

Nanotechnologie bij Philips Research

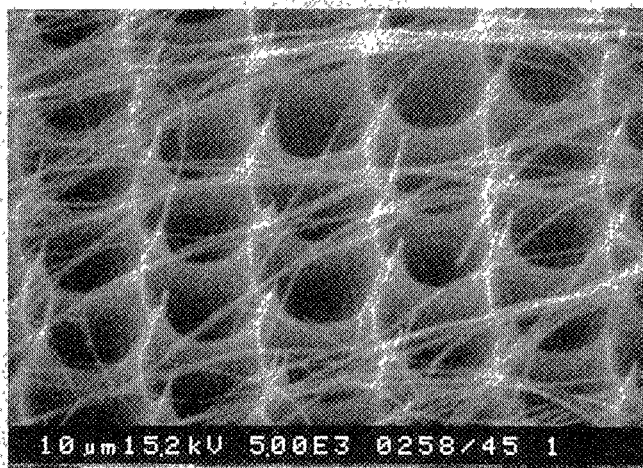
Nanobuis als elektronenbron

Nanotechnologie heeft zijn wortels in de natuurkunde. Daarentegen is precisietechnologie via de fijnmechanische techniek gegroeid uit de klassieke werktuigbouwkunde. Precisietechnologen vinden het daarom moeilijk nanotechnologie een plaats te geven in hun denkwereld. Want wat moet je ermee in de praktijk? Daarom is het interessant te constateren dat Dr. Niels de Jonge er als jong fysicus in is geslaagd een praktische toepassing te vinden voor nanotechnologie: een koolstof-nanobuis fungeert als bron in een elektronenmicroscop. Weliswaar is het gebruik als standaard-elektronenbron nog niet aan de orde, maar al wel is gebleken dat de nieuwe bron helderder en monochromatischer is dan conventionele elektronenbronnen [1].

• Frans Zuurveen •

In het Philips Natuurkundig Laboratorium in Eindhoven vindt allerlei onderzoek plaats dat raakpunten heeft met nanotechnologie. Afbeelding 1 toont silicium-nanodraden die toegepast zouden kunnen worden als veldemissiebron in nieuwe typen displays of nieuwe sensoren. De draden zijn ontstaan door een siliciumplak met voorgevormde verdiepingen te onderwerpen aan een etsproces. Daardoor ontstaan er diepe poriën in het silicium. Onder de juiste condities blijven draadvormige structuren over op plaatsen waar drie poriën bij elkaar komen.

Een ander voorbeeld is het maken van LEDs (Light Emitting Diodes) op nanoschaal, zie afbeelding 2. Nanodraden van indiumfosfide (InP) kunnen zichtbaar licht produceren in het gele en groene golflengtegebied. De LEDs ontstaan in het scheidingsvlak van gebieden met verschillende doteringen met een derde element. Zulke minia-



Afbeelding 1. Silicium-nanodraden die overblijven als er op een speciale manier poriën in een siliciumplak worden geëet.

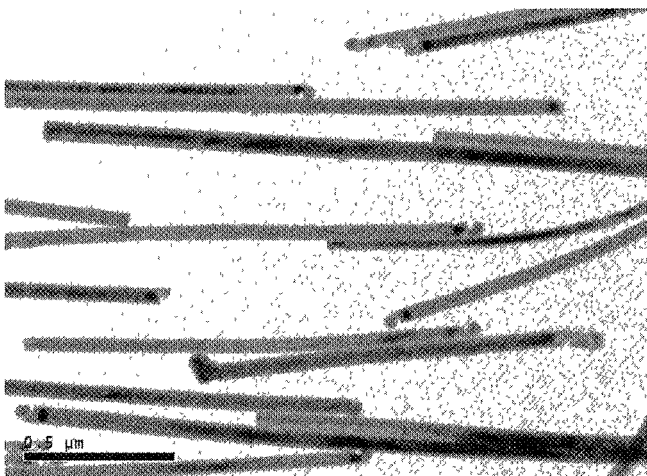
tuur-lichtbronnen zijn wellicht toepasbaar in displays of in gemtegreerde optica voor glasvezelcommunicatie.

Een boeiend plaatje (afbeelding 3) leveren schroeflijn-structuren in vloeibare kristallen. Door de afstand van de "schroeven" te variëren is het mogelijk de reflectie van licht in een bepaalde golflengte te sturen. Op deze manier kan de helderheid en het energieverbruik van LCDs misschien verbeterd worden. In samenwerking met de Universiteit van Alberta in Canada werkt Philips Research aan baanbrekende technologie voor de vervaardiging van zulke schroeflijn-vormige structuren.

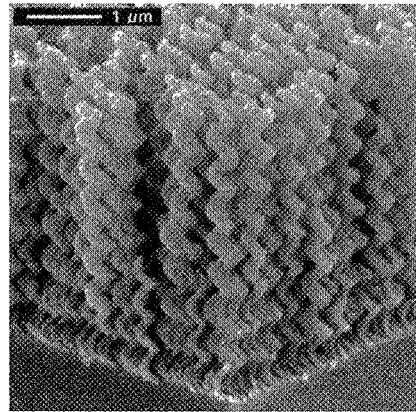
Nanobuizen

Het element koolstof komt voor in verschillende vormen. Overbekend is diamant, waarin de koolstofatomen een zeer stabiele, kubische structuur vormen, waarin ieder atoom tetraëdisch is omgeven door vier andere koolstofatomen. Een andere vorm is de hexagonale structuur van grafiet, waarin steeds zes atomen samen een regelmatige zeshoek vormen op de manier van miniatuur-kippengaas. Stabiele grafietlagen zijn onderling alleen door vanderwaalskrachten verbonden en kunnen daarom makkelijk over elkaar schuiven. Vandaar de toepassing van grafiet als smeermiddel en in potloden.

Dezelfde hexagonale structuur komt ook voor als bolstructuur. In de zgn. C60-structuur vormen zestig atomen samen een zeer stabiele bol. Die wordt "voetbal-structuur" genoemd. De hexagonale structuur komt ook voor als cilindervormig opgerold "kippengaas". Zo'n cilinder kan aan



Afbeelding 2. Nanodraden van indiumfosfide (InP), waarmee miniatuur-LEDs voor zichtbaar licht kunnen worden gemaakt.



Afbeelding 3. Schroeflijn-structuren in vloeibare kristallen.

één kant of aan beide kanten zijn afgesloten door een halve C60-bol, zie de afbeeldingen 4a en b. In detail zijn er drie verschillende zeskantvariëaties mogelijk, waarvan de afbeelding er twee weergeeft. Ook kunnen er meerwandige cilindervormige structuren ontstaan.

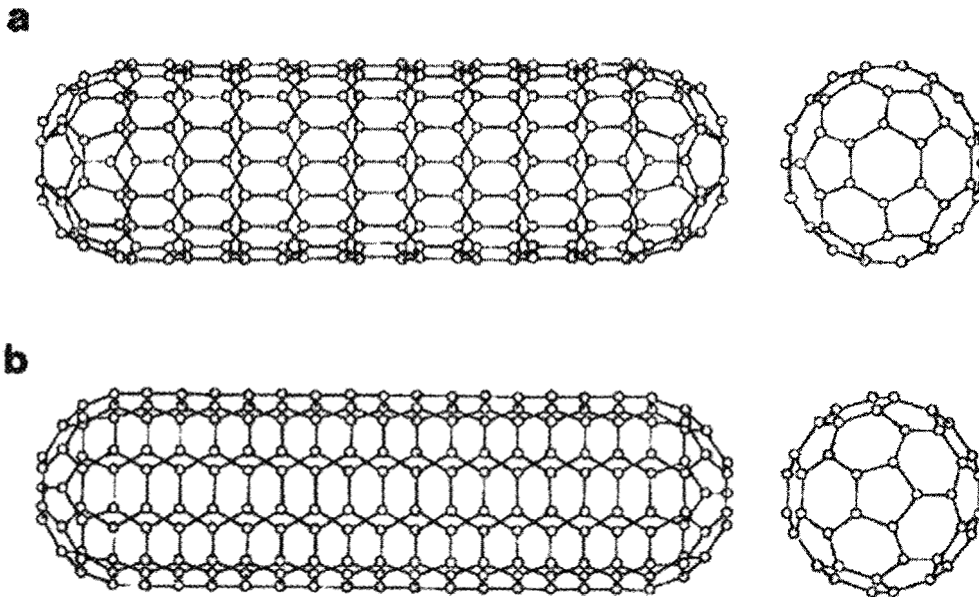
De beschreven hexagonaal-cilindervormige koolstofstructuren worden nanobuizen genoemd. Die zijn qua fysica en mogelijke applicaties zo interessant dat er een speciale website aan is gewijd [2]. Afbeelding 5 toont een meerwandige nanobuis, die door een scanning-elektronenmicroscop (SEM) met vier verschillende vergrotingen is afgebeeld.

Elektronenbronnen

Van oudsher fungeert een gloeidraad van wolfram als elektronenbron – en dus als kathode – in een elektronenmicroscop. De verhitting maakt de kinetische energie van de vrije elektronen groter, zodat de kans toeneemt dat die energie groter is dan de uittreearbeit.

Later is ter verhoging van de elektronenopbrengst de gloeidraad voorzien van een laagje lantaanhexaboride (LaB₆). Dat materiaal heeft de eigenschap dat de benodigde uittreearbeit voor elektronen lager is. Veldemissie-bronnen bestaan uit een zeer scherpe, niet-verhitte kathode, waaruit elektronen ontsnappen ten gevolge van de hoge elektrische veldsterkte aan de punt ("tip") van wolfram.

Een mengvorm van de twee beschreven bronnen is de tegenwoordig meestal toegepaste Schottky-elektronenbron. Dat is een bron met een scherpe punt die bedekt is met zirkoonoxide (ZrO). De scherpheid van de tip zorgt voor een hoge veldsterkte, het ZrO voor een lage uittreearbeit, de hoge temperatuur voor een hoge kinetische energie van de elektronen.



Afbeelding 4.
Principetekening van twee koolstof-nanobuizen, die aan twee kanten zijn afgesloten door een halve C60-bol, a met (9,0)- oftewel zig-zag-structuur, b met (5,5)- oftewel armleuning-structuur [3].

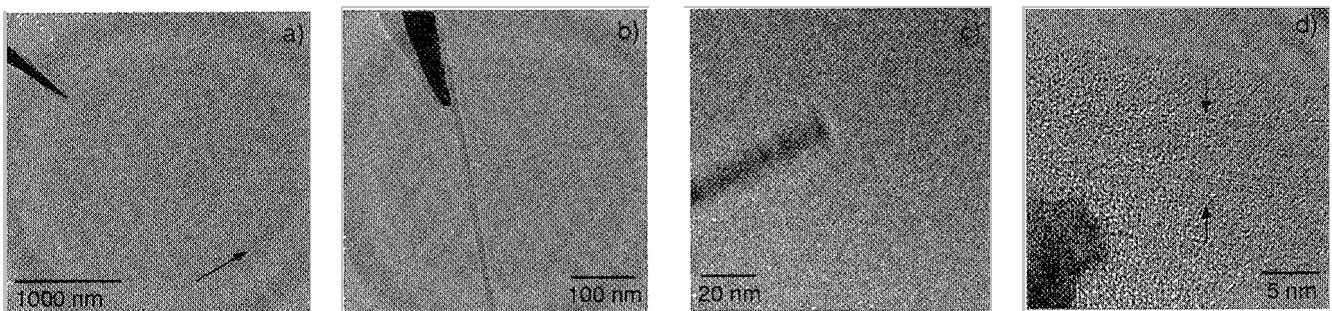
Vooraf in scanning-elektronenmicroscopen is het gewenst dat de elektronenbron klein is en zo goed mogelijk een puntbron benadert. Immers, in zo'n microscoop tast een scherp gefocuste elektronenbundel het preparaat af en het te bereiken oplossend vermogen hangt af van de afmetingen van de afbeelding van de bron ("spot") op het preparaat. Dus hoe kleiner de spot des te beter de resolutie. De eisen die worden gesteld aan een SEM-elektronenbron zijn: een hoge helderheid, een geringe variatie van de uitreesnelheid, een stabiele emissie en een lange levensduur.

Die eisen spreken voor zichzelf, behalve misschien de constante uitreesnelheid. De verandering ervan wordt energiestreking genoemd en komt tot uiting in een variatie van de "kleur" van de geëmitteerde elektronenbundel. Immers,

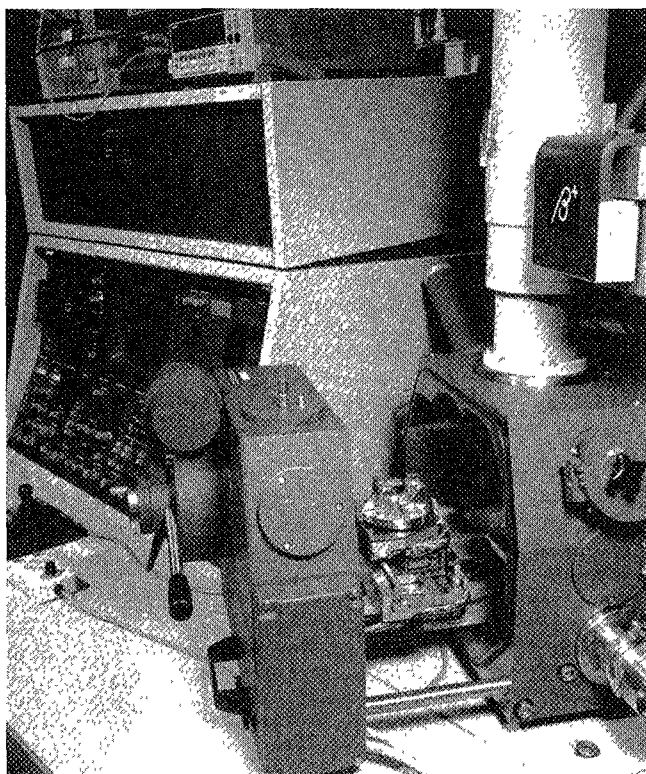
snelheid van een elektron is equivalent aan energie en die is weer equivalent aan golflengte. Aangezien elektromagnetische lenzen – net als glazenlenzen – behept zijn met chromatische aberratie, is het van belang zoveel mogelijk te werken met "monochromatische" elektronen, dus met elektronen van constante snelheid.

Elektronenbron met nanobuis

De Schottky-bron voldoet voor elektronenmicroscopen in het algemeen ruim voldoende, zij het dat de energiestreking – ongeveer 0,8 eV – voor scanning-elektronenmicroscopen verbetering behoeft. Afgezien van de energiestreking kan er ook nog winst behaald worden door de helderheid van de bron te vergroten.



Afbeelding 5. Een meerwandige koolstof-nanobuis, afgebeeld met vier verschillende vergrotingen onder een scanning-elektronenmicroscop [4].



Afbeelding 6 Een Philips SEM 525 met geopende preparaatkamer met daarin een experimentele nanomanipulator.

Van een veldemissiebron is de energiespreiding kleiner – ongeveer 0,3 eV – maar zo'n bron heeft het bezwaar dat de emissiestroom niet altijd voldoende stabiel is. Aangezien een koolstof-nanobuis veel sterker is dan een scherpe wolfram-tip van vergelijkbare afmetingen, is er te verwachten dat een nanobuis als veldemissiebron wel stabiel emitteert. Dit zou een bron kunnen opleveren met een lage energie-spreiding, een hoge helderheid en een stabiele emissie.

Daarvoor zou een koolstof-nanobuis op een wolfram-tip gemonteerd moeten worden. Maar hoe hanteer je zo'n minuscuul klein buisje van ongeveer 20 nm diameter en 2 μ m lengte? En hoe zet je dat vast op de wolfram-tip? Werken op nanoschaal is beslist niet eenvoudig.

Nanomanipulator

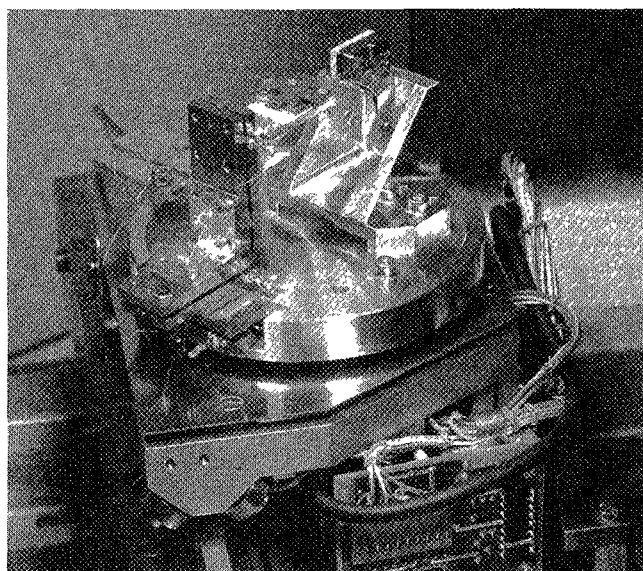
Veel nanotechnologisch onderzoek wordt door fysici bedreven in een STM (Scanning Tunneling Microscope) of in een AFM (Atomic Force Microscope). In zulke instrumenten

worden atomen of moleculen als het ware opgepakt en weer ergens gedeponerd met behulp van een uiterst scherp silicium- of wolfraampuntje, dat bestuurd wordt via piezo-elektrische vormverandering. Maar het bezwaar daarvan is dat je niet kunt zien wat je precies doet. Pas achteraf is in het STM- of AFM-beeld te zien wat het resultaat is van de voorafgaande nano-manipulatie.

Daarom heeft Niels de Jonge een opstelling in een SEM – een Philips SEM 525 – gebouwd, zie afbeelding 6. Het voordeel daarvan is dat op het monitorscherm steeds zichtbaar is wat er in de preparaatkamer gebeurt. In die preparaatkamer monteerde Niels een nanomanipulator, zie afbeelding 7, waarin hij gebruik maakte van een drietal piezo-elektrisch aangedreven nanosleden type MS5 van Omicron Nano Technology in Taunusstein, zie afbeelding 8. Het bijzondere daarvan is dat die sleden – traploos instelbare – stappen van 40 tot 400 nm kunnen maken bij een bereik van 5 mm. Door drie sleden haaks op elkaar te plaatsen kon een zeer nauwkeurige nanomanipulator worden gerealiseerd met vrijheidsgraden in x-, y- en z-richting.

Koolstof aan wolfram

Dankzij de drie nanosleden is het probleem van de nauwkeurige manipulatie opgelost, maar hoe maak je zo'n koolstofbuisje vast aan de wolfram-gloeidraad? Daar heeft



Afbeelding 7. De nanomanipulator van afbeelding 6 met drie piezo-elektrisch aangedreven sleden in x-, y- en z-richting.

Niels het volgende op gevonden. Hij gebruikt de koolstof-tape die normaliter wordt toegepast om in scanning-elektronenmicroscopie preparaten op de objecttafel te plakken. De tape heeft aan twee zijden een eveneens geleidend en hechtend acryllaagje zonder oplosmiddel. In totaal is de tape minder dan 100 μm dik en veroorzaakt maar weinig vacuümcontaminatie. Na verhitten verkoolt de hechtlaag.

Als volgt komt nu de nieuwe elektronenbron tot stand. Allereerst wordt de punt van de wolfram-tip in contact gebracht met de koolstof-tape, zodat kool met hechtmiddel op de tip achterblijft. Vervolgens wordt een geschikt exemplaar gekozen uit een monster van meerwandige koolstof-nanobuisjes. (Dat monster is van elders betrokken en gemaakt met behulp van boogontlading.) Ten slotte wordt het nanobuisje op de tip gedrukt, waarna het buisje erop blijft plakken. Het buisje moet dan nog worden afgebroken om een "verse" punt te creëren. Dat gebeurt door mechanische belasting of door stroomdoorgang (meer dan 20 μA). Afbeelding 9 toont de wolfram-tip met het nanobuisje. De radius bedraagt 2,7 nm!

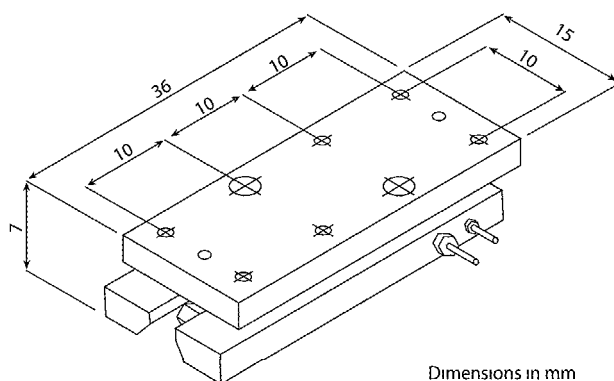
Resultaat

Uit metingen is gebleken dat de nanobuizen een helderheid hebben die ongeveer 10 keer hoger is dan die van de standaard Schottky-bron [1]. Andere metingen hebben laten zien dat de energiestreidung inderdaad laag is, namelijk 0,3 eV [4]. Dit zijn beslist hoopgevende resultaten.

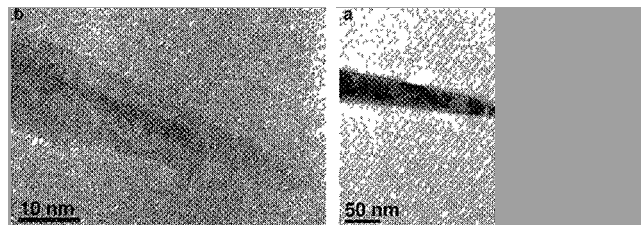
De nieuwe elektronenbron is echter alleen nog maar eenmalig op laboratoriumschaal gemaakt en is dus nog niet geschikt voor productie in grote aantallen. Pas als dat is gelukt, kan er worden gedacht aan de invoering als standaard-elektronenbron. Bovendien moeten er ook nog wat andere problemen worden opgelost. Een daarvan is dat de nanobuis beter in de richting van de optische as moet worden gepositioneerd. En er is nog niet aangetoond dat de levensduur voldoende groot is. Dus is er nog genoeg werk te doen door onderzoekers van Philips Research en ontwikkelaars van FEI Company, het voormalige Philips Electron Optics.

Verdere informatie

www.extra.research.philips.com/nanotubes
www.omicron.com
www.feicompany.com



Afbeelding 8. De nanoslide Omicron type MS5 van afbeelding 6 en 7 met traploos instelbare bewegingsstappen van 40 tot 400 nm bij een bereik van 5 mm.



Afbeelding 9. Een wolfram-tip (zwart) met daarop een koolstof-nanobuis (lichtgrijs) met een radius van 2,7 nm bij twee verschillende vergrotingen [1].

Bronnen

[1] N. de Jonge, Y. Lamy, K. Schoots, T.H. Oosterkamp, High Brightness electron beam from a multi-walled carbon nanotube, Nature vol 420, blz. 393-395, nov. 2002.

[2] <http://pads1.pa.msu.edu/cmp/csc/nanotube.html>

[3] Harris PJF, Carbon nanotubes and related structures, new materials for the twenty-first century, Cambridge University Press, 1999

[4] N. de Jonge and N.J. van Druten, Ultramicroscopy 95, 85-91, 2003

Foto's van afbeelding 1,2,3,5,6,7 en 9: Philips Research.