

DISS. ETH NO. 23290

HIGH-RESOLUTION
KELVIN PROBE FORCE MICROSCOPY
OF ACTIVE NANO ELECTRONIC DEVICES

A dissertation submitted to attain the degree of

DOCTOR OF SCIENCES of ETH ZURICH
(Dr. sc. ETH Zurich)

presented by

TINO WAGNER
Dipl.-Phys., Technische Universität Dresden

born on 6 October 1986
citizen of Germany

accepted on the recommendation of

Prof. Dr. Andreas Stemmer, examiner
Dr. Bernd Gotsmann, co-examiner

2016

ABSTRACT

As electronic devices, such as transistors in integrated circuits, continue to shrink, contact resistances and local transport properties dictate device performance on a length scale of only a few nanometres. Characterisation is severely limited by macroscopic methods, which measure the total current through a device only. It has rather become necessary to accurately determine local electronic properties and potentials within devices at nanometre spatial resolution and high sensitivity.

This challenge is tackled in this thesis by Kelvin probe force microscopy, in which electrostatic forces exerted on a microfabricated cantilever with a probe tip are detected and minimised to yield the surface potential. In the past, most researchers applied force sensitive techniques for better stability on coarse topographic structures as in nanoscale electronic devices. Yet, the detection of long-range electrostatic forces also degrades resolution, and local surface potential measurements are corrupted by biased electrodes even at large distances to the probe. In contrast, frequency modulated methods are sensitive to force gradients and enable quantitative measurements with minimised long-range effects. The interactions of the probe apex thereby dominate the signal. However, the use of frequency modulated methods on structured surfaces was prone to instabilities in the past, because topography was detected in frequency modulation, too.

To enable highly resolved and quantitative investigations, a method to largely decouple surface potential measurements from topography was developed in this thesis. This is facilitated by direct detection of sidebands of the cantilever oscillation, which appear upon modulation of the force gradient. The transfer function governing the dynamics of these sidebands is discussed in detail, and it also proved useful for noise analysis. A novel Kelvin controller based on a Kalman filter was developed, capable of adjusting its sensitivity continuously during the measurement. Geometrical artefacts, introduced on structured surfaces due to varying probe–surface interactions, are mostly eliminated as a result. Surface potential and topography are acquired simultaneously for highest spatial resolution and sensitivity.

The advantages of the control scheme are demonstrated experimentally on indium arsenide nanowires. The surface potential along a wire was measured during sweeps of the current passing through the device, making it possible to determine the intrinsic channel resistance as well as individual contact resistances.

Furthermore, the local electronic properties of two-dimensional monolayers of 10-nm gold nanoparticles are investigated. Under bias condition, these nanoparticle

films exhibit a terrace-like surface potential landscape caused by structural disorder. Functional molecules in the nanometre-wide gaps of adjacent nanoparticles influence the conductivity of the nanoparticle network locally. The result of such molecular exchange protocols was visualised for the first time as part of this thesis. Individual nanoparticles are resolved in the surface potential, demonstrating the high resolution of the detection method.

Finally, the design and operation of a high-vacuum atomic force microscope is described in detail. The instrument is purpose-built for the characterisation of nano-scale electronic devices. In first measurements, the potential landscape of nanoporous fullerene networks could be resolved locally.

ZUSAMMENFASSUNG

Die fortschreitende Miniaturisierung elektronischer Bauelemente, wie beispielsweise von Transistoren in integrierten Schaltungen, hat zur Folge, dass Kontaktwiderstände sowie der lokale Ladungstransport auf einer Längenskala von nur wenigen Nanometern eine immer grösse Rolle spielen. Untersuchungsmethoden, die lediglich den Gesamtstrom durch ein Bauelement messen, stossen hier an ihre Grenzen. Es ist vielmehr notwendig geworden, den Potentialverlauf innerhalb der Bauelemente mit hoher Ortsauflösung und Empfindlichkeit zu bestimmen.

Innerhalb dieser Doktorarbeit wird hierzu die Kelvinsonden-Rasterkraftmikroskopie eingesetzt, bei der elektrostatische Kräfte, die auf einen mikrofabrizierten Federbalken mit Tastspitze wirken, detektiert und minimiert werden, um das Oberflächenpotential zu bestimmen. Auf strukturierten Oberflächen, wie dies bei elektronischen Bauelementen der Fall ist, wurde in der Vergangenheit üblicherweise auf kraftempfindliche Messmethoden zurückgegriffen. Durch die Empfindlichkeit auf langreichweitige Kräfte wird allerdings die Auflösung merklich beeinträchtigt. Lokale Potentialmessungen werden selbst in grösserer Entfernung zu spannungstragenden elektrischen Kontakten verfälscht. Hingegen ermöglichen frequenzmodulierte Methoden, empfindlich auf den Kraftgradienten, quantitative lokale Potentialmessungen ohne diese Effekte. Den Hauptanteil des Signals bilden damit lediglich die Wechselwirkungen der Messspitze nahe der Oberfläche. Allerdings war der Einsatz frequenzmodulierter Methoden auf strukturierten Oberflächen bisher sehr fehlerträchtig, da auch die Topographie frequenzmoduliert detektiert wurde.

Um dennoch hochauflöste quantitative Messungen zu ermöglichen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Methode entwickelt, um Topographie- und Oberflächenpotentialmessungen weitestgehend zu entkoppeln. Dies wird ermöglicht durch die direkte Detektion der Seitenbänder, die bei einer Modulation des Kraftgradienten auftreten. Die Dynamik der Seitenbänder wird durch eine Transferfunktion beschrieben, die im Detail hergeleitet wird und sich als nützlich erweist, um etwa das Rauschverhalten zu analysieren. Ein neuartiger Kelvin-Regelkreis wurde entwickelt, der mittels eines Kalman-Filters stets seine Empfindlichkeit an die Messbedingungen anpasst. Geometrische Messartefakte, wie sie sonst auf strukturierten Oberflächen auftreten können, werden dadurch weitestgehend eliminiert. Messungen des Oberflächenpotentials finden zeitgleich mit den Topographiemessungen statt, um eine möglichst hohe Ortsauflösung zu erreichen.

An Indium-Arsenid-Nanodrähten werden die Vorteile des entwickelten Kelvin-Reglers experimentell aufgezeigt. Ebenfalls wurde bei verschiedenen Strömen das Oberflächenpotential entlang des Drahtes vermessen. Der intrinsische Widerstand des Kanals sowie einzelne Kontaktwiderstände werden hiermit als Funktion des Stromes zugänglich.

Als weitere aktive Nanostrukturen dienen zweidimensionale Monolagen kolloidaler Goldnanopartikel mit einem Durchmesser von 10 nm. Bei angelegter Spannung weisen diese Partikelfilme aufgrund struktureller Unordnung eine terrassenartige Potentiallandschaft auf. Durch die Integration funktionaler Moleküle in die nanometer-engen Zwischenräume benachbarter Partikel lässt sich die Leitfähigkeit des Partikelnetzwerks lokal beeinflussen. Die Auswirkungen eines solchen molekularen Austauschvorgangs wurden erstmals im Rahmen dieser Arbeit lokal sichtbar gemacht. Durch die hohe Ortsauflösung der verwendeten Messmethode können auch einzelne Partikel im Oberflächenpotential aufgelöst werden.

Abschliessend wird die Konstruktion eines Hochvakuum-Rasterkraftmikroskops beschrieben, das im Rahmen der Arbeit speziell zur Charakterisierung von aktiven Nanostrukturen entstanden ist. In ersten Messungen mit diesem Mikroskop konnte der Potentialverlauf in nanoporösen Fulleren-Netzwerken lokal aufgelöst werden.