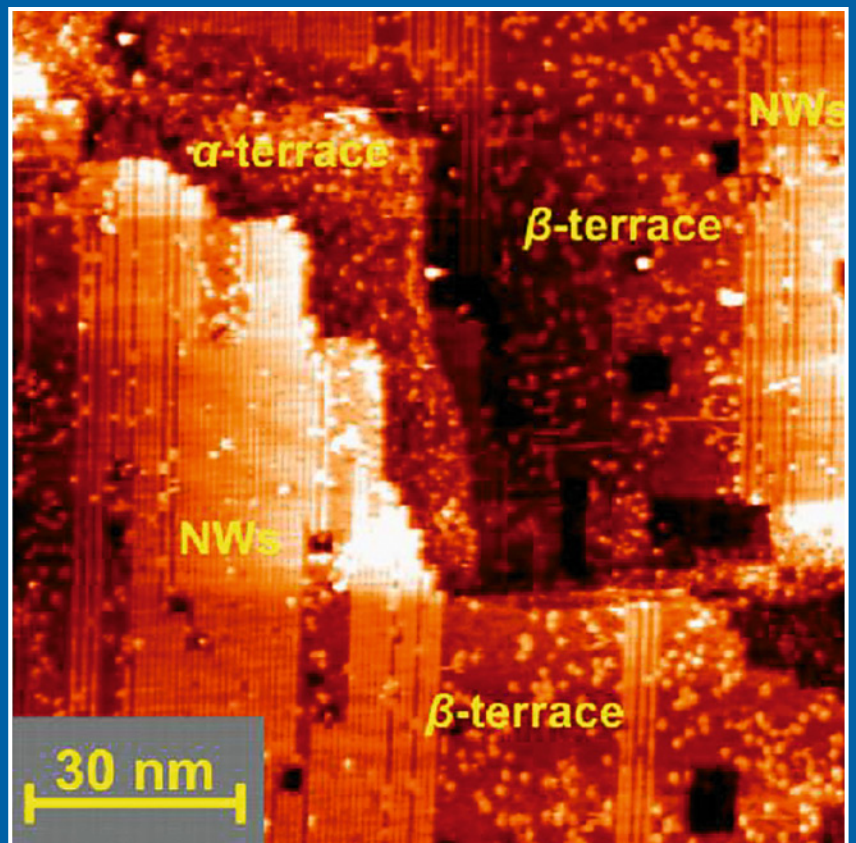


# NEVAC *blad*

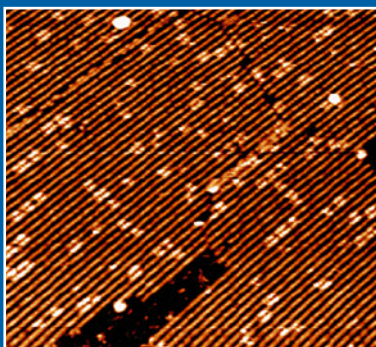
JAARGANG 49 / UITGAVE 2

## Moleculaire bruggen



### Verder in de uitgave:

- NEVACprijs 2011 en 2012
- Kalibratie van de precursor flux in een elektronenmicroscop
- In memoriam Frans Habraken



# Vacuum Technology

## Basis for Innovation and Process Optimization



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

Our range of high-performance products comprises:

- Vacuum components
- System solutions
- Services



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

**oerlikon**  
leybold vacuum

## Colofon

### Redactie

Dr. G. Palasantzas  
Prof.dr. ir. B.J. Kooi

### Web-adres

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

### Redactiesecretariaat

Dr. G. Palasantzas / Dr. ir. B.J. Kooi  
Rijks Universiteit Groningen  
Applied Physics  
Zernike Institute for Advanced Materials  
Nijenborgh 4  
9747 AG Groningen  
telefoon: 050-3634272 / 050-3634896  
e-mail: [g.palasantzas@rug.nl](mailto:g.palasantzas@rug.nl) / [b.j.kooi@rug.nl](mailto:b.j.kooi@rug.nl)

### Adres abonnementenadministratie

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](mailto:penningmeester@nevac.nl)

### Abonnementen

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

### Advertentie-exploitatie en druk

AriëS Grafische vormgeving / Ben Mobach  
Torenberglaan 42  
5628 EP Eindhoven  
Telefoon 040-2422366 / 0624860322  
e-mail: [ben.mobach@chello.nl](mailto:ben.mobach@chello.nl)

### Grafische vormgeving en realisatie

AriëS Grafische vormgeving / Ben Mobach  
Eindhoven

### Verschijningsstijpsten 2011

Eerste helft april  
Tweede helft juni  
Tweede helft september  
Eerste helft december

### Diversen

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

### Vergoeding kopij

Artikelen in het Nederlands van welke aard dan ook over vacuümtechniek en haar toepassingen worden door de redactie zeer op prijs gesteld. In bepaalde gevallen kan voor artikelen zonder commerciële achtergronden een vergoeding van € 20,- per pagina tekst worden gegeven. Voor studenten is er een kopij vergoeding van € 100,- per artikel.

ISSN 0169-9431

## Op de voorpagina

Het grote figuur op de voorkant toont een scanning tunneling microscoop (STM) afbeelding van een Ge(001) oppervlak waarop eerst wat Pt gedeponeerd is dat nanodraden (NWs) vormt en vervolgens Koper-Phthalocyanine (CuPc) moleculen.

Het kleine figuur toont Au nanodraden met daarop de CuPc moleculen.

## Verenigingsgegevens

### Ereleden

L.G.J.M. Hassink, Stibbe 23, 2421 MR Nieuwkoop  
G. Ikking, Artemisstraat 34, 2624 ZN Delft  
† Prof.dr. J. Kistemaker, Jan Steenlaan 27, flat C2, 3723 BT Bilthoven  
† 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.ir. W.M.M. Kessels, voorzitter  
J.W.M. van Kessel, secretaris  
Prof.dr. P.M. Koenraad, vice-voorzitter  
Dr. A.R.H.F. Ettema, penningmeester

### Adres secretariaat

Jan W.M. van Kessel  
Heyendaalseweg 135, 6525 AJ Nijmegen, Postbus 9010, 6500 GL Nijmegen.  
Telefoon: 024-3653068, e-mail: [j.vanKessel@science.ru.nl](mailto:j.vanKessel@science.ru.nl)

### Adres ledenadministratie

p/a Dr. A.R.H.F. Ettema  
SPECS Nanotechnology BV, Delftechpark 26, 2628 XH Delft, The Netherlands  
Telefoon: +31 15 2600406, Fax: +31 15 2600405, e-mail: [penningmeester@nevac.nl](mailto:penningmeester@nevac.nl)

### Inlichtingen over opleidingen en examens

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

### Penningmeester NEVAC

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

### Contributies

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

## Inhoud

Redactioneel	pagina 4
NEVAC prijs	pagina 5
Moleculaire bruggen, dynamica...	pagina 7
Kalibratie van de precursor...	pagina 13
Agenda	pagina 17
In memoriam Frans Habraken	pagina 21



## Redactioneel

Dit tweede nummer van 2011 bevat een hoofdzakelijk wetenschappelijk verhaal en een duidelijk meer technologisch geïntereerd artikel.

Het eerste verhaal, geschreven door Tijs Mocking en co-auteurs van de onderzoeksgroep 'Physics of Interfaces and Nanomaterials', MESA+ Institute for Nanotechnology, Universiteit Twente, gaat over scanning tunneling microscopy aan Ge(001) oppervlakken waarop eerst een klein beetje Pt of Au wordt gedeponeerd dat zich ordend in nanoraden, waarna vervolgens Koper-Phthalocyanine (CuPc) moleculen worden gedeponeerd. Begrip van dergelijke systemen kan belangrijk zijn voor de ontwikkeling van moleculaire elektronica.

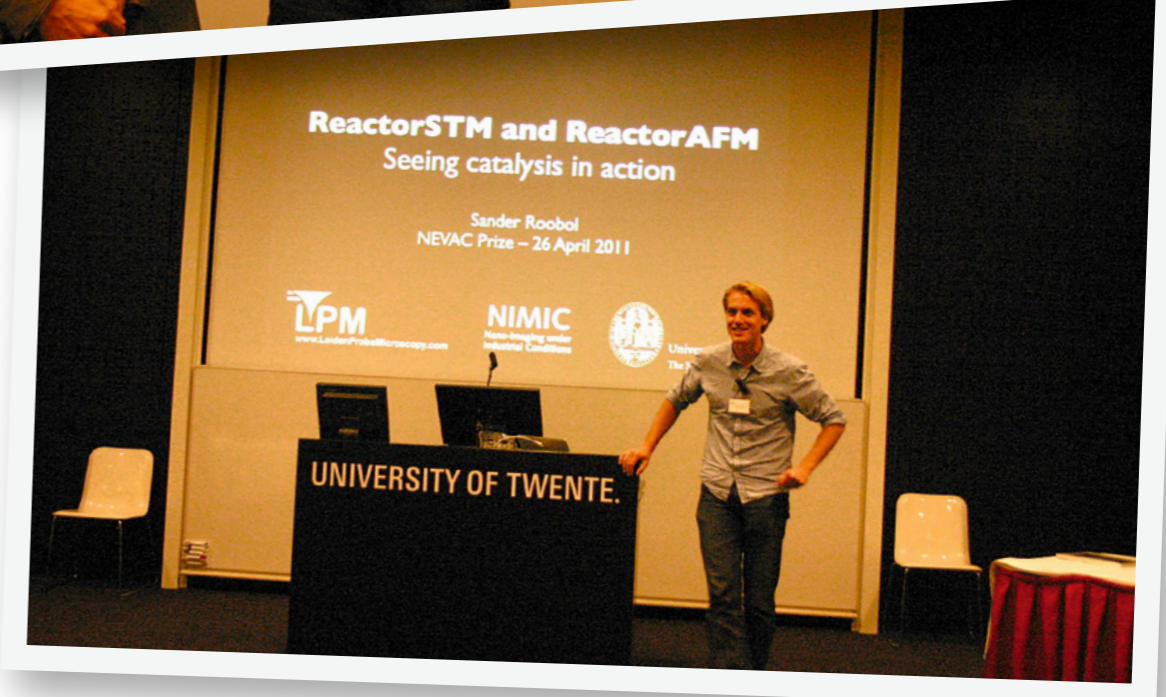
Het tweede verhaal is van de hand van Rick Siebers in samenwerking met FEI Company uit Eindhoven en gaat over kalibratie van de precursor flux in een elektronenmicroscop. Materiaal kan gedeponeerd worden door middel van decompositie van een lokaal aangevoerde precursor flux. Om dit depositieproces goed gecontroleerd te kunnen uitvoeren is een goede kalibratie van de precursor flux belangrijk en niet triviaal zoals in het artikel uitgelegd wordt.

Ook in dit nummer enige aandacht voor de NEVACprijs.

## NEVACprijs 2011 en 2012

De twee foto's tonen Sander Roobol van de Universiteit Leiden als winnaar van de NEVACprijs 2011 tijdens de NEVACdag die 26 april jl. in Twente gehouden is. Bij deze prijsvraag worden door M.Sc. of Ph.D. studenten ingestuurde vacuüm-gerelateerde artikelen beoordeeld.

Ook voor 2012 staat de NEVAC prijsvraag weer open en kunnen dus artikelen ingestuurd worden; zie voor meer details de aparte advertentie op de pagina hierna.



De sluitingsdatum van kopij voor het derde nummer van het NEVAC-blad 2011 is 7 november 2011.





NEVAC prijs

Deel je onderzoek of kennis op het gebied van vacuümtechniek en

WIN €1000,-

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

Stuur voor 15 januari 2012 een duidelijk en helder wetenschappelijk of technisch artikel voor een breed fysisch en chemisch publiek naar het NEVAC blad.

Het artikel kan per email worden verzonden aan [secretaris@nevac.nl](mailto:secretaris@nevac.nl)

Kijk voor meer informatie op de website van de NEVAC:

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

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

# Moleculaire bruggen, dynamica en massatransport op nanoschaal

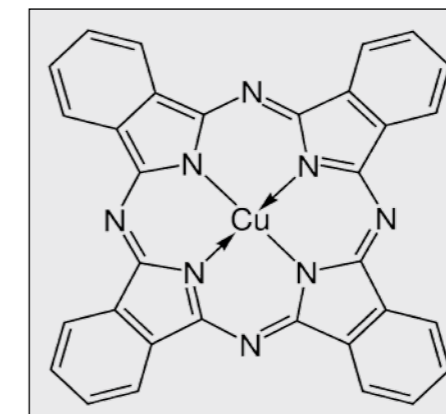
T. F. Mocking, A. Kumar, R. P. Berkelaar, *Physics of Interfaces and Nanomaterials, MESA+ Institute for Nanotechnology, Universiteit Twente, P.O. Box 217, 7500 AE Enschede, The Netherlands*

Wij beschrijven de adsorptie van Koper-Phthalocyanine (CuPc) moleculen op Au- en Pt-gemodificeerde Ge(001) oppervlakten met behulp van een scanning tunneling microscop (STM) bij lage temperaturen (77 K) in een ultra hoog vacuüm (UHV) systeem. De adsorptie van CuPc op de Au-geïnduceerde nanodraden geeft aanleiding tot verschillende "moleculaire brug" configuraties tussen twee aangrenzende nanodraden. Ook worden voor sommige configuraties interessante verplaatsingen en rotaties van het molecuul op het oppervlak waargenomen. Op vergelijkbare wijze worden ook verschillende configuraties van CuPc op de Pt nanodraden waargenomen. Voor moleculen geadsorbeerd op de Pt nanodraden wordt een tip-geïnduceerd transport waargenomen.

Met de miniaturisatietrend in de halfgeleiderindustrie in het achterhoofd is het maar een kleine stap om bij de nanoelektronica en moleculaire elektronica terecht te komen [1, 2]. Perfect op maat gemaakte moleculen kunnen dienst doen als draden, geheugens, diodes, schakelaars en zelfs transistoren. Echter, om dergelijke fysische structuren van nanoformaat te realiseren is het van belang om meer kennis op te doen van de fysica en de chemie op de nanometerschaal en dan voornamelijk het ladingtransport via het molecuul-metaal raakvlak [2]. Wereldwijd wordt er veel moeite gestopt in het fabriceren en manipuleren van materialen tot op atomair niveau om meer inzicht te krijgen in het ladingtransport als functie van moleculaire orbitaalenergie, bindingsenergie en adsorptie configuraties op de metaal/halfgeleider oppervlakken [2]. De adsorptie configuratie van moleculen op een oppervlak wordt bepaald door een subtiel samenspel van molecuul-molecuul en molecuul-oppervlak interacties, maar ook de geometrische en elektronische eigenschappen van het molecuul en het substraat spelen daar een rol [3-4].

In dit artikel behandelen wij de adsorptie van Koper-Phthalocyanine (CuPc) moleculen op Au- en Pt-gemodificeerde oppervlakken die bedekt zijn met goed geordende arrays van nanodraden. Het CuPc molecuul

lijkt veelbelovend te zijn voor toepassingen in de nanoelektronica en moleculaire elektronica vanwege zijn zeer interessante fysische, elektrische en optische eigenschappen [3]. Met een grootte van  $1.4 \times 1.4 \text{ nm}^2$  is het CuPc molecuul een ideale kandidaat. In de open ruimte in het centrum van het molecuul bevindt zich een  $\text{Cu}^{2+}$  ion zoals te zien is in Fig. 1. Het  $\text{Cu}^{2+}$  ion is klein genoeg om in de kleine centrale ruimte van het molecuul te passen zonder de vlakke structuur van het molecuul te verstoren.

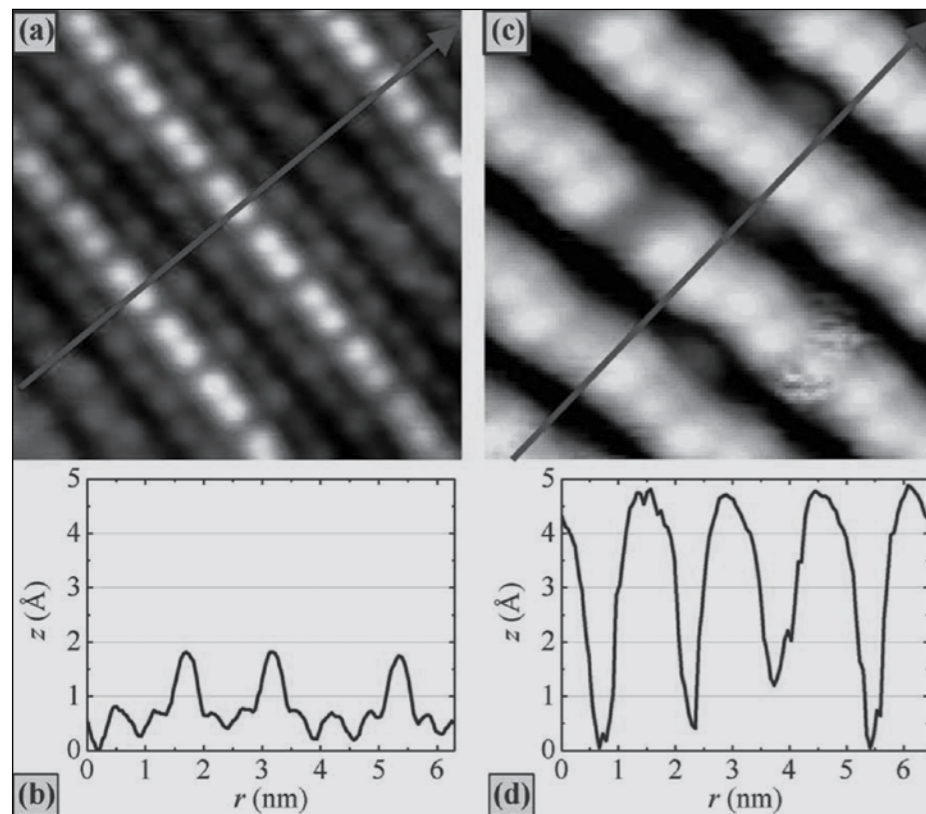


Figuur 1. Structuur van het Koper-Phthalocyanine molecuul (CuPc). Het Cu atoom met een oxidatie van +2 bevindt zich in het centrum. Dit  $\text{Cu}^{2+}$  ion is verbonden met de phthalocyanine macrocyclus met twee covalente en twee gecoördineerde covalente bindingen.

De Au-/Pt-gemodificeerde Ge(001) oppervlakken zijn zeer geschikt voor het bestuderen van CuPc moleculen vanwege het feit dat voor beide gevallen het oppervlak bestaat uit goed geordende arrays van nanodraden die een tussenruimte hebben die vergelijkbaar is met de grootte van de moleculen [5-7]. De kwantumeffecten, waargenomen op het oppervlak, kunnen zeer waardevol zijn voor de studie van deze moleculen. De Au-/Pt-gemodificeerde Ge(001) oppervlakken worden weergegeven in Fig. 2. Het Pt-gemodificeerd Ge(001) (Pt/Ge(001)) oppervlak wordt gecreëerd door middel van het verdampen van een kleine hoeveelheid Pt op Ge(001), gevolgd door uitgloeien van het substraat. Het resulterende oppervlak bestaat uit drie verschillende fases:  $\alpha$ -terras,  $\beta$ -terras en de nanodraden [5]. Figuur 2(a) geeft een ingezoomd STM-afbeelding weer van deze nanodraden, terwijl in Fig. 2(b) de lijnprofielen over zulke nanodraden te zien zijn. De nanodraden zijn dicht opeengepakt op het oppervlak, hebben een doorsnede van één atoom en kunnen lengtes van honderden nanometers bereiken. De afstand tussen aangrenzende nanodraden is over het algemeen 1.6 nm, maar ook afstanden van 2,4 en 3.2 nm worden soms waargenomen (Fig. 2(a)) [5, 7]. De nanodraden vertonen kwantumeffecten zoals het opsluiten van elektronen tussen de nanodraden [8], de Peierls instabiliteit bij lage temperaturen [9]. Het  $\beta$ -terras bestaat uit rijen van Ge-Ge en Ge-Pt dimeer. Dimeer vacature lijnen in de  $\langle 310 \rangle$  richting komen hier regelmatig voor. Het  $\alpha$ -terras is de minst geordende fase op het oppervlak vanwege het grote aantal missende dimeer defecten [5].

Het modifieren van het Ge(001) oppervlak met Au (Au/Ge(001)) geeft ook aanleiding tot het ontstaan van nanodraden. Figuren 2(c) en 2(d) geven respectievelijk een STM afbeelding van Au-geïnduceerde nanodraden en een lijnprofiel over de draden weer. De afstand tussen de draden is in enkele gevallen 0.8 nm (dubbele draad), maar





Figuur 2: STM beelden van Pt- en Au-gemodificeerde Ge(001) oppervlakten. (a) Pt nanodraden op het Pt/Ge(001) oppervlak hebben een diameter met de doorsnee van één atoom. De ruimte tussen de draden is 1.6 nm, 2.4 nm etc. (c) De Au-geïnduceerde nanodraden zijn ook 1.6 nm van elkaar verwijderd en de groeven ertussenin zijn minimaal 0.6 nm diep. En (b) en (d) zijn lijnprofielen genomen over de draden in (a) en (c), respectievelijk.

meestal 1.6 nm en soms 2.4 nm of meer. The structurele en elektronische eigenschappen van Au-geïnduceerde nanodraden wijken behoorlijk af van die van Pt/Ge(001) nanodraden [10]. Deze nanodraden bestaan uit ruggen met dimeren. De groeven tussen de nanodraden zijn 0.6 nm diep. De toppen van de ruggen bestaan uit Ge dimeren met de dimeerbinding georiënteerd in de richting loodrecht op de nanodraden (zie Fig. 2(c)). De (111)-facetten van deze nanodraden zijn gedecoreerd met Au trimeren [11]. Uit dit artikel zal duidelijk worden dat de adsorptie van CuPc moleculen verschillende configuraties geeft op het gemodificeerde Ge(001) oppervlak. De complexiteit van adsorptie op het Au/Ge(001) oppervlak verschilt enorm van adsorptie op het Pt/Ge(001) oppervlak.

### Experimentele aspecten

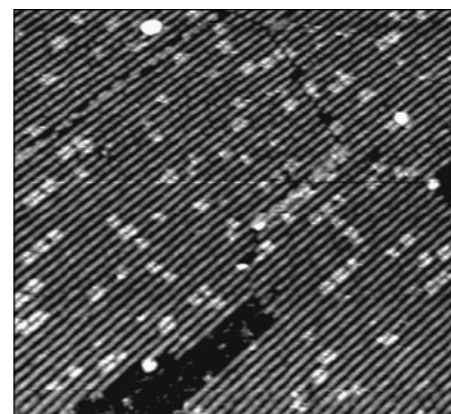
Alle hier genoemde experimenten zijn uitgevoerd in een Omicron lage temperaturen scanning tunneling microscoop (LT-STM) in ultra hoog vacuüm (UHV) bij 77 K. het substraat was geprepareerd in de preparatie kamer die verbonden is met de hoofdkamer. Het systeem heeft een basisdruk van  $3 \times 10^{-11}$  torr. Het Ge(001) substraat is gesneden

uit een nominaal vlak, enkelzijdig gepolijst intrinsiek n-type wafer. Het substraat is vervolgens gemonteerd op Mo houders en contact tussen het sample en alle andere metalen onderdelen wordt zorgvuldig vermeden. Het sample wordt geïntroduceerd in de preparatiekamer via de load-lock waar een druk aanwezig was van  $\sim 10^{-9}$  torr. Het substraat wordt schoongemaakt in de preparatie kamer door het eerst te sputteren met Ar<sup>+</sup> ionen met een energie van 800 eV gevolgd door een uitgloeistap van 1100 ( $\pm 50$ ) K. Deze schoonmaak cyclussen zijn verscheidene malen herhaald totdat gereconstrueerde (2x1) en c(4x2) domeinen waargenomen werden. Voor het maken van Au-geïnduceerde nanodraden werd vervolgens minder dan een monolaag van Au op het oppervlak gedeponeerd, gevolgd door een uitgloeistap van 650 ( $\pm 25$ ) K. Op vergelijkbare wijze zijn Pt nanodraden gemaakt door minder dan een monolaag Pt te deponeeren op een schoon Ge(001) oppervlak gevolgd door uitgloeien bij 1050 ( $\pm 25$ ) K. De formatie van Au en Pt nanodraden is bevestigd met de STM voordat CuPc moleculen gedeponeerd werden op deze oppervlakten. De CuPc moleculen (>99% puur) werden gedeponeerd op Pt/Ge(001) en Au/Ge(001)

en daarna bestudeerd. De depositiecondities waren voor beide gevallen identiek. Het sample bevindt zich op een afstand van 20 mm van de Knudsen cel. De Knudsen cel werd verwarmd tot een temperatuur van 570 K waarbij de druk in het systeem onder de  $4 \times 10^{-9}$  torr bleef. Het sample werd op kamertemperatuur gehouden. In beide gevallen (Pt/Ge(001) en Au/Ge(001)) is een maximum van 10% van een monolaag van CuPc gedeponeerd. Alle STM metingen zijn vervolgens uitgevoerd bij 77 K. Voor de STM metingen zijn elektrochemisch geëtste W-tips gebruikt.

### CuPc op Au-geïnduceerde nanodraden

CuPc moleculen, gedeponeerd op Au-geïnduceerde nanodraden, adsorberen op een geheel andere wijze dan op Pt nanodraden (zie discussie in sectie: CuPc op Pt nanodraden). In Fig. 3 wordt een overzicht getoond, gemaakt met de STM bij 77 K, van een gebied dat bijna volledig is bedekt met Au-geïnduceerde nanodraden waarop een paar procent van een monolaag aan CuPc moleculen is gedeponeerd. De nanodraden zijn zichtbaar als heldere lange diagonale



Figuur 3. Een STM afbeelding die een overzicht weergeeft van CuPc moleculen geadsorbeerd op de geordende Au-geïnduceerde nanodraden. De CuPc moleculen zijn herkenbaar als oplichtende vlekken die de kloof tussen twee draden overbruggen. Deze afbeelding is opgenomen bij 77 K met scan parameters +1.5 V en 0.2 nA. De grootte van de afbeelding is  $70 \times 76$  nm<sup>2</sup>.

lijnen, terwijl de moleculen herkenbaar zijn als heldere vlekken verspreid over 2 aangrenzende nanodraden. Het is opvallend dat de concentratie aan CuPc moleculen veel hoger is op de nanodraden dan op gebieden zonder nanodraden. Dit staat in schril contrast met de adsorptie van CuPc moleculen op Pt/Ge(001) oppervlakten. Tijdens de verdamping van CuPc worden de moleculen op willekeurige wijze verdeeld over het oppervlak en tijdens de uitgloeistap worden

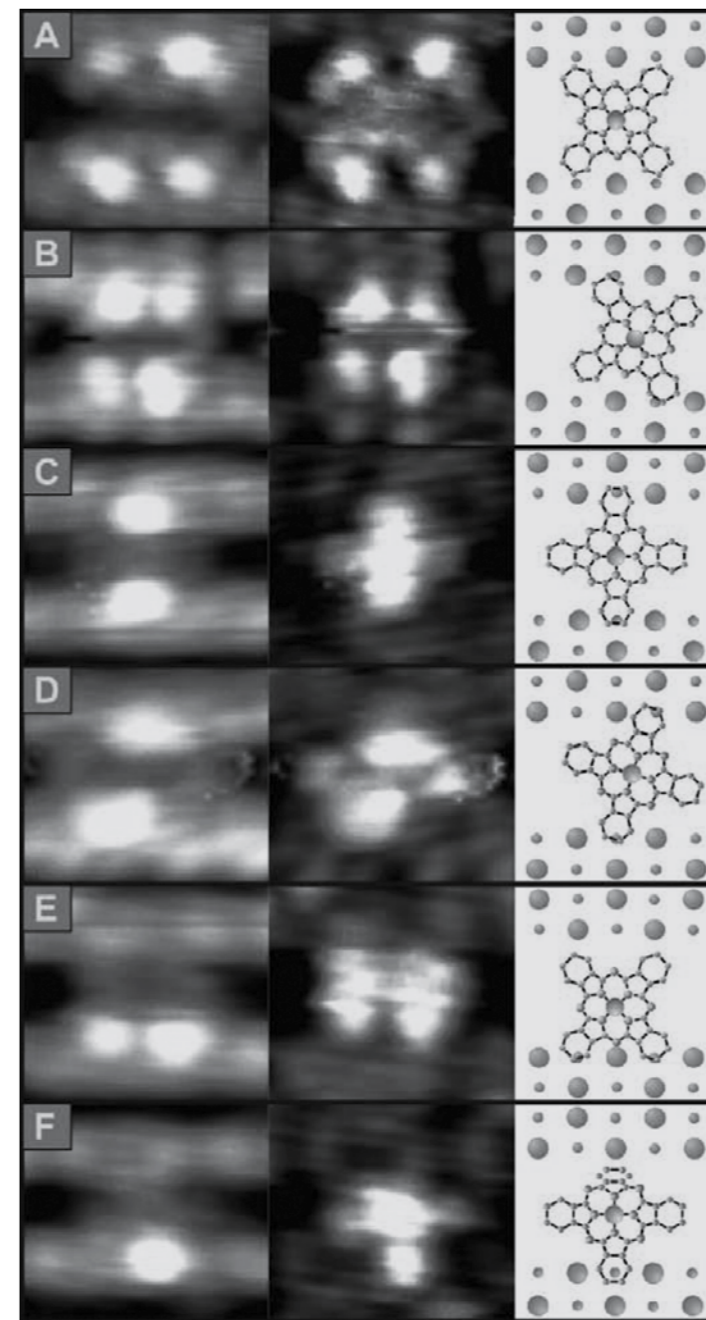


Figure 4. De zes (A-F) verschillende adsorptie configuraties van CuPc op Au-geïnduceerde nanodraden worden weergegeven in de linker kolom. De middelste kolom geeft de achtergrond gecorrigeerde afbeeldingen weer van de afbeeldingen in de linker kolom. Deze geven een meer gedetailleerd beeld van het molecuul. In de rechter kolom zijn verschillende configuraties schematisch weergegeven. Hier refereren de grote en de kleine grijze cirkels aan respectievelijk de up- en down-buckled Ge atomen van de dimeren. De afbeeldingen zijn gemaakt bij 77 K en scan parameters +1.5 V en 0.2 nA. Afbeelding grootte is  $2.8 \times 2.5$  nm<sup>2</sup>.

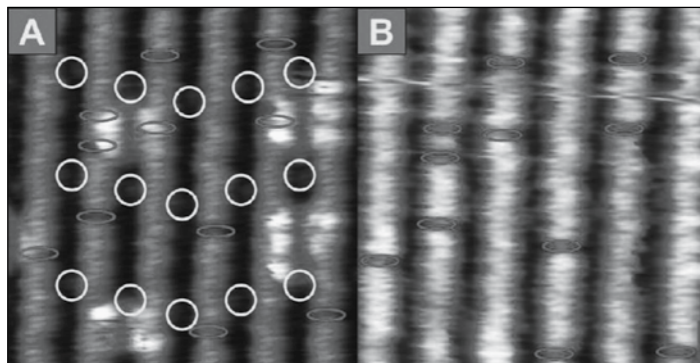
de moleculen gebonden aan het oppervlak via chemisorptie. De moleculen hebben vaak een klaverbladvorm in de STM metingen en zij adsorberen in zes verschillende configuraties die gelabeld zijn van A tot F in Fig. 4. De linker kolom in Fig. 4 geeft de topografische afbeeldingen van alle configuraties weer. In de middelste kolom staan de achtergrond gecorrigeerde afbeeldingen. Deze geven een meer gedetailleerd beeld van de

moleculen. De achtergrond correctie wordt verkregen via een 'flatten' filter. Deze filter is een combinatie van een Gaussische hoogdoorlaat filter om topografische effecten over een langere afstand te verwijderen, en een laagdoorlaat filter om lokale ruis te onderdrukken [12]. Op deze manier wordt een functie gegenereerd en afgetrokken van elke scanlijn. In de meest rechter kolom worden de schematische afbeeldingen van

de verschillende configuraties getoond. Een meerderheid van de CuPc moleculen (~52%) adsorbeert in een kruis (X) configuratie waarbij de 0.6 nm diepe kloof tussen twee aangrenzende nanodraden overbrugd wordt en alle vier de lobben zich binden aan de nanodraden (Fig. 4(A) en (B)). Twee lobben binden zich aan de dangling bonds van een buckled Ge dimeer van een nanodraad, terwijl twee andere lobben zich binden aan de dangling bonds van een buckled Ge dimeer van een aangrenzende nanodraad, zoals weergegeven in de schematische afbeeldingen in de rechter kolom van Fig. 4. Er zijn nog twee configuraties mogelijk, de plus (+) configuraties, waarbij het molecuul de kloof tussen de nanodraden overbrugt. Het enige verschil is dat er maar twee lobben betrokken zijn in de binding met de nanodraden (Fig. 4(C) en (D)). De overige twee lobben hangen los in de 0.6 nm diepe kloof. Tenslotte zijn er nog twee mogelijke configuraties waarbij er geen brug wordt gevormd (Fig. 4(E) en (F)). In deze gevallen adsorbeert het molecuul iets dichterbij één van de nanodraden en één of twee van de lobben binden met deze nanodraad. Het overige deel van het molecuul ligt in de kloof tussen de draden. In alle brugconfiguraties is het centrale Cu<sup>2+</sup> ion volledig ontkoppeld van het oppervlak. Zoals te zien is in Fig. 4 lijken de moleculen te binden met de dangling bond van het down-buckled deel van een Ge-dimeer. De fase van de aangrenzende dimeerrijen kan op die manier invloed hebben op de adsorptieconfiguratie van de CuPc moleculen. Wanneer de aangrenzende dimeer rijen in tegenfase zijn, dan bindt het CuPc molecuul loodrecht aan de nanodraden (zie Fig. 4(A) en (C)). Zijn de aangrenzende dimeerrijen echter in fase, dan zal het molecuul enigszins geroteerd adsorberen (Fig. 4(B) en (D)).

De vier lobben van het CuPc molecuul, weergegeven in Fig. 4(A) en (B), verschijnen vaak als oplichtende gebieden in STM afbeeldingen. Echter, het centrum is altijd donker. Berekeningen van Lippel et al. [13] hebben aangetoond dat de ladingsdichtheden van de hoogste bezette moleculaire orbitaal (HOMO) en laagste onbezette moleculaire orbitaal (LUMO) van CuPc geadsorbeerd op een Cu oppervlak zeer vergelijkbaar zijn. Onze metingen laten veel overeenkomsten zien met dit onderzoek. Op een voltagebereik boven +0.8 V en onder -0.8 V zijn de lobben zichtbaar als heldere vlekken in de STM afbeelding. In het bereik van -2.5 V tot +2.5 V is de kern van het molecuul donker. In Fig. 5 zijn twee afbeeldingen weergegeven





Figuur 5. STM afbeeldingen van twee exact dezelfde gebieden, opgenomen bij een spanning van (A) -1.5 V en (B) -0.6 V en een tunnelstroom van 0.2 nA. In (A) zijn CuPc moleculen te zien net als uitsteeksels in de kloof (cirkels) en missende dimeer (ellipsen). In (B) zijn de moleculen niet zichtbaar.

van exact hetzelfde gebied, gemaakt bij verschillende spanningen. In Fig. 5(A), gemaakt bij -1.5 V, zijn er moleculen zichtbaar op de draden. Uitsteeksels in de kloof en missende dimeer defecten zijn aangegeven met respectievelijk cirkels en ellipsen. In Fig. 5(B), gemaakt bij -0.6 V, zijn de moleculen niet zichtbaar. De onderliggende draden en defecten zijn echter wel zichtbaar. Nauwkeurig onderzoek van deze afbeeldingen doet ons concluderen dat (1) de adsorptie van CuPc moleculen niet wordt beïnvloed door missende dimeer defecten en (2) de CuPc moleculen adsorberen nooit op of boven een uitsteeksel in de kloof.

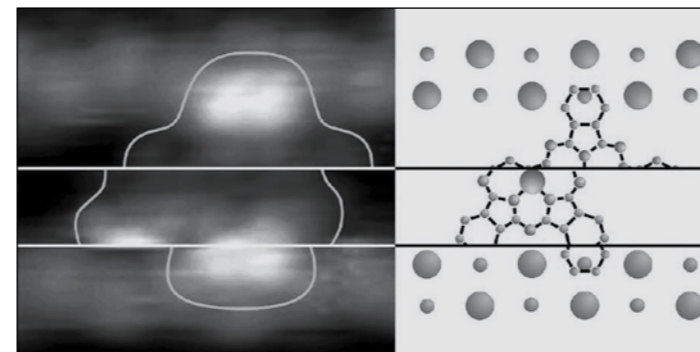
In sommige gevallen lijkt het molecuul te be-

staan uit 5 lobben, zoals te zien is in Fig. 5(A). Dit geeft aan dat er zeer snelle bewegingen plaatsvinden tijdens het scannen. Een afbeelding komt tot stand door te scannen van links naar rechts (snelle scanrichting) en van beneden naar boven (langzame scanrichting). Het molecuul springt naar een nabijgelegen positie op de draden wanneer de STM tip zich over een bepaald deel van het molecuul beweegt. Het molecuul springt echter weer terug naar zijn oorspronkelijke positie wanneer de tip gepasseerd is. De bewegingen van het molecuul worden gehinderd door de uitsteeksels in de kloof tussen de nanodraden. Deze uitsteeksels liggen 2.4 nm uit elkaar. Tijdens de metingen

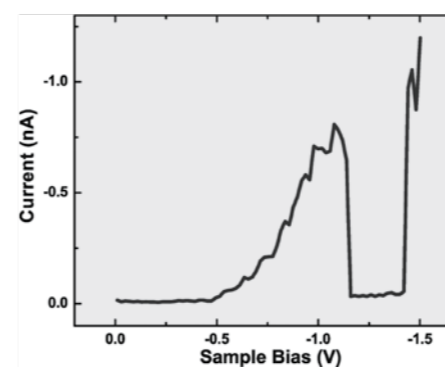
is nooit waargenomen dat een molecuul een uitsteeksel passeert.

Een molecuul die van configuratie 4(C) naar 4(A) en terug naar 4(C) roteert is weergegeven in Fig. 6. Deze afbeelding is op exact dezelfde manier gemaakt als de afbeeldingen in Fig. 5. Na het scannen van ongeveer een derde van de afbeelding roteert het molecuul van een (+)-configuratie naar een (X)-configuratie waarbij 4 lobben binden met twee aangrenzende nanodraden. Echter, nadat ongeveer de helft van de afbeelding gescand is draait het molecuul weer terug naar zijn oorspronkelijke (+)-configuratie. De spanning moest boven de  $\pm 1$  V zijn om deze dynamica waar te nemen. Dit wijst erop dat er elektronen inelastisch tunnelen en dit induceert het rotatieproces [14, 15].

Bij een open feedback loop I(V) spectroscopie meting boven een CuPc molecuul is een vergelijkbare waarde gevonden. Het resultaat is weergegeven in Fig. 7. De feedback loop is uitgeschakeld en de spanning wordt gevarieerd van 0 V tot -1.5 V terwijl tegelijkertijd de tunnel stroom wordt gemeten. Bij een drempelwaarde van -1.1 V valt de stroom ineens naar een waarde van bijna nul. Bij -1.45 V schiet de stroom terug naar een hogere waarde. Dit geeft aan dat bij een bepaald energieniveau het molecuul verplaatst naar een nabijgelegen positie.



Figuur 6. (links) De omtrek van twee verschillende configuraties van een geadsorbeerd CuPc molecuul die twee aangrenzende draden overbrugt wordt hier weergegeven. De omtrek verduidelijkt het feit dat het molecuul schakelt tussen configuratie 4(C), 4(A) en dan weer terug naar 4(C) tijdens een enkele scan (scan richting was van beneden naar boven). Dit figuur is opgenomen bij 77 K met scan parameters -1.5 V en 0.2 nA. Scangrootte is  $2.8 \times 2.8 \text{ nm}^2$ . (Rechts) De schematische weergave van de situatie links: configuraties 4(C), 4(A) en 4(C) (beneden naar boven) gescheiden door horizontale zwarte lijnen.



Figuur 7. I(V) grafiek, genomen op een van de lobben van een CuPc molecuul. De tunnelstroom springt ineens naar een zeer lage waarde bij een spanning van -1.1 V. Dit indiceert dat het molecuul diffundeert over het oppervlak. Bij een spanning van -1.45 V springt de stroom weer terug naar zijn hogere waarde. Setpoints waren -0.6V en 0.2 nA.

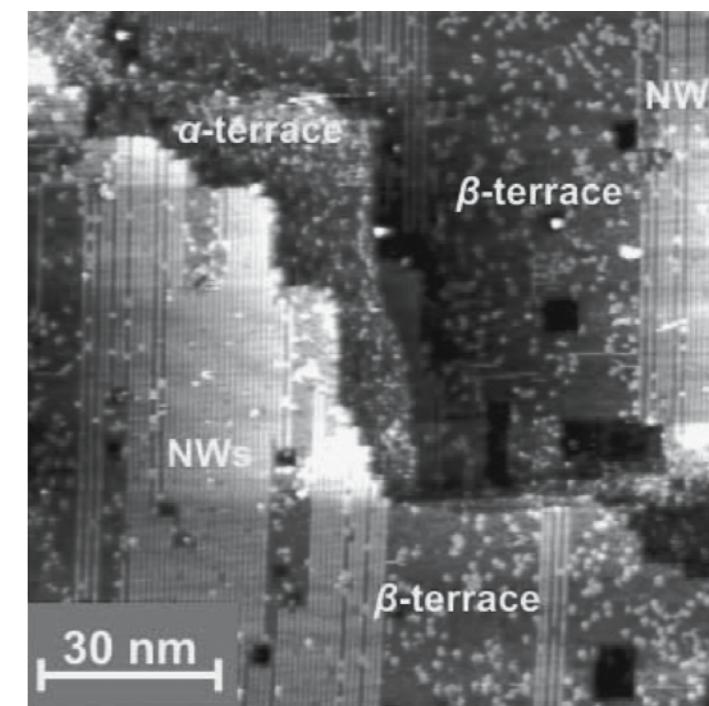
Na enige tijd springt het molecuul weer terug naar zijn eerdere positie. De drempelspanning voor dynamica van het CuPc molecuul is -1.1 V.

#### CuPc op Pt nanodraden

Figuur 8 geeft een STM afbeelding weer met een overzicht van CuPc moleculen geadsorbeerd op een Pt-gemodificeerd oppervlak, gemaakt bij 77 K. De nanodraden zijn zichtbaar als lange lichte structuren, terwijl de moleculen zichtbaar zijn als oplichtende vlekken op het oppervlak. Het is duidelijk dat de moleculen geen zelfgeordende structuren op dit oppervlak vormen. De hoogste bedekking van moleculen is waargenomen op het  $\alpha$ -terras, terwijl de kleinste bedekking te vinden is op de nanodraden. Het  $\beta$ -terras heeft een bedekking van moleculen die tussen die van het  $\alpha$ -terras en de nanodraden in ligt. Vanwege de chaotische

structuur van dit terras [5] en de aanwezigheid van talloze adsorptieconfiguraties was het onmogelijk één enkel molecuul te bestuderen en identificeren op dit oppervlak.

De STM afbeeldingen in Fig. 9 tonen CuPc moleculen, geadsorbeerd tussen nanodraden in die een tussenruimte hebben van 2.4 nm. De oorzaak van de lange vorm van het molecuul kan worden toegeschreven aan het heen en weer bewegen van het molecuul tijdens de meting. Het komt vaak voor dat een geadsorbeerd molecuul immobiel is en alle vier de lobben



Figuur 8. Een overzicht van CuPc moleculen geadsorbeerd op een Pt-gemodificeerd oppervlak. De Pt nanodraden zijn de oplichtende verticale lijnen en de moleculen, herkenbaar als lichte vlekken, zijn vooral aanwezig op de  $\alpha$ - en  $\beta$ -terrassen. Deze afbeelding is gemaakt bij 77 K en scan parameters +1.5 V en 0.2 nA.

zijn dan gewoon zichtbaar. Het is nog onbekend waarom sommige moleculen dynamica vertonen, terwijl andere dit niet doen. De bewegingen van deze moleculen zijn bestudeerd bij verschillende spanningen. Figuur 9 toont twee voorbeelden van I(t) metingen. Deze metingen zijn gedaan door de tip te plaatsen op de aangegeven posities (zie Fig. 9), de spanning te variëren van -1.0 V naar -2.5 V, terwijl de feedback loop open staat, en gedurende dit proces voortdurend de stroom te meten. In Fig. 9(a) zien we een toename van de tunnelstroom in stappen als de spanning met stappen omhoog gaat. De hagel ruis zal, dankzij de discrete aard van een elektrische lading, proportioneel zijn met de tunnelstroom. We zien echter een afwijking van deze trend bij een spanning van -1.5 V. De ruisband is relatief breder bij -1.5 V ondanks het feit dat de tunnelstroom bij deze spanning kleiner is dan de tunnelstroom bij een hogere spanning. Dit kan een indicatie zijn van tip-geïnduceerd gedrag van het molecuul bij deze spanning. Een nauwkeurige observatie geeft aan dat dit molecuul een voorbeeld is van een systeem met twee niveaus bij -1.5 V. Wij vermoeden dat de 1.5 eV toestand hoort bij een elektronische toestand van het molecuul en dat het afstoten van een elektron uit deze toestand de oorzaak is van de waargenomen dynamica en grotere ruis bij -1.5 V. In geval van Fig. 9(b) is de tip geplaatst op de aangegeven locatie en weer is een I(t) meting gemaakt bij verschillende spanningen. De



## HV Gate Valve

Series 09.1 for harsh process environments



Full 1 bar differential pressure opening possible

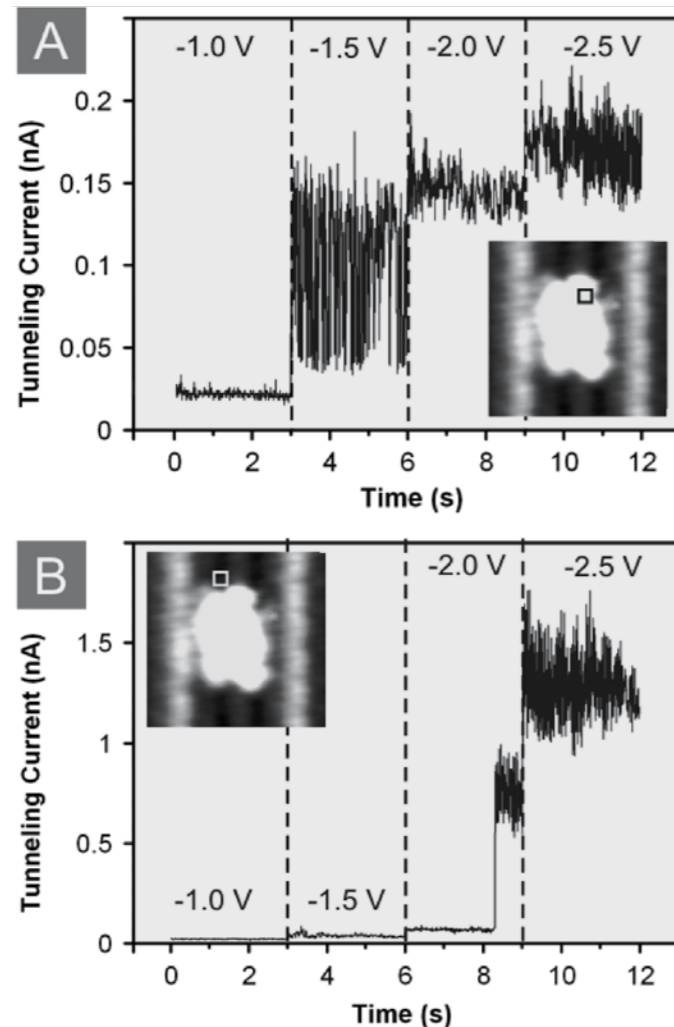


- Robust design ideal for basement applications
- Bellows feedthrough
- Quick and easy cleaning
- Low cost of ownership

Swiss Headquarters Tel +41 81 771 61 61 CH@vatvalve.com	VAT Benelux Tel +31 (30) 6018251 NL@vatvalve.com	VAT France Tel 01 69 20 69 11 FR@vatvalve.com	VAT Germany Tel (089) 46 50 15 DE@vatvalve.com	VAT U.K. Tel 01926 452 753 UK@vatvalve.com	VAT USA Tel (781) 935 1446 US@vatvalve.com
VAT Japan Tel (045) 333 11 44 JP@vatvalve.com	VAT Korea Tel 031 662 68 56 KR@vatvalve.com	VAT Taiwan Tel 03 516 90 88 TW@vatvalve.com	VAT China Tel 021 5854 4300 CN@vatvalve.com	VAT Singapore Tel 0065 6252 5121 SG@vatvalve.com	





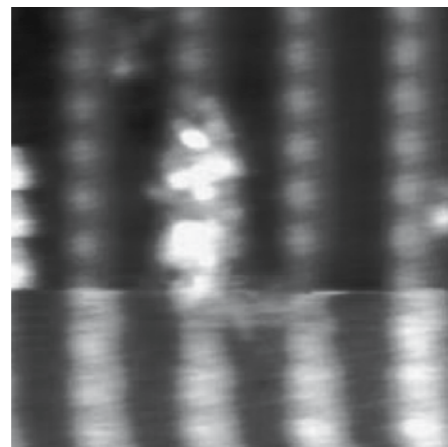


Figuur 9. (A) en (B):  $I(t)$  grafieken gemaakt met de STM tip boven CuPc moleculen die gepositioneerd zijn tussen twee aangrenzende Pt nanodraden in. De spanning wordt gevarieerd tijdens deze  $I(t)$  metingen zoals aangegeven is in de afbeeldingen. De inzetfiguren in (A) en (B) geven de STM afbeeldingen weer van de moleculen en de verschillende posities waar de metingen gedaan zijn. In (A) is het tip-geïnduceerde gedrag te zien van de molecuul bij -1.5 V terwijl in (B) de diffusie van het molecuul duidelijk zichtbaar is na een tijd van 8 seconden.

stroom wordt hoger bij een hogere spanning zoals verwacht wordt, maar een plotselinge sterke sprong in tunnelstroom is waargenomen rond 8 seconden bij een instelspanning van -2.0 V. De plotselinge sprong in stroom kan worden toegeschreven aan de diffusie van het molecuul onder de STM tip. De hagel ruis in deze situatie is altijd proportioneel aan de tunnelstroom.

Wij hebben geen moleculen waargenomen in een brugconfiguratie zoals het geval was bij Au-geïnduceerde nanodraden. Figuur 10 toont echter wel een tip-geïnduceerde beweging van een CuPc molecuul die zich exact bovenop een Pt nanodraad bevindt. Tijdens het scannen verplaatst het molecuul zich van de ene nanodraad naar een andere, en blijft op deze draad met de tip mee naar boven hoppen alsof het geduwd wordt door de STM tip. Dit hoppen van het molecuul is van nature periodiek, wat toegeschreven kan worden aan de interactie

tussen tip en molecuul. De binding tussen molecuul en draad is zo zwak dat de tip het mole-



Figuur 10. Een STM afbeelding die de tip-geïnduceerde beweging van een CuPc molecuul weergeeft. Dit molecuul is geadsorbeerd bovenop een Pt nanodraad. De scan parameters zijn +1.5 V en 0.5 nA.

cuul over de nanodraad kan transporteren.

### Conclusies

Wij hebben de adsorptie van CuPc moleculen op Au- en Pt-gemodificeerde Ge(001) oppervlakken bestudeerd, gebruik makend van een STM bij 77 K in UHV. De CuPc adsorbeert in zes verschillende configuraties op de Au-geïnduceerde nanodraden, van welke vier configuraties "moleculaire brug configuraties" zijn. Het molecuul overbrugt de kloof tussen twee aangrenzende nanodraden. Translatie en rotatie dynamica zijn waargenomen bij spanningen hoger dan  $\pm 1.1$  V. Alle bewegingen van het molecuul zijn beperkt tussen de uitsteeksels in de kloven. De CuPc gedraagt zich op een compleet andere manier wanneer het op het Pt-gemodificeerde Ge(001) oppervlak adsorbeert. Het heeft de voorkeur om te adsorberen op de  $\alpha$ - en  $\beta$ -terassen in plaats van op de nanodraden. In de tussenuimte tussen de draden wordt wel weer dynamica waargenomen en wanneer het molecuul adsorbeert bovenop een Pt nanodraad is deze maar zwak gebonden en kan het gemakkelijk door de STM tip over de draad worden verplaatst.

### Referenties

- 1 J.V. Barth, G. Costantini, and K. Kern, *Nature*, 437, 671, 2005
- 2 S. Karthäuser, *J. of Phys.: Condens. Matter*, 23, 013001, 2011
- 3 A. Saedi, R.P. Berkelaar, A. Kumar, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Phys. Rev. B*, 82, 165306, 2010
- 4 R.P. Berkelaar, H. Söde, A. Kumar, T.F. Mocking, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *J. Phys. Chem. C*, 115, 2268, 2011
- 5 M. Fischer, A. van Houselt, D. Kockmann, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Phys. Rev. B*, 76, 245429, 2007
- 6 J. Wang, M. Li, and E.I. Altman, *Phys. Rev. B*, 70, 233312, 2004
- 7 D. Kockmann, T.F. Mocking, A. van Houselt, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *J. Phys. Chem. C*, 113, 17156, 2009
- 8 A. van Houselt, N. Oncel, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Nano Lett.*, 6, 1439, 2006
- 9 A. van Houselt, T. Gnielka, M. Fischer, J.M.J. aan de Brugh, N. Oncel, D. Kockmann, R. Heid, K.-P. Bohnen, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Surf. Sci.*, 602, 1731, 2008
- 10 T.F. Mocking, D. Stam, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Surf. Sci.*, 604, 2021, 2010
- 11 A. van Houselt, M. Fischer, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Phys. Rev. B*, 78, 233410, 2008
- 12 I. Horcas, R. Fernández, J. M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, and A. M. Baro, *Rev. Sci. Instrum.*, 78, 013705, 2007
- 13 P.H. Lippel, R.J. Wilson, M. D. Miller, Ch. Woll, and S. Chiang, *Phys. Rev. Lett.*, 62, 171, 1989
- 14 A. van Houselt, and H.J.W. Zandvliet, *Rev. Mod. Phys.*, 82, 1593, 2010.
- 15 A. Saedi, A. van Houselt, R. van Gastel, B. Poelsema and H.J.W. Zandvliet, *Nano Lett.*, 9, 1733, 2009

# Kalibratie van de precursor flux in een elektronenmicroscop

R.P.G. Siebers<sup>1,2</sup>, P.H.F. Trompenaars<sup>2</sup>, J.J.L. Mulders<sup>2,3</sup>, <sup>1</sup> Fontys Eindhoven, Technische Natuurkunde, Rachielsmolen 1, 5612 MA Eindhoven RI, <sup>2</sup> FEI Company, Achtseweg Noord 5, 5651 GG, Eindhoven, <sup>3</sup> Email: hans.mulders@fei.com

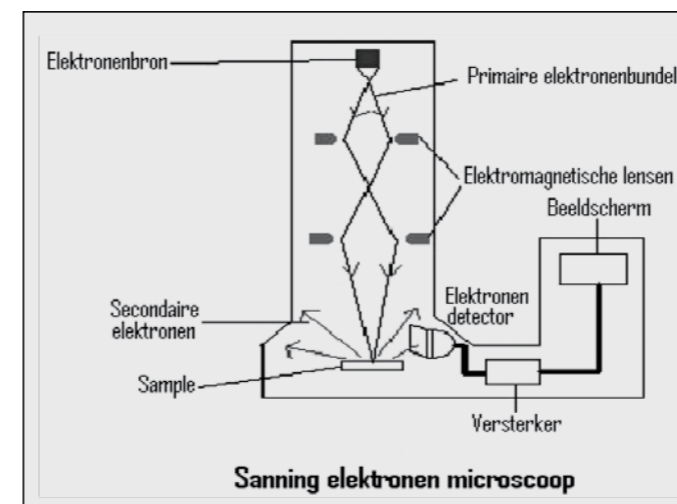
In een elektronen microscoop kan materiaal gedeponeerd worden door middel van decompositie van een lokaal aangevoerde precursor flux. De decompositie gebeurt door de laag energetische elektronen die van het oppervlak komen, indien dit wordt bestraald door de bundel. Dit complexe proces van aanvoer, afvoer en conversie van precursor moleculen kan alleen zinvol numeriek worden aangepakt indien de lokale precursor flux kwantitatief bekend is. Berekening van de uittree flux van het aanvoer systeem is mogelijk. De vacuüm technische berekeningen dienen echter wel op de juiste wijze te worden gecorrigeerd voor de karakteristieken van de relatief zware precursor moleculen. Correctie factoren voor de pomp snelheid, de conductance (geleiding) en de uitlezing van de Penning gauge (vacuümdrukmeter) moeten op de juiste wijze worden toegepast om de betrouwbaarheid van de berekeningen te vergroten.

Een scanning elektronen microscoop (SEM) is een vacuümsysteem, waarin een elektronenbundel versneld wordt. Deze elektronen botsen vervolgens met de moleculen / atomen van een sample (substraat), terwijl de bundel over het oppervlak wordt gescand. Uit dit sample emitteren vervolgens gescatterde en geïnduceerde elektronen. Deze elektronen worden vervolgens gedetecteerd en hieruit wordt vervolgens een beeld gevormd. Een schematische voorstelling van een scanning elektronen microscoop (SEM) is weergegeven in Figuur 1.

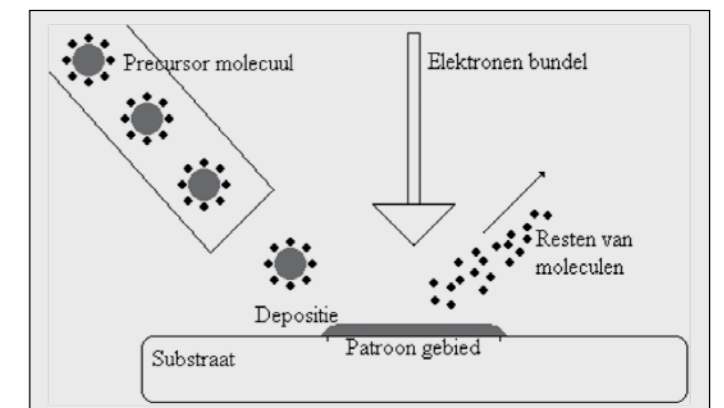
Een elektronenmicroscop kan niet alleen gebruikt worden voor het analyseren van samples. Ook is het tegenwoordig mogelijk om een specifiek sample te modifieren door

er lokaal materiaal op aan te brengen. Bijvoorbeeld door middel van Electron Beam Induced Deposition (EBID). Bij deze techniek wordt van een bepaalde chemische stof de damp in het vacuümsysteem gelaten. De laag energetische elektronen genaamd Secondaire Elektronen (SE) breken vervolgens dit gas op. Hierbij hecht een gedeelte zich op het oppervlak als een vaste stof. De rest van het molecuul verlaat in het meest ideale geval de vacuümkamer. Een voorbeeld van het depositieproces is weergegeven in Figuur 2.

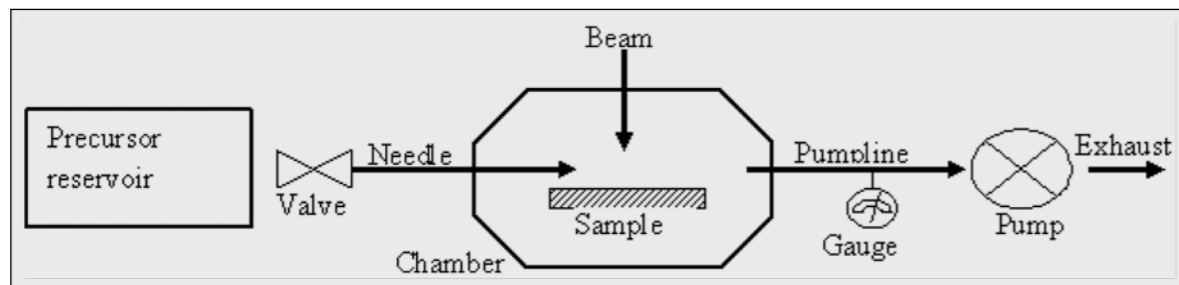
Het eindproduct is vervolgens een plaatselijk gegroeide vaste stof. Door de bundel volgens een patroon te bewegen kunnen verschillende driedimensionale vormen aangegroeid worden.



Figuur 1: Schematische opstelling van een scanning elektronen microscoop.<sup>[1]</sup>



Figuur 2: Schematisch voorbeeld van het depositieproces.



Figuur 3: Schematisch overzicht van het vacuüm systeem.[2]

en een eindige verblijftijd aan het oppervlak) samen bepalen wat de lokale groeisnelheid is. Er zijn modellen waarmee op relatief niveau beschreven wordt hoe de uittreflux vanuit de naald verandert als functie van de plaats in drie dimensies. Omdat de directe gastoevoer uit het aanvoer systeem kwantitatief van groot belang is, is het erg nuttig om te bepalen hoe hoog de flux  $J_0$  is die het aanvoer systeem levert. Dit kan middels berekeningen aan het vacuümsysteem, zoals de aanvoer druk (damp spanning), de pomp snelheid en conductance van de aanvoer. Schematisch is het systeem weergegeven in Figuur 3.

#### Het flow schema van de moleculen

Het is noodzakelijk om gedurende het proces de uittree flux van moleculen te weten. Experimenteel is gewerkt met relatief grote alkaan moleculen ( $n=9-13$ ). Als deze flux bekend is kan er pas zinvol gerekend worden aan de hoeveelheid precursor moleculen die daadwerkelijk gebruikt wordt in de depositie. De flux  $J_0$  zoals die uit de naald van het aanvoer systeem komt, is afhankelijk van factoren zoals damp spanning en conductance van de naald.

Voor het systeem in Figuur 3 geldt: het inkomende debiet is gelijk aan het uitgaande debiet (vergelijking 1).

$$Q_{in} = Q_{uit}$$

$$P_v \cdot C = \Delta P \cdot S_{eff}$$

Waarbij:

$P_v$  Dampspanning

$C$  Conductance (geleiding van de naald)

$\Delta P$  Verschil druk in de vacuümkamer

$S_{eff}$  Effectieve pompsnelheid van de vacuümpomp

Voordat de flux kan worden bepaald moet eerst gekeken worden hoe de parameters die gebruikt worden voor de fluxbepaling verkregen zijn. De actuele dampspanning van de precursor is een benodigde waarde en deze is voor veel chemische stoffen bekend.[3] De conductance van de naald, kan berekend worden met algemeen bekende vacuüm berekeningen.[4] Zo wordt de conductance bepaald volgens vergelijking 2.

$$C = 12.2 \cdot \alpha \cdot \frac{d^3}{l}$$

De conductance wordt zodoende bepaald door de diameter  $d$  en de lengte  $l$  van het aanvoer systeem. De factor  $\alpha$  corrigeert voor de soort flow in het aanvoer systeem (moleculair / laminair). Het aanvoer systeem bestaat in dit geval uit een crucible (opslagvolume) en de naald met aan het einde van de naald een vernauwing (nozzle). Uit berekeningen blijkt dat de conductance in de crucible verwaarloosbaar klein is en dat er daarom alleen gekeken wordt naar de naald. De naald bestaat uit twee verschillende delen, doordat de afmetingen hiervan bekend zijn is het mogelijk om de conductance voor elk van de stukken afzonderlijk te berekenen Deze kunnen vervolgens parallel bij elkaar opgeteld worden volgens vergelijking 3.

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2}$$

Deze berekening van de conductance geldt echter alleen als de buis relatief lang is. Een buis is in dit geval relatief lang als de diameter gedeeld door de lengte kleiner is dan 0.1. Is dit niet het geval dan spelen er andere effecten een rol en zal in plaats van een correctiefactor  $\alpha$  een correctiefactor  $\gamma$  gebruikt worden, dit is weergegeven in vergelijking 4. Deze corrigeert de berekening voor het feit dat er een korte buis in het systeem zit.

$$C = 12.2 \cdot \gamma \cdot \frac{d^3}{l}$$

Deze korte buis komt in het systeem als de flow beperkt moet worden, omdat de dampspanning te hoog is waardoor de druk in de kamer boven een veiligheidswaarde dreigt te komen. Er wordt dan een apertuur aan de crucible bevestigd zodat er minder gas het vacuüm systeem in kan komen. In eerste instantie werd aangenomen dat de conductance op deze manier nauwkeurig genoeg berekend was. Het bleek echter dat berekende en gemeten waarden niet goed overeen kwamen. De formules gelden voor lucht (stikstof), als een ander molecuul gebruikt wordt moet hiervoor gecorrigeerd worden. Dit is vooral van

belang als het gas uit grote moleculen bestaat. Deze correctie wordt uitgevoerd door gebruik te maken van de molaire massa en de temperatuur van het molecuul (vergelijking 5).

$$C_{gas} = \sqrt{\frac{M_{lucht}}{M_{gas}} \cdot \frac{T_{gas}}{T_{lucht}}} \cdot C_{lucht}$$

Bij dit onderzoek is de (absolute) temperatuurverandering relatief klein. Daarom is gekozen om de temperatuur te verwaarlozen en alleen de molaire massa mee te nemen in deze berekening. Als uiteindelijk de conductance gecorrigeerd is voor het molecuul kan de flux  $J_0$  aan het einde van de naald omgerekend worden uit het debiet dat de kamer in komt ( $Q_{in}$ ). Voor deze berekening zijn tevens het molair volume, het getal van Avogadro en het oppervlak van het uiteinde van de naald (nozzle) nodig. Hiervoor geldt vergelijking 6.

$$J_0 = \frac{Q_{in} \cdot N_a}{\pi \cdot r(cm)^2} \left[ \text{particles} / s \cdot cm^2 \right]$$

Het debiet in kan ook gebruikt worden voor het berekenen van de verschilddruk. Hierbij wordt  $Q_{in}$  ( $Q_{in}=Q_{uit}$ ) gedeeld door de effectieve pompsnelheid (vergelijking 7).

$$\Delta P = \frac{Q}{S_{eff}}$$

De effectieve pompsnelheid die aangegeven staat op de vacuümpomp is 250 L/s. Doordat deze pomp aan de vacuümkamer is bevestigd door middel van bellows en een afscherm-systeem (grid) wordt deze effectieve pompsnelheid verminderd. Aanvankelijk werd gerekend met een geschatte pompsnelheid. Doordat er grote verschillen aanwezig waren tussen de berekende en gemeten drukverschil is er verder onderzoek gedaan naar de pompsnelheid. De vacuümpomp is gekalibreerd voor stikstof.[5] Tijdens het experiment worden er echter voornamelijk langere ketens alkaan moleculen afgepompt. Om een hogere nauwkeurigheid te halen is daarom een eigen kalibratie van de effectieve pompsnelheid uitgevoerd met water aangezien de vacuum

eigenschappen van dit molecuul goed bekend zijn. Vervolgens kan de gekalibreerde effectieve pompsnelheid van water omgerekend worden naar een effectieve pompsnelheid van andere moleculen. Dit gebeurt door de capture efficiency (C.E.) van de turbo moleculair vacuümpomp te gebruiken. Deze is gegeven in vergelijking 8.

$$C.E. = \frac{\text{bladsnelheid} \cdot \sqrt{M}}{\sqrt{T}}$$

De bladsnelheid is constant en de temperatuurverandering is zeer klein. Deze zijn daarom verwaarloosd. Er blijft dan alleen nog de afhankelijkheid van de wortel van het moleculair gewicht over. De effectieve pompsnelheid kan vervolgens bepaald worden voor elk gebruikt gas volgens vergelijking 9.

$$S_{eff, \text{molecuul}} = S_{eff, \text{water}} \cdot \frac{C.E._{\text{molecuul}}}{C.E._{\text{water}}}$$

Om uiteindelijk de berekende waarde met de echte waarde te kunnen vergelijken moet het afgelezen drukverschil nog gecorrigeerd worden aangezien de drukmeter (Penning gauge) alleen gekalibreerd is voor stikstof. Een drukmeter kalibreren is echter niet zo gemakkelijk als het kalibreren van de effectieve pompsnelheid van de vacuümpomp. Er zijn wel waarden bekend voor verschillende stoffen (edelgassen). De gebruikte damp was echter geen edelgas maar een alkaan molecuul. Er zijn wel correctiefactoren gevonden die een goede indicatie voor de echte druk konden geven, maar er zijn geen correctiefactoren gevonden voor precies dit type drukmeter zoals gebruikt wordt in deze elektronenmicroscop.

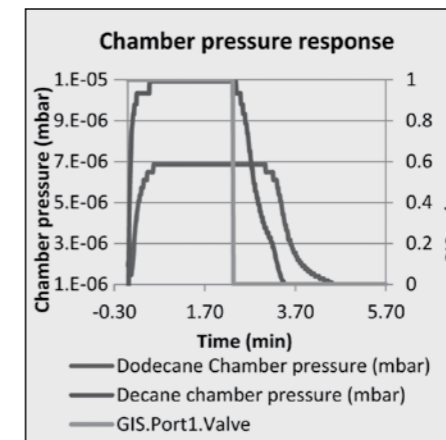
#### Resultaten

Bij de eerste berekeningen waren de molecuul afhankelijkheden nog niet bekend. Daarom zal het eerste stuk gerekend worden zonder deze afhankelijkheden. Bij de resultaten worden twee gebruikte moleculen vergeleken,

Tabel 1: Berekende parameters voor decaan en dodecaan bij 28°C.

	Decaan	Dodecaan
Q (mbar · L/s)	$4.1 \cdot 10^{-03}$	$3.9 \cdot 10^{-04}$
$\Delta P_C$ (mbar)	$5.9 \cdot 10^{-05}$	$5.6 \cdot 10^{-06}$
$\Delta P_M$ (mbar)	$>1 \cdot 10^{-04}^*$	$6.4 \cdot 10^{-06}$

\* Overschreed de limiet waardoor het niet meetbaar was.



Figuur 4: Drukresponse curve van decaan en dodecaan bij 28°C.

decaan  $C_{10}H_{22}$  en dodecaan  $C_{12}H_{26}$ . Als eerste wordt de conductance berekend met behulp van vergelijking 2, 3 & 4. Een conductance van  $1.9 \cdot 10^{-03}$  L/s wordt verkregen. Tabel 1 geeft het berekende debiet (Q), de berekende  $\Delta P_C$  (waarbij gebruik gemaakt is van een geschatte pompsnelheid 70 L/s) en de gemeten  $\Delta P_M$  (zonder correctiefactor voor de drukmeter) weer van beide moleculen bij 28°C, berekend met behulp van vergelijking 6 en 7. Figuur 4 geeft de drukresponse curve van beide moleculen weer.

De druk in de elektronenmicroscop mag niet boven de  $1 \cdot 10^{-04}$  mbar komen. Ondanks de verwachte bruikbaarheid van decaan werd er toch een te hoge drukresponsie in de vacuümkamer gemeten. Er is daarom eerst getest of het mogelijk was om decaan te deponeren door gebruik te maken van een flow restricting apertuur, daarna is de vacuümtheorie verder verdiept. De conductance van de naald gaat daardoor omlaag wat uiteindelijk oplevert dat het debiet ook omlaag gaat. De conductance van de naald met een apertuur is gelijk aan  $8.6 \cdot 10^{-05}$  L/s. De resultaten waarbij deze waarde gebruikt wordt voor het berekenen van het debiet en de verschilddruk is weergegeven in Tabel 2.

Tabel 2: Berekende parameters voor decaan met apertuur bij 28°C.

	Decaan
Q (mbar · L/s)	$1.8 \cdot 10^{-04}$
$\Delta P_C$ (mbar)	$2.6 \cdot 10^{-06}$
$\Delta P_M$ (mbar)	$2.5 \cdot 10^{-05}$

Nu is wel te meten wat de kamer druk is, maar er is een factor 10 verschil tussen de

gemeten en berekende verschilddruk. Bij dodecaan is er weinig verschil te zien. Als nu de berekende waarden gecorrigeerd worden met behulp van vergelijking 5 & 9, waarbij ook gebruik gemaakt wordt van de kalibratie van de pompsnelheid van water zien de waarden eruit als weergegeven in Tabel 3.

Tabel 3: Berekende parameters voor decaan en dodecaan met gebruik van correctiefactoren bij 28°C.

	Decaan	Dodecaan
Q (mbar · L/s)	$8.0 \cdot 10^{-05}$	$1.7 \cdot 10^{-04}$
$\Delta P_C$ (mbar)	$5.4 \cdot 10^{-07}$	$1.0 \cdot 10^{-06}$
$\Delta P_M$ (mbar)	$2.5 \cdot 10^{-05}$	$6.4 \cdot 10^{-06}$

Er blijft vervolgens nog steeds een groot verschil tussen de berekende en gemeten waarde. Deze afwijking ontstaat bij het meten van de kamerdruk. Met elders verkregen correctiefactoren voor de drukmeter werd de gemeten verschilddruk  $\Delta P_M$  gecorrigeerd naar een "echte" verschilddruk  $\Delta P_A$ , door de gemeten druk te delen door de correctiefactor.[6,7] Deze correctiefactoren kunnen slechts als indicatie gebruikt worden. Dit komt omdat in deze elektronenmicroscop een Cold Cathode Ionization Penning heeft en deze correctiefactoren gelden voor een Hot Cathode Ionization Penning. De correctiefactor voor decaan is in dat geval 9.1 en voor dodecaan is dat 10.7. Het berekende en het gecorrigeerde gemeten drukverschil zijn weergegeven in Tabel 4.

Tabel 4: De gecorrigeerde berekende druk vergeleken met de gecorrigeerde drukmeting in de vacuümkamer voor decaan en dodecaan bij 28°C.

	Decaan	Dodecaan
$\Delta P_C$ (mbar)	$5.4 \cdot 10^{-07}$	$1.0 \cdot 10^{-06}$
$\Delta P_A$ (mbar)	$2.7 \cdot 10^{-06}$	$6.0 \cdot 10^{-07}$

Als laatste kan met behulp van vergelijking 6 gekeken worden naar de flux aan het einde van de naald. De vergelijking van de flux van decaan en dodecaan zijn weergegeven in Tabel 5.

Het uiteindelijke verschil tussen de berekende flux als alle correctiefactoren doorgevoerd zijn komt in dit geval uit onder een factor 5 ten opzichte van een minimale fout van een factor 15 tussen de gemeten en berekende



Tabel 5: De flux van decaan en dodecaan vergeleken bij gecorrigeerde berekening, gemeten druk en gecorrigeerde drukmeting bij 28°C.

	Decaan	Dodecaan
$J_{0,C}$ (part/s · cm <sup>2</sup> )	$8.9 \cdot 10^{17}$	$1.9 \cdot 10^{18}$
$J_{0,M}$ (part/s · cm <sup>2</sup> )	$1.4 \cdot 10^{19}$	$3.6 \cdot 10^{19}$
$J_{0,A}$ (part/s · cm <sup>2</sup> )	$4.4 \cdot 10^{18}$	$1.1 \cdot 10^{18}$

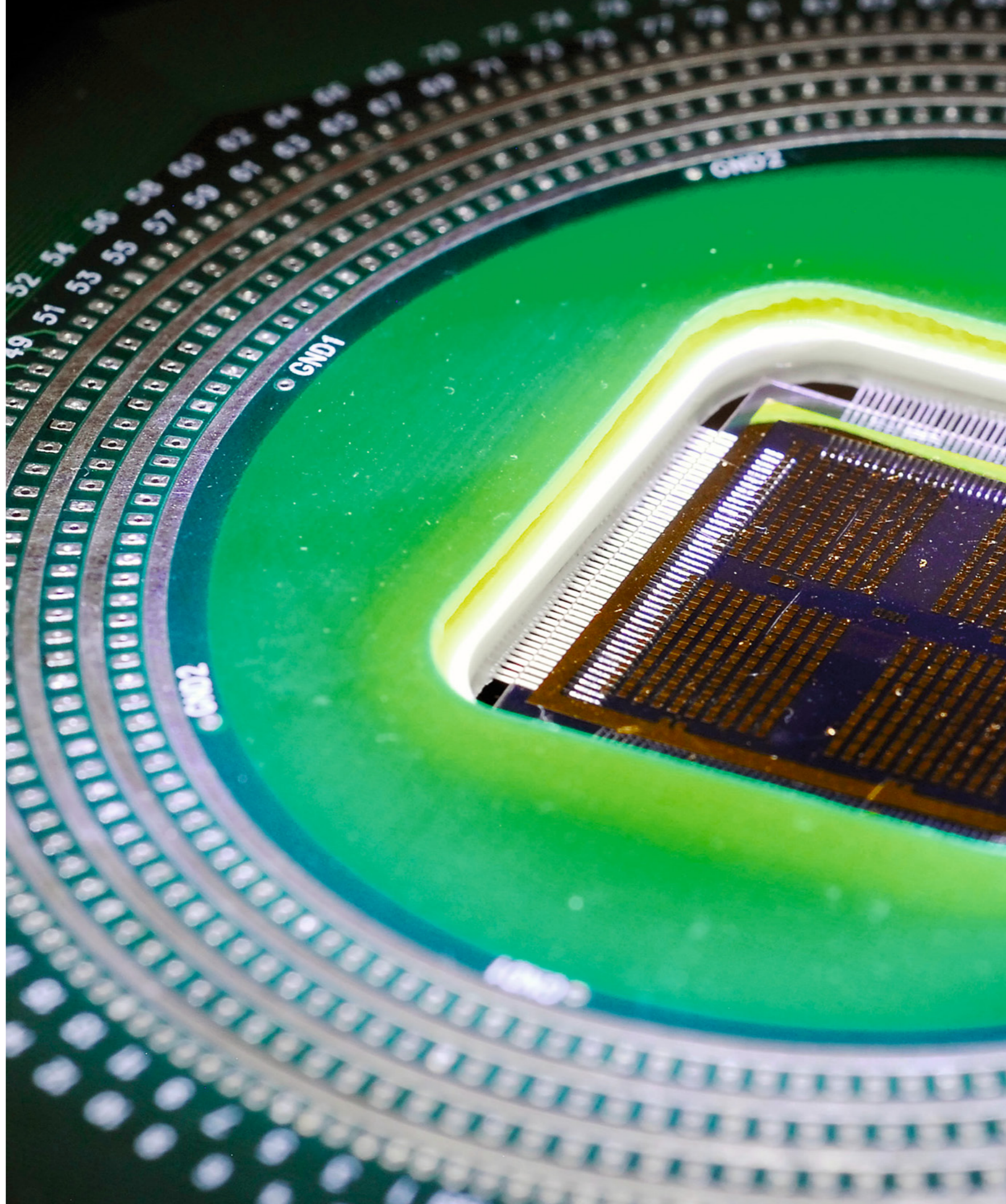
waarde. Dit lijkt nog steeds een zeer grote fout, maar de gebruikte correctiefactor voor de drukmeter zijn alleen bruikbaar als indicatie.

#### Conclusie

- Als conclusie uit dit onderzoek is gebleken dat het belangrijk is om in de berekeningen mee te nemen met welk molecuul gewerkt wordt.
- De vergelijking tussen de berekende en de gemeten flux wordt een factor 10 nauwkeuriger als alle correctiefactoren doorgevoerd worden.
- Om een nog betere vergelijking te krijgen is meer onderzoek nodig over de correctiefactoren van decaan en dodecaan bij een Cold Cathode Ionization Penning.

#### Referenties

- 1 Farlander Central, used at 27-09-2010, <http://www.freewebs.com/farlander/research/electron.htm>
- 2 FEI intern document Piet Trompenaars.
- 3 Chemical and other safety information from the physical chemistry laboratory, Oxford University, used at: September 2010, last modified at: 26 august 2010, <http://msds.chem.ox.ac.uk/>
- 4 K.G. Müller, Vakuumtechnische berechnungsgrundlagen, W.C. Heraeus GmbH., Germany – Hanau, 1961
- 5 [web.iitd.ac.in/~sujeeet/L13%20Turbo%20Molecular%20Pump.pdf](http://web.iitd.ac.in/~sujeeet/L13%20Turbo%20Molecular%20Pump.pdf), used at 23-12-2010, last modified at 20-09-2010, <http://web.iitd.ac.in/~sujeeet/L13%20Turbo%20Molecular%20Pump.pdf>
- 6 BOC Edwards, Instruction manual AIM-S-NW25, Crawley, West Sussex, United Kingdom
- 7 Privé communicatie Alcatel Hochvakuum Technik GmbH



## Agenda

**28 Augustus - 2 September 2011**  
European Conference on Surface Science  
(ECOSS) 28, Wrocław, Polen  
Voor meer informatie zie: <http://www.ecoss28.eu/>

**12 - 15 September 2011**  
Euromat 2011, Montpellier, Frankrijk  
Voor meer informatie zie: <http://euromat2011.fems.eu/>

**18 - 19 October 2011**  
Vacuum Expo 2011, Coventry, UK  
Voor meer informatie zie: <http://www.vacuum-expo.com/index.php>

**30 October - 4 November 2011**  
AVS-58 International Symposium & Exhibition,  
Nashville, TN, USA  
Voor meer informatie zie: <http://www.avs.org/>

**7 - 10 November 2011**  
International Symposium on Clusters and Nano-  
structures, Richmond, VA, USA  
Voor meer informatie zie: <http://www.iscan.vcu.edu/>

**8 - 11 November 2011**  
15<sup>th</sup> International Conference on Thin Films  
(ICTF-15), Kyoto, Japan  
Voor meer informatie zie: [ictf15@intergroup.co.jp](mailto:ictf15@intergroup.co.jp)

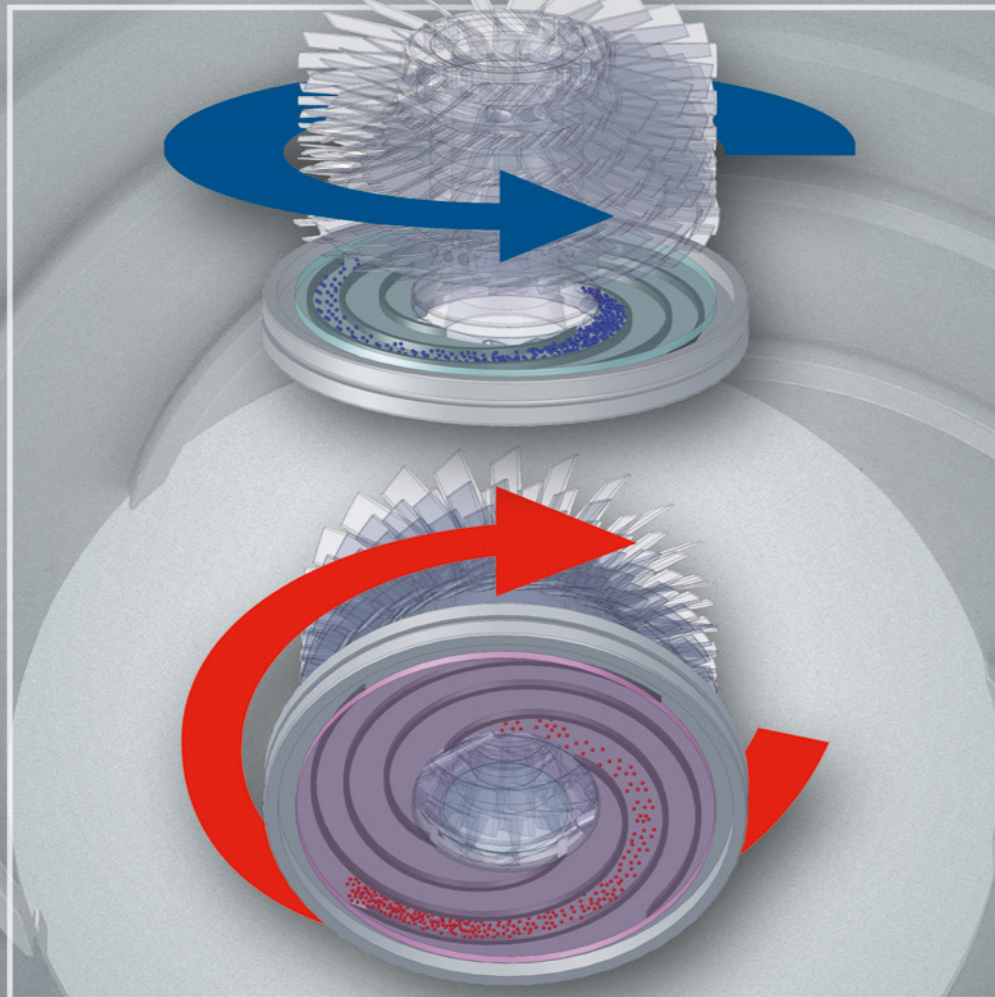
**14 - 18 November 2011**  
53<sup>rd</sup> Annual Meeting of the APS Division of  
Plasma Physics, Salt Lake City, Utah, USA  
Voor meer informatie zie: <http://www.aps.org/units/dpp/meetings/dpp11/index.cfm>

**28 November - 2 December 2011**  
MRS Fall Meeting & Exhibit, Boston, MA, USA  
Voor meer informatie zie: <http://www.mrs.org/fall2011/>



# TwisTorr

## The New Molecular-Drag Technology



### Vacuum Products Evolution: TwisTorr Technology

New spiral design molecular drag section with highest vacuum performance and most compact design.

The Agilent Turbo-V TwisTorr Series represents a new category of Turbomolecular Pumps and outpaces competition in terms of:

- Pumping speed (> 700 l/s)
- Compression ratio (up to  $10^{11}$ )
- Compact (length from 240 mm up)
- Advanced electronics (Field Oriented Control solution)
- Clean and dry, maintenance-free UHV solution



Agilent Technologies Netherlands B.V.  
Tel: +31 118 671570 Toll Free: 00 800 234 234 00

[www.agilent.com/chem/vacuum](http://www.agilent.com/chem/vacuum)

© Agilent Technologies, Inc. 2011

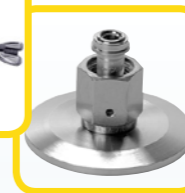
The Measure of Confidence



### Vacuum Products



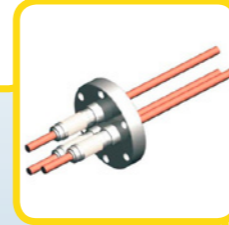
Vacuum Flanges and Fittings



Gauges and Mass Spectrometers



Valves and Feedthroughs



Thin Film and Thickness Monitoring



Service Items



Glovebox and Solvent Purification



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

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

April 2011





## Perfecte vacuüm oplossingen!

### Twée sterke merken verenigd

- best-in-class producten
- toonaangevende kennis van vacuüm technologie
- wereldwijd verkoop- en service-ondersteuning

Ben t u op zoek naar een perfecte vacuüm oplossing?  
Bezoek ons alstublieft op:

[www.pfeiffer-vacuum.com](http://www.pfeiffer-vacuum.com)

**adixen**  
by PFEIFFER VACUUM

In memoriam (1951-2011)

## Frans Habraken



Op 6 september 2011 is Frans Habraken overleden, 60 jaar oud. Velen van u wisten dat hij al geruime tijd ziek was, waardoor hij steeds meer verlamd raakte. Niettemin is hij tot het laatste toe zeer actief gebleven in de wetenschap, ondermeer als editor van Applied Surface Science. Mede door de liefdevolle verpleging, die hij thuis genoot, bleef zijn kenmerkende opgewekte natuur onaangetast.

Na zijn studie natuurkunde in Utrecht promoveerde hij aldaar in 1980 onder leiding van professor dr. Gosse Bootsma. Na enkele jaren werkzaam te zijn geweest op het Philips Natuurkundig Laboratorium zette hij zijn wetenschappelijke carrière voort aan de Universiteit Utrecht, sinds 1989 als hoogleraar van de vakgroep Atoom- en Grenslaagfysica binnen de faculteit Natuur- en Sterrenkunde.

Zijn experimentele vaardigheden beoefende hij graag in het Van de Graafflaboratorium, waar de ionenversnellers stonden. Hij bracht er de met RBS-gerwante analyse-techniek van ERD (Elastic Recoil Detection) tot grote bloei: dankzij Frans en zijn medewerkers konden voortaan ook waterstofprofielen in dunne lagen kwantitatief

en met verbeterde diepteresolutie gemeten worden.

De NEVAC prijst zich gelukkig dat een even briljant als enthousiast wetenschapper als Frans Habraken zoveel jaren actief is geweest in onze vereniging. Frans was een echte verenigingsman, met een groot sociaal gevoel. Hij was jarenlang bestuurslid van de werkgroep ODULA (Oppervlakken en Dunne Lagen). Frans was daar de drijvende kracht achter veel initiatieven, altijd bereid om een studiedag te organiseren en om mensen enthousiast te maken voor de surface science.

De studentendagen maakten in die tijd een ongekende bloeiperiode door. Van 1991 tot 1996 was hij lid van het hoofdbestuur van de NEVAC: eerst als vice-voorzitter en ver-

volgens als voorzitter. Hij was namens de NEVAC zeer nauw betrokken bij de organisatie van de IVC-12 (Den Haag 1992) en de ECOSS-17 (Enschede 1997).

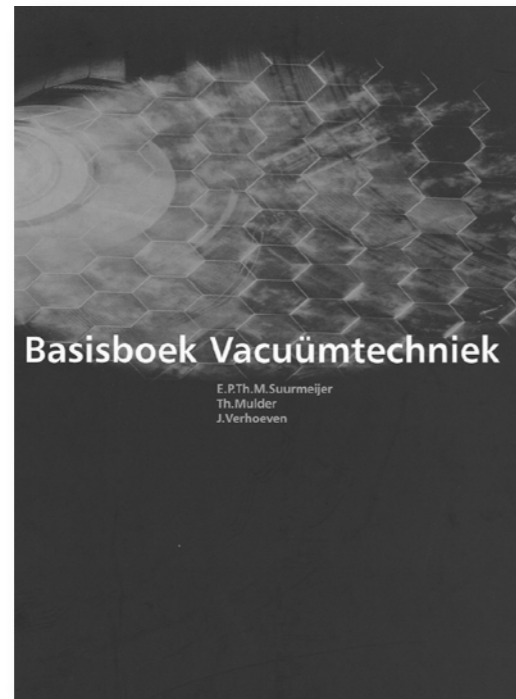
Met het overlijden van Frans Habraken verliest de NEVAC een van haar markantste leden. We hebben genoten van zijn bevoegenheid, zijn deskundigheid en zijn vriendschap. Zijn altijd positieve instelling, vooral ook in de moeilijke tijden die hij de laatste jaren heeft doorgemaakt, is voor ons allen een voorbeeld. We wensen zijn collega's, maar vooral zijn gezin oprecht veel sterkte toe bij het verwerken van dit verlies.

Bestuur en oud-bestuursleden van de NEVAC  
September 2011



# Verkrijgbaar, het NEVAC Basisboek Vacuümtechniek

door: E.P.Th.M. Suurmeijer, Th. Mulder en J. Verhoeven



## Geheel herziene uitgave van maar liefst 710 pagina's

- ▶ *Nederlandstalig*
- ▶ *Rijk geïllustreerd*
- ▶ *MBO niveau met verdiepingsstof op HBO en academisch niveau*
- ▶ *Te gebruiken als leerboek en als naslagwerk*
- ▶ *Door de NEVAC uitgegeven in eigen beheer*

In gebonden vorm voor **€65,-**  
(excl. €10,- verzendkosten)

Het NEVAC basisboek vacuümtechniek is verkrijgbaar bij: Mw. C. Bot  
Busch B.V.  
Pompmolenlaan 2  
3447 GK Woerden  
tel: 0348-417900  
e-mail: c.bot@busch.nl



## SPECIAL FASTENERS FOR VACUUM AND **HIGH** VACUUM APPLICATIONS

A large range of fasteners for vacuum environments are available. Co-engineered for the semiconductor industry by Jeveka, these fasteners can be used in a very wide range of applications.

### Available products:

- Socket head capscrew
- Vented socket head capscrew
- Captive
- Vented captive

### Available surface treatments:

- Electro polishing, for reducing friction and particles
- Kolsterising, for preventing galling
- Cleaning, for minimizing particles

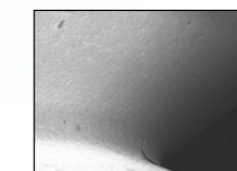
### Available materials:

- AISI 316 and A4 Stainless Steel
- Titanium TiAl6v4 (grade 5) rolled thread, pressed head

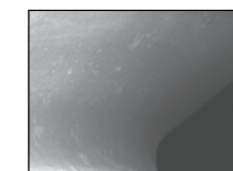


Jeveka. Since 1937 a leading specialist in the field of fasteners and tools.

### A4 stainless steel cap screw



without treatment



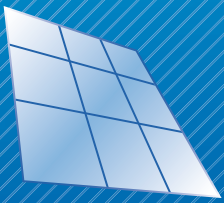
after kolsterising and polishing

Keienbergweg 8  
NL-1101 GB Amsterdam  
P.O. Box 22966  
NL-1100 DL Amsterdam

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







# DELFT NANOTECHNOLOGY

New Technology for New Science



## Cambridge Nanotech ALD systems

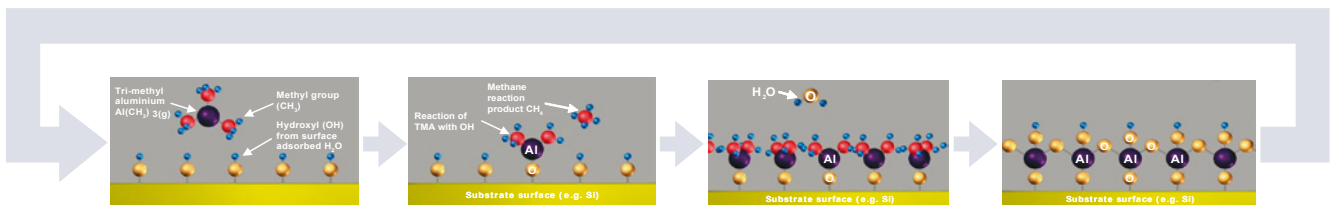


### Fiji Plasma ALD System Benefits

- **In-situ Film Analysis** made easy with ports to accommodate QCM, OES, ellipsometry and Langmuir Probes
- **Flow-optimized Reaction Chamber** yields laminar flow, radical efficiency, and uniform depositions
- **Three Deposition Modes** for rapid film growth, high aspect ratio features and plasma
- **Dual Reaction Chamber** configuration lets researchers run two independent experiments simultaneously

## The Science of Atomic Layer Deposition

### Single ALD Cycle



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

CambridgeNanoTech  
Simply ALD

Delft Nanotechnology • Delftechpark 26 • Delft • The Netherlands

Tel: +31 (0)15 2600 406 • [info@delft-nanotechnology.nl](mailto:info@delft-nanotechnology.nl)

[www.delft-nanotechnology.nl](http://www.delft-nanotechnology.nl)