

NEVAC

jaargang 57 nummer 1 april 2019



NEDERLANDSE
VACUÛMVERENIGING

blad

**NEVAC day, Friday 17 May
FELIX Laboratory, Nijmegen**

**Enabling materials control and
selective processing in the third
dimension**



**Geschiedenis: De verdere
ontwikkeling van de B&A**

**Vacuümtechniek:
Vacuümdrukmeting met een
polshorloge?**

Vacuum pressure bursts

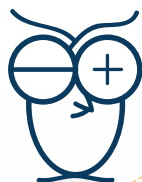
Om een ruimte optimaal vacuüm te krijgen en te houden, maar ook om virtueel lekken en potentiële contaminatie te voorkomen, is het van belang dat er gebruik wordt gemaakt van vacuüm bevestigingsartikelen.

Jeclin bevestigingsartikelen voor cleanroom en vacuüm kenmerken zich door een standaard kwaliteit van A4-80. De artikelen zijn ook verkrijgbaar in: roestvaststaal AISI 316, Inconel 718 en Titanium (grade 2 en 5).

Jeclin

cleanroom & vacuum fasteners

developed by **Jeveka**



Gemarkeerd ter herkenning

Vented voor optimaal vacuüm



www.jeclin.com

Jeclin is een uitgebreid assortiment aan bevestigingsartikelen voor cleanroom en vacuümtoepassingen. Jeclin is oorspronkelijk ontwikkeld door Jeveka in samenwerking met de halfgeleiderindustrie. Tegenwoordig vind je deze bevestigingsartikelen in een groot aantal toepassingen die afhankelijk zijn van cleanroom technologie, zoals lucht- en ruimtevaart, solarsystemen en de medische industrie.

Waarom kiezen voor **Jeclin** van **Jeveka**

- Veel artikelen uit voorraad leverbaar
- Productie van specials op aanvraag
- Kleinere aantallen mogelijk
- Technische ondersteuning en advies
- Groeiend assortiment door vraag uit de markt
- Meer dan 80 jaar ervaring

Oppervlakte- en nabehandelingen

- Elektrolytisch polijsten
- Kolsteriseren (voorkomen van koudlas)
- Reinigen (minimaliseren van kleine deeltjes)
- Nagerolde draad
- Verzilveren / vergulden op verzoek

Beschikbare producten

- Binnenzeskant
- Zeskant
- Moeren
- Onverliesbaar
- Ringen
- Pennen

 **Jeveka**
keeping it together



Onbehandeld

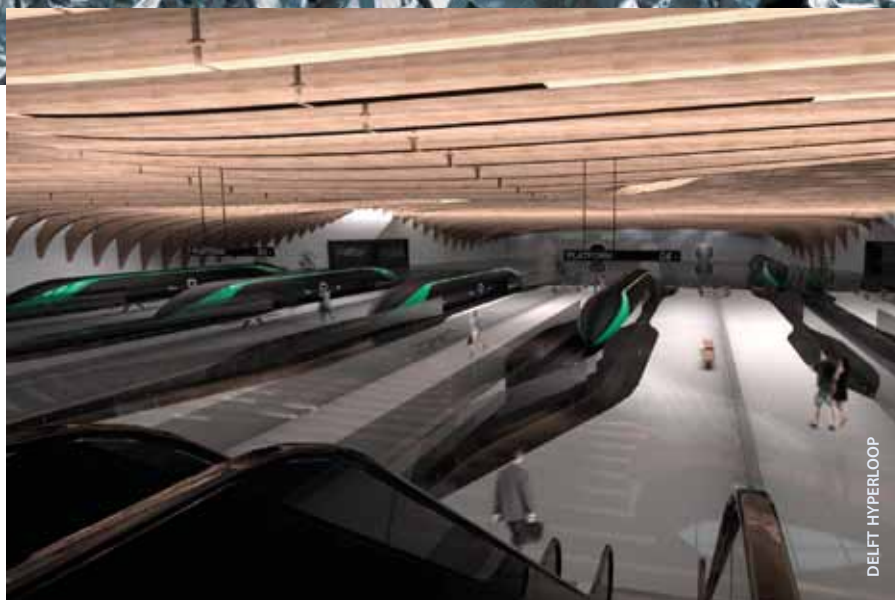


Na kolsteriseren en polijsten

Foto's door FEI Electron Optics BV

Inhoud

- 5 **Van de redactie: Stel je eens voor!**
Karine van der Werf
- 6 **Ion energy control during plasma-enhanced atomic layer deposition: Enabling materials control and selective processing in the third dimension** *Tahsin Faraz, Harm Knoops, Erwin Kessels*
- 10 **Uitslag NEVAC-prijsvraag 2019**
Hans van Eck
- 12 **Vacuum pressure bursts: Effects of contamination on elastomeric vacuum sealing surfaces**
Konstantinos Gkrekos, Stan Tolhuis
- 17 **Clean 2019** *Rients de Groot*
- 18 **Nieuws: Katalysatorprobleem opgelost na vier decennia**
- 19 **Programme NEVAC day 2019**
- 26 **Notulen NEVAC ALV 2018**
- 27 **Concept agenda NEVAC ALV 2019**
- 27 **Jaarverslag Excursiecommissie en Commissie Opleidingen**
- 28 **Financieel jaarverslag 2018**



DELFT HYPERLOOP

- 30 **Vacuümtechniek: Vacuümdrukmeting met een polshorloge?**
Bert Suurmeijer
- 34 **Geschiedenis: De verdere ontwikkeling van de B&A**
Theo Mulder
- 36 **Boekbespreking: The state of the art of vacuum science and technology**
Dr Falk Braunschweig
- 38 **Lassen van glas aan metalen**
- 39 **Agenda**

25 Roland Mulder and Laura Croes are responsible for the power system of the TU Delft Hyperloop Pod this year. The power system consists of the batteries, the safety components, but also the motor controllers. They will discuss the Hyperloop and the challenges they faced in designing a power system for a low-pressure environment during the NEVAC day, Friday 17 May, FELIX Laboratory, Nijmegen.

Colofon

Redactie

Claud Biemans, eindredacteur
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

Verschijningsstijdstippen 2019

April
Juli
December

Kopij inzenden naar redactie@nevac.nl
Lidmaatschap opgeven bij de ledenadministratie, penningmeester@nevac.nl.
Abonnementen opgeven bij abonne-
mentenadministratie.

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

De sluitingsdatum van kopij voor het volgende nummer van het NEVAC blad is 24 mei 2019



RGA Series

Residual Gas Analysers

3F Series RGA

Triple filter mass spectrometers for analytical applications

- ▶ Triple filter technology provides extended mass ranges, increased mass resolution, enhanced sensitivity and improved contamination resistance for more demanding analytical applications.



HALO 201

For residual gas analysis

- ▶ Suitable for vacuum fingerprint analysis, leak detection and trend analysis.



3F-PIC

Pulse ion counting detection for fast event studies

- ▶ Ultra-fast pulse ion counting detection provides seven decade continuous dynamic range with optimum sensitivity at UHV/XHV.



represented by





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

Stel je eens voor!

Wat doe je als je na een extra verblijf van een week na de NEVAC-reis langer in Japan 'moet' blijven, omdat het vliegveld van Osaka nog steeds gesloten is sinds er een tyfoon overheen raasde? Wat wil je nog als je in die extra week meer paleizen en tempels gezien hebt dan je in je kunt opnemen? In de eerste plaats laat je je in één van de vele elektronicazaken verleiden tot de aanschaf van accessoires voor je fotografie-hobby. Ten tweede geeft het je de tijd en gelegenheid om, samen met de andere gestrande reizigers, de toestand in de wereld en in het bijzonder die van de NEVAC te overdenken. Zo is in de tot hippe foodcourt omgebouwde krochten van de Kyoto Tower, onder het genot van een Sapporo-biertje (of twee, drie ...) het idee geboren voor een nieuwe rubriek voor het *NEVAC blad*.

De NEVAC-leden kunnen elkaar ontmoeten tijdens de NEVAC-dag en de buitenlandreis. Aan deze activiteiten neemt maar een relatief klein aantal van de leden actief deel. Om beter zichtbaar te maken wie de NEVAC-leden zijn, willen we de leden vanaf het volgende nummer de gelegenheid geven zichzelf voor te stellen aan de hand van een aantal door de redactie aangeleverde vragen en een sprekende foto (van vacuüm-gerelateerde activiteiten). Leden die belangstelling hebben om zichzelf in deze rubriek voor te stellen of kandidaten hiervoor willen voordragen, kunnen dit per e-mail aangeven bij de redactie, redactie@nevac.nl. De redactie zal er, zo nodig, ook zelf actief achteraan gaan.

Terug naar het nummer dat nu voor u ligt. We openen met het verhaal van de NEVAC-prijswinnaar 2019 Tahsin Faraz. Na de uitgebreide bespreking van de geschiedenis van de Bayard-Alpert drukmeter in de vorige nummers, weidt Theo Mulder nu uit over de toekomst van dit meetinstrument. Verder is er aandacht voor de kwartskristal-frictiemanometer, vacuüm-spikes en een uitgebreide boekbespreking van de Engelstalige 'Blauwe Vacuüm Bijbel'. De meeste ruimte is echter gereserveerd voor de komende NEVAC-dag. Het belooft weer een interessant programma te worden. We hopen dan ook dat heel veel leden gebruik zullen maken van deze gelegenheid om andere individuele en bedrijfsleden te ontmoeten.

Ik moet bekennen dat ik zelf heel lang een slapend lid ben geweest. Deelname aan de buitenlandreis naar Silicon Valley in 2015 heeft mij uit *hibernation* gehaald. Dus, leden, denk erover na om een volgende keer mee op reis te gaan (er zijn al ideeën over de bestemming), maar kom in elk geval naar de NEVAC-dag op 17 mei. Tot in Nijmegen!

Karine van der Werf



Ion energy control during plasma-enhanced atomic layer deposition:

Enabling materials control and selective processing in the third dimension

As we enter an era of atomic scale devices, there is a strict need for precise control over the thickness and properties of materials employed in device fabrication [1,2]. Furthermore, next-generation devices consist of various material layers across both planar and three-dimensional (3D) layouts which has led to an additional need for processing materials in a selective manner [3,4]. Plasma-enhanced atomic layer deposition (ALD) is a technique that uses the species generated in a plasma (i.e. radicals, ions) for processing materials at the atomic level. In this article, we demonstrate how implementing ion energy control in plasma ALD enhances the versatility of this atomic scale processing technique by enabling control over a wide range of material properties during deposition. Furthermore, we show how controlling ion energies during plasma ALD on 3D trench-shaped nanostructures provide a novel approach for topographically selective materials processing.

Tahsin Faraz, Harm Knoops, Erwin Kessels
Dept. of Applied Physics, Eindhoven University of Technology,
P.O. Box 513, 5600MB Eindhoven (t.faraz@tue.nl)

Plasma-enhanced atomic layer deposition

ALD is a cyclic deposition process based on sequential and self-limiting reactant exposure steps for synthesizing thin films in a layer-by-layer manner. Plasma ALD is an energy-enhanced ALD method in which a plasma is used during one of the reactant exposure steps of an ALD cycle (see figure 1) [5]. During the plasma exposure step, the substrate is exposed to a variety of species which consist of radicals and ions among other species. The radicals are highly reactive species that are known to contribute towards film growth during plasma ALD [6]. Further-

more, radicals impinge on a substrate in an isotropic/non-directional manner. In contrast, the plasma ions can impinge on a substrate in an anisotropic/directional manner (see figure 2 and discussion therein). The ions can also deliver additional energy to a growing film surface during plasma ALD. Although the contribution of radicals has been well investigated, very little is known about the role of ions in plasma ALD.

Controlling ion energies during plasma ALD with substrate biasing

A remote inductively coupled plasma reactor, such as the one shown in figure

2, can be used to grow films by plasma ALD. Typically, plasma ALD is carried out using a grounded substrate in the plasma step. This substrate configuration leads to low ion energies (upto 30 eV at sufficiently low pressures ~10 mTorr [5]) causing ions to play a relatively minor role compared to radicals during deposition. An advanced version of plasma ALD can be carried out by implementing RF substrate biasing in the plasma step (see figure 2). This technique can be used to enhance the energy of directional ions during plasma exposure in a controlled manner. In our research, we demonstrated that enhancing the energy of directional ionic species during plasma ALD can have a significant impact on films prepared on both planar and 3D substrates [7-10].

In the following sections, we will highlight the results obtained for three materials, namely titanium oxide (TiO_x), hafnium oxide (HfO_x) and silicon nitride (SiN_x) deposited without and with substrate biasing during plasma ALD on planar and 3D substrates.

Crystallization of TiO_x and HfO_x on planar substrates

TiO_x and HfO_x films were both grown by plasma ALD at a low temperature of 150 °C using an oxygen plasma step without and with RF substrate biasing. TDMAT (chemical formula: $\text{Ti}(\text{NMe}_2)_4$) and TDMACpH (chemical formula: $\text{CpHf}(\text{NMe}_2)_3$) were used as the precur-

ALD process cycle

The ALD process cycle depicted in figure 1 consists of four steps. Step 1 is the 'adsorption step' and step 3 is the 'activation step' where the surface is exposed to reactants, defined as 'precursor' in step 1 and 'co-reactant' in step 3. A plasma can be used as the co-reactant in step 3 that leads to the impingement of isotropic radicals and directional/anisotropic ions (indicated by arrows) on the surface. Steps 2 and 4 are 'purge steps'. Repeating the cycles, and hence the process steps, multiple

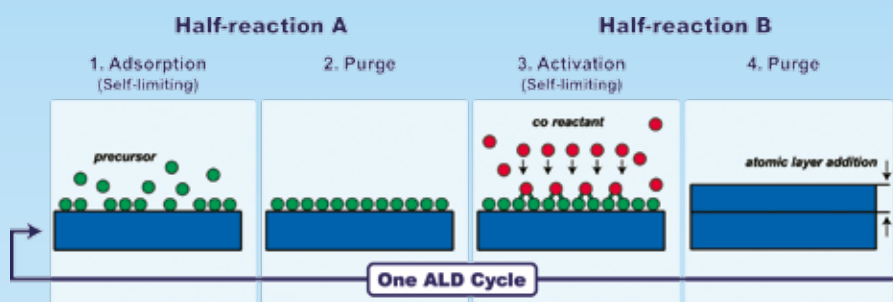


Figure 1 Schematic representation of one complete, generalized cycle of atomic layer deposition (ALD) performed using a plasma based activation step.

times leads to film growth where every ALD cycle adds an atomic layer to the film.

ALD system

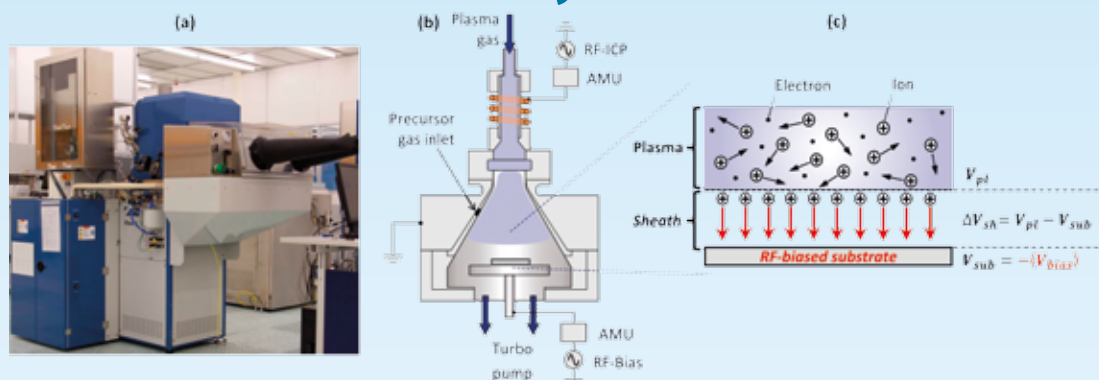


Figure 2 (a) Photo and (b) schematic of an Oxford Instruments FlexAL system equipped with substrate biasing for plasma ALD. (c) Magnified schematic illustrating details of the plasma, sheath and substrate regions during plasma exposure on a biased substrate.

In the commercial remote plasma ALD system shown in figure 2a and b, the plasma is generated from feedstock gas flowing through a dielectric alumina tube. A radio frequency power supply, RF-ICP, connected to a copper coil wrapped around the dielectric tube generates a remote inductively coupled plasma. Precursor gases are delivered to the reaction chamber through a separate gas inlet. The system is evacuated using a turbo pump to create a vacuum environment (10^{-6} Torr base pressure). A second RF power supply, RF-Bias, connected to the reactor table enables substrate biasing. Both RF power supplies are connected to the system via automated matching units, AMU, consisting of inductive and capacitive components.

Why are ions directional and energetic species?

The magnified schematic in figure 2c illustrates features of a space charge region called the sheath formed between a plasma, consisting of positive ions and negative electrons as the charged species, and the substrate. The sheath forms due to the difference in mobilities of heavy ions and light

electrons at the plasma boundaries. The sheath potential, ΔV_{sh} , is the difference between the plasma potential, ΔV_{pl} , and the substrate potential, ΔV_{sub} . Ions are accelerated across the sheath by ΔV_{sh} leading to a flux of positive ions impinging on the substrate with kinetic energy proportional to ΔV_{sh} . The ion flux is directional provided the ions do not undergo any gas phase collisions while traversing the sheath. This can occur at sufficiently low plasma pressures where the average distance travelled by ions before undergoing collisions (i.e. ion mean free path) significantly exceeds the sheath thickness. On a grounded substrate ΔV_{sub} is at zero potential, so ΔV_{sh} equals ΔV_{pl} . RF substrate biasing during plasma exposure causes ΔV_{sub} to acquire a negative time-averaged bias voltage, $-\langle \Delta V_{bias} \rangle$, which increases ΔV_{sh} to higher values compared to a grounded substrate. This enhances the kinetic energy of ions impinging on the RF-biased substrate. The ion energy can therefore be controlled (enhanced) during plasma exposure by tuning (increasing) the magnitude of $\langle \Delta V_{bias} \rangle$ with RF substrate biasing [9].

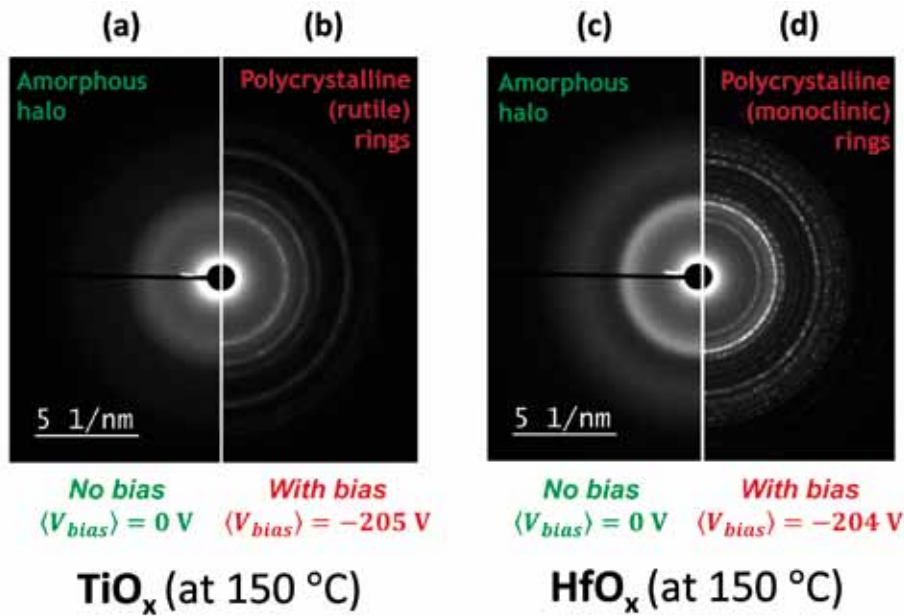


Figure 3 Selected-area electron diffraction patterns for (a, b) TiO_x and (b, c) HfO_x films grown (a, c) without and (b, d) with substrate biasing during the oxygen plasma exposure step of ALD at 150 °C. ($\langle \Delta V_{\text{bias}} \rangle$) and patterns are indicated for the corresponding images.

sors for TiO_x and HfO_x , respectively. Both films typically grow in the amorphous phase at this low temperature, evidenced by the diffuse halo patterns in the selected area electron diffraction images of figure 3. However, for films grown with RF substrate biasing during the oxygen plasma step, concentric ring patterns were observed in the electron diffraction images of figure 3 [8]. This indicated the presence of polycrystalline material corresponding to the rutile and monoclinic phases of TiO_x and HfO_x , respectively. These are crystalline phases that are normally obtained either by using high temperature deposition environments or by using special substrate materials that have crystal lattice parameters comparable to the deposited film. These results indicate that enhancing ion energies by substrate biasing during plasma ALD of such transition metal oxides can induce crystalline film growth even at low temperatures and also without the need for special substrates.

Phase-selective deposition on 3D substrates

Plasma ALD of TiO_x and HfO_x was also performed on 3D trench nanostructures with substrate biasing at 150 °C, as shown

in figure 4. Films growing at the planar (i.e. horizontal) top and bottom regions of the 3D trenches were polycrystalline (rutile TiO_x , monoclinic HfO_x) while those at the vertical sidewalls were amorphous [8]. This phenomenon can be attributed to the directional nature of energetic ions during plasma exposure with substrate biasing. The directional ions impinge on the planar trench surfaces (aligned perpendicular to the ion flux) with much more energy than on the vertical trench sidewalls (aligned parallel to the ion flux) during deposition with substrate biasing. Consequently, films growing at the planar surfaces under the influence of such energetic ions at this low temperature form crystal grains, concurrent with the earlier results of figure 3. The sidewall regions being devoid of energetic ion bombardment provide conditions resembling those on a grounded substrate, thereby yielding amorphous films. These results indicate how enhancing the energy of directional ions during plasma ALD with substrate biasing provides a new approach for conducting selective deposition on 3D substrates, defined in the literature as topographically selective deposition [11]. Therefore, we demonstrated topographically selec-

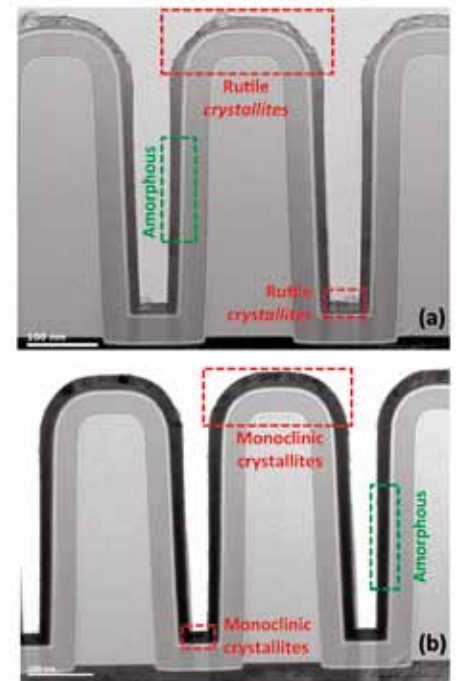


Figure 4 Cross-sectional TEM images of (a) TiO_x and (b) HfO_x films deposited on 3D trench nanostructures at 150 °C with substrate biasing ($\langle \Delta V_{\text{bias}} \rangle \approx -200 \text{ V}$) during the oxygen plasma step of ALD.

tive deposition of TiO_x and HfO_x in terms of simultaneous, phase-selective growth [8,12] of crystalline and amorphous material on the planar and vertical surfaces, respectively, of 3D trench-shaped substrates.

Tailoring SiN_x properties on planar substrates

Plasma ALD of SiN_x was performed using an aminosilane precursor, DSBAS (chemical formula: $\text{SiH}_3\text{N}(\text{tBu})_2$), and a nitrogen plasma step without and with RF substrate biasing. Dense SiN_x films with a high refractive index and compressive stress were obtained without any biasing (see figure 5a-c) [8,13]. On implementing substrate biasing during plasma ALD, the refractive index, density and compressive stress of SiN_x films decreased as a function of $\langle V_{\text{bias}} \rangle$ in the plasma step (see figure 5a-c) [8]. This showed enhancing ion energies during growth on a planar substrate degraded the properties of SiN_x [8,9]. However, since substrate biasing during plasma ALD influences material properties, it can be used to obtain nanoscale film lay-

ers with tailored properties. For instance, stacked layers with different properties, known as nanolaminates [14], could be obtained from the same material by growing one layer without and the next layer with substrate biasing, as shown in figure 5d. The top SiN_x layer grown with biasing has a lower contrast, and hence different properties, compared to the bottom SiN_x layer grown while the same substrate was in a grounded configuration during plasma exposure.

Microstructure-selective deposition on 3D substrates

Plasma ALD was also used to grow SiN_x films on 3D trench-shaped nanostructures without and with substrate biasing during nitrogen plasma exposure. After deposition, the films were subjected to a wet etching treatment of 30 s in dilute hydrofluoric acid. The results for as deposited and post wet etching treatment films are shown in figure 6. For SiN_x grown without substrate biasing, film thickness at nearly all regions of the 3D trench nanostructures was comparable before and after wet etching [13]. This indicated growth of wet etching resistant SiN_x without substrate biasing, in line with the earlier results of figure 5 that showed dense SiN_x films for a grounded substrate. However, for SiN_x grown with substrate biasing, film regions at the planar top and bottom surfaces of the trenches were completely removed while those at the vertical sidewalls remained behind after wet etching [8]. This is due to the directional nature of energetic ions with substrate biasing where more energy gets delivered to the planar compared to the vertical trench surfaces. It culminates in the selective degradation (i.e. density reduction) of SiN_x films growing at the planar trench surfaces which are then easily etched, while those growing at the vertical sidewalls are unaffected and therefore, remain intact after wet etching. These results indicate another approach for conducting selective deposition on 3D substrates by controlling the energy of directional ions during plasma ALD.

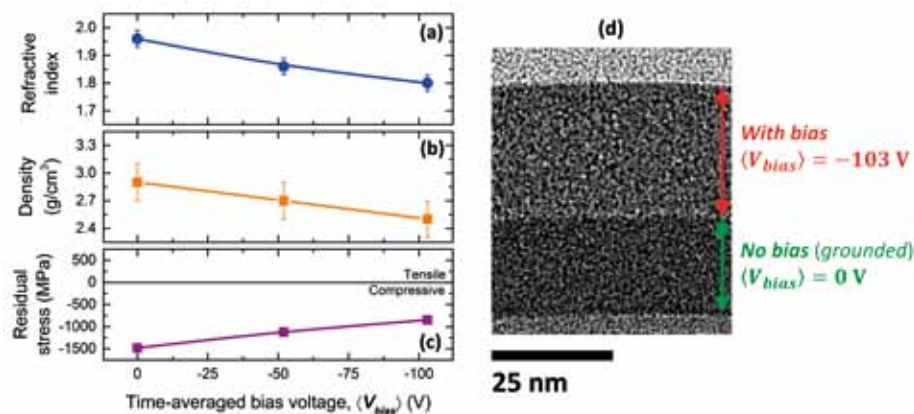


Figure 5 (a) Refractive index, (b) density, (c) residual stress of SiN_x films versus $\langle \Delta V_{bias} \rangle$ during the nitrogen plasma step of ALD at 500 °C. (d) Cross-sectional TEM image of stacked SiN_x films where the top and bottom layers were grown with and without substrate biasing, respectively, during nitrogen plasma exposure.

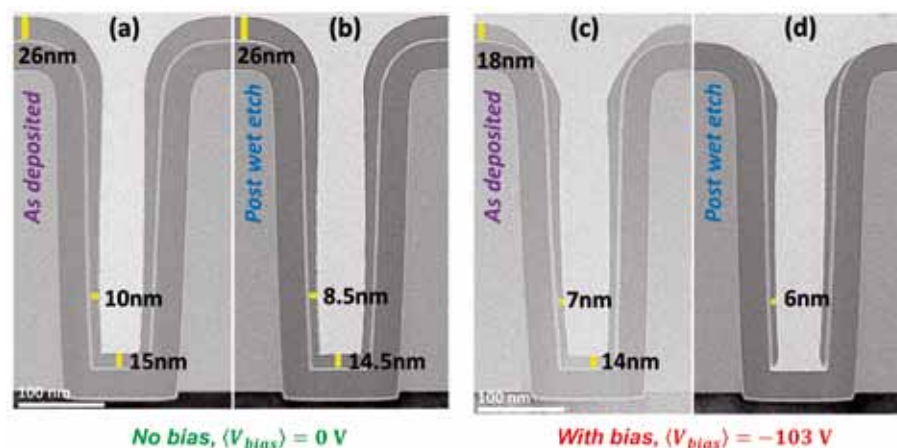


Figure 6 Cross-sectional TEM images of (a, c) as deposited and (b, d) post wet etching SiN_x films grown on 3D trench nanostructures at 500 °C. (a) and (b) denote films deposited without substrate biasing, (c) and (d) denote films deposited with substrate biasing ($\langle \Delta V_{bias} \rangle = -103$ V) during nitrogen plasma exposure.

For the case of SiN_x, we demonstrated topographically selective deposition in terms of simultaneous, microstructure-selective growth [8,12] of low and high density films at planar and vertical surfaces, respectively, of 3D trench nanostructures.

Perspective

The nanoelectronics device industry is currently looking at new ways for topographically selective processing of materials as 3D features become the norm in both device fabrication and final device architectures. The cases above signify how plasma ALD with substrate biasing enables topographically selective deposition on 3D substrates in terms of simul-

taneous growth of films with different material properties (e.g. phase, microstructure, etc.). These films also have the potential to undergo further processing in a selective context. The additional processing, e.g. wet or dry etching treatment, conducted after deposition could in principle lead to topographically selective etching as shown earlier for SiN_x. Likewise, the additional processing could also be performed during the deposition itself, e.g. in a cyclic process that sequentially combines selective deposition and selective etch steps. Such methods have the potential to yield films only at desired surfaces of 3D substrates if, for instance, area-selective deposition processes for obtaining films only at particular sur-

Topographically selective processing on 3D substrates

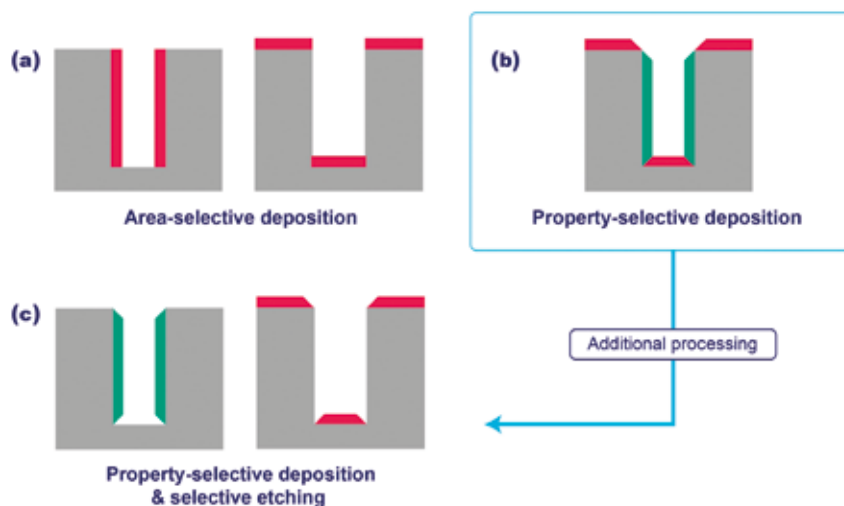


Figure 7 Schematic illustration of topographically selective processing on 3D trench-shaped substrates in terms of (a) area-selective deposition, (b) material property-selective deposition (e.g. phase, microstructure, etc.) by controlling the energy of directional ions during plasma ALD and (c) material property-selective deposition followed by selective etching.

faces do not exist (see figure 7). For example, the layouts in figure 7a after area-selective deposition resemble those in figure 7c. This could be achieved by conducting additional selective etch treatment after or during material property-selective deposition via ion energy control, depicted in figure 7b. On this accord, controlling the energy of directional ions during plasma ALD extends

the portfolio of atomic scale processing techniques by enabling a new approach for materials control and topographically selective processing on 3D substrates.

References

- 1 T. Faraz, F. Roozeboom, H. C. M. Knoops and W. M. M. Kessels, *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, 2015, **4**, N5023-N5032.
- 2 S. Salahuddin, K. Ni and S. Datta, *Nat. Electron.*, 2018, **1**, 442-450.

- 3 A. J. M. Mackus, M. J. M. Merckx and W. M. M. Kessels, *Chem. Mater.*, 2019, **31**, 2-12.
- 4 R. Clark, K. Tapily, K. Yu, T. Hakamata, S. Consiglio, D. O. Meara, C. Wajda, J. Smith and G. Leusink, *APL Mater.*, 2018, **6**, 058203.
- 5 H. B. Profijt, S. E. Potts, M. C. M. van de Sanden and W. M. M. Kessels, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2011, **29**, 050801.
- 6 S. E. Potts and W. M. M. Kessels, *Coord. Chem. Rev.*, 2013, **257**, 3254-3270.
- 7 H. B. Profijt, M. C. M. van de Sanden and W. M. M. Kessels, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2013, **31**, 01A106.
- 8 T. Faraz, H. C. M. Knoops, M. A. Verheijen, C. A. A. van Helvoirt, S. Karwal, A. Sharma, V. Beladiya, A. Szeghalmi, D. M. Hausmann, J. Henri, M. Creatore and W. M. M. Kessels, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2018, **10**, 13158-13180.
- 9 T. Faraz, K. Arts, S. Karwal, H. C. M. Knoops and W. M. M. Kessels, *Plasma Sources Sci. Technol.*, 2019, **28**, 024002.
- 10 S. Karwal, M. A. Verheijen, B. Williams, T. Faraz, W. Kessels and M. Creatore, *J. Mater. Chem. C*, 2018, **6**, 3917-3926.
- 11 W.-H. Kim, F. S. Minaye Hashemi, A. J. M. Mackus, J. Singh, Y. Kim, D. Bobb-Semple, Y. Fan, T. Kaufman-Osborn, L. Godet and S. F. Bent, *ACS Nano*, 2016, **10**, 4451-4458.
- 12 J. O. Carlsson, *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, 1990, **16**, 161-212.
- 13 T. Faraz, M. Van Drunen, H. C. M. Knoops, A. Mallikarjunan, I. Buchanan, D. M. Hausmann, J. Henri and W. M. M. Kessels, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2017, **9**, 1858-1869.
- 14 O. M. E. Ylivaara, L. Kilpi, X. Liu, S. Sintonen, S. Ali, M. Laitinen, J. Julin, E. Haimi, T. Sajavaara, H. Lipsanen, S.-P. Hannula, H. Ronkainen and R. L. Puurunen, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2017, **35**, 01B105.

Uitslag NEVAC-prijsvraag 2019

Ook dit jaar konden studenten en promovendi weer een geldbedrag van € 1.000,- winnen door over hun eigen, aan vacuüm gerelateerd, onderzoek te schrijven. Het beste Nederlands- of Engelstalige ingestuurde en gepubliceerde artikel in het *NEVAC blad* wordt beloond met de NEVAC-prijs. Deze prijs wordt uitgereikt door een jury die de artikelen beoordeelt op onder meer leesbaarheid, wetenschappelijk en technisch niveau en het gebruik van illustraties.

Dit jaar hebben we twee Engelstalige artikelen ontvangen. De kwaliteit van de inzendingen bleek erg dicht bij elkaar te liggen. Aan de beoordelingscommissie,

bestaande uit Meike Stöhr, Jaap Kautz en ondergetekende, de taak om een winnaar aan te wijzen. Na het middelen van de cijfers, gegeven voor de verschillende criteria, is het artikel van Tahsin Faraz van de Technische Universiteit Eindhoven als beste uit de bus gekomen.

Het winnende artikel is opgenomen in deze editie. Het beschrijft hoe het controleren van de ionenenergie tijdens plasma-enhanced Atomic Layer Deposition (ALD) gebruikt kan worden om de eigenschappen van het gedeponeerde materiaal te beïnvloeden. Het artikel is helder geschreven en begrijpelijk voor een breed publiek met een technische, fy-

sische of chemische achtergrond. Tijdens de NEVAC-dag op 17 mei in Nijmegen zal de prijs persoonlijk aan Tahsin overhandigd worden, waarna hij een lezing zal geven over het onderwerp.

Vanaf nu kan iedereen weer artikelen insturen voor de komende prijsvraag. Heb je een interessant onderwerp dat gerelateerd is aan vacuümtechniek, schroom dan niet en schrijf erover! Wij ontvangen het graag en onze lezers zijn benieuwd naar je verhaal. Geplaatste artikelen van studenten/promovendi worden altijd beloond met 250 euro!

Hans van Eck
Voorzitter beoordelingscommissie 2019

The new Laboratory Whisperers

©BICOM_20560_02 01.02.2018



Applications from analytics and physics laboratories require reliable vacuum components with outstanding product features. Leybold vacuum components and system solutions have shown their benefits in major research centers worldwide.

We are able to design a complete vacuum system perfectly matching your individual application. Within just a few minutes - thanks to our smart state-of-the-art simulation software. Highly flexible and absolutely precise. Choosing a new vacuum system has never been easier.

Smart vacuum solutions for laboratory and industry use

Shop our products online:
www.leyboldproducts.com

 **Leybold**

Leybold Nederland B.V.
Floridadreef 102
NL-3565 AM Utrecht
T +31 (30) 242 63 30
sales.ut@leybold.com
www.leybold.com

Vacuum pressure bursts: Effects of contamination on elastomeric vacuum sealing surfaces

Every vacuum chamber consists of multiple vacuum connections and multiple vacuum tight interfaces. Although it is known that contaminants in the chamber degrade the quality of vacuum, little is known on the effects of contamination on the sealing surfaces of the connections and interfaces. This research aims to show a clear link between contamination on sealing surfaces and their effect on the vacuum performance of a system by examining common contaminants within a clean room.

Konstantinos Gkrekos^a, Stan Tolhuis^b

a Thermo Fisher Scientific, Eindhoven,

konstantinos.gkrekos@thermofisher.com, thermofisher.com

b Hogeschool Utrecht, Utrecht, stan.tolhuis@gmail.com, hu.nl

The term vacuum pressure burst (or vacuum spike) describes the effect of a sudden increase of pressure within a vacuum system, as registered via a vacuum gauge, with a fast return to base pressure (figure 1). The pressure burst does not need to be catastrophic for the vacuum system, as the increase in pressure might be even less than a decade high in logarithmic scale, and since the pressure returns to normal within seconds after the pressure burst's occurrence, it can go reasonably undetected. The key parameters of this phenomenon are: pressure rise (height), type (or shape), and frequency of occurrence.

The origin of the pressure burst is either physical or electrical. The e-shape type (figure 1) is attributed to a sudden burst of gas (figure 2) and the 'spike' type (figure 3) is attributed to electrical or signal distortions.

In the first case, the burst of gas is small enough so that the pressure in the vacuum system is not majorly upset, but visible in the pressure measuring signal. In the latter case, these disturbances are mainly electrical signal issues and can come from various sources such as connectors, instabilities in power supplies, etc., that do not immediately relate to the vacuum itself.

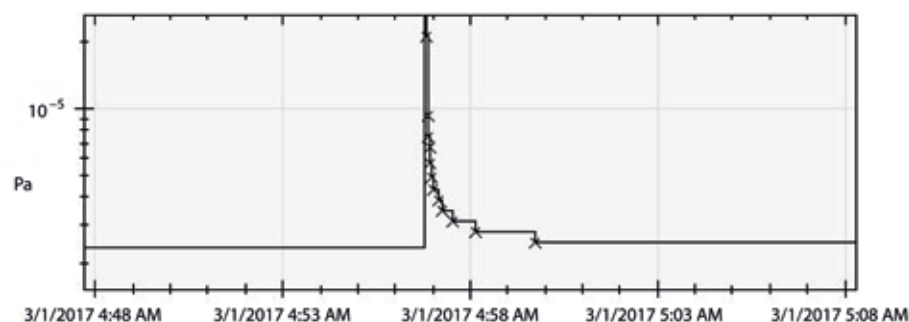


Figure 1 A vacuum pressure burst causes pressure to rise suddenly.

The frequency with which the vacuum pressure bursts occur, is an important factor of the effect this phenomenon has on the vacuum system and can range from minutes up to days.

This paper will only deal with vacuum pressure bursts from seals to atmosphere.

Test setups

The experiments were performed in a laboratory environment during the summer and autumn of 2017, on two different vacuum test setups. At the given vacuum systems, only one interface came under investigation. This specific interface was modified at a given time by applying specific types of particle contamination on purpose. The test cycle is pumping down, logging pressure, assessing results and choosing the next type of contamination accordingly.

There were three key conditions that needed to be considered during the design of the experiments. First, the base pressure needed to be as low as possible ($< 10^{-4}$ Pa). A good vacuum allows a better resolution and vacuum pressure bursts become visible when present. Second, the base pressure needed to be as stable as possible. Third, the pressure needed to be logged over a set period long enough to be able to capture pressure bursts of lower frequency. The duration was set to at least 4 hours of logging in order to still allow for two experiments within one workday (8 hours) and a sample interval of 1 second.

The first setup (figure 5) was built with minimum volume in mind, in order to obtain high vacuum fast enough to allow for good resolution in the measure-

ments. A turbomolecular pump (TMP) connected to a simple T-union piece and on the other two ends were occupied by a wide range gauge (Pirani-Penning type) and the control variant which was a KF vacuum seal with a blind flange. The gauge was connected to a controller which in turn was connected to a computer in order to log the pressure data at 1 second interval. Clean dry nitrogen (N_2) gas was used for venting the vacuum system, via the TMP vent line.

The second setup (figure 6) was based on an objective module of the Titan TEM microscope of Thermo Fisher Scientific. Initial pump down is done through a TMP and a membrane pre-vacuum pump. When a specific pressure threshold is achieved, an Ion Getter Pump (IGP) is activated and a vacuum isolation valve closed. The end pressure is achieved through pumping on the IGP alone. The IGP current and a Wide Range gauge pressure signal were used to register the pressure of the system. Dry N_2 gas was used for the venting of the system. The control variant in this case was the connection to a special single elastomeric sealed KF port added to the objective module.

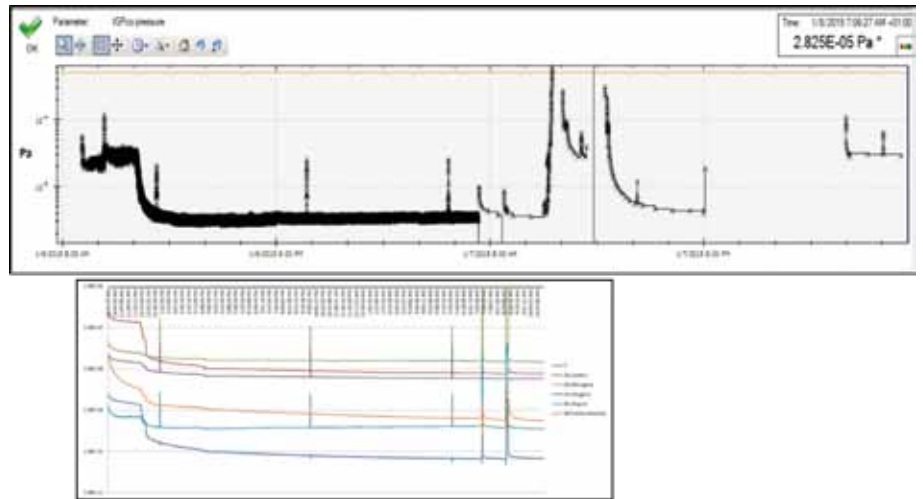


Figure 2 The occurrence of a vacuum pressure burst captured by an ion getter pump (upper graph) and a RGA (lower graph) at the same time. During the burst the RGA is showing increase in elements 28 (N_2), 32 (O_2), 40 (Ar) and 44 (CO_2), typically a pressure burst from atmosphere.

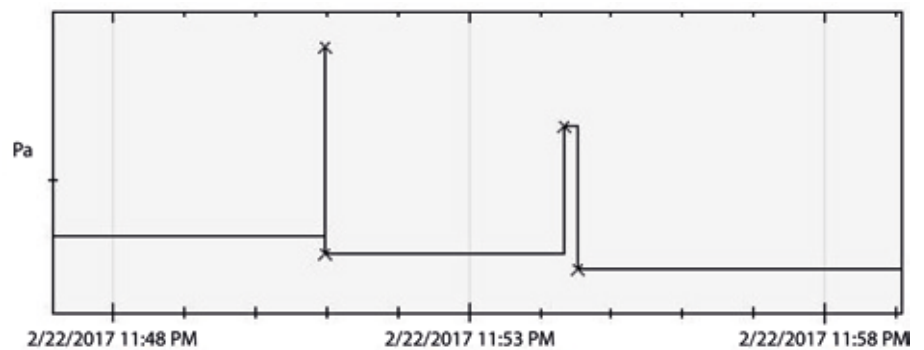


Figure 3 'Spike' type of vacuum pressure bursts usually attributed to electrical or signal distortions.

Contamination

The contaminations chosen were directly related to particles and substances that are related to specific vacuum products such as clamps, grease etc. (e.g. dust, hair, metal particles). Fluor elastomeric (FKM) seals were used as the carriers of the contamination and the sizes varied between ISO-KF 16, KF 25 and ISO-KF 40 for the first setup to ISO-KF 40 for the second setup.

All parts used were cleaned and all vacuum metal parts used were also baked out at 120 °C for 8 hours. The room where the experiments took place was not in a controlled environment, but proper handling was ensured by use of gloves, aluminum foil and sealed edge wiping cloths suitable for vacuum parts, while minimized foot traffic and limited people presence was enforced throughout the duration of every experiment.

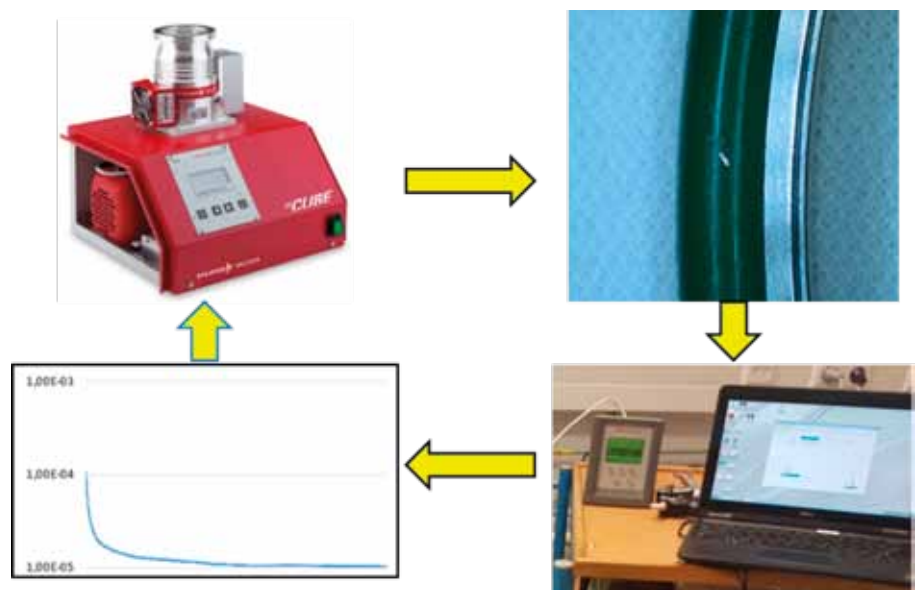


Figure 4 The experiment: vacuum system, particle contamination, logging, evaluating graph.

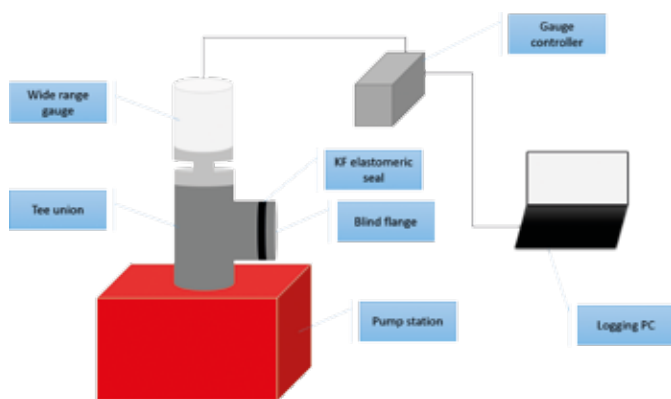


Figure 5 The first setup consisted of simple parts.

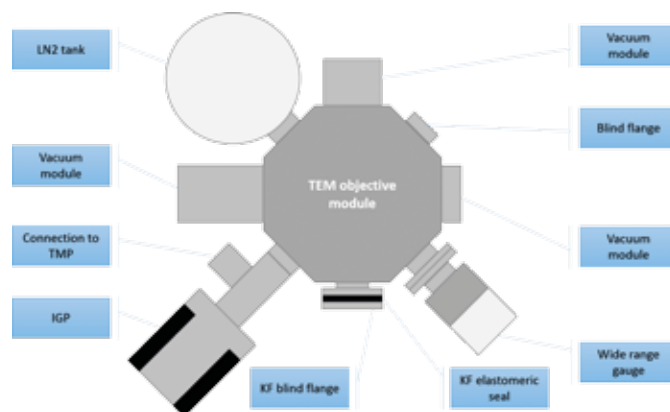


Figure 6 The second setup was based on a Thermo Fisher Scientific Titan TEM objective module.



Figure 7 Clamps produce particles during fastening or unfastening. 1. Al double bolts clamp, 2. Cheap stainless steel/brass bolt clamp, 3. Evac chain clamp, 4. Al wingnut clamp).



Figure 8 Example of a greased and contaminated O-ring. A particle originating from the stainless-steel clamp commonly used in vacuum interfaces.

First test setup

The first pump downs immediately showed that the pressure dropped below 10^{-4} Pa in less than 20 minutes, thus confirming that a measurement duration of 4 hours would be enough to confirm the occurrence or not of vacuum pressure bursts in the vacuum system.

During the first phase of the experiments, where the relation between vacuum pressure bursts and contamination was under investigation, there were multiple types of contamination tested in succession. Human related contamination (hair, dust/skin particles) and also process related particles (solder tin, metal flakes from clamps, figure 8) were tested at random sizes and concentrations, in order to trigger the occurrence of vacuum pressure bursts, but with no success. Normal pressure logs with good end pressure of approximately $2 \cdot 10^{-5}$ Pa were obtained on all accounts apart from

the try with a hair across the sealing surface, which yielded a leak resulting in an end pressure of $> 5 \cdot 10^{-3}$ Pa.

The first occurrence of vacuum pressure bursts was observed when particle contamination was applied to an elastomeric seal in combination with vacuum grease (figure 9). The O-ring in this experiment was first greased and then brass particles produced by the type 2 clamps were applied. The pressure graph displayed pressure bursts of various sizes and frequencies, consistent with the variety of particle sizes found on the O-ring. The pressure bursts' height did not reach above $5 \cdot 10^{-5}$ Pa with a base pressure of approximately $2 \cdot 10^{-5}$ Pa over a duration of > 12 hours.

To determine the level of influence between grease and particles as sources of contamination on the occurrence of pressure bursts, the next rounds of experiments featured O-rings that were

greased with varying quantities of grease and were either clean or further contaminated with various particles. For a complete list of the parameters used, see table 1.

A KF16 O-ring, clean and only greased produced no pressure bursts in the pressure graph. The same O-ring with an addition of a metal particle from the type 1 clamps produced pressure bursts, with maximum height of $1.4 \cdot 10^{-4}$ Pa, a frequency of ~ 2.5 hours at a base pressure of $< 2 \cdot 10^{-5}$ Pa. The same O-ring was used with diminishing amounts of grease and the same type of particles used. When the O-ring was ungreased but still contaminated with particles of the particular type, there were no pressure bursts observed.

Using a different O-ring and increasing the amount of grease, while keeping the O-ring particle free, vacuum pressure bursts occurred even without the pres-

ence of added contamination, with a maximum height of $4 \cdot 10^{-5}$ Pa and a frequency of ~ 2.5 hours at a base pressure of $2 \cdot 10^{-5}$ Pa.

Second test setup

The same type of experiments as on the first test setup took place on the second test setup with almost equal results.

An O-ring that was greased and contaminated subsequently produced pressure bursts. But when it was cleaned and degreased, it no longer produced pressure bursts on the pressure graph. In the same sequence of experiments the same O-ring was greased and contaminated with metal particles and then cleaned, degreased and contaminated with metal particles in the same manner (figure 10). When contaminated and greased, vacuum pressure bursts were present in the pressure graph, while when contaminated and ungreased no pressure bursts were observed. The pressure bursts were dominantly visible in the wide range gauge signal, most likely because the gauge was closer to the bust source than the IGP.

Furthermore, clean and greased O-rings did not produce any vacuum pressure bursts within the 4 hours of observation.

Discussion

Although the first series of experiments with particle contamination offered almost no evidence of the phenomenon, the use of vacuum grease on the O-rings enabled the appearance of vacuum pressure bursts. And even though the grease has enabled the phenomenon to be observed on an experimental basis, it was evident that the key factor in the appearance of vacuum pressure bursts was the presence of contamination on the vacuum sealing surfaces. Only in one occasion pressure bursts were observed, when there was no contamination on the sealing surfaces. Still, the use of excessive amounts of grease was necessary, which could also qualify as contamination. A contamination free O-ring between clean sealing surfaces produces no

Type of contamination	Size and quantity	Grease
Dust	Visible under 10x magnification (twice)	No
Dust	Visible with naked eye (twice)	No
Stainless steel	1x – 7x Flakes of 1-2 mm (7 times)	No
Stainless steel	1x – 7x Flakes of 1-2 mm (7 times)	Yes
Brass	4x – > 10x Flakes of up to 1 mm (4 times)	No
Brass	4x Flakes of up to 1 mm (3 times)	Yes
None	(multiple times)	No
None	(multiple times)	Yes
None + extra grease	Increasing quantities of grease (5 times)	Yes

Table 1 Experiment parameters used in the first setup.

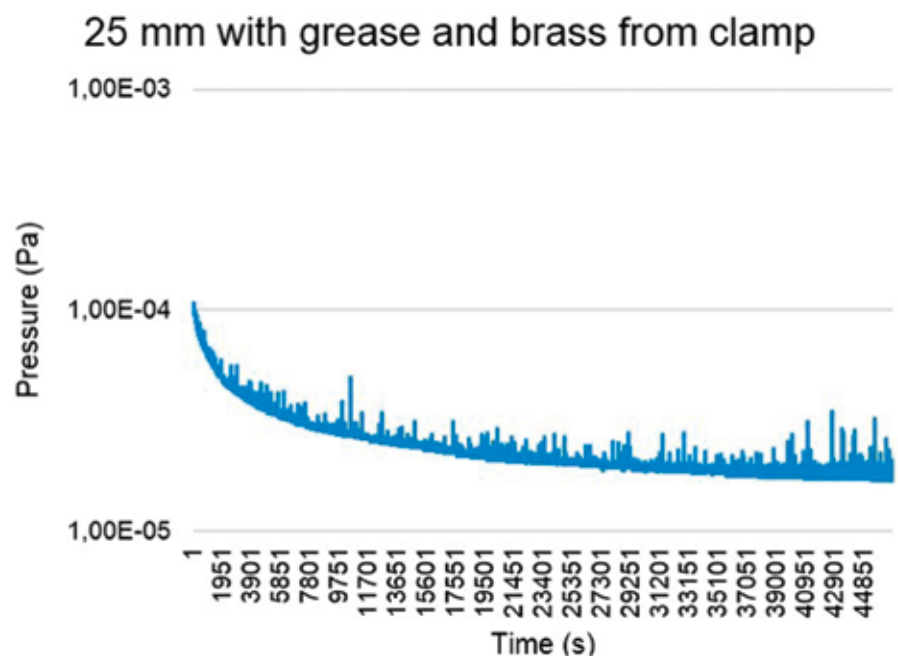


Figure 9 Vacuum pressure bursts were first produced in the first setup when a combination of grease and brass particles from a clamp were deposited on the KF25 O-ring.

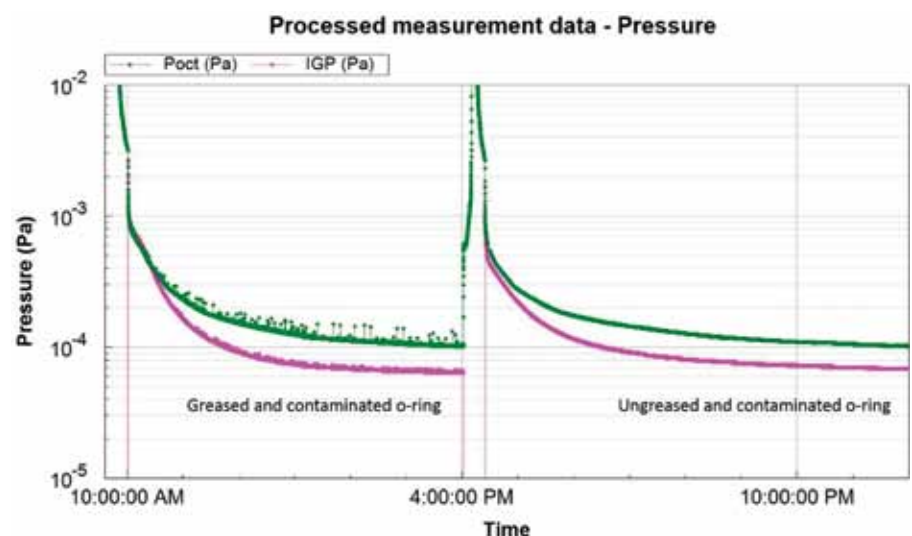


Figure 10 Comparison of a greased and contaminated O-ring and an ungreased and contaminated O-ring, as logged by the gauge on the objective module and the IGP.

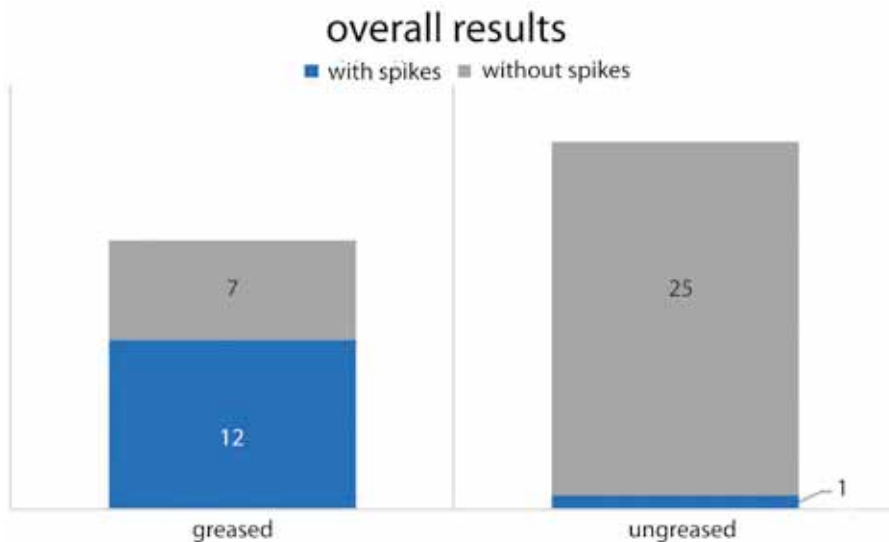


Figure 11 Overview of all experiment results, clearly depicting the influence of grease in enabling the generation of vacuum pressure bursts.

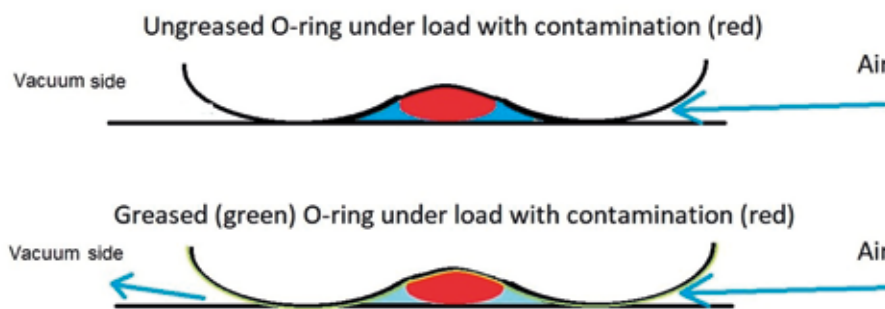


Figure 12 Explanation of the phenomenon of vacuum pressure bursts when contamination is trapped under a compressed O-ring, ungreased (up) and greased (down).

vacuum pressure bursts. All five different types of contamination were tested in combination with grease and all five produced pressure bursts. In the ten experiments involving the different types of contamination, in various levels but without grease, only one case produced pressure bursts, when the O-ring was contaminated with dust visible to the naked eye. When the O-rings were kept free of contamination, the results were free of pressure bursts, independent of being greased or not.

When an O-ring is greased, the chance that vacuum pressure bursts are observed is bigger (figure 11). Contamination produced even from the clamps used to secure this O-ring is shown to trigger this phenomenon. A simple task of removing a connection, thus remov-

ing the clamp, and reattaching the O-ring to the vacuum sealing surface without inspecting the connection and the ring for contamination can have a lasting effect on the vacuum system.

Mechanism

The mechanism behind the appearance of vacuum pressure bursts in a vacuum system can be easily explained. Any particle trapped between the two vacuum sealing surfaces creates a pocket volume filled with air before the pump down. As soon as the system is pumped down the total sealing surface has a reduced cross section at the point where the air pocket is located (figure 12). As vacuum exerts forces on the O-ring, the air pocket eventually unloads into the vacuum chamber. As soon as the pocket is empty, the at-

mosphere on the other side exerts similar forces and starts to refill the pocket over time. When equilibrium breaks, the pocket is emptied into the vacuum chamber once again. The height of the vacuum pressure burst observed should correlate with the relative volume of the air pocket compared to the vacuum chamber's volume. The frequency of the phenomenon is also specific to the contamination's position, size and geometry.

Grease allows for the pocket to empty into the vacuum chamber more easily as the sealing surfaces, O-ring to flange, are separated by a thin layer of viscous material (figure 12). This explains why the use of grease enables this phenomenon more compared to the use of dry O-rings.

The particles used were common contaminants found in every vacuum system using specific types of clamps and are commonly generated by friction forces. It is therefore very important to check sealing surfaces and O-rings thoroughly after every routine removal or connection of flanges. The experiments focused on the one control variant, but when building a system of multiple connections and multiple interfaces, the need for proper inspection and contamination control is critical.

The environmental effect does not seem to be a significant factor. An O-ring can be cleaned and usually remains clean even in normal uncontrolled environments for the purposes of observing vacuum pressure bursts. The human factor though plays a far bigger role. Lack of inspection and particle generation through manual labour are the key contributors to the appearance of this phenomenon.

As shown, the need for contamination control and proper inspection is critical for the smooth operation of the vacuum system when multiple such O-rings are used. In assembly instructions and manuals, there should be a clear identification as to the type of sealing, dynamic versus static. **Static O-rings should never be greased.** Grease on a static O-ring offers no gains in end pressure, but incurs significant risks and demands extensive

inspection and contamination control protocols. Dynamic O-rings, where use of grease is needed to ensure smooth motion and avoid twisting or bending of the O-ring, need to have only a thin layer of grease applied on them. Inspection under proper magnification, relative to the thickness of the O-ring, before any such assembly step is executed, is the key to ensure the vacuum system is not at risk. In summary, specific steps should be taken when selecting, handling, cleaning and assembling O-rings in a vacuum system [1].

Conclusion

This research proves the direct link between contamination on elastomeric vacuum sealings and the occurrence of vacuum pressure bursts. Although it is still not clear how particle size and concentration affect the individual characteristics of the vacuum pressure bursts (height, frequency), this study provides further evidence to support that assembly techniques and contamination con-

trol within an assembly area are important. Inspection before any assembly step involving a vacuum interface is necessary to overcome vacuum pressure bursts. Tolerable contamination levels (particle concentration and size) depend on the size of the elastomeric seals used. They require further investigation. This becomes even more important when dealing with dynamic seals where the use of vacuum grease cannot be avoided. The purpose of using grease is only to aid installation or allow for movements, and it is not meant to be used as an aid for sealing [3]. The tolerable amounts of grease in combination with proper levels of contamination control should be investigated, when incorporating such seals in the design of any vacuum system.

Acknowledgements

Special thanks to Peter Hermans and Rients de Groot, whose support and contribution have made this research project possible.

References

- 1 Danielson, P. (2004). *Use and Misuse of O-Rings*, Normandale Community College. [online]. Available at: <http://www.normandale.edu/departments/stem-and-education/vacuum-and-thin-film-technology/vacuum-lab/articles/use-and-misuse-of-o-rings> [Accessed 28 Mar. 2018].
- 2 Danielson, P. (1999). *Why Create a Vacuum?* Normandale Community College. [online]. Available at: <http://www.normandale.edu/departments/stem-and-education/vacuum-and-thin-film-technology/vacuum-lab/articles/why-create-a-vacuum> [Accessed 28 Mar. 2018].
- 3 Pfeiffer-Vacuum.com, (2018). *Contamination*. [online]. Available at: <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/influences-in-real-vacuum-systems/contamination/> [Accessed 28 Mar. 2018].

Clean 2019

Op 26 maart 2019 werd het symposium Clean 2019 in Veldhoven georganiseerd door een samenwerking van het Mikrocentrum en de Vereniging Contamination Control Nederland (VCCN). Tijdens deze dag kwam alles aan bod rondom hightechreiniging, schoon produceren, assembleren en verpakken van onderdelen.

De dagvoorzitter van de VCCN schetste het raamwerk rond de ISO 14644-standaard voor cleanrooms en onderdelen die de cleanroom binnengaan en er weer uit komen. Een vertegenwoordiger van ASML schetste hoe het GSA (Generic Standards of ASML) raamwerk eruit zag en uit gaat zien om extreem ultraviolet (EUV) machines te produceren met een *Ultra Clean Vacuum*-specificatie. Er werden informatieve lezingen gegeven met betrekking tot do's and don'ts voor een schoon ontwerp en hoe materialen als koper, messing, aluminium en roestvast staal gereinigd kunnen en moeten worden door leveranciers uit de toeleveringsketen van ASML (onder andere VDL, GL Precision en NTS).

Naast de diverse leveranciers van reinigingsmaterialen waren er ook bedrijven die het reinigen en de noodza-

kelijke validatie van de onderdelen kunnen uitvoeren. Een vertegenwoordiger van het Fraunhofer Institute presenteerde een cleaning-validatiemethode op basis van *extraction* zoals het in de ruimtevaarttechniek toegepast wordt. Ecoclean toonde een combinatie van *solvent cleaning* en *plasma treatment* als reinigingsmethode voor filmische contaminanten. In samenwerking met het Mikrocentrum biedt Omneo trainingen aan voor cleanliness (design/assembly/contamination control/cleaning/particle deposition monitoring). In de pauzes was er voldoende ruimte voor het bezoeken van de exposanten en om te netwerken.

Rients de Groot

Nuttige link: mikrocentrum.nl/evenementen/themabijeenkomsten/clean-2019/



Katalysatorprobleem opgelost na vier decennia

Leidse en Eindhovense scheikundigen hebben na decennia de discussie beëindigd over het juiste model voor de eenvoudigste chemische reactie in heterogene katalyse, die essentieel is voor brandstofcellen. Met behulp van een uniek gekromd platinaoppervlak toonden de Leidse Ludo Juurlink, zijn promovendus Richard van Lent en Michael Gleeson van DIFFER aan welk model de reactie met waterstof correct beschrijft. Ze publiceerden hun bevindingen op 11 januari in het blad *Science*. Ludo Juurlink zal over dit onderzoek, verricht in hoogvacuüm, vertellen tijdens de NEVAC-dag op 17 mei in het FELIX Laboratorium in Nijmegen.

Bijna alle grote chemische industriële processen maken gebruik van heterogene katalyse. Katalysatoren zijn soms duur en zeldzaam, zoals platina: een veelgebruikte katalysator die in brandstofcellen en uitlaatsystemen van auto's zit. "Op basis van beter begrip van wat er op atomair niveau gebeurt, kunnen we nieuwe katalysatoren ontwikkelen die voor minder energieverlies zorgen en minder afhankelijk zijn van dure en zeldzame materialen", aldus Juurlink.

Al bijna vier decennia woedde er in de scheikundige literatuur een heftige discussie over welke van de twee bestaande modellen voor de reactie van waterstof aan een platinakatalysator juist is. Met behulp van traditionele methoden bleek dit niet aan te tonen. Ludo Juurlink besloot met Michael Gleeson een nieuwe methode te ontwikkelen om sluitend bewijs te leveren, en met succes.

Een trap die steeds smaller wordt

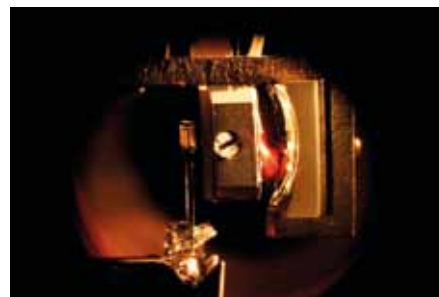
De twee bestaande modellen voor heterogene katalyse geven verschillende voorspellingen over hoe de reactie van waterstof afhangt van de structuur van het platinaoppervlak. Door middel van metingen konden de onderzoekers de reactiviteit van waterstof bepalen en daarmee bewijzen welk model correct is. Hiervoor was het gekromd platinakristal cruciaal.

Een katalysator versnelt een chemische reactie zonder daarbij zelf verbruikt te worden. Het is al sinds de jaren zeventig bekend dat waterstofmoleculen voorna-

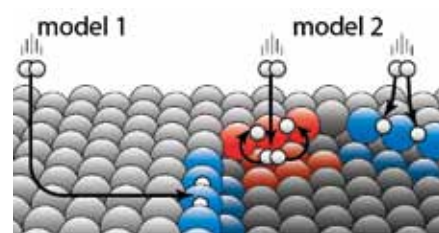
melijk reageren op de plaats van defecten in platina. Op de top van het gebruikte platinakristal zijn bijna geen defecten, aan de zijkanten naar beneden toe steeds meer. "Doordat het platinaoppervlak gekromd is, verloopt de atomaire structuur heel geleidelijk langs het oppervlak", legt Juurlink uit. "Je kunt die structuur vergelijken met een trap, waarvan de treden naar de randen toe steeds smaller worden. In het midden lijkt het meer op een balzaal." Het bleek dat de reactiviteit van waterstof lineair afhankelijk is van hoe dicht de traptreden op elkaar zitten. Hoe verder de traptreden uit elkaar zitten, hoe minder reactief waterstof is. "Daarmee viel het model dat niet-lineair gedrag voorspelt af", zegt hij.

Katalysatoren

Juurlink legt het verschil uit tussen de twee modellen over hoe moleculen op de defecten terechtkomen: "De twee modellen zijn gebaseerd op verschillende aannamen over hoe kinetische energie van het waterstofmolecuul 'weglekt' tijdens de botsing met het platinaoppervlak." Ter verduidelijking geeft hij een voorbeeld: "Als een hond in een wak zit, kan hij daar op twee manieren terecht zijn gekomen. Of hij is vanaf de kant over het ijs gegleden en in het wak gevallen, of hij is vanaf de kant direct in het wak gesprongen." Het onderzoek laat nu zien dat waterstofmoleculen voornamelijk direct vanuit het gas aan de traptredenranden van platina reageren (model 2 in de figuur). Het model dat ervan uitgaat dat



Gekromd platinakristal in de hoogvacuüm meetopstelling.



De onderzoekers zagen verschillen tussen verschillende soorten randen (rood en blauw) die van nature voorkomen op platinakatalysatoren. Aan zo'n rand kan H_2 aan de bovenzijde of onderzijde landen. Volgens model 1 komen de waterstofmoleculen glijdend over het oppervlak op de plaats van reactie terecht, volgens model 2 landen ze daar direct vanuit het gas.

de meeste moleculen over het vlakke platinaoppervlak 'schaatsend' bij de randen terechtkomen en dan pas reageren (model 1) is daarom niet correct.

"We weten nu beter hoe we de snelheid van chemische reacties moeten berekenen", zegt Juurlink. "Daarnaast weten we nu dat die gekromde kristaloppervlakken een unieke, nieuwe mogelijkheid bieden om te leren hoe chemische reacties aan oppervlakken daadwerkelijk gebeuren. Daar gaan we zeker meer onderzoek mee doen."

Publicatie

- Richard van Lent, Sabine V. Auras, Kun Cao, Anton J. Walsh, Michael A. Gleeson, Ludo B. F. Juurlink, 'Site-specific reactivity of molecules with surface defects—the case of H_2 dissociation on Pt', *Science*, 11 Jan 2019; Vol. 363, Issue 6423, pp. 155-157.

NEVAC DAY 2019 Friday 17 May

Vacuum-related science and technology



Speakers: Ludo B.F. Juurlink (Leiden Institute of Chemistry) – Marcus Schott (MKS) – René van Buuren (Radboud University) – Ageeth Bol (Technical University Eindhoven) – Jos Oomens (Radboud University) – Mohammadreza Nematollahi (Technical University of Twente) – Laura Croes / Roland Mulder (Hyperloop / Technical University Delft)

FELIX Laboratory tour – Student poster session – NEVAC prize winner Tahsin Faraz (Technical University Eindhoven) – Industry exhibition – NEVAC meeting – Lunch and drinks

Registration (until 6 May): www.nevac.nl

Student and postdoc poster session registration: use the form at www.nevac.nl

Industry exhibition contact: pieterheidema@gmail.com, penningmeester@nevac.nl

Organisation: Joost Bakker, j.bakker@ru.nl



**FELIX Laboratory, Radboud University
Linnaeusgebouw, Heyendaalseweg 137
6525 AJ Nijmegen**

FELIX

Free Electron Lasers for
Infrared eXperiments



Programme NEVAC day 2019

Friday 17 MAY, FELIX Laboratory, Radboud University
Linnaeusgebouw, Heyendaalseweg 137, 6525 AJ Nijmegen

Organisation: dr. Joost Bakker, j.bakker@ru.nl

9.30 **Registration**

10.00 **Welcome and opening**

10.05 **The physical and chemical basis for defect-controlled surface reactions**

Ludo Juurlink, Leiden Institute of Chemistry

10.50 **Microwave plasma for O₂ based chemistry**

Marcus Schott, MKS

11.10 **The FELIX free-electron lasers and their vacuum systems**

René van Buuren, FELIX Laboratory

11.40 **NEVAC Prize winner**

Ion energy control during plasma-enhanced atomic layer deposition: Enabling materials control and selective processing in the third dimension

Tahsin Faraz, Dept. of Applied Physics, Eindhoven University of Technology

12.00 **General meeting NEVAC**

12.30 **Student and postdoc poster session, exhibition, lunch**

13.30 **FELIX Laboratory Tour**

14.30 **Plasma-enhanced atomic layer deposition of transition metal dichalcogenides: from 2D monolayers to 3D vertical nanofins**

Ageeth Bol, Dept. of Applied Physics, Eindhoven University of Technology

15.15 **Infrared ion spectroscopy: new ways to structure determination in analytical mass spectrometry**

Jos Oomens, FELIX Laboratory, Radboud University, Nijmegen

16.00 **Coffee break**

16.20 **Adaptive XUV mirrors based on piezoelectric film actuator**

Mohammadreza Nematollahi, MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente

16.40 **Delft Hyperloop: design challenges for a low-pressure environment power system**

Laura Croes / Roland Mulder, Delft University of Technology

17.15 **Conclusion**

17.20 **Reception, drinks**



Registration

Please register (and announce your poster) by filling out the online form (until 6 May) at www.nevac.nl

Industrial exhibition participants: please use the online form at www.nevac.nl to register.

Information:

Pieter Heidema, pieterheidema@gmail.com

Ad Ettema, penningmeester@nevac.nl

NEVAC poster prize

Junior researchers are invited to present advances in science and technology on A0 portrait-oriented posters. The best poster will be awarded a prize, consisting of a certificate and 100 euro. Please register your poster via the NEVAC website www.nevac.nl

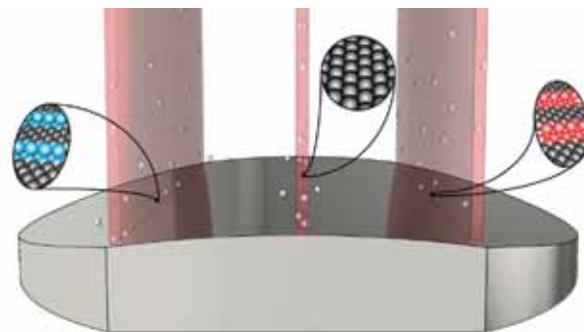
The physical and chemical basis for defect-controlled surface reactions

Ludo B.F. Juurlink, Leiden Institute of Chemistry, Leiden University, L.Juurlink@chem.leidenuniv.nl

Reactive collisions of H_2 and O_2 molecules with the surface of platinum particles are central to many heterogeneously (electro)catalyzed reactions. They also serve as model systems to develop improved theoretical methods for predicting chemical reaction dynamics and kinetics. It is well established that atomic-level corrugation on Pt catalytic surfaces increases the reactivity toward both molecules.

To unveil the origin of such behavior, we study the dependencies of H_2 and O_2 dissociation on the surface structure of Pt model catalysts. In Leiden, we recently developed a curved single surface approach for such studies. The curved surface of Pt single crystals provides a continuous variation in monoatomic step density with spatial separation of two common step types. Under UHV conditions and in combination with spatially-resolved supersonic molecular beam techniques, we quantify how the local corrugation of these monoatomic steps controls single collision events.

For H_2 , our results indicate that the dominant dissociation mechanisms are direct and elementary, resolving a 40-year old debate on the chemical and physical basis of the reaction [1]. For O_2 , the opposite is true – reactions are (mostly) indirect: physisorbed and chemisorbed molecular states are crucial intermediates to subsequent dissociation. In the study on O_2 , we



The curved surface of Pt single crystals provides a continuous variation in monoatomic step density with spatial separation of two common step types.

investigated not only the orientation-averaged collision efficiency. In collaboration with dr. Kurahashi (Tsukuba, Japan), we used a magnetic hexapole to create spin-rotation, state-selected and aligned O_2 and determined how molecular rotation parallel and perpendicular to the Pt(111) plane and step directions affect trapping and dissociation [2].

References

- 1 Van Lent et al., *Science* 363, 155-157 (2019).
- 2 Kao et al., submitted.

Microwave plasma for O_2 based chemistry

Marcus Schott, MKS

We will present a method for process development using the example of an ashing process. The basics of plasma are discussed followed by some plasma characteristics with a focus on microwave plasmas. We then discuss the basic chemistry of plasma ashing and the major contributions to the process. This is followed by an example for process development leading to a process window and a process recipe example. We also present a set of product solutions suitable for the discussed example.

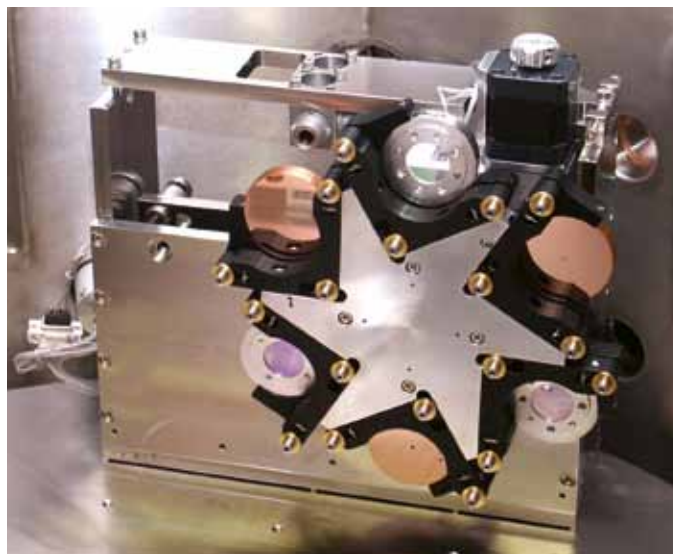


The FELIX free-electron lasers and their vacuum systems

René van Buuren, FELIX Laboratory, Radboud University, Nijmegen

The FELIX laboratory houses three free-electron lasers named FLARE, FELIX and FELICE. They generate laser radiation by sending relativistic electrons through a periodically alternating magnetic field, which forces them to emit light. The wavelength of the light is continuously tunable between 5 micron and 1.5 millimeter. The spectral range of this light is very suitable for the study of a rich variety of physical and chemical systems, and the lab in Nijmegen is visited by many researchers worldwide to make use of this unique infrastructure.

In this contribution, I want to explain in simple terms how our linear accelerators generate these relativistic electrons, what causes the light emission, and how it is transported to user experiments, sometimes tens of meters away from the laser. I will also address the vacuum requirements for the various parts of the infrastructure (accelerators, light transport, etc), and for several setups I will explain what design choices were made.



Plasma-enhanced atomic layer deposition of transition metal dichalcogenides: from 2D monolayers to 3D vertical nanofins

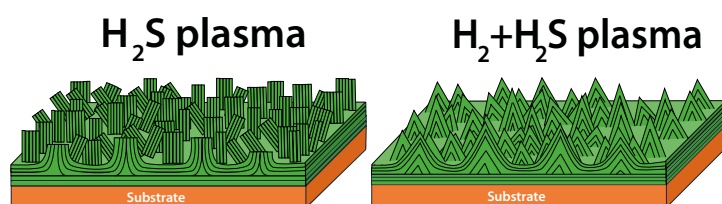
Ageeth Bol, Dept. of Applied Physics, Eindhoven University of Technology

2D materials have been the focus of intense research in the last decade due to their unique physical and chemical properties. This presentation will highlight our recent progress on the synthesis of two-dimensional transition metal dichalcogenides (2DTMDs) for nanoelectronics and catalysis applications using atomic layer deposition (ALD). ALD is a vacuum technique which is based on self-limiting surface reactions and results in ultrathin films, with sub-nm control over the thickness and wafer-scale uniformity at low temperatures. ALD-grown 2DTMD films typically exhibit a high density of out-of-plane 3D structures in addition to the desired 2D horizontal layers. While the out-of-plane 3D structures are ideal for catalysis applications, the presence of such 3D structures can hinder charge transport, which hampers device applications.

We investigated the growth mechanism of the 3D structures by extensive high resolution transmission electron microscopy analysis. We found that the fins typically originate at the grain boundaries in the 2D layers and that the grain orientation of adjacent 2D crystals play an important role in 3D structure formation.

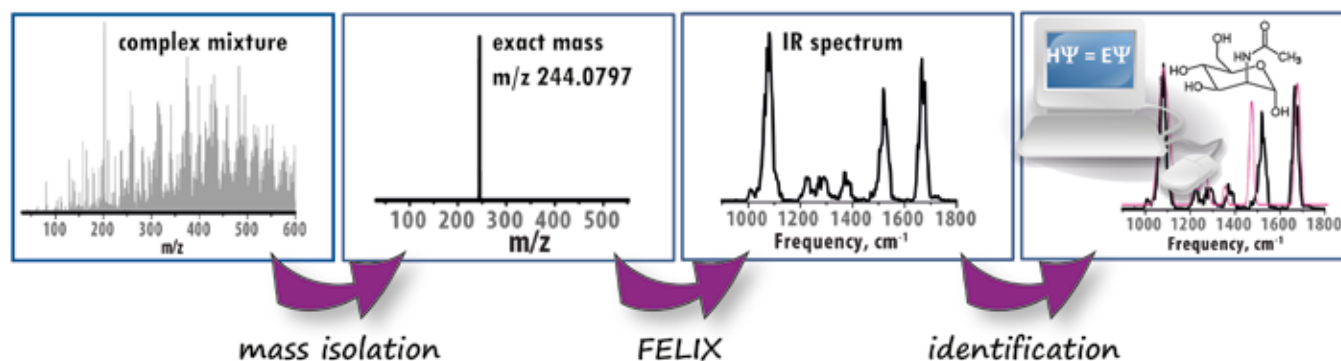
The shape and density of the 3D structures can be controlled during plasma-enhanced ALD. The shape of the 3D structures can be varied by modulating the plasma gas composition (H_2/H_2S ratio) during ALD. This has a direct influence on the number of catalytic edge sites in WS_2 films. The density of 3D structures can be suppressed by introducing a novel three step (ABC) ALD process, which involves the addition of an extra Ar and/or H_2 plasma step (step C) to the conventional AB-type ALD process. This reduces the 3D structure density and consequently reduces the resistivity of the TMD film by an order of magnitude.

Our work showcases the versatility of ALD for the controlled synthesis of transition metal dichalcogenide nanolayers, which can enable applications in both nanoelectronics and catalysis.



IR ion spectroscopy: New ways to structure determination in analytical mass spectrometry

Jos Oomens, FELIX Laboratory, Radboud University, Nijmegen



Mass spectrometry (MS) has developed into one of the key analytical technologies especially on account of its unrivalled sensitivity and resolving power. However, deriving accurate molecular structure information from MS data – especially when it comes down to distinguishing between isomeric species – remains challenging. Our lab has developed methods to integrate MS with IR laser spectroscopy [1], enabled by the Free Electron Laser for Infrared eXperiments (FELIX) [2]. The wide wavelength tunability and the high pulse energies delivered by this source allow us to routinely record IR spectra for virtually any mass peak isolated in the vacuum of a mass spectrometer. We employ both home-built as well as commercial MS platforms, which have been modified to enable optical access to the trapped ion cloud in the mass spectrometer.

Over the past decades, infrared ion spectroscopy (IRIS) has been applied predominantly to resolve questions in fundamental ion chemistry, but the ability to record IR spectra with the selectivity and sensitivity of MS also has great potential in more analytical applications. IRIS allows IR spectra to be recorded for individual compounds buried in complex mixtures. Identifi-

cation is accomplished through comparison of IRIS spectra with spectra taken for reference compounds, but reference-free identification with the help of quantum-chemical computations is also within reach. This can be exploited to identify unknown compounds that are picked up in untargeted MS analyses. I will show results from a collaboration with the Radboud University Medical Center, in which actual patient samples are analyzed with the aim to identify new biomarkers for inborn errors of metabolism [3,4].

References

- 1 J. J. Valle, J. R. Eyler, J. Oomens, D. T. Moore, A. F. G. van der Meer, G. von Helden, G. Meijer, C.L. Hendrickson, A.G. Marshall, G.T. Blakney, *Rev. Sci. Instrum.* 76, 023103 (2005).
- 2 See www.ru.nl/felix
- 3 J. Martens, G. Berden, R.E. van Outersterp, L.A.J. Kluijtmans, U.F. Engelke, C.D.M. van Karnebeek, R.A. Wevers, J. Oomens, *Sci. Rep.* 7, 3363 (2017).
- 4 J. Martens, G. Berden, H. Bentlage, K.L.M. Coene, U.F. Engelke, D. Wishart, M. Van Scherpenzeel, L.A.J. Kluijtmans, R.A. Wevers, J. Oomens, *J. Inher. Metabol. Dis.* 41, 367-377 (2018).

FELIX Laboratory Tour, 13.30-14.30 hr

During the NEVAC day, you will have the opportunity to visit the FELIX Laboratory, to see the FEL infrastructure plus a selection of experiments coupled to the laser. FELIX is a large-scale research infrastructure, which, together with the neighboring High Field Magnet Laboratory, is recognized by NWO as part of the National Roadmap for Large-Scale Research Facilities. Through this scheme, HFML-FELIX was recently awarded a 10.8 million Euro

grant to expand and upgrade existing facilities and to enable three novel, dedicated research laboratories: a 'Molecular ID lab', aimed at swiftly and accurately analyzing complex mixtures of e.g. medical relevance; a 'Condensed Matter lab' for studying the interaction of condensed and magnetic materials with intense THz radiation; and a laboratory that will explore the combination of high magnetic fields with intense THz radiation.



Adaptive XUV mirrors based on piezoelectric film actuator

Mohammadreza Nematollahi¹, Philip Lucke¹, Muharrem Bayraktar¹, Kerstin Hild², Toralf Gruner², Andrey Yakshin¹, Guus Rijnders³, Eric Louis¹, Fred Bijkerk¹

¹ Industrial Focus Group XUV Optics, MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente, Enschede

² Carl Zeiss SMT GmbH, Oberkochen, Germany

³ Inorganic Materials Science Group, MESA+ Institute for Nanotechnology, University of Twente, Enschede

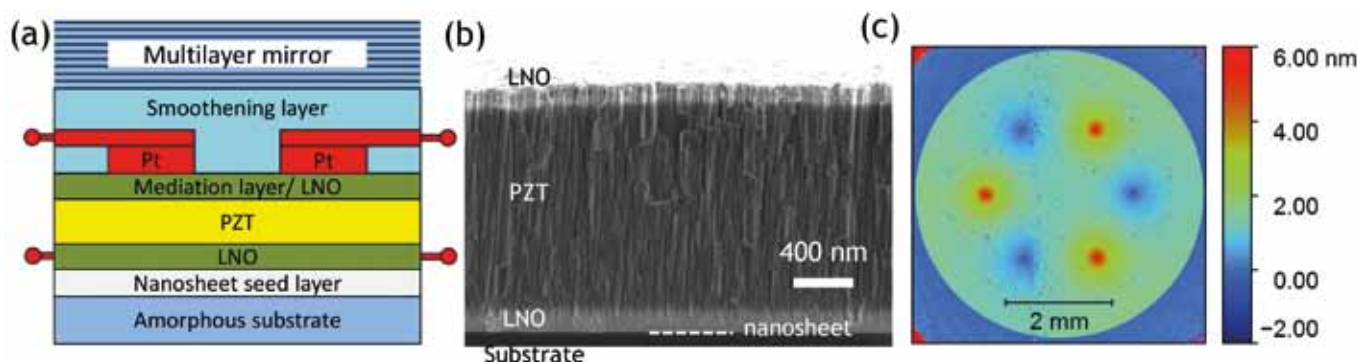


Figure 1 (a) Piezoelectric actuator under the multilayer mirror, (b) textured PZT film with columnar structure with LNO top and bottom electrodes (c) An array of pixels are powered at different voltages to produce the desired surface profile.

Multilayer mirrors are key components in extreme ultraviolet (XUV) lithography systems. To achieve a high resolving power of the imaging and projection systems, adaptive XUV mirrors need to be fabricated. In this work, we propose piezoelectric based adaptive multilayer mirrors (figure 1a). We present the results for the actuator and demonstrate how the desired surface profile was achieved.

The piezoelectric film must be grown on an XUV compatible amorphous substrate. This results in a low crystalline quality and piezoelectric response. To solve this issue, we used crystalline nanosheets as the seed layer. Consequently, the grown films had a single out of plane (100) crystalline orientation.

The extension of the piezoelectric film through the thickness causes the film to contract laterally. This coupling which lowers the effective out of plane extension is known as the substrate clamping. To minimize the clamping, the piezoelectric layer was deposited with a columnar microstructure (figure 1b). The presence of a few nanometer voids between the columns allowed a high piezoelectric coefficient above 400 pm/V. The columnar structure was achieved by optimizing the growth of the piezoelectric film and the bottom electrode.

Finally, in order to have a gradually varying surface profile, we used a resistive mediation layer on the piezoelectric film (figure 1c). The sheet resistance of the mediation layer was optimized in order to have a fast response while minimizing resistive heating. The next step in the fabrication of the adaptive mirrors is to reach a sub-nanometer smooth surface by a smoothing layer before the multilayer mirror can be deposited.

Oproep aan bedrijfsleden

Het NEVAC blad heeft drie bedrijfsrubrieken:

- Vacuümtechniek
- Nieuw product
- Viewport

De richtlijnen voor deze (gratis) rubrieken staan op www.nevac.nl

Uw bijdrage voor deze rubrieken kunt u sturen naar:
redactie@nevac.nl

Delft Hyperloop: design challenges for a low-pressure environment power system

Laura Croes/ Roland Mulder, Delft University of Technology



The Hyperloop is a revolutionary new mode of transport that is as fast as an airplane and as convenient as a train, with a large reduction in energy usage and cost compared to existing modes of transport. The concept consists of a vehicle which will travel in a low-pressure tube using magnetic propulsion. This allows it to reach high speeds at low energy consumption.

Delft Hyperloop is a team of 40 ambitious students from the Delft University of Technology with the purpose of developing this concept and making the transport industry a lot more sustainable. The team will be participating in the Hyperloop Pod Competition in Hawthorne, California this summer. This competition has been set up for student teams around the world by the CEO of SpaceX, Elon Musk. The main criterion is speed and the current record is at 467 km/h. We plan to break the current speed record this summer.

Roland Mulder, Powertrain Engineer, and Laura Croes, Lead Powertrain, are responsible for the power system of the Pod this year. The power system consists of the batteries, the safety components, but also the motor controllers. They will discuss the Hyperloop and the challenges they faced in designing a power system for a low-pressure environment. These challenges will be met by thinking of outside of the box solutions to design the Pod to be as light weight as possible, while at the same time providing sufficiently high power to break the current speed record.



VACUUM TECHNOLOGY
Hositrad

De Wel 44
3871MV Hoevelaken
+31(0)33-2537210

www.hositrad.nl

info@hositrad.nl

YOUR EUROPEAN VACUUM SUPPLIER

Notulen NEVAC ALV 2018

20 april Universiteit Twente Enschede

Aanwezig: Ingmar Swart (voorzitter), Ad Ettema (penningmeester), Dick van Langeveld (Commissie Opleidingen), en circa 15 leden.

1. Opening

Voorzitter Ingmar Swart opent de vergadering om 12:00 uur en heet allen welkom.

2. Vaststellen van de agenda

Er worden door de aanwezigen geen veranderingen of aanvullingen op de agenda gedaan zodat deze wordt vastgesteld.

3. Mededelingen

Er zijn geen mededelingen van het bestuur.

Rients de Groot vraagt of de NEVAC een rol kan spelen in de werkgroepen op het gebied van vacuümreinheid in de buurt van Eindhoven. Er is een richtlijn van de VCCN voor deeltjesreinheid en het bepalen van het contaminatierisico door deeltjes. Freek Molkenboer wil daar namens de NEVAC wel een rol in spelen.

4. Conceptnotulen van de Algemene Leden Vergadering 2017 in Eindhoven

De conceptnotulen van de Algemene Leden Vergadering 2017 in Eindhoven worden zonder wijzigingen aangenomen en bij deze vastgesteld.

5. Jaarverslagen van de Commissies

• Commissie Opleidingen

Dick van Langeveld meldt dat de veranderingen van de Commissie in het jaarverslag zijn vermeld (*NEVAC blad* 2018-1). De financiën van de commissie worden tegenwoordig gedaan door de heren Van Zon en Langeveld.

Dit jaar zijn er ongeveer 40 examens afgenomen.

• Excursiecommissie

Voor de excursie naar Japan zijn 24 belangstellenden. Er is een offerte ontvangen van het reisbureau en die valt tegen. Er zijn nu twee opties: de reis op een andere manier regelen (zelf reis en hotels boeken) of de reis een jaar uitstellen.

• Redactie NEVAC blad / website

Hans van Eck meldt dat het blad goed loopt. Er was dit jaar alleen weinig animo voor de prijsvraag: er kwam na de verlengde

deadline slechts één artikel binnen. Gelukkig was dat wel van zeer goede kwaliteit, zodat Peter Jacobse dit jaar de NEVAC-prijs ontvangt. Wellicht kunnen we nu al gaan werven voor artikelen voor de komende prijsvraag. Een reden voor studenten om mee te doen is dat het valt onder outreach. Verder komt er veel positieve feedback op de interviews en op de geschiedenisrubriek van Theo Mulder.

6. Financieel overzicht 2017 en begroting 2018

Ad Ettema licht het in het *NEVAC blad* 2018-1 gepresenteerd financieel jaarverslag 2017 en de begroting 2018 nader toe. De advertentie-inkomsten in 2017 waren wat minder dan gebruikelijk, we hopen dat dit weer verbetert. Er was in 2017 een klein tekort, maar aangezien er in voorgaande vergaderingen is opgemerkt dat het saldo wel wat minder groot mag zijn, is dit geen probleem.

7. Verslag van de kascommissie

De leden van de kascommissie, Bas Dielissen en Jac Franken, zijn niet aanwezig, maar ze hebben de boekhouding en administratie gecontroleerd en in goede conditie aangetroffen. Het verslag van de controle is opgenomen in het *NEVAC blad* en de kascommissie adviseert de leden het bestuur de dechargeren van haar verantwoordelijkheden betreffende het boekjaar 2017. De kascommissie heeft een opmerking over het aantal niet-betalende leden. Volgens Ad Ettema zijn deze echter moeilijk te identificeren, omdat sommige universiteiten voor 40 mensen tegelijk het lidmaatschapsgeld overmaken, zonder specificatie. Ettema verzoekt de leden die nog niet betaald hebben het bedrag voor het lidmaatschap te voldoen. In de herfst volgt ook nog een herinnering.

Decharge van het bestuur

De Algemene Leden Vergadering gaat akkoord met de decharge van het bestuur betreffende het jaar 2017.

8. Bestuursmutaties

Er zijn dit jaar geen bestuursmutaties.

9. Rondvraag

Niemand maakt gebruik van de rondvraag.

10. Sluiting

Ingmar Swart sluit de vergadering om 12:20 met dank aan de aanwezigen.

Concept agenda NEVAC ALV 2019

17 mei 2019 FELIX gebouw Radboud Universiteit Nijmegen

- | | |
|--|---|
| <ol style="list-style-type: none"> 1. Opening 2. Vaststellen agenda 3. Mededelingen 4. Conceptnotulen van de ALV 20-04-2018 te Universiteit Twente (p. 26) 5. Jaarverslagen van de commissies <ul style="list-style-type: none"> • Commissie Opleidingen (p.27) • Excursie commissie (p.27) • Redactie NEVAC blad/Website | <ol style="list-style-type: none"> 6. Financieel overzicht 2018 en begroting 2019 (p. 28/29) 7. Verslag van de Kascommissie (p. 29) <ul style="list-style-type: none"> • Benoeming nieuwe kascommissie • Decharge bestuur 8. Bestuursmutaties 9. Rondvraag 10. Sluiting |
|--|---|

Jaarverslag Excursiecommissie

In 2018 was er weer een verre buitenlandexcursie, voor deze keer 'studiereis' genoemd omdat die vlag de lading beter dekt. Deze keer gingen we naar Japan. Dat vergde een grotere inspanning dan voor eerdere edities naar Zuid-Korea en de VS vanwege cultuurverschillen en taalproblemen. Toch is het weer gelukt, als was veel op het nippertje besproken en cruciale informatie pas laat bekend. Het inschakelen van een Japanse reisagent bleek voor het welslagen een bittere noodzaak. Daarnaast was het vooral aan de goed georganiseerde bezoeken te danken dat de studiereis een succes genoemd kan worden die bovendien dankzij de NEVAC-subsidie goed betaalbaar bleef. Aanleiding was de jaarlijkse Japan Vacuumshow in Yokohama. We waren met een gezelschap van 22 personen en met hoge snelheidstreinen gingen we van Osaka naar Tokio. Onderweg deden we Nagoya en Takayama aan waar we uitstapten voor geplande bezoeken. Met Tokio als uitvalsbasis werden in de tweede helft van de week de overige bezoeken afgelegd. Onderweg naar Tokio werden we verrast door een tyfoon die de hele regio platlegde, maar uiteindelijk liep dat allemaal goed af. In het novembernummer van het NEVAC blad van 2018 is de hele reis met

alle details in geuren en kleuren beschreven.

Voor toekomstige exotische excursies/studiereizen zijn uit de ervaringen van deze keer nieuwe lessen getrokken. Zo zal in de toekomst subsidie beperkt gaan worden en vooral ten goede komen aan deelnemers die voor eigen rekening meegaan. Ook zal er budget gereserveerd gaan worden voor het inschakelen van reisorganisaties en/of reisagenten. Aangezien groepsboekingen van vliegvlagen geen pakketkortingen meer lijken te geven — integendeel: duurder uitvallen — kan het verstandig zijn de vliegvlagen in die situatie geen deel meer te laten uitmaken van de organisatie. Individueel vroeg boeken wordt dan de bepaling. Deelnemers zullen moeten vertrouwen op de lange staat van dienst van de Excursiecommissie, omdat in het vroegste stadium het programma hooguit op hoofdlijnen bekend zal zijn.

De volgende studiereis zal waarschijnlijk in 2021 plaatsvinden er gaan stemmen op om dan naar de Russische Federatie te gaan. Daarvoor zal een nieuwe Excursiecommissie moeten aantreden. De huidige Excursieleider ziet zich gedwongen om zijn taak dit jaar te leggen.

Rob Klöpping

Jaarverslag Commissie Opleidingen

Commissieleden:

A.D. van Langeveld (voorzitter), C.W. Hagen (TUD), J.W.M. van Kessel, Th. Mulder, H.J.M. Oerbekke (UT), D. Schijve (Vactec), J.B.A. van Zon (Philips Nat. Lab.) en M.R. Zuiddam.

NEVAC-examens:

De schriftelijke NEVAC-examens 2018 werden op maandag 9 april op 2 niveaus afgenomen, t.w. Elementaire Vacuümtechniek (EVT) en Vacuümtechniek (VT).

Voor het examen EVT verschenen 13 kandidaten; hiervan zijn er 10 (= 77%) geslaagd.

Van de 20 kandidaten voor het examen VT zijn er 15 (= 75%) geslaagd.

De schriftelijke NEVAC-examens EVT en VT 2019 zijn gepland op maandag 8 april.

20 maart 2019

A.D. van Langeveld,
Voorzitter Cie Opleidingen

Financieel jaarverslag 2018

Resultaatrekening

Inkomsten		Uitgaven	
Contributies		Bestuurskosten	€ 538,43
<i>studentleden</i>	€ 20,00	Bank- en administratiekosten	€ 986,30
<i>gewone leden</i>	€ 3.398,15	IUVSTA	€ 750,00
<i>bedrijfsleden</i>	€ 8.150,00	Website	€ 2.966,91
BBVT	€ 2.955,00	BBVT	€ 452,50
NEVAC blad	€ 6.250,00	NEVAC blad	€ 16.380,81
NEVAC-dag	€ 3.500,00	NEVAC-dag	€ 2.747,81
Opleidingen	€ 1.409,97	NEVAC-prijs	€ 1.000,00
Excursie	€ 32.200,00	Excursie	€ 37.850,16
Renten	€ 92,07		
Tekort	€ 5.667,73		
Inkomsten totaal	€ 63.642,92	Uitgaven totaal	€ 63.642,92

Balans per 31 december 2018

Activa		Passiva	
Kas	€ -	Crediteuren	€ 452,50
Betaalrekening	€ 7.815,77		
Spaartegoeden	€ 90.000,00		
Kas Cie Opleidingen	€ 8.882,23		
Debiteuren	€ -	Eigen vermogen	€ 111.913,23
BBVT in voorraad	342	Saldo resultaat 2018	€ -5.667,73
Totaal Activa	€ 106.698,00	Totaal passiva	€ 106.698,00

Begroting 2018

Inkomsten		Uitgaven	
Contributies		Bestuurskosten	€ 1.000,00
<i>studentleden</i>	6 € 30,00	Bank- en administratiekosten	€ 1.000,00
<i>gewone leden</i>	215 € 4.400,00	IUVSTA	€ 750,00
<i>bedrijfsleden</i>	60 € 9.000,00	Excursies	€ 10.000,00
BBVT	40 € 3.000,00	BBVT	€ 500,00
NEVAC blad	€ 9.000,00	NEVAC blad	€ 13.000,00
NEVAC-dag	€ 3.000,00	NEVAC-dag	€ 7.500,00
Opleidingen	€ 3.500,00	NEVAC-prijs	€ 1.000,00
Renten	€ 250,00	Website	€ 1.500,00
		Saldo	€ -4.070,00
Inkomsten totaal	€ 32.180,00	Uitgaven totaal	€ 32.180,00

Begroting 2019

Inkomsten				Uitgaven	
Contributies				Bestuurskosten	€ 500,00
<i>studentleden</i>	5	€	25,00	Bank- en administratiekosten	€ 1.000,00
<i>gewone leden</i>	160	€	3.500,00	IUVSTA	€ 750,00
<i>bedrijfsleden</i>	55	€	8.250,00	Excursies	€ 1.000,00
BBVT	40	€	3.000,00	BBVT	€ 500,00
NEVAC blad		€	6.000,00	NEVAC blad	€ 15.000,00
NEVAC-dag		€	3.500,00	NEVAC-dag	5.000,00
Opleidingen		€	3.500,00	NEVAC-prijs	€ 1.000,00
Renten		€	100,00	Website	€ 1.500,00
				Saldo	€ 1.625,00
Inkomsten totaal		€	27.875,00	Uitgaven totaal	€ 27.875,00

Verslag van de kascommissie

Roermond 27-03-2019

De kascommissie heeft de financiële administratie over 2018 van de NEVAC in goede staat aangetroffen.

Op 27 maart heeft de kascommissie de financiële administratie gecontroleerd, het jaar 2018 is afgesloten met een negatief saldo. De jaarrekening geeft een getrouw beeld van de verenigingsfinanciën.

De kascommissie adviseert om de financiële afrekening vast te stellen en het bestuur decharge te verlenen van zijn verantwoordelijkheid over het boekjaar 2018.

De Kascommissie
Jac Francken
Rients de Groot



Wordt nu NEVAC-lid

en ontvang drie maal per jaar het *NEVAC blad*

Andere voordelen	Kosten per jaar
Contact met vakgenoten	Gewone leden € 20,-
Vakexcursies	Studenten en promovendi € 5,-
Symposia	Bedrijfsleden € 150,-

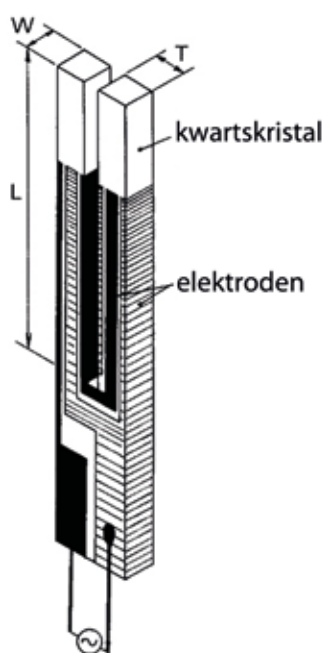
Voor bedrijfsleden: U kunt zich aanmelden op www.nevac.nl
Vermelding op de NEVAC-website

Vacuümdrukmeting met een polshorloge?

Bert Suurmeijer

Heden ten dage zijn er in vacuümland twee types viscositeitsmanometers op de markt verkrijgbaar: de spinning rotor-manometer en de kwartzkristal-frictiemanometer. Verreweg de meest bekende hiervan is de spinning rotor-manometer [1] die vanwege zijn precisie en betrouwbaarheid voor kalibratiedoeleinden geldt als secundaire standaard, mits de molecuulmassa en de temperatuur van het gas bekend zijn.

De minder bekende kwartzkristal-frictiemanometer [2], gewoonlijk afgekort tot kristalmanometer, waar in dit verhaal aandacht aan wordt besteed, is in vergelijking met de vrij complexe opzet van de spinning rotor-manometer betrekkelijk eenvoudig van opbouw. De meetcel bestaat in essentie uit een plat kwartzkristalletje in de vorm van een stemvork met afmetingen van slechts enkele mm, sterk vergroot afgebeeld in figuur 1. Aan het kristal worden geen hoge eisen gesteld; een simpel kristal uit een polshorloge volstaat.



Figuur 1 Schema van een kwartzkristal in de vorm van een stemvork.

Zo'n kwartzkristal kan voor drukmeting worden gebruikt, door het op te nemen in een elektronische hoogfrequente trillingskring en in akoestische resonantie te brengen. De resonantiefrequentie bedraagt enkele tientallen kHz. Het trillende kristal ondervindt een wrijvingsweerstand van het omringende gas, die afhangt van de gasdruk. Deze afhankelijkheid kan worden vertaald in een drukafhankelijke resistieve component van de impedantie, die vervolgens elektronisch wordt gemeten en omgezet naar een drukaflezing.

Eerdere ontwerpen

Het principe om een trillend object in een vacuüm te plaatsen en vervolgens de invloed van de wrijving op de beweging van dit object op de een of andere manier te meten, is niet echt nieuw te noemen. De eerste pogingen in deze richting dateren uit de jaren vijftig van de vorige eeuw. H. Klumb en H.A. Schwarz, bekend van de Knudsen- (of radiometer-) vacuümmeter, hebben toen reeds een instrument ontwikkeld waarin met behulp van een spiegeltje de amplitude van een in torsie trillende snaar werd gemeten in relatie tot de heersende druk [3]. Willi Becker, bekend van de turbomoleculaire pomp, ontwierp in 1961 een instrument met een elektrische uitlezing, bestaande uit een trillend plaatje, waarbij de benodig-

de elektrische energie om het plaatje op een constante amplitude te houden, werd gemeten [4,5]. Helaas zijn deze instrumenten niet tot commerciële wasdom gekomen; ze waren te fragiel en/of onbetrouwbaar. Rondom 1985 ontwikkelden de Japanse wetenschappers M. Hirata et al. het beschreven kwartzkristal equivalent, dat wél voldoende robuust en betrouwbaar bleek [6,7,8,9].

Ook bruikbaar bij hogere druk

Terwijl een spinning rotor-manometer alleen bruikbaar is in het moleculaire gebied beneden circa 10 Pa (grote vrije weglengte, λ), is een kristalmanometer ook bij veel hogere drukken – zelfs tot boven 1 atmosfeer – bruikbaar, omdat zo'n plat kwartzkristalletje in de vorm van een stemvork zich in een gas gedraagt als een eendimensionaal aangedreven gedempte harmonische oscillator. Uit de bewegingsvergelijking van zo'n systeem valt af te leiden dat de elektrische impedantie van het kristal onder alle omstandigheden recht evenredig is met de in het omringende gas heersende wrijvingscoëfficiënt (= evenredigheidsfactor tussen de snelheid van een lichaam in een gas en de op dat lichaam uitgeoefende wrijvingskracht). Bij lage druk (λ groot, kengetal van Knudsen $Kn = \lambda/d \gg 1$) is deze macroscopische grootte gelijk aan de microscopische grootte viscositeitscoëfficiënt η (= evenredigheidsfactor tussen de in een gas heersende snelheidsgradiënt en de optredende schuifkracht) die vanuit de kinetische gastheorie wordt verkregen. Die viscositeitscoëfficiënt is op zijn beurt weer evenredig met de heersende druk p . Bijgevolg zal dus ook de kristalimpedantie recht evenredig zijn met p :

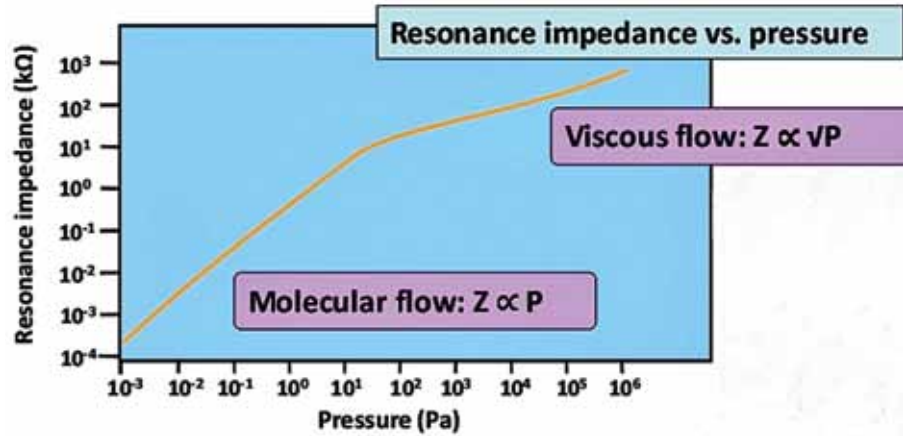
$$|Z| \propto p \quad (1)$$

waarin $|Z|$ = modulus van de kristalimpedantie.

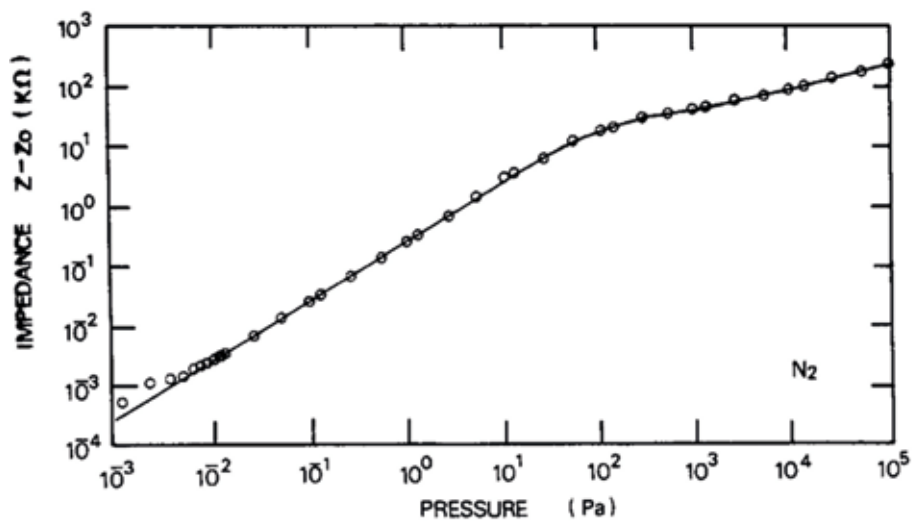
Bij hogere druk (λ klein, $Kn \ll 1$) kan het gas worden opgevat als een continu medium en wordt die viscositeitscoëfficiënt η drukonafhankelijk. En dat is precies de reden waarom de spinning rotor-manometer het dan laat afweten. De praktijk wijst echter uit dat de kristalimpedantie óók in het viskeuze gebied een drukafhankelijkheid laat zien. In dit drukgebied gaat de op het vibrerende kwartzkristal werkende wrijving dus een ánder gedrag vertonen dan de viscositeitscoëfficiënt. De oorzaak van dit cruciale verschil is gelegen in het feit dat in de afleiding naar een constante viscositeitscoëfficiënt bij hoge druk wordt uitgegaan van stationaire stromingscondities, dat wil zeggen een in de tijd (vrijwel) constante macroscopische gasstroomsnelheid ten opzichte van het beschouwde lichaam. In de spinning rotor-manometer roteert het kogeltje tijdens de drukmeting *passief* en ondervindt een geringe vertraging als gevolg van wrijving in het omringende gas.

Vibratiesnelheid

Het kwartzkristal daarentegen vibreert als gevolg van de toegevoerde elektrische energie *actief* met sterk wisselende versnelling en vertraging. De snelheid van de trillende tanden van de stemvork varieert met hoge frequentie tussen nul en een maximale waarde bepaald door de vibratieamplitude (ongeveer 0,3 μm bij 1 atm tot enkele μm bij lage druk). De wrijvingskracht op het kristal moet dus worden berekend onder niet-stationaire omstandigheden. Nu speelt in wat formule wel en niet geldt ook nog mee hoe de vibratiesnelheid van de stemvorktanden zich verhoudt tot de geluidssnelheid. Uit de grootte van de vibratieamplitude bij een resonantiefrequentie van circa 30 kHz kunnen we eenvoudig berekenen dat deze maximale vibratiesnelheid ver beneden de geluidssnelheid blijft. In deze situatie mogen we de belangrijke



Figuur 2 Schema van de kristalimpedantie als functie van de druk (flyer 2010 Alcatel-Adixen).



Figuur 3 Kristalimpedantie als functie van de druk voor N₂; vergelijking theorie-experiment (figuur 5, referentie 9).

stromingswetten van Navier-Stokes [10] toepassen en kan samen met de continuïteitswet [11] worden afgeleid:

$$|Z| \propto (\eta\rho)^{1/2} \quad (2)$$

waarin ρ = gasdichtheid.

Bij constante temperatuur laat zich dit met $\rho = nm$ en de ideale gaswet $p = nkT$ vertalen naar:

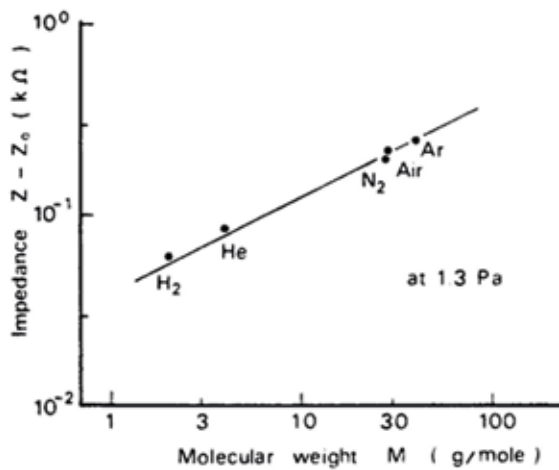
$$|Z| \propto p^{1/2} \quad (3)$$

Op basis van de relaties (1) en (3) mogen we daarom verwachten dat de kristalimpedantie van een evenredigheid met p bij lage druk (moleculaire omstandigheden, λ groot, $Kn \gg 1$) overgaat naar een evenredigheid met $p^{1/2}$ bij hogere drukken (viskeuze omstandigheden, λ klein, $Kn \ll 1$)

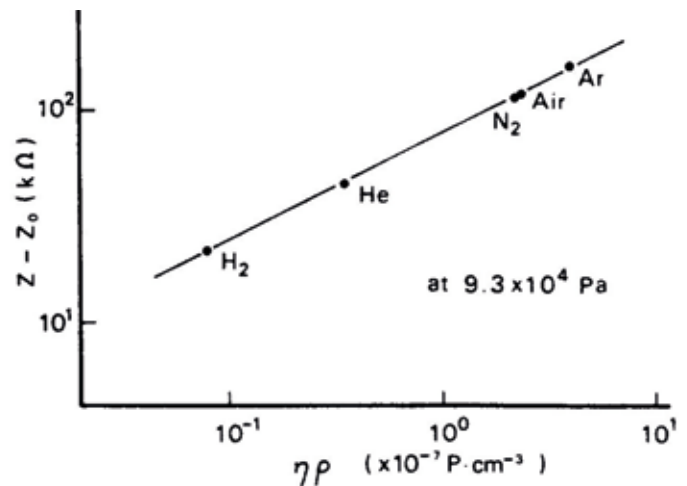
zoals geschetst in figuur 2. Experimenten met verschillende gassen bevestigen deze theoretische voorspellingen; zie bijvoorbeeld figuur 3 voor stikstof.

Temperatuur

De kristalimpedantie varieert niet alleen met de druk maar tevens met de temperatuur van het kristal. Oorzaak: zowel bij lage als bij hoge druk stijgt de viscositeitscoëfficiënt met toenemende temperatuur. Voor een betrouwbare drukmeting dient het kristal daarom met behulp van een thermostaat op een constante temperatuur te worden gehouden. Verder blijkt de gevoeligheid voor die temperatuurvariaties ook nog eens af te hangen van de feitelijke kristaltemperatuur. Daarom wordt de thermostaat bij voorkeur afgeregeld op een temperatuur



Figuur 4 Kristalimpedantie als functie van de moleculaire massa M bij lage druk (1,3 Pa). De rechte in de grafiek is de theoretische lijn met gradiënt $\frac{1}{2}$ (figuur 6, referentie 6).



Figuur 5 Kristalimpedantie als functie van het product $\eta\rho$ bij hoge druk ($9,3 \cdot 10^4$ Pa). De rechte in de grafiek is de theoretische lijn met gradiënt $\frac{1}{2}$ (figuur 7, referentie 6).

waarbij die temperatuurgevoeligheid minimaal is. Deze optimale temperatuur is enigszins afhankelijk van het kristaltype (oriëntatie, afmetingen) en ligt in het gebied 10-50°C. Bedacht moet worden dat de door de fabrikant geijkte drukschaal alléén correct is bij deze thermostaattemperatuur.

De onderste meetgrens van het systeem wordt bepaald door deze temperatuurgevoeligheid en ligt onder praktische omstandigheden rond 1 Pa. De meetnauwkeurigheid bij deze ondergrens is beter dan 10%. Aan de bovenkant kent het drukbereik tot 1 atm geen beperkingen. De reactietijd van de kristalimpedantie op plotselinge drukveranderingen hangt enigszins af van het drukniveau en varieert van circa 1 s bij 1 Pa tot minder dan 0,1 s bij 1 atm, waarden die ruwweg gelijk zijn aan die voor de ‘concurrerende’ Piranimanometer.

Met betrekking tot de gasafhankelijkheid van de kristalmanometer kan worden afgeleid dat de drukaflezing bij lage en hoge druk varieert volgens respectievelijk

$$|Z| \propto M^{1/2} \quad (4)$$

$$\text{en } |Z| \propto (\eta M)^{1/2} \propto (\eta\rho)^{1/2} \quad (5)$$

De experimentele bevindingen gepresenteerd in de figuren 4 en 5 ondersteunen deze theoretische voorspellingen.

Stabiel en betrouwbaar

Door de eenvoudige configuratie is de kristalmanometer een stabiel, betrouwbaar en redelijk robuust meetinstrument. Qua meetbereik vormt het daarom een aantrekkelijk alternatief voor Pirani- en thermokoppelmanometers. Omdat de elektroden op het kristal zijn aangebracht, bevinden de bijbehorende bedrading en de thermostaattoevoer zich alle in het vacuümsysteem. De bestendigheid tegen een agressieve gasatmosfeer is daarom enigszins beperkt.

De kristalmanometer is verkrijgbaar in standalone versie [12] en in samengestelde manometers gecombineerd met een Bayard-Alpert-ionisatiemanometer [12] of een geïnverteerde magnetronmanometer [13], waarmee het gehele drukbereik van 1 atm tot ongeveer 10^{-8} Pa wordt bestreken.

De samengestelde kristal/ionisatiemanometer vormt een concurrent van de driesensorenmanometer: condensator/Pirani/Bayard-Alpert. Het meetbereik van de Pirani strekt zich in het lage-drukgebied omstreeks een factor 10 verder uit dan dat van de kristalmanometer. Dit maakt het mogelijk om bij een lagere druk over te schakelen naar de gloeidraad van de Bayard-Alpert, hetgeen als voordeel kan worden aangemerkt in een voor hete kathodes ongezonde (corrosieve) restgasatmosfeer. Aan de andere kant kunnen in het overgangsbereik de drukaanwijzingen

van Pirani en ionisatiemanometer vooral in aanwezigheid van lichte gassen zoals waterstof of helium min of meer sterk verschillen. Interpretatie in termen van ‘heersende druk’ wordt dan een moeilijke opgave.

Meer in het algemeen dient enige terughoudendheid te worden betracht met betrekking tot de vermeende voordelen van alles-in-een samengestelde drukmeters. In het overgangsbereik van de ene druksensor naar de andere zullen verschillen in gassoortafhankelijkheid in acht moeten worden genomen. Fabrikanten proberen dit probleem te ondervangen met digitale elektronica: een microprocessor berekent een gemiddelde waarde van het signaal van beide sensoren in het overlappende bereik. Dit werkt goed in geval van een bekende gassamenstelling, maar in de praktijk ontbreekt deze informatie meestal. Aan de andere kant worden in het geval van toepassing onder hoog- en ultrahoog-vacuümomstandigheden het grof- en fijn-vacuümbereik gewoonlijk

Bert Suurmeijer was voorheen werkzaam bij de afdeling Technische Natuurkunde, Rijksuniversiteit Groningen. Hij is hoofdauteur van het *Basisboek Vacuümtechniek*

snel doorlopen en zal het ontbreken van een vloeiende overgang van de ene naar de andere sensor minder belangrijk zijn.

Referenties

1. Zie bijv. J.W. Beams et al, *Rev Sci Instr* **33** (1962) 151-155; J.K. Fremerey et al, *Proc.9th Int. Vacuum Congr.*, Cannes (1980) Vol II, pp. 218-221; Bert Suurmeijer et.al., *Basisboek Vacuümtechniek 2^{de} ed* 2018, ISBN 978-90-829477-0-0, pp. 415-419.
2. Zie bijv. Bert Suurmeijer et. al., *Basisboek Vacuümtechniek 2^{de} ed* 2018, ISBN 978-90-829477-0-0, pp. 419-422.
3. H. Klumb en H.A. Schwarz, *ATM V* 1341, aflevering 194, maart 1952.
4. W. Becker, *Vacuum* **11** (1961) 195-204.
5. L. Peksa en P. Repa, *Vacuum* **48** (1997) 861-864.
6. K. Kokubun, M. Hirata, H. Murakami, Y. Toda en M. Ono, *Vacuum* **34** (1984) 731-735.
7. M. Ono et al, *Journal Vac. Sci. & Techn. A* **4** (1986) 1728-1731.
8. M. Hirata et al, *Journal Vac. Sci. & Techn. A* **5** (1986) 2393-2396.
9. F. Kobayashi, H. Hojo en M. Ono, *Vacuum* **44** (1993) 613-616.
10. Zie bijv. Roger Temam, *Navier-Stokes equations Theory and Numerical analysis*, AMS Chelsea Publishing 1977, ISBN 0-8218-2737-5; Giovanni P. Galdi, *An Introduction to the Mathematical Theory of the Navier-Stokes Equations*, Springer 2011, ISBN 978-0-387-09619-3.
11. Zie bijv. Bert Suurmeijer et. al., *Basisboek Vacuümtechniek 2^{de} ed* 2018, ISBN 978-90-829477-0-0, pp.118-120; Wikipedia Free Encyclopedia, Continuity_equation.
12. Canon Anelva Corp, Kanagawa, Japan, Crystal Gauge M-320XG, Crystal Ion Gauge M-336MX.
13. Vista Corp, Yamanashi, Japan, Wide Range gauge CC-10.

Wet van Moore voor vacuümbuizen

In januari verscheen op de website van IEEE Spectrum een artikel van Vaclav Smil over de wet van Moore, die ook opgaat voor de ontwikkeling van vacuümbuizen: <https://spectrum.ieee.org/semi-conductors/design/during-the-20th-century-vacuum-tubes-improved-in-a-moores-lawlike-way>



Expertise – Passion – Automation



Nieuwe SMC gate valve:

Minder deeltjes en langere levensduur

De nieuwe XGTP gate valve van SMC is een efficiënte oplossing voor de semi-conductor industrie. De klep opent en sluit in een haakse beweging van exact 90 graden.

De zeer geringe contaminatie per wafer transfer is uniek. De klep werkt op een lagere operationele druk en met een nieuw mechanisme dat minder vibratie veroorzaakt. Daardoor is de seal-belasting gering en is de contaminatie tot een minimum beperkt bij iedere cyclus van de gate valve.

Met minstens drie miljoen cycli wordt een lange levensduur bereikt. Minder onderdelen zorgen voor een hogere betrouwbaarheid en lagere kosten. De XGTP gate valve is bestand tegen temperaturen tot 120°C en heeft een operationele druk van 0,25 tot 0,5 MPa.

www.smc.nl

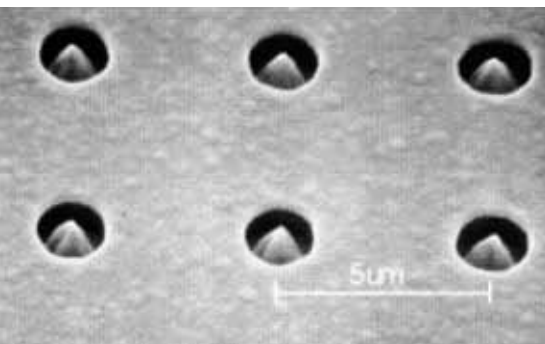
De verdere ontwikkeling van de B&A

Theo Mulder

De publicatie op 13 april 1950 van de resultaten bereikt met de Bayard & Alpert-ionisatiemanometer (B&A) was voor de vacuümtechnische wereld dé doorbraak naar UHV. Heden ten dage is de B&A nog steeds een van de meest gebruikte hoogvacuümmeters. Is er sinds de uitvinding van Robert Bayard niets meer gebeurd?

Natuurlijk zijn er wat verbeteringen aangebracht, zoals de iridium kathode met een yttriumoxide-coating in plaats van de wolfram kathode. Daardoor kan de temperatuur van de gloeidraad flink omlaag om toch dezelfde emissiestroom te handhaven. Of een B&A met twee kathodes, waarvan er één reserve is. Door de B&A steviger te construeren en in een RVS-buis onder te brengen verkrijgt men een hoogvacuümmeetbuis, die over een lange tijd stabiel blijft in zijn aanwijzing.

En dan is er natuurlijk de extractor-meetbuis. Het verschil tussen een gewone B&A en de extractor-meetbuis is de collector. Bij de B&A is dit een lange dunne draad die toch nog wat röntgenstraling ontvangt, bij de extractor-meetbuis is het een heel klein pennetje, verscholen voor röntgenstraling, waardoor er inderdaad tot $1 \cdot 10^{-12}$ mbar gemeten kan worden. Maar wezenlijk is er aan het meetprincipe niets veranderd. Toch staat de ontwikkeling niet stil.

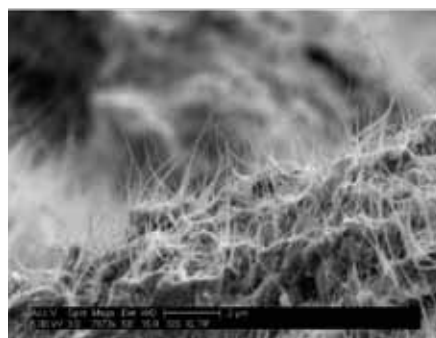


Figuur 1 Een SEM-beeld van een samenstel van microtips.

Een nadeel van de huidige B&A is de hete gloeidraad. Deze staat zelf te ontgassen en verhit de omgeving waardoor de desorptie toeneemt. Bij de hete gloeidraad vinden er chemische reacties plaats waardoor er gassen ontstaan die van origine niet in het vacuümsysteem voorkomen. Doordat de gloeidraad in hete toestand verandert van lengte, verandert ook de lengte van de elektronenbanen waardoor de nauwkeurigheid wordt beïnvloed. Het vervangen van deze hete gloeidraad als bron van elektronen is een nieuw punt voor de verdere ontwikkeling.

Elektronenbronnen

Er zijn tegenwoordig twee nieuwe elektronenbronnen bekend: de veldemissie met behulp van een samenstel van microtips (figuur 1), en de koolstofnanobuisen. Het samenstel van microtips is echter de status van het laboratorium nog niet ontstegen. Het is te duur om te maken en tijdens het gebruik bij wat hogere drukken tot 1 Pa degraderen de mi-



Figuur 2 SEM-foto van chaotische koolstofnanobuisen.

crotips te veel. Commercieel is dit geen succes geworden.

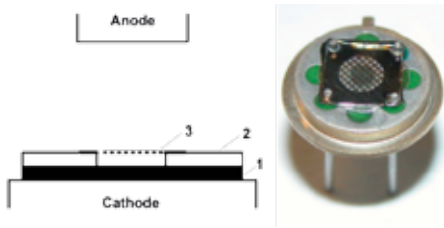
Een beter alternatief is de koolstofnanobuis met een diameter van minder dan 20 nm. Deze bezit uitstekende veldemissie-eigenschappen en is mechanisch robuust waardoor deze als elektronenbron in een breed gebied wordt toegepast, zoals in microgolfbuizen, vlakke beeldschermen, elektronenmicroscopen en röntgenbuizen. Ook in de B&A kan deze nieuwe elektronenbron worden gebruikt. Dit biedt een aantal voordelen: in vergelijking met de gloeidraad is de koolstofnanobuis-emitter een koude elektronenbron zonder warmtestraling, ontgassing en het uitstralen van licht. De emissie-eigenschappen zijn gerelateerd aan het vacuüm; hoe beter het vacuüm is, des te beter zijn de emissie-eigenschappen. In vergelijking met de *inverted magnetron manometer* (of Penningmanometer) zal een meetbuis met een koolstofnanobuis-emitter bij extreem lage drukken nog kunnen functioneren. En door de snelle reactietijd kan deze emitter ook in de pulsmode worden gebruikt ten gunste van de levensduur.

Er zijn twee uitvoeringen: als losse en in het gelid staande koolstofnanobuisen, en als chaotisch door elkaar staande koolstofnanobuisen (figuur 2).

Veldemitter

Een voorbeeld van de vele bekende experimenten is een veldemitter, gebouwd op basis van de chaotische koolstofnanobuisen (figuur 3).

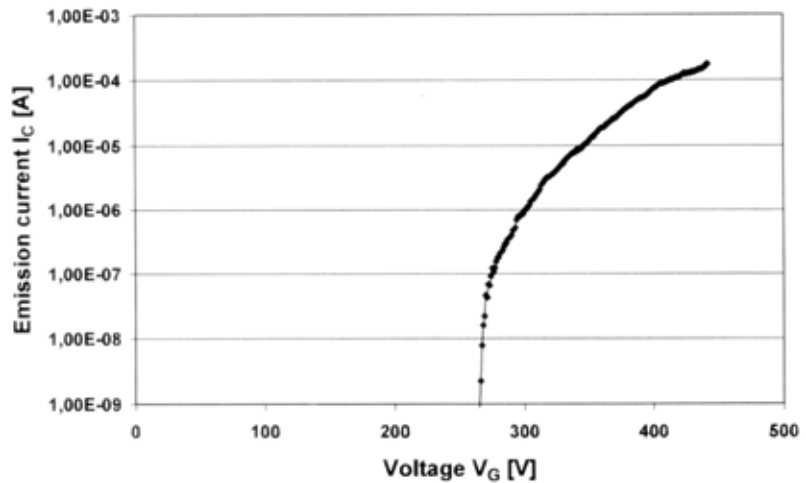
Om voldoende emissiestroom te verkrijgen, moet de spanning op de gate nogal hoog zijn, namelijk 450 V. De grafiek van emissie tegen gatespanning toont dit aan (figuur 4).



Figuur 3 Schema en foto van een koolstofnanobuis-veldeemitter.
 1 – Kathode = koolstofnanobuis-veldeemitter
 2 – Afstandhouder = isolator, dikte 100 μm (afstand van kathode tot de gate)
 3 – Gate = microrooster met 50 – 500 gaatjes per cm.

Deze veldeemitter heeft men daarna gebruikt als elektronenbron in een bestaande B&A (figuur 5). Deze B&A-meetbuis is vervolgens aangesloten op een vacuumsysteem om de eigenschappen te meten. De druk was instelbaar van 1 tot 10^{-7} Pa en met een emissiestroom $I_A = 0,1\text{-}0,2$ mA is de grafiek in figuur 6 gemeten. Dit is een veelbelovend resultaat, een keurige lineaire verhouding tussen de druk en de gemeten ionenstroom, zoals we dit gewend zijn bij de normale B&A.

Er zijn verschillende groepen onderzoekers die zich bezighouden met de ontwikkeling van deze nieuwe vacuüm-meter. Zij bereiken allemaal resultaten die veelbelovend zijn zoals de mogelijkheid tot het meten van UHV en XHV, miniaturisatie van de meetbuis en het gebruik van de pulsmode. Anderzijds tonen de resultaten aan dat de ‘ouderwetse’ B&A niet op korte termijn geheel van het toneel zal verdwijnen. Zo zal de gevoeligheid van de meetbuis nog verder moeten worden verhoogd door de emissie van elektronen, die nu nog in het μA -bereik ligt, verder te verhogen. Vooral in XHV is het aantal gevormde ionen nog erg klein. De gevoeligheid kan worden verhoogd door het vergroten van de baan die de elektronen afleggen en het verlagen van de gatespanning, die nu nog een waarde heeft van 450 V. De hoogste ionisatiewaarschijnlijkheid van moleculen ligt echter bij een spanning van 100-200 V. Verder zal de emissiestabiliteit voor langdurig gebruik moeten worden verbeterd

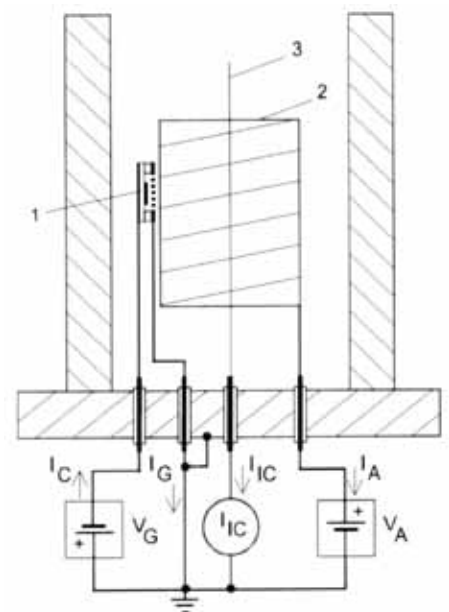


Figuur 4 De grafiek van emissie tegen gatespanning.

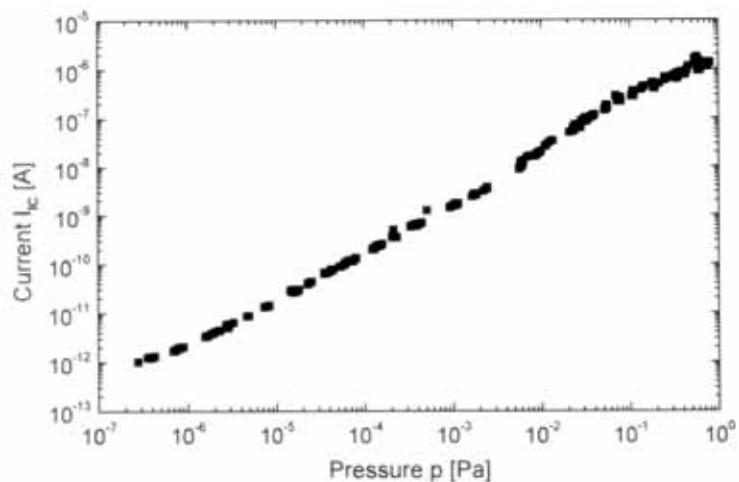
ten einde stabiele en reproduceerbare meetresultaten te verkrijgen. De huidige koolstofnanobuizen vertonen nu nog een emissiestroomfluctuatie, vooral in het begin van de testperiode, waardoor de betrouwbaarheid van de metingen wordt beïnvloed. Er is nog voldoende werk aan de winkel; vooralsnog blijven we de oude vertrouwde B&A gebruiken.

Literatuur:

- *Journal of Physics: Conference Series* **100** (2008).



Figuur 5 Elektrisch circuit van de B&A met veldeemitter.
 1 – Veldemitter
 2 – Anode van B&A
 3 – Collector van B&A



Figuur 6 Ionen-collectorstroom I_C tegen de druk p in Pa ($I_A = 0,1$ mA).

The state of the art of vacuum science and technology

Dr Falk Braunschweig

The fundamentals of vacuum science have already been worked out since the 17th and basic technology during the first decades of the 20th century. So the knowledge about vacuum should have spread to those interested in the subject by means of a selection of books already on the market. So why would we need a new textbook on vacuum science and technology?

Those who have studied science and technology might have experienced situations when they were stuck at an incomprehensible subject which suddenly fell into place when they read about it in another textbook. So a new book offering different views is always welcome. Moreover vacuum technology is continuously spreading into new applications which in turn require adaptations of existing devices and the development of new products. A comprehensive textbook on vacuum needs to take this evolution into account. The reader will therefore appreciate a new book offering the state-of-the-art as it guides him to contemporary knowledge directly applicable in research and industrial working environments.

In the preface of *Vacuum Science and Technology* (VST) the authors sum up in detail the evolution of the originally in Dutch language published textbook *Basisboek Vacuümtechniek*. For those who know the predecessor and contemplate to buy the new book a valuable read to aide their decision. The transition from Dutch to English language might be a little hardship for Dutch readers but the authors have chosen an easy to read style which makes the book attractive for a wide range of non native English speakers.

The table of contents unfolds the whole spectrum of vacuum science and technology, well organized in ten compre-

hensive chapters. The first three thereof comprise the physics from the basic concepts of gases to their interaction with solid enclosures and to flow phenomena. The next four chapters cover vacuum generation and measurement while the last three are dedicated to the fine art of constructing, operating and maintaining vacuum systems. The book comes along in a generous format with an easily readable text, well arranged formulae, and ample diagrams and figures. The latter partly in colour.

Fundamentals

The first three chapters provide the fundamentals of physics for the understanding of vacuum technology. After a brief yet very interesting historical introduction into vacuum the physical basics from atoms and molecules to the states of matter lead to the kinetic theory of gases. Soon the the first maths with integrals appear. However, readers mostly interested in the practical work with vacuum systems should not be scared off by differential equations and integrals as they flip through the pages. The book is for them as well as for those who want to dig deeper into the fundamentals of gas physics. The more theoretical paragraphs are clearly marked by a vertical bar at the margin of the page. Omitting these sections will not hinder comprehension of subsequent chapters. Formulae refe-

renced consecutively are numbered for easier look-up. As these numbers include the chapter where the formula appeared in the text, the impression of the chapter number on the header or footer would be very helpful and should be considered for a future revision of the book.

Readers not bothering with the carefully laid-out mathematical derivations can skip the marked sections and will soon learn the basics of vacuum: pressure, ideal gas law, mean free path, vapour pressure. Valuable practical advice is given during the discussion of derived formulae, e.g. on temperature dependence of pressure measurements by specific vacuum gauges (equation 1.26 and 1.85). Those who have to deal with high and ultra-high vacuum (HV and UHV) will benefit from the thorough presentation of gas-solid interactions in chapter two. Especially the schematic pressure versus time curve (fig 2.18) with its '1 year' bar is worth contemplating by anyone who has to achieve UHV in a vacuum system on a production floor. The vacuum physics part of the book is completed by the third chapter on flow of gases trough tubes and orifices. Here the tools for the vacuum engineer's day-to-day work are derived and discussed: the concepts of throughput, conductance, and pumping speed in the various flow regimes. Easy to use formulae for gases in general and specially for air at room temperature are given not only for circular but also for rectangular tube sections. A simple vacuum chamber/tube/pump system serves as an example to calculate the achievable pressure using the formulae of the preceding pages. Eleven exercises related to real life invite the reader

to become familiar with calculations of vacuum systems. Thirty years of experience in the vacuum business have shown the formulae presented in this chapter yield results of sufficient precision for practical work. The application of sophisticated layout software for vacuum systems rarely give significantly improved results. So students should embrace this chapter for *quick-and dirty* layout considerations and judgement of existing vacuum systems.

Vacuum pumps

A veritable encyclopaedia is chapter four of the book. On over 200 pages the contemporary available vacuum pumps are presented, their working principles explained, typical data given, and applications discussed. All in detail and mostly illustrated with cutaway views of commercially available pumps. Most readers will not be interested in the entire range of pumps so might start with the introduction and definition paragraphs and continue with the section on pump selection at the end of the chapter. Here not only the vacuum requirements for typical applications are discussed but also the often more important requests for non vacuum aspects like secure and economic operation. Based on the knowledge of these valuable sections the pump(s) under consideration should then be studied in detail.

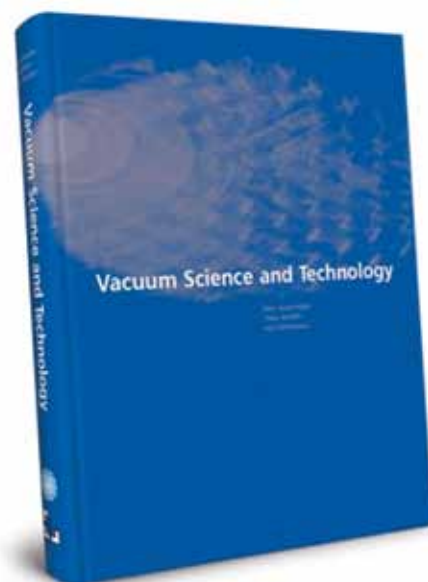
Vacuum gauges

The next chapter is dedicated to pressure measurement. To be accurate: total pressure measurement as partial pressure measurement is discussed in a separate chapter. The broad range of commercially available vacuum gauges is presented, the operating principles derived from physical considerations, and the range and limits of operation are discussed. The collection even includes gauge designs which never went into production, disappeared from the market or are barely used in niche applications. A telegram style summary concludes the discussion of every gauge (measuring

range, pressure reading, classification). Unlike for pumps no handy “gauge selection” chapter is provided. The reader has to check the diagram of pressure ranges given in the introduction to the pressure measurement chapter to select potential candidates for his application. He then should consult directly the individual paragraphs dealing with pros and cons of the selected gauges. The workhorses of vacuum measurement (Pirani, hot and cold ion gauges) are well covered in the book, with all the nasty traps users could slump into when they believe the convincing digital readout of their gauges. No explicit accuracy comparison of different gauge types is presented although there is sometimes much confusion among users, especially with capacitance gauges (usually linear output) and Pirani/ion gauges (usually logarithmic output). Those dedicated to run high and ultra high vacuum systems should spend the time to solve the well chosen exercises at the end of this chapter as they will sharpen senses to avoid the traps.

The title of the next chapter points to what partial pressure measurement is all about: analysis of the residual gas in a vacuum system. The authors confine themselves to three types of ion filters: sector-field, quadrupole, and ion-trap. A wide range of ion sources and ion detectors are explained together with their fields of application and pressure range limits. The important concept of the mass filter’s resolution and the interpretation of mass spectra are thoroughly discussed. The chapter gives a very good introduction to residual gas analysis and the authors do not hide the fact that understanding mass spectra may require hard work and a lot of experience.

After pumps and gauges are introduced a short chapter addresses specific measurements to qualify vacuum pumps. It is intended to give just a glimpse of these kind of measurements and in fact, bespoke specs agreed between a supplier of a vacuum pump and a customer might involve considerably more detailed measuring procedures.



Vacuum Science and Technology
Bert Suurmijer, Theo Mulder, Jan Verhoeven, February 2016

Leak detection

The chapter on leak detection offers a broad overview of leak detection methods. Not only those usually applied in vacuum technology but also the full range of methods employed in industrial applications are presented. The most common tracer gases helium and hydrogen with the respective detectors mass spectrometer, quartz window, and MOSFET sensor are discussed as well as configurations of leak detector pumping systems. Practical advice on leak detection and leak finding on vacuum systems, also with the aid of gas type dependent total pressure gauges renders this chapter a valuable guide for daily work with vacuum installations in research and industry.

The next chapter deals with all the other components which make up a vacuum system together with pumps and gauges: tubing elements with their standard flanges, feedthroughs, and a wide variety of valves. Also joining techniques and sealing elements, both elastomeric and metallic are discussed in great detail. Even the operating principle of a mass flow controller, often used with vacuum systems but rarely discussed in vacuum text

books, is presented in conjunction with dosing valves.

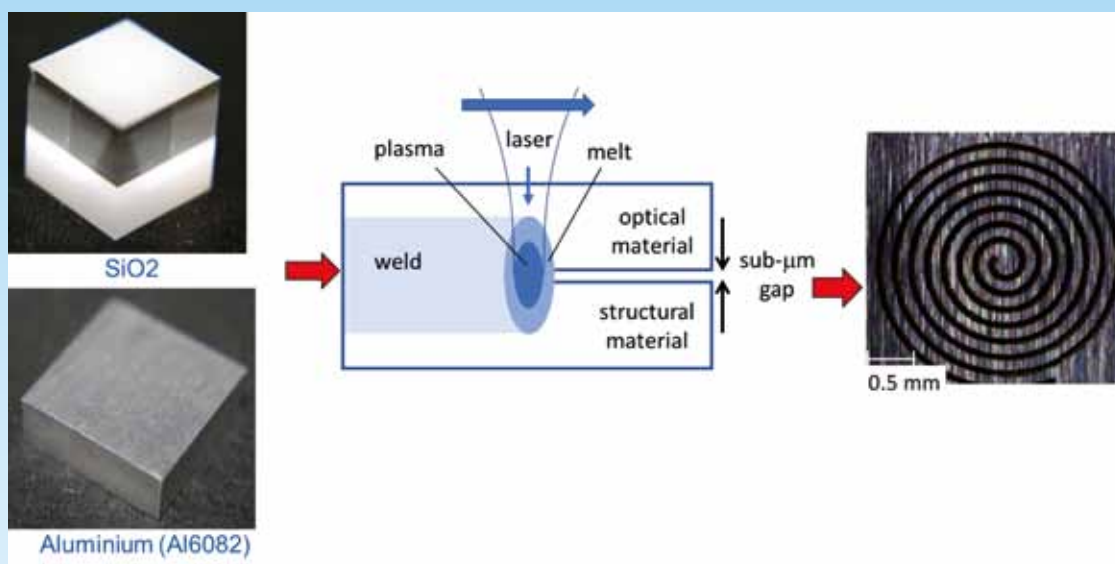
Annexes

Materials and their properties with regard to vacuum applications and the associated working techniques are the subject of the last chapter. The authors present a plethora of information mainly on gas evolution from solid materials and

about good working practices. The book is completed by annexes of useful tables, diagrams and vacuum symbols. A handy glossary of materials follows, each entry stating the main data and properties for vacuum use including information like the vapour pressure, which sometimes is difficult to find. The book is completed by the answers to the exercises and an extensive index.

After studying *Vacuum Science and Technology* the initial question why we need a new book on vacuum can be answered: Yes we need a book with the latest developments in pumps and gauges. Yes we need a book dedicated to Pascal as a SI unit (maybe in a future revision also *amu* will be replaced by up-to-date *u*). Yes we need a book like VST – easy to read and to comprehend.

Lassen van glas aan metalen



Wetenschappers van de Heriot-Watt University in het Verenigd Koninkrijk hebben met succes glas en metaal aan elkaar vastgelast met behulp van een ultrasnelle laser. Verschillende optische materialen als kwarts, boorsilicaatglas en saffier zijn met behulp van het Heriot-Watt-lasersysteem vastgelast aan metalen als aluminium, titaan en RVS. De laser genereert picoseconde pulsen infrarood licht, waardoor de materialen aan elkaar smelten. Dat betekent een doorbraak voor de maakindustrie.

Professor Duncan Hand, directeur van het EPSRC Centre for Innovative Manufacturing in Laser-based Production Processes aan de Heriot-Watt-universiteit, zegt: "Het is erg moeilijk om mate-

rialen van verschillende aard, zoals glas en metalen, aan elkaar te lassen, door de zeer uiteenlopende thermische eigenschappen. Door uiteenlopende uitzettingscoëfficiënten en hoge temperaturen kan glas makkelijk breken."

In producten waarin zowel glas als metaal verwerkt is, wordt op dit moment gebruikgemaakt van verschillende lijmsorten, die lastig aan te brengen zijn en waardoor onderdelen op den duur makkelijk kunnen verschuiven. Ook uitgasen is een probleem: organische moleculen uit de lijm komen langzamerhand vrij, waardoor de levensduur van een product beperkt is.

Bij het Heriot-Watt-lasersysteem worden de onderdelen die gelast worden tegen

elkaar aangezet en de laser wordt door het optische materiaal heen gefocust zodat er een kleine intense lichtbundel valt op het contactoppervlak – met een vermogen van megawatts op een paar vierkante micrometer. Hierdoor ontstaat een microplasma tussen de materialen, omgeven door een smalle zone waar de materialen smelten. De zo gemaakte lassen bleven intact bij temperaturen tussen $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ en $90\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Professor Hand en zijn team werken samen met een consortium van Oxford Lasers met verschillende andere bedrijven aan de verdere ontwikkeling van het lasersysteem, met als doel het op de markt te brengen.

Claud Biemans

Agenda

7-10 mei 2019
aiv xxiv Conference
Giardini Naxos, Italië

15 mei 2019
Nationaal Symposium Contamination Control,
1931 Congrescentrum 's-Hertogenbosch

17 mei 2019
NEVAC-dag, FELIX Laboratorium,
Radboud Universiteit, Nijmegen

19-24 mei 2019
89th IUVSTA Workshop: Biological and soft matter
sample preparation for high resolution imaging by
high vacuum techniques, Zakopane, Poland

24-28 juni 2019
87th IUVSTA Workshop: Nanostructured surfaces,
Trzebnica, Polen

1-5 juli 2019
21st International Vacuum Congress, Malmö,
Zweden

21-24 juli 2019
19th International Conference on Atomic Layer
Deposition (ALD 2019) & Atomic Layer Etching Work-
shop (ALE 2019)
Washington, Verenigde Staten

23-27 september 2019
PLATHINIUM (PIAsma THin film INternational Union
Meeting)
Antibes, French Riviera

10 oktober 2019
Nationale Cleanroom Dag,
Congrescentrum Spant!, Bussum

20-25 oktober 2019
AVS 66th International Symposium & Exhibition
Columbus, OH, Verenigde Staten

13-14 november 2019
Precisiebeurs,
Koningshof, Veldhoven

Links naar websites: zie de agenda op www.nevac.nl

PFEIFFER  **VACUUM**



VACUUM SOLUTIONS FROM A SINGLE SOURCE

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

- Pumps for vacuum generation down to UHV
- Vacuum measurement and analysis equipment
- Leak detectors and integrity test systems
- System technology and contamination management solutions
- Chambers and components

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

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

HAXPES Lab - A window to the bulk

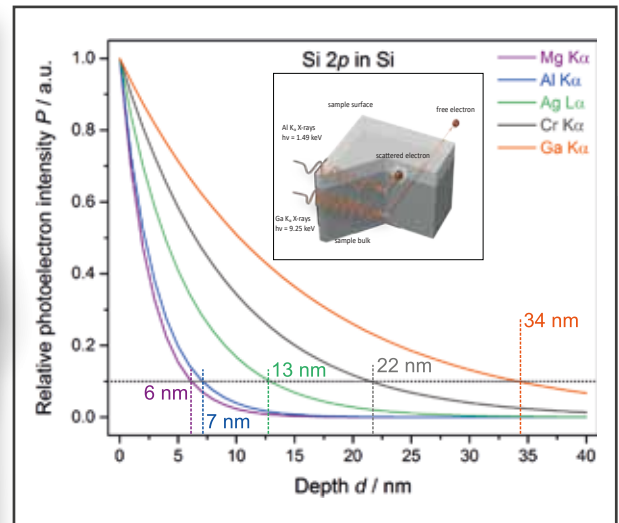


Figure 1. HAXPES using the Ga source offers 5x greater information depth, providing bulk sensitivity that is unavailable using conventional XPS.

- Robust laboratory based HAXPES solution
- Time scales comparable to synchrotron experiments
- Five times higher information depth than AlK α X-Rays
- High flux monochromated Hard X-rays at 9.25 keV
- Access to deep core levels
- Non-destructive measurements of buried interfaces
- Bulk sensitive photoemission spectroscopy

Scienta Omicron's HAXPES Lab brings hard X-ray photoelectron spectroscopy (HAXPES) capability directly to the local laboratory environment. This novel system probes bulk sample properties and accesses deep core level electrons via photoelectron spectroscopy (XPS) without the need for a synchrotron end station.

For further questions please contact us:
info@scientaomicron.com

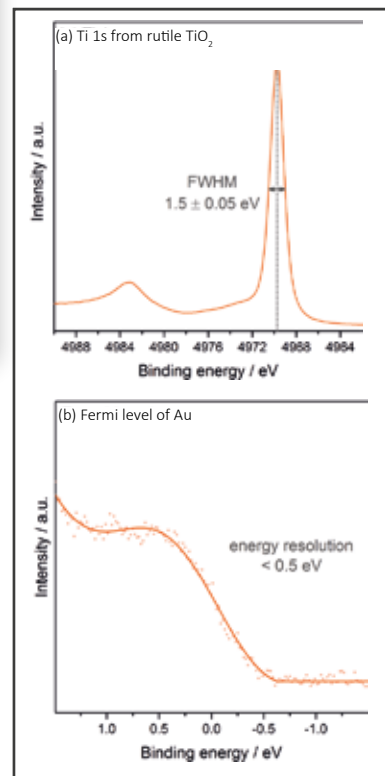


Figure 2 (a) HAXPES Lab provides unprecedented access to deep core levels, as shown in this example of a Ti 1s spectrum.

(b) Fermi edge of Au shows total instrument resolution < 0.5 eV.

