-6}$  mbar. The pump down speed is measured and compliant with the maximum allowed pump down speed that may be applied to an EUV pellicle according to ASML guidelines.

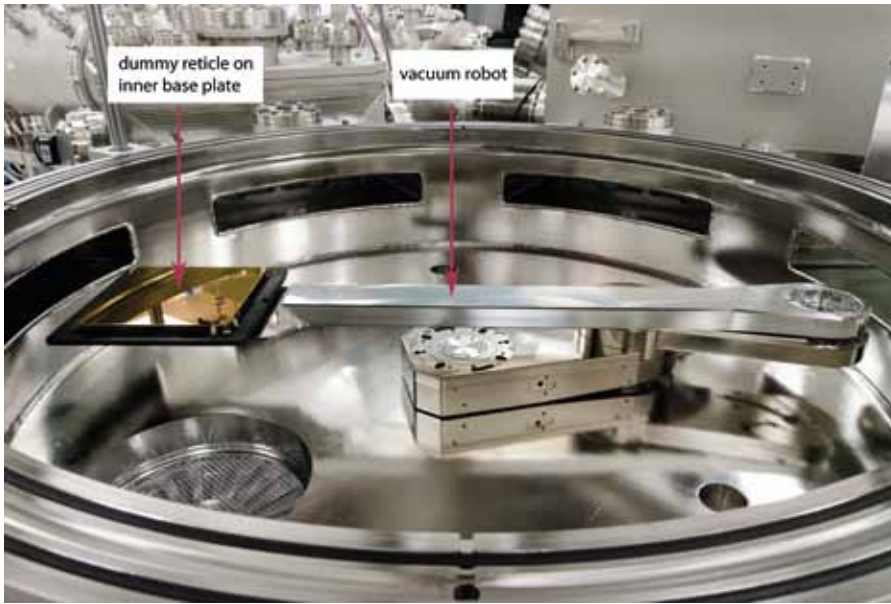
Venting of the load lock must also be slow to prevent repositioning of particles due to turbulences during venting. A low venting speed is set using an adjustable needle valve. A flow diffuser is installed inside the chamber, which also acts as a particle filter for possible particles in the  $N_2$  supply line. The  $N_2$  supply line is all metal and has a particle and

purity filter installed, resulting in a 9N quality of  $N_2$ . A protection plate is installed beneath the diffuser and above the sample to protect the top surface of the sample against a direct flow from the venting line.

The entire pump down and venting sequence is automated to guarantee simple and clean operation. Figure 3b shows the load lock of EBL2 with all the required valves to ensure particle clean pump down and venting. Figure 3c shows the load lock before shipment for integration into the vacuum handler.

### Vacuum handler

The vacuum handler is developed in cooperation between TNO and ASYS Automatic System GmbH & Co. KG. The vacuum handler is an ultra-high, ultra-clean vacuum system in contrary to the handling standard used in industry. The vacuum handler transports the samples between the attached chambers using a vacuum robot that is mounted in the centre of the vacuum chamber. This robot is especially designed to enable the vacuum handler chamber to remain an ultra-high vacuum chamber even when the robot is moving. See figure 4 for the vacuum robot with a baseplate and reticle. To ensure safe handling of the samples multiple safety checks are implemented, both in hardware and in software.



**Figure 4** Vacuum handler with a dummy reticle on an inner base plate loaded on the vacuum robot.

### XPS

Attached to the vacuum handler is an X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) system. The XPS is used to analyse samples to investigate the effects of an EUV exposure without the need to break the vacuum for analysis. The XPS is using the same interface for sample handling as the semiconductor industry standard interface. The XPS is able to measure about 60% of the surface of an EUV reticle in one run. This is limited by the restricted sample stage range of the XPS. The reticle

can be rotated 180° at the rotation station inside the atmospheric handler, such that the full reticle can be measured. This implies that the sample is exposed to ambient pressure in case the full surface of the reticle has to be analysed. For more details on the XPS, see [3].

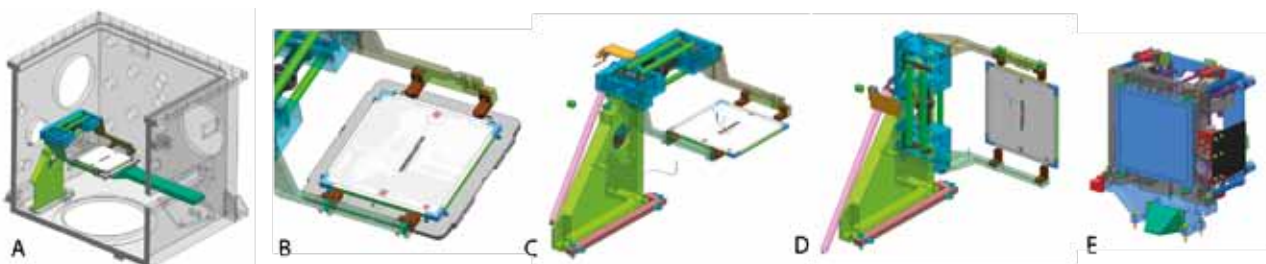
### Exposure chamber

As the name suggests, the exposure chamber is the chamber in which the samples are exposed to EUV radiation. It provides a flexible vacuum environ-

ment for conducting experiments. The installed gas system allows up to five different contamination gasses to be introduced at the same time at individual partial pressures as low as  $10^{-9}$  mbar. This is achieved by using VAT variable leak valves. Besides the contamination gasses three different process gasses can be used. These are introduced in the system using mass flow controllers. The set partial pressure levels are measured with a high end residual gas analyser (RGA) system (empirically determined lower detection limit of  $10^{-13}$  mbar). Using the process gasses the total pressure in the exposure chamber can be up to a few mbar. In order to measure low levels of contamination during an exposure, the RGA is connected to the exposure chamber with an orifice and has its own pumping system.

### Sample handling in and to the exposure chamber

Samples are mounted on the sample chuck inside the exposure chamber during an EUV exposure. When the sample is loaded on the sample chuck it has to be flipped from a horizontal orientation to a vertical orientation. This is done with the “sample gripper flipper” (SGF) that is located in the exposure chamber (figure 5).



**Figure 5** (a) Vacuum handler robot in exposure chamber; (b) Take-over reticle from inner base plate; (c) Vacuum handler robot retracted; (d) SGF has flipped the reticle vertically; (e) Reticle is mounted to sample chuck.



**Figure 6** (a) Vacuum handler robot in exposure chamber; (b) Take-over reticle from inner base plate; (c) SFG has rotated the copper plate sample; (d) The sample chuck has moved to pick-over position; (e) Copper sample mounted on sample chuck.



**Figure 7** Hexapod and bellow installed underneath the exposure chamber.

The steps for a complete transfer from the vacuum handler robot to the sample chuck are:

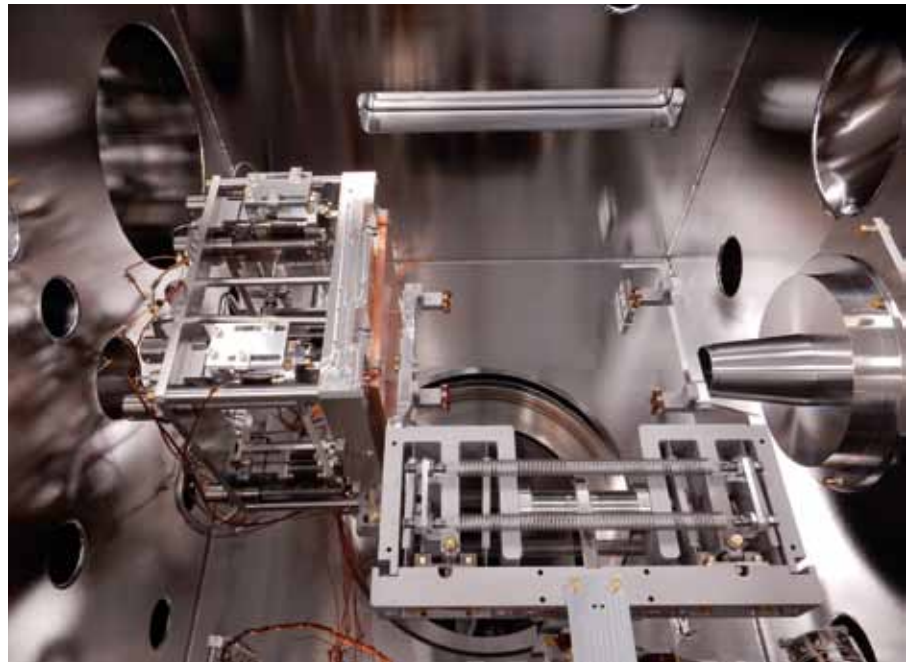
- The vacuum handler robot is extended into the exposure chamber (figure 5a);
- The sample holder or reticle is taken over from the vacuum handler robot by the SGF (figure 5b);
- The vacuum handler robot retracts into the vacuum handler chamber (figure 5c);
- The SGF now flips the sample or reticle to the vertical plane (figure 5d);
- The sample chuck can move towards the sample or reticle to take it over from the SGF (figure 5e).

When the sample chuck is at the take-over position of the SGF, four clamps fixate the sample or reticle on the chuck. After position sensors confirm that clamping is successful the SGF releases the sample or reticle. Then the sample chuck moves away from the take-over position. All flipping and gripping actions are validated by position sensors to ensure there was a safe take-over or movement. Figure 6 shows the same procedure in the realized hardware.

## Gas environment

### Design for clean manufacturing

The gas environment in the exposure chamber must be ultra-clean to prevent uncontrolled contamination of the sample. To achieve an ultra-clean vacuum system the chamber has to be as small



**Figure 8** Exposure chamber with on the left side the sample chuck with a copper sample plate mounted, at the bottom the SGF in horizontal position.

and empty as possible. However, for functionality the entire sample or reticle must be able to be moved through the focal point of the EUV beam. This prerequisite results in the required chamber dimensions. The background contamination of heavy hydrocarbons (amu 101 to 200) after a bake-out session, is at the noise level of the installed high end RGA. The sample chuck movement is accomplished with a hexapod that is located outside the exposure chamber (figure 7). The advantage is that all moving parts can be lubricated and all electronics are under ambient pressure. The seal between the atmosphere and vacuum is a large membrane bellow. The alternative to the hexapod would have been a 5-axes stage with vacuum stepper motors. This idea was rejected because of contamination concerns and availability for the required 6" stroke to cover a complete reticle.

The sample gripper flipper has two mechanical movements, the gripping and the flipping. Both mechanical movements are accomplished by actuating membrane bellows with compressed air, counteracting a spring force (figure 8). This enables the use of materials that can

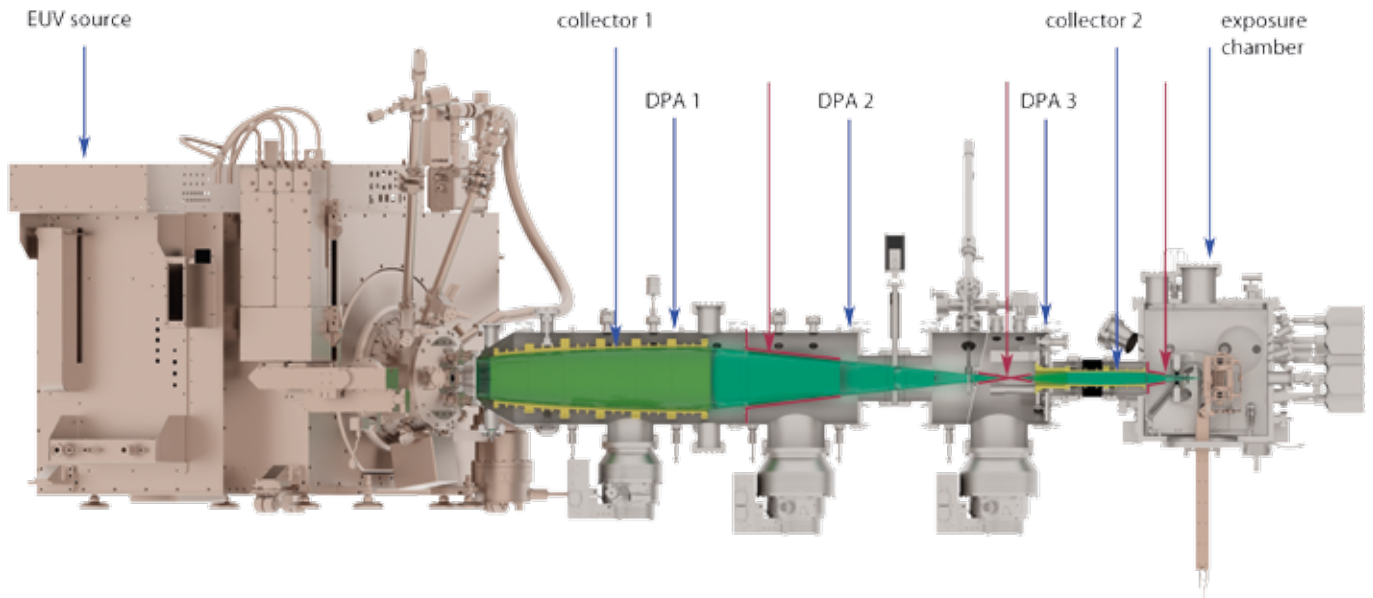
be cleaned, and withstand the harsh EUV conditions. The clamping of the sample against the sample chuck is also accomplished with membrane bellows that are actuated with compressed air.

### Cleaning of the chamber

EUV can induce a plasma in the exposure chamber and near the sample. The plasma will react with most materials. This reaction can create undesired effects on the tested sample, therefore the materials near the sample have to be extremely clean (<0.1 atomic % measured with XPS for some elements) and resistant against plasma (strongly limiting the allowed materials). For this TNO has developed a special process that cleans the materials in the exposure chamber to atomic level. Due to its size, the exposure chamber itself was cleaned at an external party after their cleaning process was validated.

### Differential pumping assembly (DPA)

The samples or reticles are exposed to EUV that is generated by an EUV source from our technology partner USHIO [5]. Directly after the EUV source the first elliptical collector (figure 9) focuses the EUV radiation in an intermediate focus.



**Figure 9** Side view of the EBL2 beam line, highlighted with red arrows the DPA cones and in yellow the two collector modules.

After the intermediate focus a second collector focuses the EUV spot in the exposure chamber that is used for the experiments (figure 10).

As shown in figure 9, the EUV source is directly connected to the exposure chamber. The EUV source is a Sn fuelled source and uses argon as an inert purge gas. For experimental reasons we do not allow argon from the source in the exposure chamber. Furthermore, the experimental gasses that are used in the exposure chamber are not allowed to enter the EUV source as this might influence its performance and reliability. Because EUV is absorbed by nearly everything, using filters or windows to separate the source and the exposure chamber is not an option. The chosen solution is to separate the different gasses by a differential pumping assembly (DPA).

The DPA consists of three chambers located between the EUV source and the exposure chamber. Each chamber has a turbo molecular pump with a pumping speed of at least 2200 l/sec. At the interface between the chambers a closely fitting flow restriction is designed around the EUV beam, which acts as a flow restriction between the chambers. Figure 11 shows the cone between DPA chambers 1 and 2, and the cone between DPA

chambers 2 and 3. The cone between DPA chambers 1 and 2 has a diameter of 30 cm and is about 50 cm long. The cone between DPA chamber 2 and 3 has a diameter of 50 mm and is 23 cm long, the opening of this flow restriction is 5 mm.

The EUV source operates at about 0.02 mbar argon, when at the same time in the exposure chamber process gas is introduced at  $10^{-2}$  mbar. The calculated partial pressure of the process gas in the EUV source is  $10^{-9}$  mbar, and the calculated partial pressure of argon in the exposure chamber is  $10^{-7}$  mbar.

### Cleanliness of the EBL2 system

#### Particle cleanliness

After an exposure of a reticle in EBL2 this reticle can be used for experiments in an EUV stepper. This means that the EBL2 system has to limit the amount of particles that are deposited on the front and the back side of the EUV reticle. Especially the back side cleanliness is important as this determines if a reticle is allowed in an ASML NXE scanner.

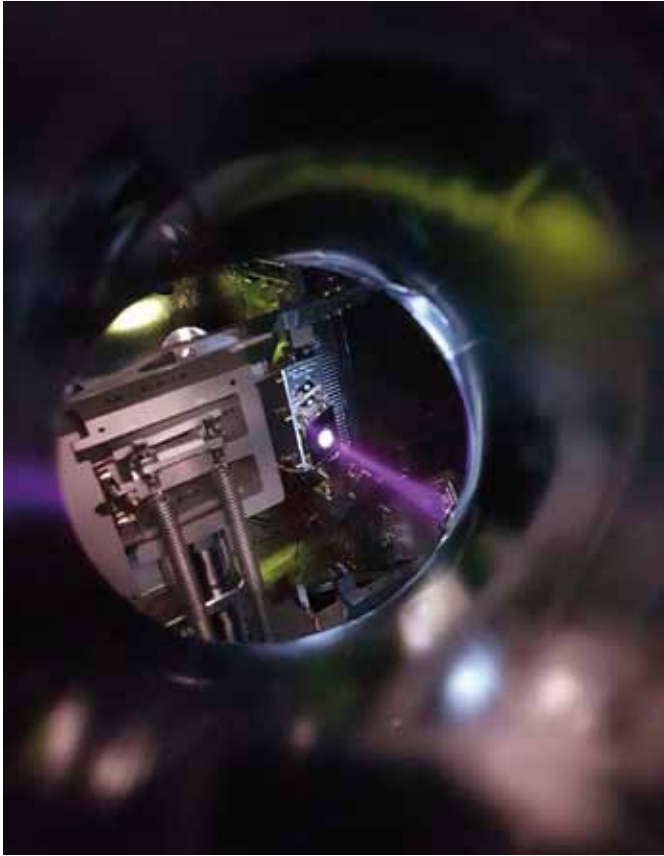
As mentioned before, special measures are taken at the load lock to limit the amount of particles that are disturbed and can deposit on the EUV reticle. Furthermore the materials that are in contact with each other or with the reticle

have been selected for low particle emission. For instance polyimide (PI) is selected because of low particle emission and high plasma resistance quality for the SGF parts that are in contact with the reticle.

During the validation of EBL2, we tested the particle compliance via a statistically determined amount of handling operations. A 150 cycle, combined atmospheric handler and vacuum handler run resulted in 1 particle bigger than  $10 \mu\text{m}$  added, which is well within the EBL2 requirement of  $<0.03$  particle per reticle pass.

#### Molecular cleanliness

Uncontrolled molecular contamination (i.e. hydrocarbons) in combination with high energetic radiation can cause carbon contamination on surfaces. In order to control molecular contamination, every submodule of the EBL2 system has its own strict requirements on partial pressure levels. For example the storage chamber has a minimum end pressure of  $< 10^{-8}$  mbar and a minimum partial pressures of  $10^{-11}$  mbar for light hydrocarbons (45 – 100 amu) and  $10^{-12}$  mbar for heavy hydrocarbons (101 – 200 amu) respectively. The vacuum handler has the following requirements:  $< 10^{-7}$  mbar as



**Figure 10** EUV beam made visible by introducing a high partial pressure of argon into the exposure chamber.



**Figure 11** (a) Cone between DPA chambers 1 and 2; (b) Cone between DPA chambers 2 and 3.

minimum end pressure,  $10^{-10}$  mbar for light hydrocarbons, and  $10^{-11}$  mbar for heavy hydrocarbons. This is driven by the different use cases for the chambers. The function of the storage chamber is long storage of samples and the vacuum handler will only be used for transporting samples between the chambers. Hence the requirements for the vacuum handler are less strict than for the storage chamber. A sample transfer between two chambers must be completed within 5 minutes, otherwise the hydrocarbons still present in the vacuum handler chamber could influence the sample.

### Conclusion

TNO has designed and built a high vacuum, ultra-clean vacuum system that can be used for EUV exposures of customer samples. EBL2 is currently undergoing experiments to demonstrate that the specified performance is met. After this is completed the system is available for customer experiments.

### Acknowledgements

TNO would like to thank its technology partners Ushio, Inc, and ASYS Automatic Systems GmbH & Co. KG for the open and constructive collaboration in designing EBL2. TNO would also like to thank the potential users of EBL2 in helping with defining the right requirements and needs for EBL2.

EBL2 is a TNO initiative and was supported by the Dutch ministry of Economic Affairs (NanoLabNL and Toekomstfonds). Additional funding was received from the Electronic Component Systems for European Leadership Joint Undertaking under grant agreement No 621280 and No 662338. This Joint Undertaking receives support from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme and Netherlands, France, Belgium, Germany, Czech Republic, Austria, Hungary, Israel.

### References:

- 1 First light at EBL2, *Proc. SPIE 10143, Extreme Ultraviolet (EUV) Lithography VIII*, 101431N (March 24, 2017); doi:10.1117/12.2257997.
- 2 EBL2: high power EUV exposure facility, *Proc. SPIE 9985, Photomask Technology 2016*, 998520 (October 5, 2016); doi:10.1117/12.2240921.
- 3 EBL2, a flexible, controlled EUV exposure and surface analysis facility, *Proc. SPIE 9984, Photomask Japan 2016: XXIII Symposium on Photomask and Next-Generation Lithography Mask Technology*.
- 4 EBL2 website: [www.tno.nl/eb2](http://www.tno.nl/eb2)
- 5 TNO and Ushio partnership, <https://www.tno.nl/en/about-tno/news/2016/2/tno-and-ushio-establish-partnership-to-enable-development-of-next-generation-lithography-components/>

Save the date: **Friday 20 April 2018**



**NEVAC day  
Twente  
University  
Enschede**



Organisation:  
Arie van Houselt  
[a.vanhouselt@utwente.nl](mailto:a.vanhouselt@utwente.nl)



# HIPACE<sup>®</sup> 300 H

The turbopump with highest compression for light gases

- Specifically designed for light gases
- Ideal for HV and UHV applications
- Best UHV pressures even in combination with diaphragm pumps

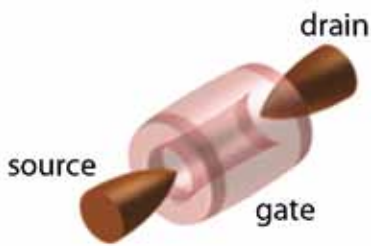
Are you looking for a perfect vacuum solution? Please contact us:

**Pfeiffer Vacuum Benelux B.V.** · T +31 345 478 400 · F +31 345 531 076 · [office@pfeiffer-vacuum.nl](mailto:office@pfeiffer-vacuum.nl)  
[www.pfeiffer-vacuum.com](http://www.pfeiffer-vacuum.com)

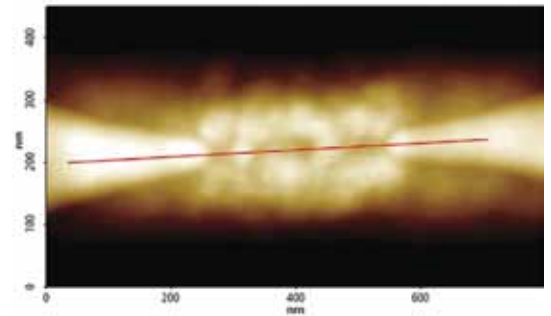
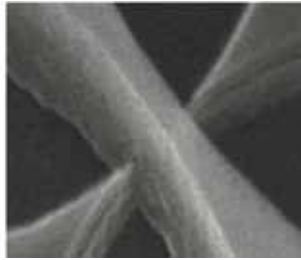




# Radiobuistechnologie herleeft bij ruimtevaart



Links het principe van de vacuümkanaal-transistor, met emitter (source) basis met vacuümkanaal (gate) en collector (drain). Rechts een afbeelding gemaakt met een elektronenmicroscop.



Afbeelding gemaakt met een atoomkrachtmicroscop met in het midden de basis met het vacuümkanaal.

Het uitvallen van elektronische systemen is een veel voorkomend probleem bij ruimtemissies, ondanks dat deze meestal voorzien zijn van vele backup-systemen. De elektronica van ruimtevaartuigen is niet goed bestand tegen de ioniserende straling in de ruimte. Halfgeleiders die gebruikt worden voor de elektronica in ruimtevaartuigen kunnen door de effecten van de voortdurende straling en snelle temperatuurveranderingen defecten gaan vertonen op de nanoschaal waardoor elektronen kunnen wegklimen. Een transistor waarin de elektronen door een vacuüm bewegen tussen emitter en collector, zoals in oude radiobuizen, heeft daar vrijwel geen last van. Daarnaast is de mobiliteit van elektronen in vacuüm hoger dan in vaste stof. NASA-onderzoeker Jin-Woo Han (Ames Research Center for Nanotechnology in

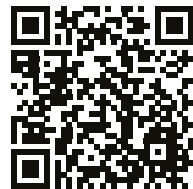
California, VS) probeert defecten aan transistoren in de ruimte te voorkomen met behulp van nieuwe nano-elektronica waarin de elektronen zich verplaatsen door nanovacuumkanalen. Zijn team heeft daarvoor verschillende materialen en structuren bestudeerd. Het meest veelbelovend was een op silicium gebaseerde combinatie van nanodraden voor de collector en emitter en een basis (gate) met daarin een vacuümkanaal van ongeveer 250 nm lang.

Het team van Jin-Woo Han gebruikte standaard silicium halfgeleider productietechnieken voor de fabricatie van deze vacuümkanaal-transistor. De productie van grotere aantallen wordt nu verder onderzocht. Verder kan de vacuümkanaaltransistor nog efficiënter en betrouwbaarder gemaakt worden, daarvoor wordt het gebruik van siliciumcar-

bide en grafeen als alternatieve materialen onderzocht.



Bron: [electroiq.com/blog/2017/07/nasas-new-vacuum-channel-nanoelectronics-rely-on-park-systems-afm/](http://electroiq.com/blog/2017/07/nasas-new-vacuum-channel-nanoelectronics-rely-on-park-systems-afm/)



Lezing van Jin-Woo Han hierover: [www.nasa.gov/ames/ocs/2016-summer-series/jin-woo-han](http://www.nasa.gov/ames/ocs/2016-summer-series/jin-woo-han)

## Groeiende markt voor vacuümapparatuur voor de halfgeleiderindustrie

Volgens een bericht van marktonderzoeksbureau VLSI Research in augustus kocht de halfgeleiderindustrie in 2016 voor 1,9 miljard dollar aan vacuümapparatuur, voornamelijk vacuümpompen, manometers en afsluiters. In 2016 was 68 procent van de markt in handen van vijf leveranciers van vacuümapparatuur: Edwards, VAT, Pfeiffer, MKS en Ebara. In dat jaar werd 58 procent van alle vacuümapparatuur verkocht door Europese bedrijven, 21 procent door Japanse bedrijven en 16 procent door bedrijven in Noord-Amerika.

Door de miniaturisering wordt het voor de productie van

halfgeleiders steeds belangrijker te werken in vacuüm. Daarom verwacht VLSI Research dat deze markt voor vacuümonderdelen in 2022 nog 62 procent groter is dan nu, namelijk 3,1 miljard dollar.

Het toenemende gebruik van vacuümapparatuur is gerelateerd aan de productie van driedimensionale flashgeheugens (3D NAND) waarvoor vele depositie- en etsstappen nodig zijn. Ook de nieuwste methode voor het maken van chips met behulp van extreem-ultravioletlithografie werkt in vacuüm, zie de artikelen over TNO's EBL2 in dit nummer.

# Gloeilampen

Deze rubriek belicht in vier delen de geschiedenis van het gebruik van vacuüm in elektrische en elektronische apparatuur vanaf de negentiende eeuw. Die eeuw wordt gekenmerkt door de industriële revolutie, na de ontwikkeling van een rendabele stoommachine, eind achttiende eeuw door James Watt in Engeland. Ook op het vasteland van Europa waren de nodige nieuwe dingen ontdekt, zoals de uitvinding van de batterij van Alessandro Volta in 1800, de wet van Oersted voor het verband tussen elektriciteit en magnetisme (1820), de wet van Ohm (1825), en de dynamo's van Faraday (1832), Siemens (1867), en Gramme (1871). Ook op het gebied van vacuüm stonden de ontwikkelingen niet stil. Denk aan de vacuümpompen van Geißler (1855), Töpler (1862) en Sprengel (1873).

Theo Mulder

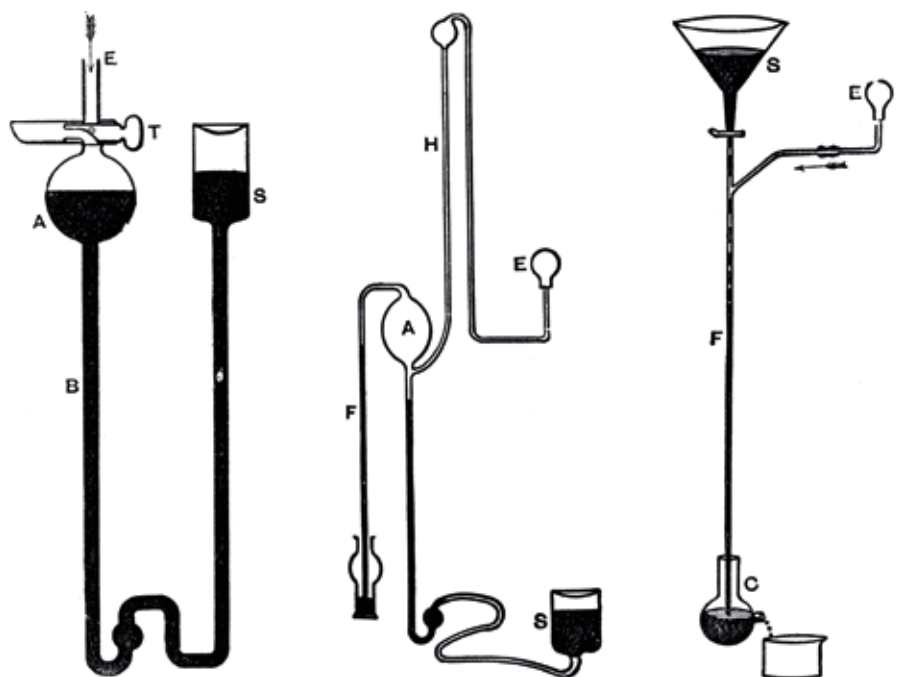
## Het eerste elektrische licht

In de negentiende eeuw werden huizen verlicht met behulp van gas. Hele wijken en steden werden voorzien van een gasnet, zodat vele huishoudens daarvan gebruik konden maken. In 1810 had Sir Humphrey Davy een eerste elektrische lichtbron gedemonstreerd voor de Royal Institution in Londen: een enorm sterke lichtboog tussen twee koolstofstaven. In 1876 vond de Russische ingenieur Pavel Jablochhoff een elektrische booglamp uit. In 1878 werd de hele Avenue de l'Opera in Parijs door 64 van deze "kaarsen" verlicht. Het was heel fel licht, ongeschikt voor gebruik in huis. Een ander nadeel was dat deze lampen laagohmig waren, veel stroom gebruikten en in serie stonden, dus als er één uitviel, dan gingen ze allemaal uit. De brandduur was overigens maar ongeveer twee uur. Deze lampen werden gevoed door de gelijkstroombynamo, die in 1871 was uitgevonden door Zénobe Gramme. Toen Thomas Edison in die jaren besloot elektriciteit voor verlichting te gaan gebruiken, stonden deze nadelen hem duidelijk voor ogen. Hij bestudeerde uitvoerig

het systeem met gaslampen en kwam tot de conclusie dat de elektrische lampen parallel moesten worden geschakeld en niet in serie. Dat vereiste een lamp met een hoge weerstand. Er werden vele ex-

perimenten gedaan met gloeidraden van platina, iridium, rhodium, boor, chroom, ruthenium, titaan en zelfs met ijzer, koper, zink en cadmium, maar alles mislukte omdat de gloeiende draad omgeven was door lucht.

Zo kwam het dat Edison besloot de experimenten in vacuüm over te doen. Hij sloot een platinadraad onder een glazen stolp aan op twee elektrisch geïsoleerde doorvoeren in de bodemplaat. De enige pomp in zijn laboratorium stond op een hoek van een tafel, het was een dubbelwerkende zuigerpomp, zoals op de foto. Na langdurig pompen gaf de U-buismanometer een druk aan van 1 mm kwik. Zodra er echter stroom door de draad werd gestuurd, liep de druk op. De eerste conclusie was dat de pomp moest lekken. Alles werd nagekeken en alle afdichtingen uitvoerig ingeveet waarna de proef



Geißler- (links), Töpler- (midden) en Sprengelpomp (rechts). Door kwik (zwart) te gebruiken als een "zuiger" is het probleem opgelost dat er altijd lekkage was bij de zuiger en de in- en uitlaatklep. Bij de voor die tijd bekende mechanische zuigerpompen was de einddruk daarom altijd beperkt.



Dubbelwerkende zuigerpomp.



De pompen van Edison.

werd herhaald. Bij het volgende experiment liep de druk opnieuw op zodra er stroom door de draad werd gestuurd. “Blijven pompen” was het advies van Edison, die op dit moment een nieuwe ontdekking deed, namelijk dat er gas uit de gloeidraad kwam als het platina heet werd. Toen al het gas er was uitgestookt, bleef de druk constant, óók bij een lichtgevende gloeidraad, die overigens véél meer licht gaf dan toen deze nog brandde in lucht. Andere metalen lieten hetzelfde verschijnsel zien van het uitstoken van gassen. Edison beseftte dat vacuüm de oplossing zou worden voor zijn probleem en dat de huidige mechanische pomp niet het vereiste vacuüm zou kunnen leveren.

#### Een beter vacuüm

De uitvinding van de Sprengelpomp in 1873 was inmiddels ook in Amerika bekend. Maar ja, hoe kwam je aan zo'n pomp. Mr. Upton, een van Edisons medewerkers, herinnerde zich dat zijn voor-

malige leermeester professor C.F. Bracket van de Princeton University er eentje uit Duitsland had gekregen. De volgende dag ging Upton naar Princeton en hij kwam inderdaad terug met de Sprengelpomp, hij had deze te leen gekregen.

Toen moest er dus op korte termijn van alles gebeuren, zoals glasballonnen blazen, doorvoeren maken, allerlei gloeidraden kiezen, kwik bestellen en reinigen. De vele experimenten daarna wezen echter uit dat een metalen gloeidraad niet de juiste oplossing zou bieden, vanwege de toch nog lage weerstand. Edison besloot om koolstof te gebruiken.

Ondertussen had hij wel gemerkt dat het evacueren met de Sprengelpomp nogal wat tijd kostte. Een Geißlerpomp had een grotere pompsnelheid en Upton kreeg de opdracht een tekening te maken van een combinatie van deze twee pompen. “En sluit dan ook meteen een McLeodmanometer aan, zodat we de druk kunnen meten”, zei Edison. De McLeodmanometer was in 1874 uitgevonden en

was in die tijd de enige vacuümmeter die lage drukken kon meten. Intussen was ook Ludwig Boehm, een ex-medewerker en glasblazer van de beroemde uitvinder van de vacuümpomp Heinrich Geißler, uit Duitsland overgekomen om zijn geluk in dit nieuwe land te beproeven. Hij kreeg een aanstelling bij Edison en meteen de opdracht om deze nieuwe combinatie van pompen te maken.

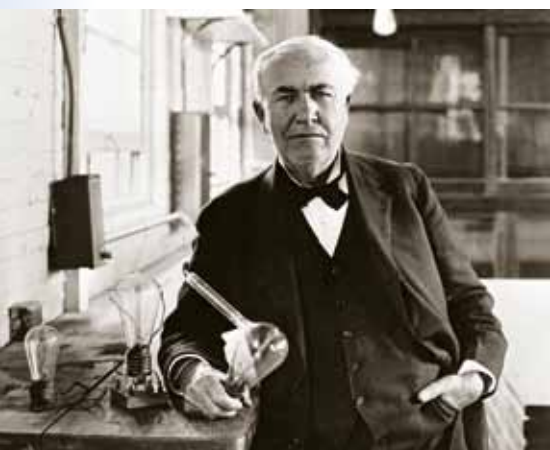
#### Op zoek naar de juiste gloeidraad

Toen begon weer een moeizame periode van vallen en opstaan. Vele soorten draden werden gemaakt, van vezels van bamboe en kokosnoot tot linnen, wol, katoen en naaigaren, ingesmeerd met een mengsel van roet van lampen en teer. Daarna moesten deze in een mal in een oven worden verkoold. Het was nog een hele toer om deze fragiele kooldraad op de aansluitdraden te monteren, vervolgens de glazen ballon eromheen te smelten en aan te sluiten aan de vacuümpomp. Dat er bij al deze handelingen wel



De eerste gloeilamp brandt 45 uur!

eens iets mis kon gaan, was dan jammer, Edison beschouwde dit als een uiterst nuttig leerproces. Bij veel van deze experimenten bleef de gloeidraad soms enkele minuten branden. Er waren er ook bij die het wel een paar uur volhielden. Uiteindelijk slaagde Edison erin op 21 oktober 1879 een eerste lamp te maken die meer dan 45 uur bleef branden. Ze waren op de goede weg!



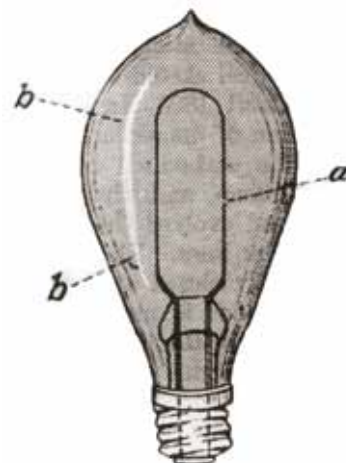
Edison met een gloeilamp voor het Edison-effect in 1883.

Nadat de lamp opzettelijk was doorgebrand na het verhogen van de spanning, werd de gloeidraad onder een microscoop bekeken. Edison was niet tevreden, de koolstofdraad was verre van homogeen. De volgende gloeidraad werd gemaakt van zogenaamd Bristolkarton. Een hoefijzervormige draad werd uit dit karton gesneden en in een mal in de oven verkoold. Deze vondst bleek zeer succesvol en er zijn vele van deze gloeilampen gemaakt.

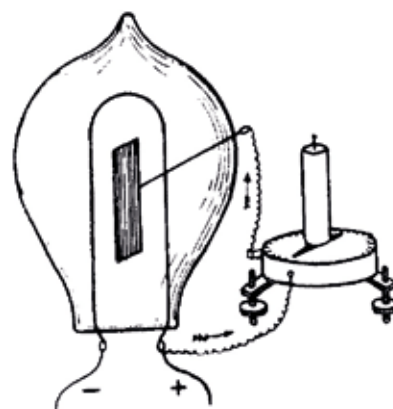
#### Het Edison effect

Toen er eenmaal veel van deze lampen in omloop waren en deze ook langere tijd werden gebruikt, bleek dat de glazen ballon aan de binnenkant zwart werd. Blijkbaar verdampte er wat koolstof. Als door een onvolkomenheid in de gloeidraad één helft veel heter werd of doorbrandde, ontstond aan de andere kant een blanke schaduwstreep.

Om dit tegen te gaan plaatste Edison in 1883 een metalen strip tussen de poten



De eerste gloeilampen werden aan de binnenkant zwart. a = gloeidraad, b-b = blanke schaduwstreep.



Het Edison-effect.

van de hoefijzervormige gloeidraad en voerde deze met een aparte aansluitdraad naar buiten. Tot zijn verbazing kon hij een stroom meten als hij deze plaat met de positieve pool van de spanning over de gloeidraad verbond, terwijl er geen stroom liep als de plaat verbonden werd met de negatieve pool. Edison had er geen verklaring voor en onderzocht het ook niet verder. Het verschijnsel werd bekend onder de naam "Edison-effect". Edison kreeg er op 21 oktober 1884 patent op maar er was geen sprake van een praktische toepassing. In de volgende aflevering van deze rubriek wordt beschreven hoe dit effect leidt tot de ontwikkeling van radiobuizen.

#### Literatuur:

Francis Jehl, Menlo Park Reminiscences, 1937/1990

# SMC para-seal gate valve: Minder deeltjes en langere levensduur

SMC introduceert een nieuwe gate valve (XGTP-serie) voor load-lock applicaties in de halfgeleider-industrie.

Para-seal staat voor 'parallel seal': het haaks sluiten van de klep met een exacte 90 graden beweging (L-motion). De XGTP-uitvoering werkt op een lagere druk met een nieuw mechanisme dat minder vibratie oplevert. In combinatie met een operationele druk van 0,25 MPa leidt dit tot een lagere seal-belasting, waardoor minder deeltjes ('particles') vrijkomen bij het bewegen van de klep en onderdelen. De klep functioneert ook bij hogere drukwaarden, maar optimaal bij 0,25 MPa. Met ten

minste 3 miljoen cycli heeft de nieuwe uitvoering ook een langere levensduur.

De voorganger, de XGT gate valve, sluit op basis van een J-motion beweging, waardoor de druk op de seal tijdens het sluiten ongelijkmatiger is, met iets meer slijtage en vrijkomende deeltjes. De nieuwe para-seal versie heeft 11% minder onderdelen, waardoor de betrouwbaarheid is toegenomen en de kosten lager zijn.

Er is keuze uit verschillende typen sealmateriaal, afhankelijk van de processen. De XGTP kan ook worden toegepast bij hoge temperaturen tot 120°C en operationele drukken van 0,25 tot 0,5 MPa. Zowel de metalen gelaste balg als de seal zijn goed bereikbaar en kunnen worden vervangen zonder de gehele XGTP te demonteren.



## Specificaties XGTP gate valve SMC

Werkdruk	1,0×10 <sup>-6</sup> Pa tot atmosferisch
Intern verlies	6,5×10 <sup>-10</sup> Pa m <sup>3</sup> /s
Intern verlies zuigdruk	6,5×10 <sup>-8</sup> Pa m <sup>3</sup> /s
Extern verlies	6,5×10 <sup>-11</sup> Pa m <sup>3</sup> /s
Gate-temperatuur	120 °C
Werktemperatuur	20 - 60 °C
Operationele druk	0,25 - 0,6 MPa
Operationele tijd	1 s of minder
Balgen	Onderhoud mogelijk
Gewicht	12 kg



## Oproep aan bedrijfsleden

**Het NEVAC blad heeft drie bedrijfsrubrieken:**

- Vacuümtechniek
- Nieuw product
- Viewport

De richtlijnen voor deze rubrieken staan op [www.nevac.nl](http://www.nevac.nl)

Uw bijdrage voor deze rubrieken kunt u sturen naar:  
[redactie@nevac.nl](mailto:redactie@nevac.nl)

# Student of promovendus? Win 15 minutes of fame & 1000 euro!



Stein van Eden (DIFFER) won dit jaar de NEVAC-prijs van 1000 euro en presenteerde zijn werk tijdens de NEVAC-dag. Volgend jaar kun jij degene zijn die de NEVAC-prijs wint voor het beste artikel gerelateerd aan vacuüm.

Deel je onderzoek en je kennis op het gebied van vacuümtechniek in een helder geschreven artikel van 2000 woorden. 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. Stuur het uiterlijk **1 februari 2018** naar: [redactie@nevac.nl](mailto:redactie@nevac.nl)

Geplaatste artikelen van studenten/promovendi worden **altijd beloond met 250 euro!**

Ken je iemand die het *NEVAC blad* niet leest en wel een toepasselijk artikel kan schrijven, wijs die persoon dan op de mogelijkheid om deel te nemen. Bijdragen in het Engels van in Nederland werkende niet-Nederlands-taligen zijn welkom.

Uitgebreide richtlijnen voor auteurs staan op:

[www.nevac.nl/1019/richtlijnen-voor-auteurs](http://www.nevac.nl/1019/richtlijnen-voor-auteurs)

This year, Stein van Eden (DIFFER) was the winner of the NEVAC Prize (1000 Euro) and he presented his work during the NEVAC day. Next year you could be the NEVAC Prize winner for the best article related to vacuüm.

Share your research and knowledge on vacuum related science in a clearly written 2000 word paper. *NEVAC blad* readers have technical, physical or chemical backgrounds and all of them should be able to understand your article. The deadline is **February 1, 2018**. Email your paper to: [redactie@nevac.nl](mailto:redactie@nevac.nl)

Notice that NEVAC always rewards published articles written by (PhD) students **with 250 Euro!**

If you know a student with a great vacuum research story to tell, whom might not receive this *NEVAC blad* please pass on this message. Non-Dutch speaking students working in the Netherlands are allowed to publish in English.

Extensive author guidelines are published at:

[www.nevac.nl/1370/author-guidelines](http://www.nevac.nl/1370/author-guidelines)

# Agenda

14-18 januari 2018

45th Conference on the Physics and Chemistry of Surfaces and Interfaces (PCSI-45), Kona, Hawaii, VS

23-24 januari 2018

Physics@Veldhoven 2018, Koningshof, Veldhoven

31 januari 2018

Advancing PV: from passivation to contacts – A passivating contact workshop, Eindhoven

26-28 februari 2018

Big Science Business Forum 2018 (BSBF2018), Kopenhagen, Denemarken

13 april 2018

Fysica 2018, Utrecht

20 april 2018

NEVAC-dag 2018, Universiteit Twente, Enschede

17-22 juni 2018

European Vacuum Conference EVC-15, Genève, Zwitserland

29 juli - 1 augustus 2018

18th International Conference on Atomic Layer Deposition (ALD 2018), Incheon, South Korea

13-16 augustus 2018

The 9th Vacuum and Surface Science Conference of Asia and Australia, Sydney, Australië

2-6 september 2018

83rd IUVESTA Workshop: New Horizons in Boron-Containing Coatings, Vadstena, Sweden

14-19 oktober 2018

85 IUVESTA Workshop on Nanoporous Materials for Green Energy Conversion and Storage, Seggau, Oostenrijk

21-26 oktober 2018

AVS 65th International Symposium & Exhibition, Long Beach, CA, VS

1-5 juli 2019

21st International Vacuum Congress, Malmö, Zweden

Links naar websites: zie de agenda op [www.nevac.nl](http://www.nevac.nl)



## Word nu NEVAC-lid

en ontvang drie maal per jaar het  
*NEVAC blad*

**Andere voordelen**

Contact met vakgenoten

Vakexcursies

Symposia

Voor bedrijfsleden:

vermelding op de NEVAC-website

**Kosten per jaar**

Gewone leden € 20,-

Studenten en promovendi € 5,-

Bedrijfsleden € 150,-

**U kunt zich aanmelden met het formulier op**

**[www.nevac.nl](http://www.nevac.nl)**

# Tailored Solutions

from an unparalleled spectrum of technologies.

## Products & Capabilities

With the merger of VG Scienta and Omicron to Scienta Omicron, the most advanced capabilities in Photoelectron Spectroscopy (PES), Scanning Probe Microscopy (SPM), Thin-Films and System Solutions comes together under one roof. Here, we outline some of the combined capabilities. In fact, VG Scienta and Omicron have already delivered a number of systems together in the past.

For more information please check our new website [www.scientaomicron.com](http://www.scientaomicron.com)



### APPES Systems

Scienta Omicron is currently developing the next generation platform for Ambient Pressure PES, utilising the latest advances in sample handling and sample environment control. The platform will be based on the imaging capabilities and outstanding transmission of the Scienta HiPP-3 analyser. In combination with the XM1200 monochromatic x-ray source, this will be the most efficient lab system for APPES ever.



### MULTI-TECHNIQUE Systems

Omicron has a long history of delivering systems combining different analytical techniques as well as deposition and other modules. These capabilities are now even stronger with the in-house availability of the complete Scienta range of analysers. An example of an ARPES and low temperature STM combination system is shown above. System equipped with Scienta R4000 analyser and Omicron LT STM ARPES module equipped with Scienta R3000 analyser.

scientaomicron

[www.scientaomicron.com](http://www.scientaomicron.com)