

# **Multifunktionale Nanoanalytik für eine Nanopositionier- und Messmaschine**

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktoringenieur (Dr.-Ing.)

vorgelegt der Fakultät für  
Elektrotechnik und Informationstechnik  
der Technischen Universität Ilmenau

vorgelegt von  
Dipl. Wirtsch.-Ing. Merten Niebelschütz  
geb. am 29.04.1980 in Kassel

vorgelegt am: 28.08.2008

Gutachter: 1. Prof. O. Ambacher  
2. Dr. A. Schober  
3. Prof. M. Eickhoff  
4. Prof. E. Manske

Verteidigung am: 10.06.2009

urn:nbn:de:gbv:ilm1-2009000196

## **Danksagung**

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als Promotionsstudent im Fachgebiet Nanotechnologie an der Technischen Universität Ilmenau. Im Besonderen möchte ich Professor Oliver Ambacher danken, dass er mir auch als Wirtschaftsingenieur die Möglichkeit gegeben hat, diese Arbeit im Fachgebiet Nanotechnologie zu verfassen.

Ein weiterer Dank geht an Dr. Volker Cimalla, Dr. Jörg Pezoldt und Dr. Gernot Ecke, die mir eine intensive Betreuung und viele fachliche Diskussionen zu teil werden ließen.

Ich danke ebenfalls Dr. Thomas Stauden, der meine Ideen in mechanische Konstruktionen umsetzte und so diese Arbeit technisch ermöglichte.

Danken möchte ich auch Frau Elvira Remdt, die viel Arbeit in die Herstellung und Präparation von Proben und Messspitzen gesteckt hat. Ebenso Frau Ilona Marquardt, die immer wieder aufs neue, AlN-Schichten für diverse Versuche hergestellt hat. Der Dank geht auch an die gesamte Mannschaft des ZMN, die immer versucht hat, meine Prozesspläne schnellstmöglich umzusetzen.

## Kurzfassung

Der stetige Fortschritt der Herstellungsverfahren von Nanoobjekten benötigt eine zeitgleiche Weiterentwicklung von Mess- und Analyseverfahren, die eine Qualitätssicherung und ein ungehindertes Vorstoßen in den Nanometerbereich zulassen bzw. unterstützen. Nur mithilfe geeigneter Werkzeuge und Analysetechniken können Objekte des Nanometerbereiches hergestellt, manipuliert, vermessen und visualisiert werden.

Die von der Technischen Universität Ilmenau im Rahmen eines Sonderforschungsbereichs entwickelte Nanopositionier- und Nanomessmaschine (NPM-Maschine) mit einem Messvolumen von  $25 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$  stellt ein Werkzeug genau für diese Analyseaufgaben im nanoskaligen Bereich dar.

In dieser Arbeit wird die Integration verschiedener Analysetechniken in die NPM-Maschine gezeigt, um ein möglichst breites Anwendungsspektrum dieser Maschine zu erreichen. Neben der Entwicklung und Analyse, der für die Positionierunsicherheit benötigten Referenzstrukturen, werden in dieser Arbeit auch Messverfahren auf AFM-Basis zur Integration in die NPM-Maschine untersucht.

Verschiedenartige Nanomessverfahren, insbesondere verschiedenen Modi der AFM-Technik, die zur Bestätigung und zur Analyse der Ergebnisse benutzt wurden, werden vorgestellt, wobei der Schwerpunkt auf Verfahren liegt, die sich für eine Integration in die NPM-Maschine eignen. Hierbei werden verschiedene Modi der AFM-Technik vorgestellt, die dafür geeignet sind.

Anhand von Beispielmessungen werden die folgenden AFM-Sondermodi vorgestellt: die Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM), die Magnetkraftmikroskopie (MFM), die Piezoelektrische Kraftmikroskopie (PFM) und die Spektroskopie mit dem AFM.

Auf die Notwendigkeit von Referenzstrukturen zur Referenzierung wird ebenso eingegangen wie auf die Herstellung solcher Strukturen.

## **Abstract**

The continuing progress in fabrication of nanoobjects necessitates a simultaneous the further development of analysis and measurement techniques, which support the quality control down to the nanoscale regime. Only the development of these analysis tools guarantees a reproducible processing, manipulating, measuring and visualizing of nanoobjects.

The nanopositioning and nanomeasuring machine (NPM-Machine), developed on the basis of the Sonderforschungsbereich at the Technische Universität Ilmenau, demonstrates such an analysis tool with a measuring volume of  $25 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$

This work introduces the integration of different analytic techniques into the NPM-Machine, which enables a wide range of applications of this machine. Besides development and analysis of reference structures, which ensure the calibration of the machine, measuring methods based on AFM techniques are shown.

Varying nanomeasuring methods, which are mainly represented by special modes of AFM techniques, were introduced. These methods provide a basis for confirmation an analysis of the results with a focus on methods, which could be integrated into the NPM-Machine.

Results of Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM), Magnetic Force Microscopy (MFM), Piezoresponse Force Microscopy (PFM) and spectroscopy with AFM techniques were presented.

At last the necessities of the calibration structures as well as the processing of these structures were demonstrated.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung .....	1
2	Nanoanalytik .....	4
2.1	Rasterelektronenmikroskopie (REM) .....	5
2.2	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) .....	7
2.3	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) .....	10
2.4	Augerelektronenspektroskopie (AES) .....	12
2.5	Atomkraftmikroskopie (AFM) .....	15
2.5.1	Dreidimensionale Oberflächenanalyse .....	15
2.5.1.1	Contact-Modus .....	17
2.5.1.2	Non-contact-Modus .....	18
2.5.2	Piezoelektrische Kraftmikroskopie (PFM) .....	19
2.5.3	Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM) .....	20
2.5.3.1	Austrittsarbeit .....	20
2.5.3.2	Kontaktpotentialdifferenz .....	22
2.5.3.3	Festkörper-Festkörper-Grenzflächen .....	22
2.5.3.4	Oatley Magnetron Methode .....	24
2.5.3.5	Bestimmung der Austrittsarbeit aus I-U-Kennlinie .....	24
2.5.3.6	Thermoemission .....	24
2.5.3.7	Photoelektrischer Effekt .....	25
2.5.3.8	Rastertunnelmikroskopie .....	25
2.5.3.9	Kelvinsonden-Kraftmikroskopie .....	26
2.5.4	Elektrostatische Kraftmikroskopie (EFM) .....	28
2.5.5	Magnetkraftmikroskopie (MFM) .....	29
2.5.5.1	DC MFM .....	30
2.5.5.2	AC MFM .....	30
2.5.6	Spektroskopie .....	31
2.5.6.1	Kraft-Weg-Kennlinien .....	31

2.5.6.2	Strom-Spannungs-Kennlinien (I/U-Kennlinien).....	32
2.5.7	Optische Rasternahfeldmikroskopie (SNOM).....	33
2.5.7.1	Nahfeld .....	35
2.5.7.2	Auflösung.....	35
2.5.7.3	Transmissions-SNOM .....	38
2.5.7.4	Reflexions-SNOM.....	39
2.6	Zusammenfassung der Analyseverfahren .....	41
3	Analytik zur Integration in die NPM-Maschine .....	43
3.1	Oberflächenbestimmung.....	43
3.2	Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie .....	46
3.2.1	Leitfähigkeit von GaN-Nanodrähten .....	46
3.2.2	Leitfähigkeit von InN-Nanodrähten .....	52
3.3	Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH) .....	59
3.4	Piezoelektrische Eigenschaften .....	66
3.5	Mechanische Eigenschaften .....	69
4	Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung.....	76
4.1	AlN/Ni Referenzmarken als ideales Materialsystem .....	76
4.1.1	Querschleif.....	77
4.1.2	Strukturierung mit Elektronenstrahlolithografie.....	82
4.1.3	Strukturierung mit optischer Lithografie .....	83
4.1.4	Aufbau der Referenzstruktur.....	85
5	Zusammenfassung und Ausblick .....	87
	Literaturverzeichnis .....	89
	Abkürzungsverzeichnis .....	102
	Abbildungsverzeichnis.....	105
	Eigene wissenschaftliche Publikationen.....	110

# 1 Einleitung

Der Begriff „Nano“ ist in den letzten Jahren zu einem Schlagwort in Werbung, Politik und Forschung geworden. So spielt die Nanotechnologie in immer mehr Bereichen des täglichen Lebens eine immer größere Rolle. Im Alltag begegnen uns immer mehr Objekte, Stoffe und Prozesse aus der Nanowelt, die dadurch definiert wird, dass eine Abmessung der Bestandteile kleiner als 100 nm ist.

Besonders im Bereich der Halbleiterindustrie kommt es durch die fortschreitende Skalierung der Bauelemente zu einer regelrechten Inflation an Größe. So sind bei der Speicherherstellung sowie der Herstellung von Computerprozessoren die Abmessungen kontinuierlich gesunken und kleinste Strukturbreiten von 45 nm existieren bereits [1] auf dem Markt, während Breiten von 32 nm sich schon in der Entwicklung befinden [2].

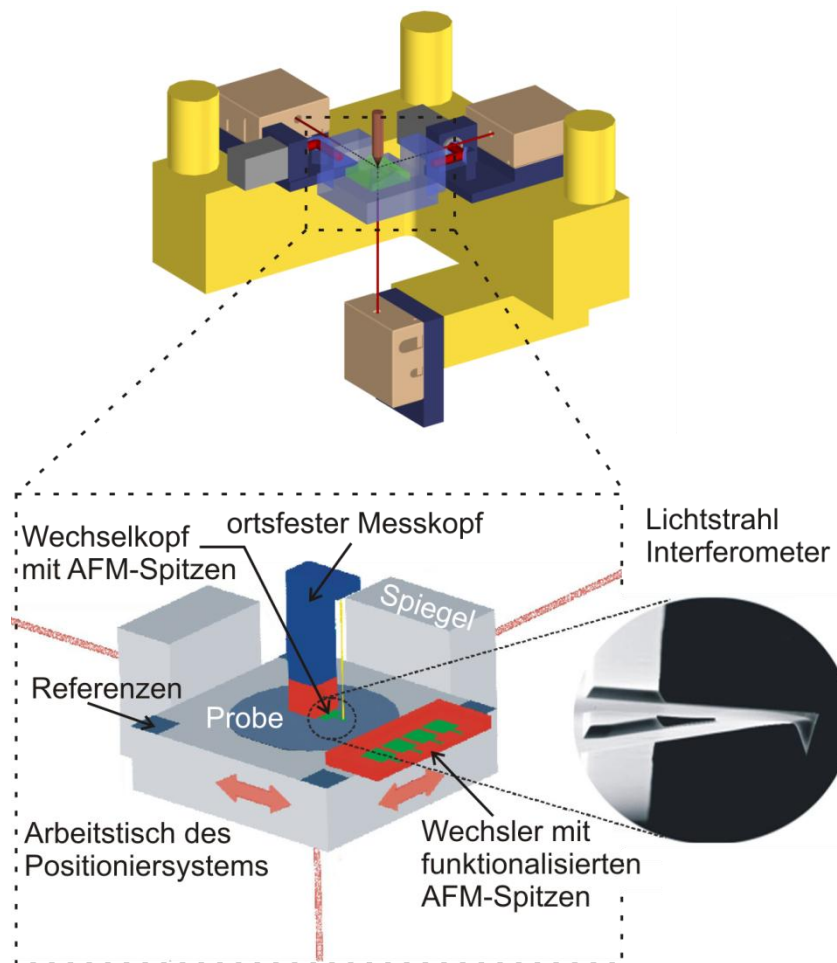
Dieser andauernde Fortschritt der Herstellungsverfahren benötigt eine zeitgleiche Weiterentwicklung von Mess- und Analyseverfahren, die eine Qualitätssicherung und ein ungehindertes Vorstoßen in den Nanometerbereich zulassen bzw. unterstützen. Nur mithilfe geeigneter Werkzeuge und Analysetechniken können Objekte des Nanometerbereiches hergestellt, manipuliert, vermessen und visualisiert werden.

Hierbei haben konventionelle Kraftmikroskope verschiedene Schwachpunkte wie z.B. die Limitierung des Messbereichs durch zylindrische Piezosteller auf einige 100 nm<sup>2</sup>. Hinzu kommt, dass diese Hystereseigenschaften besitzen, die die Positionierungsunsicherheit limitieren. Ein weiterer Schwachpunkt ist, dass sich unterschiedliche physikalische Eigenschaften an einem Ort nicht bestimmen lassen, da hierfür häufig verschiedene Messspitzen nötig sind. Ebenso ist der Einfluss sich während der Messung ändernden Messspitzen so gut wie nicht nachvollziehbar und verursacht damit einen nicht kalkulierbaren Fehler.

Die von der Technischen Universität Ilmenau im Rahmen eines Sonderforschungsbereichs entwickelte Nanopositionier- und Nanomessmaschine (NPM-Maschine) stellt ein Werkzeug genau für diese Aufgaben im nanoskaligen Bereich dar [3]. Dieses komplexe Mess- und Positioniersystem erlaubt die Positionierung eines Messobjekts mit einer Unsicherheit bis zu 10 nm. Durch die Kombination von verschiedenen Analyseverfahren kann das Objekt angetastet und damit beispielsweise die Topografie der Objekt Oberfläche ermittelt werden. Durch die hohe Unsicherheit und den relativ großen Arbeitsbereich von mehreren Zentimetern stellt die NPM-Maschine ein wichtiges Werkzeug für unterschiedlichste Anwendungsgebiete dar. Die in Abbildung 1 dargestellte Ausschnittsvergrößerung zeigt die Position sowie die wichtigsten Komponenten eines in die NPM-Maschine integrierten AFMs.

## 1 Einleitung/Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Besonders die Möglichkeit des Spitzenwechsels, um damit unterschiedliche physikalische Eigenschaften einer Probe zu untersuchen, stellt eine der herausragenden Vorteile der NPM-Maschine da.



**Abbildung 1:** Schematische Darstellung der NPM-Maschine und eine Ausschnittsvergrößerung des zu integrierenden AFMs.

Mit dieser Arbeit wird ein Beitrag zur Integration von verschiedenen Analysetechniken geleistet, um ein möglichst breites Anwendungsspektrum der NPM-Maschine zu erreichen. Neben der Entwicklung und Analyse, der für die Positionierunsicherheit benötigten Referenzstrukturen, werden in dieser Arbeit auch Messverfahren auf AFM-Basis zur Integration in die NPM-Maschine untersucht.

Die vorliegende Dissertation charakterisiert im Kapitel 2 verschiedenartige Nanomessverfahren, die zur Bestätigung und zur Analyse der Ergebnisse benutzt wurden. Der Schwerpunkt liegt hierbei auf Verfahren, die sich für eine Integration in die NPM-Maschine eignen. So werden im Kapitel 2.5 verschiedene Modi der AFM-Technik, die für eine Integration geeignet sind, aufgezeigt. Darauf aufbauend werden im Kapitel 3 die Messergebnisse dieser Verfahren vorgestellt und diskutiert, wobei der Bezug zur NPM-Maschine besonders hervorgehoben wird.



## 1 Einleitung/Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Um eine multifunktionale Messung mit verschiedenen Messspitzen durchführen zu können, ist eine Referenzierung des Messsystems nötig. Ein Beispiel für so einen Messablauf wäre eine Topografiebestimmung einer unbekanntes Oberfläche, ein anschließender Spitzenwechsel auf eine funktionalisierte AFM-Spitze zur Bestimmung beispielsweise der Austrittsarbeit, die Referenzierung dieser Messspitze an einer bekannten Referenzstruktur und abschließend die Messung der Austrittsarbeit der unbekanntes Oberfläche.

Für die Referenzierung der funktionalisierten AFM-Spitzen werden im Kapitel 4 die Referenzmarken sowie deren Herstellung zur exakten Positionsbestimmung vorgestellt. Somit lässt sich für verschiedene physikalische Eigenschaften die jeweils am besten geeignete AFM-Spitze verwenden.

Im anschließenden Kapitel wird in einer kurzen Zusammenfassung ein Ausblick auf die Ziele zukünftiger Arbeiten eingegangen.

## 2 Nanoanalytik

Um eine Definition des Begriffes der Nanoanalytik zu erhalten, ist zunächst eine Definition von „Nano“ zu geben. Nano (*nanos*=griechisch: Zwerg) im eigentlichen Sinne ist der milliardste Teil einer Einheit, im Falle der Analytik, der Einheit Meter. Mit anderen Worten, wenn man von Nano spricht, dürfte man unter Berücksichtigung der Dreierteilung den Bereich von  $1 \cdot 10^{-9}$  m bis  $< 1000 \cdot 10^{-9}$  m betrachten. Da diese Definition aber einen weiten Spielraum zulässt, hat die Europäische Kommission den Begriff „*Nanoscale*“ als den Bereich zwischen 1 nm und 100 nm definiert [4]. Somit sind zwei Ansätze möglich, Nanoanalytik zu beschreiben: 1. Die Analyse von Objekten, die mit mindestens einer Ausdehnung im Bereich von 1-100 nm liegen. 2. Die Verwendung von Techniken mit Analysevolumina in diesem Bereich.

Die Geschichte der Nanoanalytik geht weit in das vergangene Jahrhundert zurück. So bauten 1931 M. Knoll und E. Ruska das erste Elektronenmikroskop, das in seiner Funktionsweise eher einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) nahe kam. Im Jahr 1965 wurde das erste kommerziell erhältliche Rasterelektronenmikroskop (REM) von Cambridge Scientific Instruments auf den Markt gebracht. Parallel zu der Entwicklung des reinen bildgebenden Verfahrens wurden auch Analytikmethoden entwickelt, mit denen sich Materialien und deren Eigenschaften nachweisen lassen. Ein Beispiel hierfür ist die Anwendung des von Pierre Auger 1925 und Lise Meitner 1922 entdeckten Prozess, bei dem es zu einem strahlungslosen Übergang eines Elektrons in der Elektronenhülle eines Atoms kommt [5; 6]. Dieser Prozess wird als Augerprozess bezeichnet und ermöglicht, einzelne Materialien anhand eines charakteristischen Spektrums an Oberflächen nachzuweisen. Die Augerelektronenspektroskopie (AES) erreicht mittlerweile Auflösungen von wenigen nm [7] und ist somit ebenfalls der Nanoanalytik hinzuzurechnen. Neben den Methoden, die die Funktionsweise der strahlenden Anregung nutzen, wurden zusätzliche Analytikmethoden mit taktilem Prinzip entwickelt. Ein Vertreter dieser Gruppe ist die Atomkraftmikroskopie (AFM), mit der sich dreidimensionale Oberflächenprofile bestimmen lassen. Das erste AFM wurde von G. Binnig, C. F. Quate und C. Gerber im Jahr 1986 aufgebaut [8]. Auf der Grundlage des AFM-Prinzips wurden neben den Standardverfahren, *contact* und *non-contact*, noch sogenannte Sondermodi entwickelt. Hierbei werden weitere Eigenschaften wie etwa der Magnetismus genutzt, um zusätzliche Informationen zu den Materialien zu erhalten.

Um eine bestmögliche Integration eines Atomkraftmikroskops (AFM), insbesondere der verschiedenen Sondermodi, in die Nanopositionier- und Messmaschine zu ermöglichen, sind weitreichende Untersuchungen mit den Analyseverfahren nötig, die teilweise direkt integriert werden sollen oder als vergleichende Verfahren dienen. Eine umfangreiche

## 2 Nanoanalytik/Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Zusammenstellung von Oberflächenanalyseverfahren ist von Bubert und Jenett in Quelle [9] gegeben.

In den folgenden Unterkapiteln werden beispielhaft die verschiedenen Analyseverfahren vorgestellt, die im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurden. Der Schwerpunkt liegt dabei auf der Atomkraftmikroskopie (AFM), dem Verfahren, das die vielfältigste Integration in die Nanopositionier- und Nanomessmaschine bietet.

### 2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) (eng. *Scanning Electron Microscope*) ist ein Mikroskop, das einen Elektronenstrahl in einem bestimmten Muster über das vergrößert abzubildende Objekt führt (rastert) und Wechselwirkungen der Elektronen mit dem Objekt zur Erzeugung eines Abbildes dieses Objekts nutzt. Die hierbei entstehenden Bilder sind Abbildungen der Objektoberflächen und weisen eine hohe Schärfentiefe auf, was es möglich macht, auch größere dreidimensionale Objekte zu betrachten.

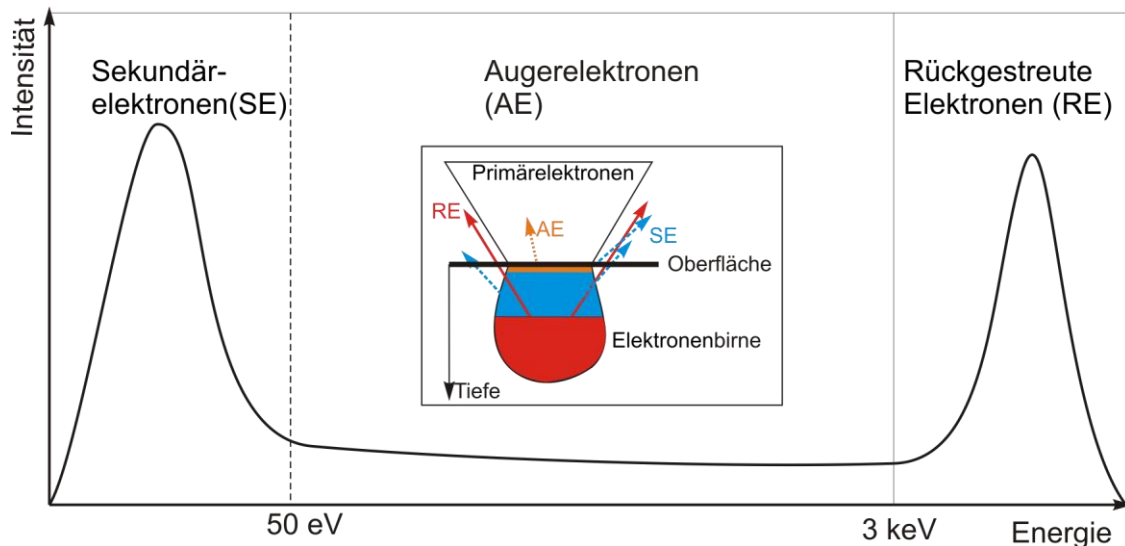
Zur Strahlerzeugung lassen sich zurzeit zwei verschiedene Systeme einsetzen: eine Glühkathode oder eine Feldemissionskathode. Bei einer Glühkathode handelt es sich meist um einen haarnadelförmig gebogenen Draht aus Wolfram oder einen LaB<sub>6</sub>-Kristall (Lanthanhexaborid). Dieser wird durch einen Heizstrom zum Glühen gebracht und emittiert so Elektronen, die dann in einem elektrischen Feld mit einer Spannung von typischerweise 8 – 30 kV beschleunigt werden. Bei der Feldemissionskathode wird der Elektronenstrahl durch das Anlegen einer sehr hohen elektrischen Feldstärke an einer sehr feinen Wolframkristallspitze erzeugt. Hierbei tunneln die Elektronen aus der Spitze und können so Richtung Objekt beschleunigt werden. Bei dieser Art der Strahlerzeugung werden weiterhin zwei verschiedene Prinzipien unterschieden: die kalte Feldemission, bei der kein Heizen der Kathode notwendig ist, und die warme Feldemission, bei der die Kathode leicht geheizt wird und damit den Vorteil der höheren Strahlintensität bietet. Instrumente mit solchen Elektronenquellen zeichnen sich durch besonders gute Bildqualität bei sehr niedriger Beschleunigungsspannung aus. Diese Feldemissionskathoden werden z.B. auch in der Elektronenstrahlolithographie eingesetzt. Ein REM wird in der Regel im Hochvakuum betrieben, da nur hier die Interaktion des Elektronenstrahls mit Luftmolekülen ausgeschlossen werden kann.

Wie schon vorher beschrieben, ist zum Abbilden eines Objekts ein Abrastern der Oberfläche nötig. Der zuvor in verschiedenen Magnetspulen fokussierte Elektronenstrahl wird durch elektrische Felder zeilenweise über das Objekt geführt. Das so entstehende Bild lässt sich durch Ändern des Verhältnisses von Bildschirmausschnitt und Zeilenlänge stufenlos vergrößern. Um das Bild des Objekts darzustellen, bedient man sich in der Regel zwei

## 2 Nanoanalytik/Rasterelektronenmikroskopie (REM)

verschiedener Detektoren, die Sekundär- oder Rückstreuelektronen detektieren können, deren Energieverteilung in Abbildung 2 dargestellt ist. Der am häufigsten verwendete Detektor ist der Sekundärelektronendetektor. Dieser detektiert die Elektronen, die durch Interaktion des Primärelektronenstrahls mit dem Objekt entstehen. Hierbei handelt es sich um inelastische Streuprozesse an der Objektoberfläche. Sie haben eine Energie von einigen eV und stammen deshalb aus den obersten Nanometern der Oberfläche. Kontraste entstehen durch die unterschiedliche Topografie und die damit verbundene unterschiedliche Sekundärelektronenausbeute. Die zweite Art der Informationsgewinnung ist die Detektion der rückgestreuten Elektronen (engl. *Backscattered Electrons* (BSE)). Diese Elektronenart entsteht durch Reflektion, also elastische Streuprozesse, des Primärelektronenstrahls an der Objektoberfläche und besitzt Energien von einigen keV. Der Kontrast ist in erster Linie von der Ordnungszahl des Materials abhängig. Schwere Elemente sorgen daher für eine starke Rückstreuung, sodass entsprechende Bereiche hell dargestellt werden; Bereiche mit leichteren Elementen erscheinen dementsprechend dunkler. Das BSE-Bild wird daher auch als Materialkontrastbild bezeichnet und ermöglicht Rückschlüsse auf die chemische Natur des Objektmaterials. Auf Grund der höheren Energie liegt die Austrittstiefe dieser Elektronenart bei bis zu 100 nm. Ein Vergleich zwischen den einzelnen Elektronenarten im Bezug auf die Tiefenherkunft ist in dem Bildausschnitt von Abbildung 2 dargestellt.

Weiterführende Informationen sind den Quellen [10] und [11] zu entnehmen.



**Abbildung 2: Energieverteilung der Elektronen, die durch Beschuss entstehen. Ausschnitt: Herkunftsarten der verschiedenen Elektronen nach Primärelektronenbeschuss.**

## 2.2 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), eine Betriebsart für Elektronenmikroskope, ist ein bildgebendes Verfahren, wobei die Information im Bild durch Beugung des Elektronenstrahls an den in dem Objekt vorhandenen Atomen stattfindet. Sie wird in so gut wie allen naturwissenschaftlichen Fachbereichen zur Aufklärung unterschiedlichster Fragestellungen eingesetzt. Die häufigsten Einsatzgebiete sind die Aufklärung der atomaren Struktur von anorganischen oder organischen Materialien oder die Visualisierung des Gefüges und der chemischen Zusammensetzung von sehr feinkristallinen Werkstoffen. Wie der Name schon impliziert, kommt es bei der TEM zum Durchstrahlen des Objektes, das zu diesem Zweck entsprechend abgedünnt werden muss. Hierbei ist die sinnvolle Objektstärke neben der Ordnungszahl der Atome, aus denen das Objekt besteht, der Höhe und der Beschleunigungsspannung auch von der gewünschten Auflösung abhängig und kann von wenigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern reichen. Die typischen Beschleunigungsspannungen reichen von 80 keV bis 400 keV; bei einigen Versuchsanlagen sind auch GeV möglich.

Da die laterale Auflösung von der Wellenlänge des verwendeten Objekts abhängt und Elektronen eine sehr geringe Wellenlänge haben, werden so laterale Auflösungen bis zu atomaren Dimensionen ermöglicht. Im Jahr 1924 hat Louis de Broglie die Theorie des Welle-Teilchen-Dualismus veröffentlicht. Demnach kann ein Teilchen mit dem Impuls  $p$  über das Plancksche Wirkungsquantum  $h$  als Materiewelle mit der Wellenlänge

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

beschrieben werden. Für ein Elektron, das mit der Spannung  $U_A$  beschleunigt wurde, folgt aus dem relativistischen Energiesatz:

$$p = \sqrt{2m_0eU_A \left(1 + \frac{eU_A}{2m_0c^2}\right)}, \quad (2)$$

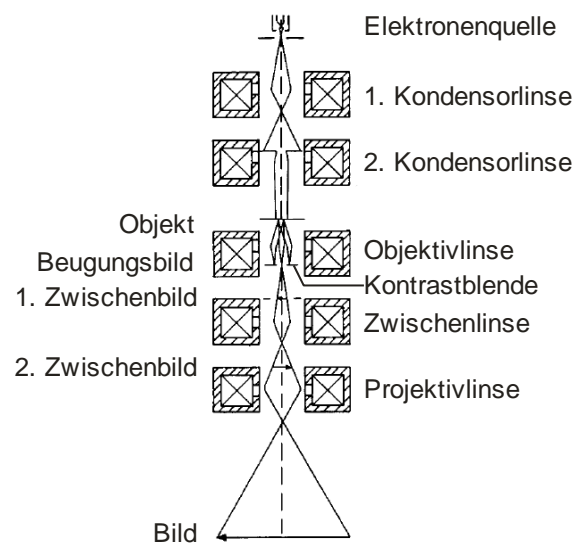
wobei  $m_0$  die Ruhemasse des Elektrons,  $c$  die Vakuumlichtgeschwindigkeit,  $m_0c^2$  die Ruheenergie des Elektrons ( $E_0 = m_0c^2 = 511 \text{ keV}$ ) und  $e$  die Elementarladung ist. Setzt man den Impuls in die Beziehung (2) ein, so ergibt sich für die Wellenlänge eines Elektrons, das die Beschleunigungsspannung  $U_A$  erfahren hat,

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU_A \left(1 + \frac{eU_A}{2m_0c^2}\right)}} \quad (3)$$

## 2 Nanoanalytik/Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die in Formel (3) dargestellte Abhängigkeit zwischen Wellenlänge und Beschleunigungsspannung macht deutlich, dass es möglich ist, mit erhöhter Spannung eine bessere laterale Auflösung zu erzielen. Subatomare Auflösung wird mit heutigen Elektronenmikroskopen bislang noch nicht erreicht. So beschränken die Abbildungsfehler der Objektivlinse – sphärische Aberration und chromatische Aberration – die Auflösung auf 0,1 bis 0,2 nm.

Der Abbildungsstrahlengang des Transmissionselektronenmikroskops ist im Prinzip analog zu dem des Lichtmikroskops, wobei anstelle von Glaslinsen magnetische Linsen eingesetzt werden. In Abbildung 3 sind Aufbau und Strahlengang eines TEM schematisch dargestellt. In der oben dargestellten Elektronenquelle werden Elektronen durch thermische Emission oder Feldemission emittiert. Das Kondensorsystem mit den hier dargestellten zwei Kondensoren ermöglicht die Einstellung der Beleuchtungsapertur und der Größe des bestrahlten Objektbereichs. Die einfallende Strahlung wird entsprechend der Struktur des Objekts modifiziert. Die Elektronen, die von einem Objektpunkt in verschiedene Richtungen ausgehen, werden durch die Objektivlinse in der Zwischenbildebene zu einem Bildpunkt vereinigt; die Gesamtheit der von allen Objektpunkten erzeugten Bildpunkte ergibt das Bild des Objekts. Dieses Zwischenbild wird durch die nachfolgenden Linsen (Zwischenlinse, Projektivlinse) stark vergrößert auf dem Leuchtschirm abgebildet.



**Abbildung 3: Schematische Darstellung des Aufbaus und des Strahlengangs in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) [12]**

Die sehr dünnen Objekte werden zur Analyse durchstrahlt, wobei hier im Wesentlichen das Prinzip der Streuung des Elektronenstrahls an den Atomen ausgenutzt wird. Der Kontrast entsteht durch die unterschiedlichen Streuwinkel an den Atomen, die von der Ordnungszahl  $Z$  derselben abhängen. Werden einfallende Elektronen um einen sehr großen Winkel gestreut, treffen sie z. B. auf den Polschuh und werden dort absorbiert. So erzeugen stark streuende Objektstellen (hohes  $Z$ , große Dichte oder größere Dicke) dunkle Stellen im

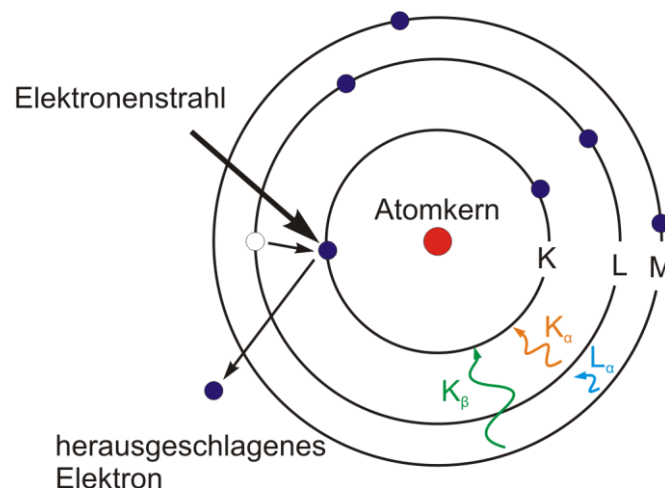
## 2 Nanoanalytik/Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Bild, wodurch ein Kontrast hervorgerufen wird. Die sehr dünnen Objekte bergen gleichzeitig den Nachteil der TEM - Analyse, da damit die Objektpräparation sehr aufwendig ist. Ebenso lassen sich bestimmte Materialien, wie z.B. weiche Schichten, gar nicht oder nur mit sehr hohem technischen Aufwand untersuchen, da hier die Präparation besonders schwierig ist.

Weiterführende Informationen zu dem Bereich der TEM-Untersuchung werden in den Quellen [12] und [13] gegeben.

## 2.3 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

Der Begriff der Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (*engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy*) kommt aus der Materialanalytik. Anders als bei der TEM handelt es sich bei der EDX nicht um ein bildgebendes Verfahren, sondern vielmehr um eine Analysemethode zur genauen Materialbestimmung. Da für EDX Elektronen als Initiierung benötigt werden, eignet sich dieses Verfahren im besonderen Maße zur Integration in Elektronenmikroskopen wie REM oder TEM, weil hier die teils sehr gute laterale Auflösung genutzt werden kann. Wie aus dem Namen hervorgeht, handelt es sich bei diesem Verfahren um ein Analyseverfahren, das sich Röntgenstrahlung zunutze macht, hier am Beispiel eines Atoms erläutert. Um eine Emission von Röntgenstrahlung aus der Probe zu erreichen, muss zunächst das Atom angeregt werden. Dieses geschieht im Allgemeinen durch den Primärelektronenstrahl des REM oder TEM. Dabei wird ein Elektron aus einer der inneren Schalen herausgeschlagen. Der so entstehende Zustand in der Elektronenschale ist instabil und die entstandene Vakanz wird sofort durch ein energiereicheres Elektron aus einem höheren Orbital aufgefüllt. Die dadurch frei werdende Energie wird in Form eines Röntgenquants emittiert und ist durch den einmaligen atomaren Aufbau charakteristisch für ein Element. Bei Elementen höherer Ordnungszahl kommt es zu verschiedenen Übergängen, je nachdem, aus welcher Schale das energiereichere Elektron kommt und in welchem Energiezustand (Schale) die Vakanz aufzufüllen ist. So entstehen Röntgenquanten, die mit  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$ ,  $L_\alpha$ ,... gekennzeichnet sind. Eine schematische Darstellung der Prozesse ist anhand eines Schalenmodells in Abbildung 4 zu sehen.



**Abbildung 4:** Schematische Darstellung des Atommodells mit Ionisation und Emission von Röntgenquanten  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$ ,  $L_\alpha$ .

Die Energie einer Röntgenlinie (Lage der Linie im Spektrum) ist der Indikator dafür, um welches Element es sich handelt. Die Intensität der Linie ist proportional zu der Konzentration des Elementes innerhalb der Probe; somit lässt sich auch eine Aussage über



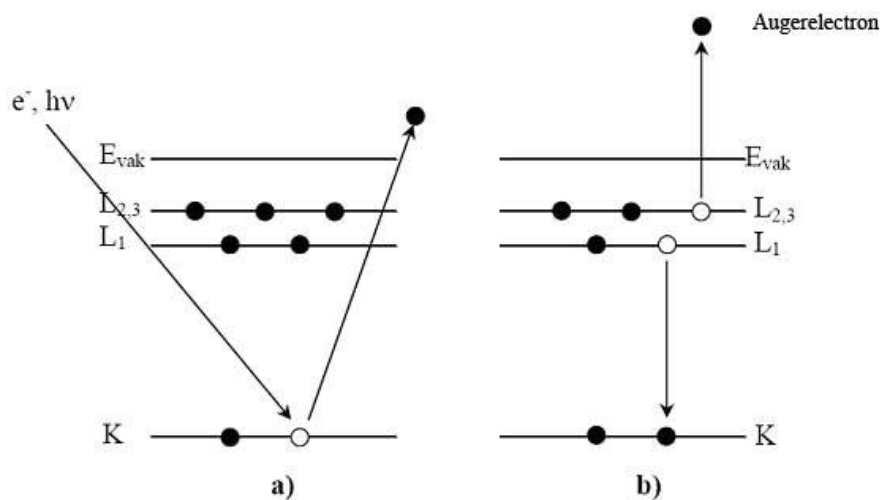
## 2 Nanoanalytik/Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

die prozentuale Verteilung der Elemente im untersuchten Objekt treffen. Die Detektion erfolgt in den meisten Fällen über einen Siliziumdetektor, der zur Reduzierung des Hintergrundrauschens mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden muss. Durch das Auftreffen des Röntgenquants kommt es in dem Detektor zur Generation eines Photoelektrons. Die hierdurch entstehenden Elektronenlochpaare, deren Anzahl proportional zur Energie des Photons ist, werden durch ein starkes elektrisches Feld getrennt und können so als Strom gemessen werden. Hierbei ist die Höhe des Stroms abhängig von der Anzahl der Elektronenloch-Paare und somit auch der Energie des Röntgenquants. Durch Auswertung der Röntgenlinien lassen sich so die Elemente, die das untersuchte Objekt enthält, eindeutig identifizieren. Ein Nachteil dieser Methode ist allerdings die geringe Energieauflösung von EDX-Detektoren. Somit ist es oft nicht möglich, nah beieinander liegende Linien voneinander zu trennen und somit das Material und dessen Stöchiometrie zu bestimmen. Eine genauere Erläuterung der Prozesse kann in Quelle [14] gefunden werden.

Da die Energie von Röntgenstrahlen relativ hoch ist und somit Materie im Millimeter- bis Zentimeterbereich durchstrahlen, ist bei EDX das Kriterium für die laterale Auflösung die Ausdehnung des anregenden Elektronenstrahls. Hierbei kommt es durch die Verbreiterung bei der Anregung („Elektronenbirne“) zu einer Verschlechterung der lateralen Auflösung. Dem kann nur durch entsprechend dünne Objekte, wie auch bei der TEM nötig, entgegengewirkt werden. Ansonsten kommt es abhängig von der verwendeten Beschleunigungsspannung immer zu Informationstiefen von einigen Mikrometern. EDX zählt aus diesen Gründen bei Beschleunigungsspannungen des Primärelektronenstrahl von  $<1$  kV nicht zur Oberflächenanalytik.

## 2.4 Augerelektronenspektroskopie (AES)

Im Gegensatz zur EDX ist die Augerelektronenspektroskopie (AES) durch ihre sehr kleinen Analysevolumina, die im Bereich von wenigen  $\text{nm}^3$  liegen, bestens für die Nanoanalytik von Oberflächen geeignet. Durch AES kann die Präsenz und die Quantität von Elementen nachgewiesen werden. Da sich diese Information durch die Messmethodik nur auf die Oberfläche beziehen, lassen sich ganz gezielt Oberflächeneffekte untersuchen. Der Augerprozess basiert auf der externen Anregung der Elektronenhülle eines Atoms, in den meisten Fällen durch einen Elektronenstrahl. Durch Relaxationsprozesse kommt es zu Energieübertragungen innerhalb der Atomhülle, die zum Auslösen eines Augerelektrons führen. In Abbildung 5 ist als Beispiel die elektronische Konfiguration eines Stickstoffatoms dargestellt. Im Teil a) wird durch einen Elektronenstrahl, der eine Energie von einigen kV hat, die K-Schale eines Atoms ionisiert. Der dadurch freigewordene Zustand wird durch ein Elektron aus der  $L_1$ -Schale wieder aufgefüllt. Hierbei wird die Energiedifferenz ( $K-L_1$ ) frei. Diese Energie wird an ein anderes Elektron, in diesem Beispiel ein Elektron aus der  $L_{2,3}$ -Schale, abgegeben (Abbildung 5b), sodass dieses nun genügend Energie besitzt, um den Festkörper verlassen zu können. Das freigesetzte Elektron hat nun eine materialspezifische Energie und wird als Augerelektron bezeichnet.



**Abbildung 5:** Das Prinzip der AES: (a) die Ionisation einer tieferen (K) Elektronenschale mittels Elektronen- oder Photonenstrahl, (b) die Emission des Augerelektrons durch die Freigabe der Energie beim Übergang eines Elektrons von der  $L_1$ -Schale auf die ionisierte K-Schale [15].

Die Werte der Energien, die in diesen Formeln verwendet werden, sind ausschließlich auf das Vakuumniveau bezogen. Als Näherung lässt sich diese Energie mit der Formel (4) beschreiben:

$$E_{kin}(KL_1L_{2,3}) = E(K) - E(L_1) - E(L_{2,3}). \quad (4)$$

Wie in Abbildung 5b gezeigt, bleiben nach dem Emittieren des Augerelektrons zwei Elektronenstellen ( $L_1$  und  $L_{2,3}$ ) unbesetzt. Diese freien Stellen führen zu Relaxationsenergien ( $R_{ia}$  für die Relaxationen innerhalb der Atome und  $R_{ea}$  für Einflüsse durch den Festkörper), die zusätzlich in der Formel berücksichtigt werden müssen. Des Weiteren kommt es noch zu einem Energieverbrauch durch Interaktion der beiden freien positiven Zustände  $F(x)$ . Bei Berücksichtigung dieser Energien kommt man so zu Formel (5):

$$E_{kin}(KL_1L_{2,3}) = E(K) - E(L_1) - E(L_{2,3}) - F(x) + R_{ia} + R_{ea}. \quad (5)$$

Um die Energie des freien Augerelektrons messen zu können, ist ein Analysator nötig, auf dem die von der Probe emittierten Elektronen gesammelt werden. In der Praxis besteht eine elektrische Verbindung zwischen der zu untersuchenden Probe und dem Analysator, was zur Folge hat, dass sich die Energie um die Differenz der Austrittsarbeit ( $\Phi_P$ =Probe und  $\Phi_A$ =Analysator) zwischen den beiden ändert. Dieses führt zu der in Formel (6) beschriebenen Veränderung, wobei  $E_A$  die vom Analysator gemessene Energie ist:

$$E_A = E_{kin}(KL_1L_{2,3}) + \Phi_P - \Phi_A. \quad (6)$$

Da es sich meist um Proben mit unbekannter Austrittsarbeit handelt, ist es nötig, diesen Term der Formel (6) zu ersetzen. Dies ist möglich, indem die Energien auf das Fermi-niveau bezogen werden. Die hierdurch resultierende Formel (7) beschreibt mit  $E_P$  die kinetische Energie des Elektrons aus der Probe bezogen auf das Fermi-niveau:

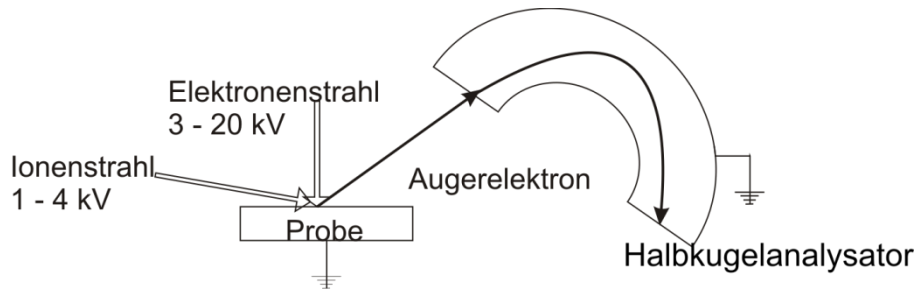
$$\begin{aligned} E_p &= (E(K) + \Phi_P) - (E(L_1) + \Phi_P) - (E(L_{2,3}) + \Phi_P) + konst \\ &= E_{kin}(KL_1L_{2,3}) + \Phi_P. \end{aligned} \quad (7)$$

Ein Nebeneffekt dieser Betrachtungsweise ist, dass durch den Bezug der Energie auf das Fermi-niveau die Detektion der Lageveränderung des Fermi-niveaus möglich ist, obwohl das Augerelektron diese Information primär nicht enthält.

Da es sich bei der AES um ein serielles Verfahren handelt, wird daher der zu untersuchende Energiebereich durchgefahen. Dies wird durch die Modifikation der Beschleunigungsspannung am Analysator erreicht, was dazu führt, dass immer nur Elektronen mit einer ganz bestimmten Energie auf den Analysator treffen. Der in Abbildung 6 dargestellte Aufbau zeigt ein Augerelektronenspektroskop mit einem Halbkugel-Analysator zum Detektieren der Elektronen und einen senkrecht zur Probe auftreffenden Elektronenstrahl zum Auslösen des Augerprozesses. Über den dargestellten Ionenstrahl lässt sich neben dem Säubern der Oberfläche von Verunreinigungen auch eine Tiefenprofilierung realisieren. Hierbei wird die Oberfläche mit beschleunigten Edelgasatomen

## 2 Nanoanalytik/Dreidimensionale Oberflächenanalyse

beschossen, um eine bestimmte Menge von der Oberfläche des Objekts abzutragen. Durch abwechselnden Beschuss und Messung der AES-Signale lässt sich ein Tiefenprofil des Objektes erstellen, obwohl AES als ein ausschließlich oberflächensensitives Verfahren gilt.



**Abbildung 6:** Prinzipieller Aufbau eines Augerelektronenspektroskops mit einem Halbkugelanalysator zum Detektieren der Elektronen, einem Elektronenstrahl zum Auslösen des Augerprozesses und einem Ionenstrahl zur Tiefenprofilierung.

Über ein Abrastern der Oberfläche und die gezielte Detektion einer bestimmten Energie lässt sich eine „Karte“ der Oberfläche aufgelöst nach verschiedenen Materialien erstellen. Dieses Verfahren wird als *AES-Scanning Mode* oder *AES-Mapping* bezeichnet und bietet die Möglichkeit, laterale Materialunterschiede visuell darzustellen.

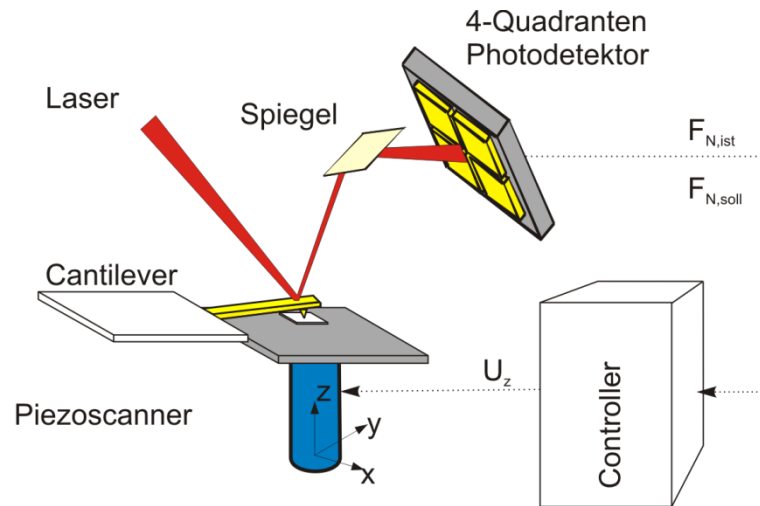
## 2.5 Atomkraftmikroskopie (AFM)

Im Gegensatz zu den bisher vorgestellten Verfahren, die eine Oberflächenanalyse mittels Anregung durch Elektronenstrahlen ermöglichen, werden in diesem Kapitel Verfahren vorgestellt, die eine Analyse mit einem taktilen Verfahren durchführen. Bereits wenige Jahre nach der Entwicklung des Rastertunnelmikroskops (STM) [16; 17] und des AFM [8] durch Binnig haben sich diese Techniken zu weitverbreiteten Methoden für die Oberflächencharakterisierung auf der Nanometerskala entwickelt. In den folgenden Unterkapiteln sollen die verschiedenen Betriebsarten der Atomkraftmikroskopie vorgestellt werden. Da es sich hierbei um Verfahren handelt, die nicht auf spezielle Umgebungsbedingungen wie z.B. Hochvakuum angewiesen sind und sich somit der Aufwand für den maschinellen Aufbau in Grenzen hält, eignen sie sich im besonderem Maße zur Integration in eine NPM-Maschine.

### 2.5.1 Dreidimensionale Oberflächenanalyse

Bevor im Folgenden die beiden Betriebsarten der dreidimensionalen Oberflächenanalyse vorgestellt werden, wird in Abbildung 7 der prinzipielle Aufbau eines AFM vorgestellt. So besteht ein AFM im Wesentlichen aus einer Spitze (*Tip*) (Abbildung 8), die sich auf einem elastischen Biegebalken (Cantilever) befindet. Über diesen Cantilever wird ein Laserstrahl zu einem 4-Quadranten-Detektor abgelenkt und so die Bewegung des Cantilevers (Biegung und Torsion) genau bestimmt. Zur Bewegung in x,y,z-Richtung gibt es drei verschiedene Möglichkeiten: 1. Bewegungen durch den Cantilever: Hierbei wird das Objekt festgehalten und der Cantilever führt mit Hilfe eines Piezoaktuators alle Bewegungen aus. Dieser Modus wird als „*Scanning by probe*“ bezeichnet. 2. Alle Bewegungen werden vom Objekthalter ausgeführt und der Cantilever festgehalten. Dieser Modus wird als „*Scanning by sample*“ bezeichnet und ist beispielhaft in Abbildung 7 dargestellt. 3. Die dritte Möglichkeit ist eine Kombination aus den vorherigen. Hierbei werden Bewegungen in x und y Richtung vom Objekthalter und Bewegungen in z-Richtung über einen Piezoaktuator vom Cantilever ausgeführt. Dieser Modus kommt vor allem bei großen Arbeitsbereichen in x- und y-Richtung zum Tragen. Zu bemerken ist hierbei noch, dass es zusätzlich zu der gesteuerten Verschiebung in z-Richtung noch zur Verbiegung des Cantilever kommen kann. Diese haben nichts mit den drei verschiedenen Möglichkeiten zutun.

Die Regelung erfolgt durch einen Controller, der die Ist- und Sollwerte der Verschiebung des Laserpunktes auf dem 4-Quadranten-Detektor vergleicht und den Piezoscanner entsprechend regelt.



**Abbildung 7: Schematischer Aufbau eines Atomkraftmikroskops mit einem Piezoscanner und zugehöriger Controllereinheit.**

Das Messsignal entsteht durch eine Kraftwechselwirkung zwischen Probenoberfläche und Spitze des AFM. Diese Kraftwechselwirkung ist abhängig von der Betriebsart des AFM. Für diese sind u.a. folgende Faktoren entscheidend [18]:

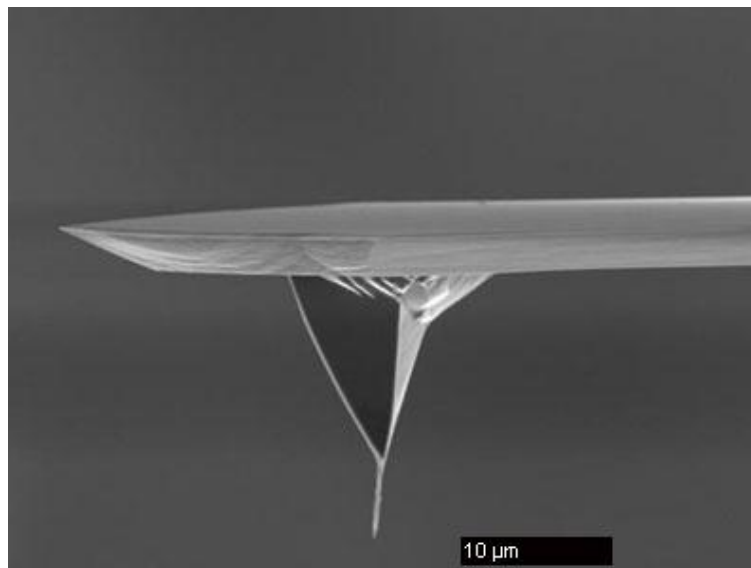
- der Abstand zwischen Spitze und Probe,
- das Proben- bzw. Spitzenmaterial,
- und die Beschaffenheit des umgebenden Mediums (Vakuum, Luft, Flüssigkeiten).

Die unterschiedlichen Kräfte, die auf die Spitze und somit auf den Cantilever wirken, können in zwei Gruppen unterteilt werden: die kurzreichweitigen und die langreichweitigen Kräfte. Bei den kurzreichweitigen Kräften handelt es sich sowohl um attraktive Kräfte aufgrund kovalenter Bindungen als auch um repulsive Kräfte aufgrund der Pauliabstoßung von überlappenden Elektronenwellenfunktionen. Hinzu kommen, durch den unter Normaldruck auf der Oberfläche befindlichen Wasserfilm, Kapillarkräfte. Die langreichweitigen Kräfte beinhalten die van der Waals-, die elektrostatische und die magnetische Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe [19; 20]. In Tabelle 1 sind die Wechselwirkungen, deren Wirkung und die entsprechende Reichweite dargestellt.

## 2 Nanoanalytik/Dreidimensionale Oberflächenanalyse

Wechselwirkung	Wirkung	Reichweite
Pauli-Abstoßung	repulsiv	≈ 0,1 nm
Coulomb-Abstoßung	repulsiv	≈ 0,1 nm
Kovalente Bindung	attraktiv	≈ 0,1 nm
Metallische Bindung	attraktiv	<1 nm
Ionische Bindung	attraktiv	<1 nm
Kapillarkräfte	attraktiv	<10 nm
Van der Waals	attraktiv	<100 nm
Elektrostatische Kräfte	attraktiv / repulsiv	mehrere 100 nm
Magnetische Kräfte	attraktiv / repulsiv	mehrere 100 nm

**Tabelle 1:** Wechselwirkungen zwischen Objekt und AFM-Spitze mit der entsprechenden Wirkung und Reichweite [21].



**Abbildung 8:** Pyramidenförmige AFM-Spitze aus Si mit Kohlenstoffwhisker zur Verbesserung der Auflösung [22].

### 2.5.1.1 Contact-Modus

Ein Modus zur Bestimmung der Topografie ist der *contact*-Modus, der sich in weitere verschiedene Möglichkeiten der Informationsgewinnung aufteilt. Diese unterscheiden sich in erster Linie in der verwendeten Regelung des AFMs. In Folgenden soll das Verfahren der „*Constant-Force*“ näher erläutert werden. Hierbei wird vom Cantilever/Spitze-System eine konstante Kraft auf die Oberfläche ausgeübt.

In dieser Betriebsart des *contact*-Modus wird die statische Verbiegung des Cantilevers über die Reflexion eines Laserstrahls an der Cantileverrückseite mit Hilfe einer 4-Quadranten-Photodiode gemessen. Da bei kleinen Auslenkungen die Normalkraft  $F_N$  proportional zur Federkonstante  $k$  des Cantilever ist, welche sich aus der Geometrie und dem Elastizitätsmodul des Cantilevermaterials berechnen lässt, wird durch eine konstante Verbiegung des Cantilever der Kräfteinfluss auf die Oberfläche ebenfalls konstant. Über die angelegte Spannung  $U_z$  lässt sich diese Auslenkung des Cantilever so regeln, dass die gemessene Normalkraft  $F_{N,ist}$  der eingestellten Kraft  $F_{N,soll}$  entspricht. Die Spannung  $U_z$  wird gleichzeitig von einem Rechner eingelesen und lässt sich durch Kalibrierung als Topografiebild darstellen. Durch Variation der Spannung für x- und y-Richtung lässt sich so ein Topografiebild entsprechender Größe darstellen.

Da bei diesem Verfahren die Verbiegung des Cantilever eine bedeutende Rolle spielt, ist zur Bestimmung der Normalkraft die Betrachtung von Kraft-Weg-Kennlinien nötig. Dieses wird im Kapitel 2.5.6 Spektroskopie näher behandelt. Die Federkonstante von Cantilevern, die im *contact*-Modus eingesetzt werden, liegt gewöhnlich unter  $1 \frac{N}{m}$ .

Neben diesem Verfahren gibt es mit „*Constant-Height*“ und „*Contact-Error*“ auch noch weitere Verfahren im *contact*-Modus, die in dieser Arbeit keine Anwendung finden und deshalb nur genannt und in [23] näher erläutert werden.

### 2.5.1.2 *Non-contact-Modus*

Im Gegensatz zum *contact*-Modus besteht beim *non-contact*-Modus, wie der Name schon impliziert, kein physikalischer Kontakt zwischen Objekt und Spitze. Zur Abbildung der Oberflächentopografie wird hier der Cantilever mechanisch zum Schwingen in der ersten Mode der Resonanzfrequenz  $f_{res}$  angeregt. Die Resonanzfrequenz  $f_{res}$ , die abhängig von der Geometrie und dem Material des Cantilevers ist, lässt sich mit der Formel

$$f_{res} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m^*}} \quad (8)$$

berechnen, wobei  $m^*$  die effektive Masse des Cantilevers und  $k$  dessen Federkonstante ist [24; 25].

Nach Y. Martin et al. [26] bewirkt für kleine Oszillationsamplituden die Kraft  $F$ , welche zwischen der Spitze und der Probe auftritt, in erster Näherung eine Modifikation der effektiven Federkonstante  $k_{eff}$  mit:

$$k_{eff} = k - \frac{\delta F}{\delta z} \quad (9)$$



## 2 Nanoanalytik/Piezoelektrische Kraftmikroskopie (PFM)

Durch diese Änderung erhält man nach Formel (8) auch eine Verschiebung der Resonanzfrequenz, die für kleine Kraftgradienten  $F' = \frac{\delta F}{\delta z} \ll k$  der Formel

$$\Delta f_{res} = -\frac{f_{res} F'}{2k} \quad (10)$$

folgt. Zur Bildgewinnung gibt es hierbei zwei Möglichkeiten: Abbilden der Oberflächentopografie durch 1. Regeln des Spitzen-Probenabstandes  $z$  auf eine vorgegebene Oszillationsamplitude bei konstanter Anregungsfrequenz und Anregungsleistung (Amplitudenmodulations-Detektion (AM)) [26] oder 2. Vorgabe einer definierten Resonanzfrequenzverschiebung bei konstanter Oszillationsamplitude (Frequenzmodulations-Detektion (FM)) [27]. Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden ausschließlich mit dem AM-Verfahren durchgeführt.

Im *non-contact*-Modus werden auf Grund der, wie aus Formel (10) hervorgeht, sinnvollen hohen Resonanzfrequenz im Bereich von 50 – 350 kHz und einem kontrollierbaren Spitzen-Probenkontakt härtere Cantilever ( $k = 1 - 50 \frac{N}{m}$ ) verwendet. Außerdem wird zur Bildverbesserung eine Oszillationsamplitude im Bereich 40 – 100 nm verwendet.

Der Aufbau des *non-contact*-Modus ist dem des *contact*-Modus vergleichbar. Durch Anlegen einer Wechselspannung an einen Piezo zur Auslenkung des Cantilevers (*Shaker-Piezo*), wird dieser mechanisch zur Oszillation bei seiner Resonanzfrequenz angeregt. Bei der Amplitudenmodulationsdetektion wird analog zur Normalkraft  $F_N$  im *contact*-Modus die Amplitudenänderung als Regelsignal für den Topografiereregler verwendet. Somit wird analog zum *contact*-Modus ein Topografiebild erzeugt, allerdings ohne die Oberfläche einer Kraft auszusetzen.

Neben der „reinen“ AFM Betriebsart, mit der sich Topografieunterschiede auswerten lassen, gibt es noch eine ganze Reihe an sogenannten „Sondermodi“. Hierbei handelt es sich um Analysemethoden, die neben der Topografie auch noch mindestens eine weitere Materialgröße messen können.

### 2.5.2 Piezoelektrische Kraftmikroskopie (PFM)

Die Piezoelektrische Kraftmikroskopie (engl. *Piezoresponse Force Microscopy* (PFM)) ist ein Verfahren, mit dem sich lokale piezoelektrische Eigenschaften nachweisen sowie die Ferroelektrizität von Materialien untersuchen lassen. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt in der hohen lateralen Auflösung im Vergleich zu makroskopischen Verfahren wie der Laserinterferometrie oder Röntgenbeugung. So lassen sich ferroelektrische Strukturen [28], ferroelektrisches Schalten [29] oder unterschiedliche Polarisierungen [30] sehr genau untersuchen.

## 2 Nanoanalytik/Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)

Der Aufbau des PFM entspricht dem des *contact*-Modus mit dem Unterschied, dass hierbei eine leitfähige Spitze benötigt wird. Über diese Spitze, die als bewegliche Gegenelektrode dient, wird eine Wechselspannung auf die zu untersuchende piezoelektrische Schicht gegeben. Die mechanische Antwort der Schicht wird durch den Cantilever auf den Fotodetektor weitergegeben und kann so, interpretiert als Höhenänderung, ausgegeben werden, wobei die zu erwartende Änderungen mit nur wenigen Pikometern sehr gering sein können. Da die hervorgerufene Höhenänderung die gleiche Frequenz wie die anregende Wechselspannung besitzt, lässt sich mit einem Lock-in-Verstärker gezielt die Höhenänderung auslesen und somit vom Rauschen trennen. Durch das gleichzeitige Abrastern des Objekts lässt sich eine „Karte“ der piezoelektrischen Eigenschaften erstellen. Neben der Höhenänderung und den damit verbundenen piezoelektrischen Konstanten ist es auch möglich, eine Phasenverschiebung zwischen Anregungsfrequenz und „Antwortfrequenz“ der Schicht zu ermitteln um Kristallrichtungen zu bestimmen.

Neben dieser Betriebsart lässt sich PFM auch in umgekehrter Richtung betreiben. Eine Kraft, die von der Spitze auf das piezoelektrische Material ausgeübt wird, verursacht darin eine Spannung, die sich abgreifen lässt. Da hier die Kräfte allerdings sehr gering sind und sich so nur senkrechte Orientierungen nachweisen lassen, kommt dieses Verfahren seltener zum Einsatz.

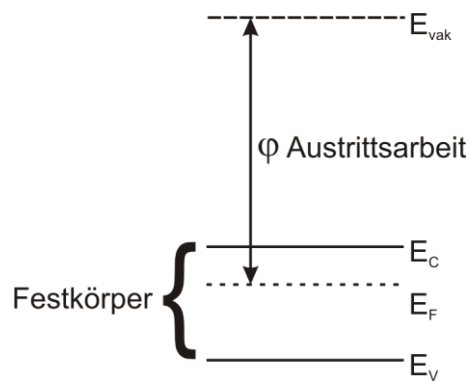
Nähere Informationen zu PFM und seinen Einsatzmöglichkeiten sind der Quelle [31] zu entnehmen.

### 2.5.3 Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)

Bei der Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (engl. *Kelvin Probe Force Microscopy* (KPFM)) ist die zusätzliche Information das Oberflächenpotenzial oder die Austrittsarbeit des untersuchten Objekts. Aus diesem Grund soll, bevor die Funktionsweise von KPFM erläutert wird, die Definition für die Austrittsarbeit vorgestellt werden.

#### **2.5.3.1 Austrittsarbeit**

Hierbei wird die Austrittsarbeit definiert als die Energie (Abbildung 9), die aufgebracht werden muss, um ein Elektron von der Oberfläche eines Festkörpers zu entfernen, sodass keine Wechselwirkungen mehr zwischen Elektron und Festkörper bestehen [32].



**Abbildung 9:** Schematische Darstellung der Austrittsarbeit aus einem typischen Halbleiter mit Leitungs- ( $E_C$ ) und Valenzband ( $E_V$ ).

Für Metalle gilt eine einfache empirische Gleichung, die die Austrittsarbeit  $\phi$  in eV mit der Elektronegativität  $\chi$  in V korreliert [33]:

$$e * \phi \approx 0,817e * \chi + 0,34eV. \quad (11)$$

Durch Ausklammern und Kürzen erhält man

$$\phi \approx 0,817 * \chi + 0,34V, \quad (12)$$

wobei hier  $\phi$  als ein auf ein fiktives Vakuumpotential bezogenes Potential zu verstehen ist. Dabei gibt der erste Term dieser Gleichung an, welche von der Elektronegativität abhängige Energie notwendig ist, um ein Elektron aus dem Festkörper auszulösen. Im zweiten, materialunabhängigen Term, wird die Energie beschrieben, die aufgewendet werden muss, um das sich an der Oberfläche des Festkörpers befindende Elektron gegen die Anziehungskraft der entstandenen Dipolschicht vollständig von dem Festkörper zu entfernen. In dieser Gleichung wird allerdings nicht berücksichtigt, dass die Austrittsarbeit ebenfalls von der Oberflächenbeschaffenheit abhängt. Für die meisten Zwecke bietet sie allerdings eine ausreichende Unsicherheit für die Beschreibung der Austrittsarbeit von amorphen Festkörpern.

Forbes [33] unterscheidet die beiden Teile von Formel (12) in einen chemischen und elektrischen Teil. So bezeichnet er den ersten, von der Elektronegativität abhängigen Term, als chemische und den zweiten, konstanten Term, als elektrische Komponente der Austrittsarbeit. Die aus Anziehungskräften zwischen Metallionen und Elektronen im Inneren des Festkörpers resultierende chemische Komponente ist eine materialabhängige Volumengröße, wohingegen die elektrische Komponente für die Anziehung zwischen den an die Oberfläche beförderten Elektronen und den im Volumen des Festkörpers verbliebenen Atomrümpfen verantwortlich ist. Die so an der Oberfläche des Festkörpers entstehende Dipolschicht [34] lässt sich mit Hilfe eines Modells beschreiben, das den Verlauf der Elektronendichte in Abhängigkeit vom Abstand zur Oberfläche des Festkörpers durch das

Jellium-Modell wiedergibt [35; 36]. Zur Vereinfachung betrachtet dieses Modell ein Metall oder einen Halbleiter mit hoher Ladungsträgerdichte, da ansonsten eine ausgedehnte Raumladungszone zu berücksichtigen wäre.

Das Modell zeigt, dass es trotz plötzlichem Übergang zwischen Festkörper und Vakuum zu einem „Verschmieren“ der Elektronendichte an der Festkörper-Vakuum-Grenzfläche kommt. So bildet sich im Inneren des Festkörpers, bedingt durch das Fehlen der aus dem Substrat emittierten Elektronen, eine positive Ladung. Zusammen mit den Elektronen, die sich außerhalb des Festkörpers befinden, erzeugt diese Ladung ein Dipolmoment, das bestrebt ist, die Elektronen wieder in den Festkörper hineinzuziehen. Für die Betrachtung von Halbleitern ist es allerdings unerlässlich, auch das Vorhandensein von Raumladungszonen zu berücksichtigen, da die Austrittsarbeit dadurch zusätzlich beeinflusst wird [37].

### **2.5.3.2 Kontaktpotentialdifferenz**

Dieses wird besonders bei der Betrachtung der Kontaktpotentialdifferenz deutlich. Anders als bei der reinen Betrachtungsweise der Austrittsarbeit mit einer Grenzfläche zwischen einem Leiter und Vakuum, wird hier die Grenzfläche zwischen zwei Leitern betrachtet. Dabei haben diese Leiter unterschiedliche Austrittsarbeiten und damit unterschiedliche Ferminiveaus  $E_{F1}$  und  $E_{F2}$ . Durch einen elektrischen Kontakt zwischen diesen beiden Leitern setzt ein Elektronenfluss vom Leiter mit dem höheren Ferminiveau zu dem mit dem niedrigeren Ferminiveau ein, bis sich ein Gleichgewichtszustand einstellt. Dieser Angleich der Ferminiveaus erzeugt eine Potentialdifferenz zwischen den Leitern, die allgemein als Kontaktpotentialdifferenz  $\Delta\Phi$  bezeichnet wird. Von Lord Kelvin, dem Namensgeber der KPFM, wird sie auch als „Volta-kontaktelektrische Kraft“ bezeichnet, ein heute so gut wie nicht mehr verwendeter Begriff [38]. Bei der gemessenen Kontaktpotentialdifferenz kommt es ebenfalls zum Einfluss von Oberflächendipolen, was zu einer zur Grenzfläche hin zunehmenden Verbiegung der Energiebänder führt. Wie bereits erläutert, wirkt sich bei Halbleitern die Bandverbiegung, bedingt durch das Vorhandensein von Raumladungszonen und Fremdstofflagen auf der Oberfläche, zusätzlich auf den gemessenen Wert aus.

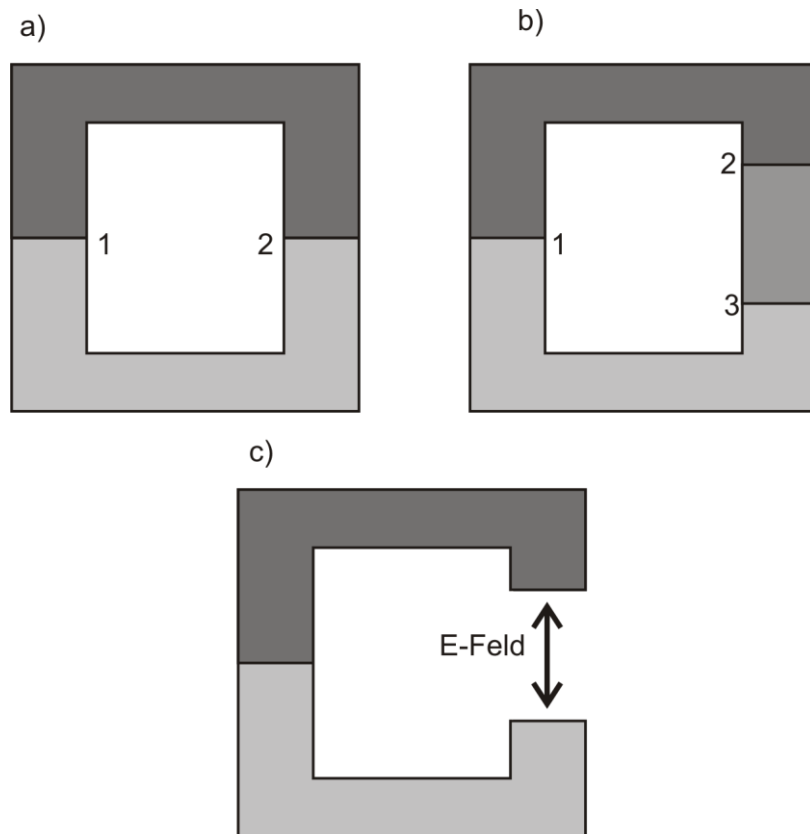
Da bei KPFM aber kein geschlossener Stromkreis wie bei dem Leiter-Leiter-Modell vorhanden ist, muss noch ein dritter Fall betrachtet werden: Systeme mit mehreren Festkörper-Festkörper-Grenzflächen.

### **2.5.3.3 Festkörper-Festkörper-Grenzflächen**

Werden zwei Festkörper mit unterschiedlicher Austrittsarbeit elektrisch leitend miteinander verbunden, so stellt sich, wie bereits gezeigt, an der Grenzfläche zwischen den beiden Materialien eine Kontaktpotentialdifferenz  $\Delta\Phi$  ein. Zur Messung in einem elektrischen System jedoch sind weitere elektrische Verbindungen notwendig, da sich sonst kein

## 2 Nanoanalytik/Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)

Stromfluss einstellen kann. In einem solchen, aus Messobjekt und Messgerät bestehendem System existieren also mindestens zwei Kontaktflächen (Abbildung 10).



**Abbildung 10: Systeme mit mehreren Festkörper-Festkörper-Grenzflächen: a) Systeme mit zwei Grenzflächen, b) Systeme mit drei Grenzflächen, c) Unterbrochene Verbindung zwischen zwei Festkörpern (Luftspalt) (Modell für KPFM).**

Bei gleicher Temperatur aller Grenzflächen im betrachteten System haben in einem System mit zwei Grenzflächen beide Kontaktpotentialdifferenzen den gleichen Wert und gleichen sich damit gegenseitig aus. Ein Stromfluss kommt hierbei nicht zustande, was auch ein Einfügen eines weiteren Materials nicht ändert, da aufgrund der Maschenregel sich auch hier die Kontaktpotentialdifferenzen ausgleichen. Bei einem System von  $n$  verschiedenen Leitern, an deren Übergängen die Potentialdifferenzen  $U_{1,2}; U_{2,3}; U_{3,4}; U_{n-1,n}$  entstehen, gilt demzufolge:

$$U_{1,2} + U_{2,3} + U_{3,4} + \dots + U_{n-1,n} = 0 \quad (13)$$

In einem geschlossenen Stromkreis kann demnach keine Kontaktpotentialdifferenz gemessen werden. Wird hingegen eine der Verbindungen durch Einfügen eines Dielektrikums isoliert, wie bei KPFM der Fall, so ergeben sich anstelle der aufgetrennten Metall-Metall-Grenzfläche zwei Metall-Dielektrikum-Grenzflächen. Damit entsteht ein elektrisches Feld im Dielektrikum, dessen Existenz zur Messung der Kontaktpotentialdifferenz, die an der nicht aufgetrennten Metall-Metall-Grenzfläche auftreten

## 2 Nanoanalytik/Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)

würde, genutzt werden kann. Abbildung 10b zeigt ein System mit einer Metall-Metall-Grenzfläche und einer unterbrochenen Verbindung (Luftspalt).

Neben dem im Abschnitt 2.5.3 vorgestellten Verfahren der KPFM gibt es noch weitere Verfahren mit denen sich die Austrittsarbeit von Materialien direkt oder indirekt bestimmen lässt und die vergleichende Werte zur KPFM liefern können. Diese sollen im Folgenden nur kurz genannt werden:

### **2.5.3.4 Oatley Magnetron Methode**

Bei dieser Methode wird aus dem zu untersuchenden Material und einem Referenzmaterial eine koaxiale Vakuumdiode angefertigt und eine Spannung angelegt. Beim Einfügen dieser Diode in ein magnetisches Feld parallel zu ihrer Achse werden aus den bisher sternförmig zum Zentrum hin, beziehungsweise vom Zentrum weg gerichteten Elektronenbahnen Spiralen, da die Elektronen als bewegte Ladungen von der Lorentz-Kraft in Kreisbahnen abgelenkt werden. Durch den verlängerten Weg, den die Elektronen zurück legen müssen, verringert sich der Stromfluss in der Diode. Mittels dieser Messanordnung wird für verschiedene an der Diode anliegende Spannungen jeweils die magnetische Feldstärke bestimmt, bei der eine Halbierung des Sättigungsstromes gegenüber dem feldfreien Fall auftritt. Durch Extrapolation wird weiterhin die Spannung ermittelt, bei der die magnetische Feldstärke Null betragen würde. Die so ermittelte Spannung entspricht der Kontaktpotentialdifferenz zwischen den beiden verwendeten Materialien der Diode.

### **2.5.3.5 Bestimmung der Austrittsarbeit aus I-U-Kennlinie**

Auf Grundlage der in der Oatley Magnetron Methode beschriebenen koaxialen Diode kann die Kontaktpotentialdifferenz durch Auswerten einer I-U-Kennlinie bestimmt werden. Durch Begrenzung des Stroms in der Diode können hierbei Raumladungseffekte vernachlässigt werden. Im nahezu linearen Teil (kleine Ströme und Spannungen) der Strom-Spannungskennlinie lässt sich mit Extrapolation der Wert bestimmen, bei dem die Gerade der linearen Funktion die Spannungsachse schneidet. Dieser Wert entspricht dabei der Kontaktpotentialdifferenz. Diese Methode wird von Rivière in [39] weiter erläutert.

### **2.5.3.6 Thermoemission**

Bei der Thermoemission wird das zu untersuchende Objekt erwärmt, bis es bei ausreichend hoher Temperatur zu Elektronenemission kommt. Durch Beschleunigung der emittierten Elektronen zu einer Elektrode, mittels eines äußeren elektrischen Feldes, lässt sich mit Hilfe der umgestellten Richardson-Gleichung die Austrittsarbeit bestimmen [40].

### 2.5.3.7 Photoelektrischer Effekt

Ähnlich wie bei der Thermoemission werden auch bei dieser Methode Elektronen durch äußere Energiezufuhr aus dem Festkörper ausgelöst. Die Energiezufuhr erfolgt dabei in Form von Licht, in der Regel durch einen Laser. Der Vorteil hierbei ist die Möglichkeit, die Austrittsarbeit räumlich aufgelöst zu bestimmen. Dazu wird die Probe mit ultraviolettem Licht bestrahlt und die emittierten Elektronen mit Hilfe eines Linsensystems eingefangen, was eine erreichbare Auflösung von minimal 50 nm ermöglicht [41].

### 2.5.3.8 Rastertunnelmikroskopie

Als Grundlage der Tunnelmikroskopie dient, wie beim Fowler-Nordheim-Tunneln [42], der Tunneleffekt. Hierbei wird eine Metallspitze bis auf wenige nm an die zu untersuchende Oberfläche herangebracht. Durch den dadurch entstehenden Zwischenraum fließt bei einer angelegten Spannung ein Tunnelstrom, der mit wachsendem Abstand und wachsender Barrierenhöhe exponentiell abnimmt. Da die Rastertunnelmikroskopie entwickelt wurde, um ein Oberflächenprofil zu erstellen, erhält man die Austrittsarbeit als Zusatzinformation.

Für den Tunnelstrom  $J_T$  geben Binnig und Rohrer in [16] folgende Beziehung an:

$$J_T \cong \frac{U_T}{s} * e^{-A\sqrt{\phi_A*s}}, \quad (14)$$

mit der Spannung über die Tunnelstrecke  $U_T$ , der Länge der Tunnelstrecke  $s$ , dem Durchschnitt der Austrittsarbeiten der beiden Elektroden  $\phi_A$  und die Konstante  $A$  mit  $\approx 1,025 \frac{1}{\text{\AA}\sqrt{\text{eV}}}$ , für Vakuum.

Wenn man Austrittsarbeiten von einigen eV annimmt, dann ist es ersichtlich, dass eine Veränderung des Abstandes um ein Angström eine Veränderung des Tunnelstromes im Bereich einer Größenordnung zur Folge hat. Somit ist es hier vergleichsweise einfach, die Probenhöhe mit einer Unsicherheit unter einem Angström zu messen.

Ein einfacher Betriebsmodus dieses Verfahrens ist die Regelung des Tunnelstromes auf einen konstanten Wert, wobei es bei diesem Modus nicht möglich ist, zwischen den Einflüssen der Oberflächentopografie und der Austrittsarbeit zu unterscheiden. Damit beeinflussen jedoch Änderungen der Zustandsdichte und damit der Austrittsarbeit den Messwert.

Um ein reines Oberflächenprofil zu erhalten und umgekehrt über die Zustandsdichte möglichst genaue Rückschlüsse auf die Austrittsarbeit ziehen zu können, wird der Abstand zwischen Probe und Messspitze auf einen konstanten Wert geregelt. Dazu wird die Zustandsdichte am betrachteten Punkt der Probe bestimmt, indem während der Messung die

## 2 Nanoanalytik/Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)

Länge der Tunnelstrecke moduliert wird. Der durch die Zustandsdichte bestimmte Anteil des Tunnelstromes kann so zumindest näherungsweise bestimmt werden.

Nachteilig an diesem Verfahren ist, dass nur Proben betrachtet werden, die elektrisch leitfähig sind und deren Oberflächen nicht durch die hohen elektrischen Feldstärken zwischen Probe und Messspitze verändert werden. Insbesondere die meist kettenförmigen Biomoleküle stellen hier ein Problem dar, da sie sich im elektrischen Feld aufstellen.

Informationen zur Rastertunnelmikroskopie geben Binnig und Rohrer in [16] und [17]. Außerdem stellen Hamann und Hietschold in [43] die verschiedenen Modi der Rastertunnelmikroskopie sowie Anwendungsmöglichkeiten vor.

Diese Aufzählung von Verfahren soll einen Überblick über mögliche Alternativen zur KPFM hinsichtlich der Analyse der Austrittsarbeit geben. Hierbei ist zu bemerken, dass mit Ausnahme der Rastertunnelmikroskopie, die gezeigten Verfahren nicht über eine besondere laterale Auflösung verfügen und somit auch für den Einsatz in einer NPM-Maschine nicht in Frage kommen.

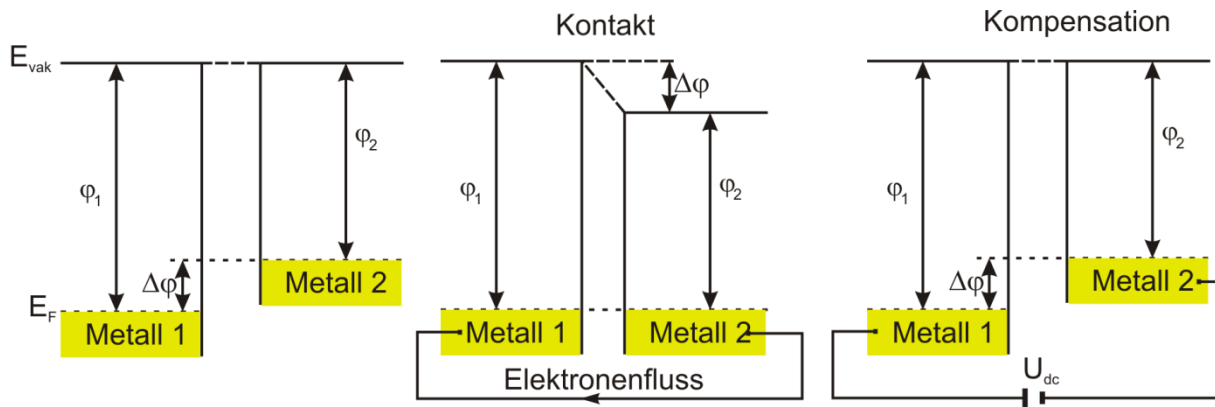
### **2.5.3.9 Kelvinsonden-Kraftmikroskopie**

Die Kelvinsonden-Kraftmikroskopie basiert auf der *non-contact* Atomkraftmikroskopie. Die Kelvinmethode erlaubt im Gegensatz zu den Elektronenemissionsmessungen nur eine relative Bestimmung der Austrittsarbeit gegenüber einer Referenzsonde [38; 44]. In [45] beschreiben Nonnenmacher et.al. ein solches Kelvinsonden-Kraftmikroskop mit einer lateralen Auflösung von bis zu 50 nm.

Das Energieniveaudiagramm in Abbildung 11 zeigt das Prinzip der makroskopischen Kelvinmethode, die als Basis für die Erweiterung zur Verwendung in einem Rasterkraftmikroskop dient. Wie bereits beschrieben gleichen sich beim elektrischen Kontakt zwischen zwei Metallen oder Halbleitern [46] die Fermi-niveaus  $E_F$  der beiden Materialien an, indem Elektronen vom Material mit der kleineren Austrittsarbeit zum Material mit der größeren Austrittsarbeit fließen. Die in Abbildung 11 mit Kontakt dargestellte Situation entspricht somit einem geladenen Kondensator. Mittels einer externen Spannung  $U_{dc}$  kann die durch den Ladungstransfer entstehende Kontaktpotentialdifferenz  $\Delta\phi$  kompensiert werden, und man erhält einen ungeladenen Kondensator. Dies hat zur Folge, dass die elektrostatische Wechselwirkung zwischen den Metallen minimiert wird.



## 2 Nanoanalytik/Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM)



**Abbildung 11:** Energieniveaudiagramm von zwei Metallen unterschiedlicher Austrittsarbeit  $\varphi$ : ohne Kontakt, mit externen elektrischen Kontakten und nach der Kompensation der Austrittsarbeitsdifferenz  $\Delta\varphi$  durch das Anlegen einer Gleichspannung  $U_{dc}$  [46].

Bei dem makroskopischen Kelvinsondenverfahren lässt sich die Potentialdifferenz messen, indem der Abstand zwischen einer metallischen Referenzsonde und der Probe moduliert wird. Die hierdurch induzierten Verschiebestrome werden durch das Anpassen der Gleichspannung auf die Kontaktpotentialdifferenz minimiert.

Dementsprechend wird bei der Kelvinsonden-Kraftmikroskopie eine hochleitende Cantileverspitze als eine metallische Sonde zur Bestimmung der Kontaktpotentialdifferenz verwendet. Als Messsignal dienen allerdings im Gegensatz zur makroskopischen Sonde nicht die Verschiebestrome, sondern die auf den Cantilever wirkenden elektrostatischen Kräfte  $F_{es}$  [47]. Hierbei ist die Unterscheidung zu der ebenfalls bei diesem Abstand wirksamen van der Waals-Wechselwirkung notwendig. Dies wird durch das Anlegen einer Wechselspannung  $U_{ac}$  der Frequenz  $f_2$  zusätzlich zur Gleichspannung  $U_{dc}$  zwischen Spitze und Probe erreicht [48; 49]. So ergibt sich aus der Formel die Potentialdifferenz  $u$  als,

$$u = \left( U_{dc} - \frac{\Delta\varphi}{e} \right) + U_{ac} \sin(2\pi f_2 t), \quad (15)$$

welche sowohl die Spitzen-Proben-Spannung als auch die Kontaktpotentialdifferenz mit

$$F_{es} = -\frac{1}{2} \frac{\delta C}{\delta z} u^2 \quad (16)$$

beinhaltet, wobei  $\frac{\delta C}{\delta z}$  die Ableitung der Kapazität nach dem Abstand des von Cantileverspitze und Probe gebildeten Kondensators bezeichnet und somit die Abstandsabhängigkeit der elektrostatischen Kraft beinhaltet. Die Gleichung für die elektrostatische Kraft [48; 50; 51] ist dabei

$$F_{es} = F_{es}(dc) + F_{es}(f_2) + F_{es}(2f_2) \quad (17)$$

mit

## 2 Nanoanalytik/Elektrostatische Kraftmikroskopie (EFM)

$$F_{\text{es}}(dc) = -\frac{\delta C}{\delta z} \left( \frac{1}{2} \left( U_{\text{dc}} - \frac{\Delta\varphi}{e} \right)^2 + \frac{U_{\text{ac}}^2}{4} \right), \quad (18)$$

$$F_{\text{es}}(f_2) = -\frac{\delta C}{\delta z} \left( U_{\text{dc}} - \frac{\Delta\varphi}{e} \right) U_{\text{ac}} \sin(2\pi f_2 t), \quad (19)$$

$$F_{\text{es}}(2f_2) = -\frac{\delta C}{\delta z} \frac{U_{\text{ac}}^2}{4} \cos(4\pi f_2 t). \quad (20)$$

Technisch wird zur Bestimmung der Kontaktpotentialdifferenz mit einem meist im Controller integrierten Lock-In-Verstärker die erste Harmonische der elektrostatischen Kraft  $F_{\text{es}}(f_2)$  gemessen. Die Kontaktpotentialdifferenz ergibt sich über einen Nullabgleich dieser Kraft durch Anlegen einer entsprechenden Gleichspannung  $U_{\text{dc}}$ . Mit Hilfe der zweiten Harmonischen der elektrostatischen Kraft  $F_{\text{es}}(2f_2)$  lässt sich der Kapazitätsgradient bestimmen und eignet sich somit zur Kapazitätsspektroskopie und zur Charakterisierung der Spitzen-Probengeometrie [49; 52]. Da es sich bei der KPFM um ein Verfahren mit einem Zwei-Wege-Scan, erst Ermittlung der Topografie, dann Bestimmung der Kontaktpotentialdifferenz, handelt, sind die Betriebsbedingungen für die Topografiebestimmung mit denen des topografischen *non-contact*-Modus mit Amplitudenmodulationsdetektion identisch [26]. Für die Frequenzwahl des zweiten „Durchgangs“ werden, je nach Anwendung, zwei verschiedene Frequenzen gewählt: Die Frequenz  $f_2$  wird im quasistatischen Modus weit unterhalb der Resonanzfrequenz, aber oberhalb der Abschneidefrequenz des Topografiereglers gewählt [47]. Somit wird eine gleichzeitige Detektion der ersten und zweiten Harmonischen der elektrostatischen Kraft bei gleicher Empfindlichkeit möglich [53; 52; 54; 55; 56]. Eine höhere energetische Empfindlichkeit in der Bestimmung der Kontaktpotentialdifferenz wird allerdings erreicht, wenn  $f_2$  auf die Resonanzfrequenz des Cantilevers eingestellt wird [45; 57; 58]. Die im Rahmen dieser Dissertation durchgeführten Messungen basieren ausschließlich auf dem zuletzt genannten Verfahren.

Anwendung findet die KPFM als Analysemethode in der Biologie [59] und als Charakterisierungsmethode in der Halbleiterforschung [60].

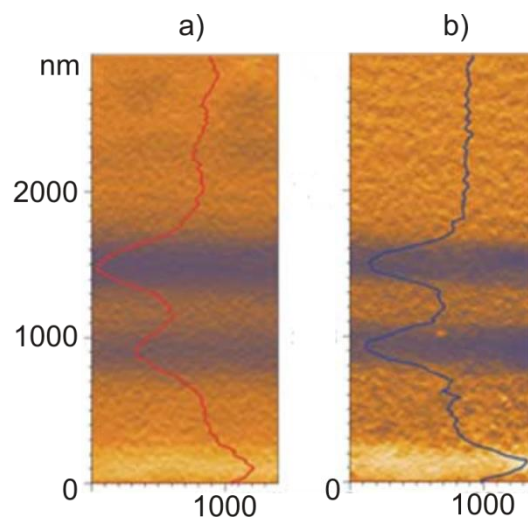
Ähnlich wie bei KPFM werden bei der Elektrostatischen Kraft-Mikroskopie (EFM) die elektrostatischen Wechselwirkungen als Informationsquelle genutzt.

### 2.5.4 Elektrostatische Kraftmikroskopie (EFM)

Bei der in dieser Dissertation verwendeten Betriebsart der Elektrostatischen Kraftmikroskopie (EFM) wird, wie bei KPFM, ein Mehr-Wege-Verfahren angewendet. Die Ermittlung der Topografie erfolgt identisch wie bei KPFM, jedoch wird der zweite, durch die Topografie gesteuerte Weg, nur mit einer angelegten Gleichspannung bei in Resonanz

## 2 Nanoanalytik/Magnetkraftmikroskopie (MFM)

schwingenden Cantilever gefahren. Der Vorteil dieser Betriebsart liegt in dem zur KPFM höheren Kontrast zwischen einzelnen Gebieten unterschiedlicher Potentiale. Beispielhaft ist das an einer GaAlAs Heterostruktur in Abbildung 12 gezeigt. Es ist deutlich eine Verbreiterung der Peaks im KPFM-Modus zu erkennen (Abbildung 12a). Diese kommt dadurch zustande, dass bei EFM die Struktur und Abmessungen der AFM-Spitze einen größeren Einfluss auf das Signal hat, sodass sich geringere Abstände zwischen dem ersten und zweiten Messdurchgang einstellen lassen [49; 61]. Der Nachteil ist, dass bei EFM nicht die Austrittsarbeit, sondern eine Amplitudenänderung oder eine Phasenverschiebung gemessen wird. So besteht nur die Möglichkeit, unterschiedliche Bereiche zu detektieren, aber nicht zu quantifizieren.



**Abbildung 12: Aufnahme einer GaAlAs Heterostruktur im KPFM- (a) und EFM- (b) Modus mit der Darstellung des verbesserten Kontrasts bei EFM [62]**

Die in der Praxis wohl wichtigste Anwendung ist das Abbilden und das Manipulieren von ferroelektrischen Domänen [63; 64]. Weiterhin wurden geladene Punktdefekte auf Halbleiteroberflächen und Isolatoren [65], p/n-Übergänge auf Silizium [66] sowie Oberflächenzustände auf Halbleiteroberflächen untersucht.

### 2.5.5 Magnetkraftmikroskopie (MFM)

Die Magnetkraftmikroskopie (engl. *Magnetic Force Microscopy* (MFM)) ist ebenfalls ein Zwei-Wege-Verfahren und zählt genau wie KPFM und EFM zu den Sondermodi für AFM. Dieses Verfahren lässt sich für die Topografiebestimmung in beiden Betriebsarten, *contact*- und *non-contact* Modus, betreiben. Bei der Detektion der magnetischen Kräfte wird zwischen dynamischem Modus (AC MFM) und statischem Modus (DC MFM) unterschieden. Bei beiden Betriebsarten wird die magnetische Wechselwirkung zwischen Objekt und Spitze ausgewertet. Dies hat zur Folge, dass MFM-Messungen nur mit Spitzen funktionieren, die mit magnetischen Materialien beschichtet sind. Als Beschichtung werden in der Regel Nickel

## 2 Nanoanalytik/Magnetkraftmikroskopie (MFM)

oder Chrom-Kobalt-Legierungen verwendet; bei den Spitzen an sich handelt es sich um Standard *contact* oder *non-contact* Cantilever [67; 68].

### 2.5.5.1 DC MFM

Bei der DC MFM wird nach der Erfassung der Topografie ein magnetischer Cantilever in konstanter Höhe über eine magnetische Oberfläche gefahren. Die Abstandsregelung hält hierbei die Spitze typischerweise zwischen 10 und 100 nm über dem Objekt. Die durch das Streufeld der Probe verursachte Kraft auf die Spitze führt zu einer Verbiegung des Cantilevers, wobei wie beim *contact*-Modus die Verbiegung des Cantilever durch einen Detektor gemessen und damit die Kraft bzw. die Vertikalkomponente des Kraftgradienten bestimmt wird. Durch die gemessene Verbiegung des Cantilevers und der Kenntnis der Federkonstanten lässt sich die Kraft zwischen Spitze und Oberfläche bestimmen. Wird die Spitze als punktförmiger, magnetischer Dipol betrachtet, so ergibt sich die Kraft  $\vec{F}$ , die auf die Spitze wirkt, als Gradient der Wechselwirkungsenergie:

$$\vec{F} = \nabla(\vec{m} \cdot \vec{H}), \quad (21)$$

wobei  $\vec{m}$  für das magnetische Dipolmoment der Spitze und  $\vec{H}$  für das Streufeld der Probe steht.

### 2.5.5.2 AC MFM

Der Unterschied zwischen AC MFM und DC MFM liegt in der unterschiedlichen Auswertung der wirkenden Kräfte. Während die Topografie im ersten Weg wie beim DC MFM erfasst wird, unterscheidet sich der zweite Weg: Wie beim *non-contact* Modus wird der Cantilever bei Resonanzfrequenz betrieben und die Veränderung der Schwingungsamplitude durch die Anwesenheit des magnetischen Kraftgradienten zwischen Spitze und Oberfläche gemessen.

Bei beiden Betriebsarten verhält sich der Effekt des Topografieeinflusses auf die Messung gleich zur möglichen lateralen Auflösung bzw. des magnetischen Kontrastes bei Veränderung des Abstands zwischen Spitze und Probe. Bei geringem Abstand wird der Einfluss der Topografie stärker, jedoch wird dadurch auch ein starker magnetische Kontrast und eine damit verbunden gute laterale Auflösung ermöglicht. Bei einer Vergrößerung des Abstands zwischen Spitze und Oberfläche wird zwar der Einfluss der Topografie kleiner, jedoch wird auch die laterale Auflösung, bedingt durch das Streufeld, schlechter. Deshalb ist bei der Wahl des Abstandes bei beiden Betriebsarten ein Kompromiss zu treffen.

Für MFM gibt es ebenso Anwendungen in der Biologie wie z.B. die Detektion von Eisen in Zellen [69]. Ebenso ist es möglich, magnetische Felder in stromdurchflossenen Leitern zu untersuchen [70]. Eine weitere Anwendung ist die Analyse von Datenspeichern wie z.B. Festplatten [71].

## 2 Nanoanalytik/Spektroskopie

Neben den bisher vorgestellten Zwei-Wege-Verfahren gibt es auch noch Ein-Weg-Sondermodi. Hierzu gehören zum Beispiel der *Force Modulation* Modus [72], bei dem die elastischen Eigenschaften des Objektes bestimmt werden können oder der *Lateral Force* Modus [73], bei dem Reibkoeffizienten ermittelt werden können.

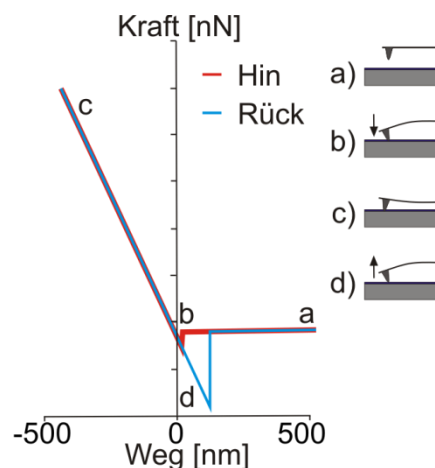
Eine weitere Möglichkeit zur Nanoanalytik mit Hilfe des AFM bietet der Bereich der lokalen Spektroskopie. Hierbei wird die sehr gute laterale Auflösung eines AFM genutzt, um gezielt lokal spezielle Informationen wie z.B. den Elastizitätsmodul aufzunehmen.

### 2.5.6 Spektroskopie

Der Bereich der Spektroskopie soll im Folgenden kurz anhand von Kraft-Weg- und Strom-Spannungs-Kennlinien näher erläutert werden.

#### 2.5.6.1 Kraft-Weg-Kennlinien

Bei den mit einem AFM aufgenommenen Kraft-Weg-Kennlinien handelt es sich um eine Darstellung der Cantileververbiegung über den zurückgelegten Weg des z-Piezostellers. Dazu wird an einem bestimmten Punkt der Probenoberfläche die Cantileververbiegung in Abhängigkeit der z-Position des Scanners ermittelt. Durch Normierung der Verbiegung mittels der Federkonstante des Cantilevers lässt sich so die ermittelte Kraft gegen die Entfernung auftragen und es ergibt sich eine Kraft-Weg-Kennlinie bzw. als Ableitung eine Kraft-Abstands-Kurve (engl. *force distance curve*). Die in Abbildung 13 dargestellte Kraft-Weg-Kennlinie zeigt exemplarisch die vier Bereiche der Krafteinwirkung auf den Cantilever.



**Abbildung 13: Exemplarische Kraft-Weg-Kennlinie eines weichen Cantilevers auf einer harten Oberfläche mit vier unterschiedlichen Kraftbereichen.**

- Durch den großen Abstand vom Cantilever zur Probe kommt es zunächst zu keiner Verbiegung und somit auch zu keiner Krafteinwirkung auf den Cantilever.

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

- b) Bei Annäherung an die Probe wird die Anziehungskraft an diesem Punkt so groß, dass die Federkraft überwunden wird und die Spitze in mechanischen Kontakt zur Probe gelangt. Dieser Punkt wird als *“jump in“* oder *“jump to contact“* bezeichnet.
- c) Dieser Bereich wird als Kontaktbereich bezeichnet, da hier ein direkter Kontakt zwischen Spitze und Probe besteht. In diesem Bereich ist die Kraft beim Annähern und Entfernen proportional zur Abstandsänderung. Bei harten Oberflächen wird die Bewegung nur durch Verbiegen des Cantilevers realisiert.
- d) Durch den bei Luft entstehenden Wasserfilm auf der Oberfläche oder durch starke Adhäsionskräfte kommt es zu einem „Festhalten“ des Cantilevers. Diese Adhäsion bewirkt, dass die Spitze auch bei größerer Entfernung an der Probe haften bleibt. Hierbei wird der Cantilever nach unten gebogen, bis er nach Überwindung dieser Kraft wieder in die Ruhelage zurückspringt.

Mit Hilfe der Kraft-Weg-Kennlinien lassen sich unterschiedliche Materialeigenschaften wie z.B. der Elastizitätsmodul, Bindungsenergien oder Bruchfestigkeiten charakterisieren. Die laterale Auflösung ist hierbei limitiert durch die Geometrie der Spitze und liegt bei kommerziell erhältlichen Spitzen bei etwa 25 nm, die vertikale Auflösung und der detektierbare Kraftunterschied wird durch die Unsicherheit des AFM bestimmt und liegt bei etwa 0,01 nm bzw. 1 pN [74]. Aufgrund der wenig reproduzierbaren Spitzengeometrien und der damit verbundenen unterschiedlichen Wechselwirkungsflächen ist die absolute Unsicherheit der Messungen jedoch wesentlich geringer.

Neben der Anwendung von Kraft-Weg-Kennlinien, mit denen sich mechanische Eigenschaften von Objekten bestimmen lassen, werden mit Hilfe von Strom-Spannungskennlinien elektrische Eigenschaften untersucht.

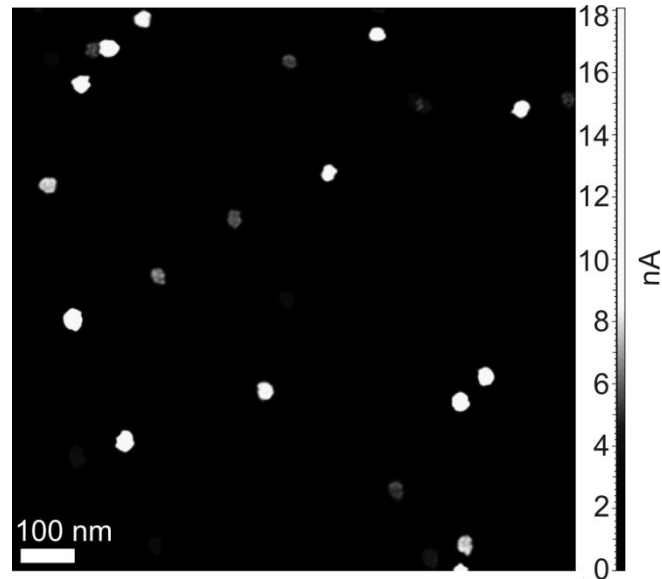
### **2.5.6.2 Strom-Spannungskennlinien (I/U-Kennlinien)**

Das Prinzip der mikroskopischen Strom-Spannungskennlinien ist identisch mit denen der makroskopischen Welt. Der Unterschied liegt einzig und allein bei den Abmessungen der verwendeten Messspitzen. Mit solchen leitfähigen Messspitzen lassen sich, genau wie bei den Kraft-Weg-Kennlinien, laterale Auflösungen im Bereich von 25 nm erreichen. Hierfür wird an eine elektrisch leitfähige AFM-Spitze, die meist mit Gold oder Platin beschichtet ist, eine Spannung angelegt und der resultierende Strom durch das auf Masse liegende Objekt gemessen. Auf Grund der geringen Abmessungen des Kontakts zwischen Objekt und Spitze dürfen nur sehr geringe Ströme von max. 50 nA, fließen, da es sonst zu einem lokalen Verdampfen der leitfähigen Beschichtung der AFM-Spitze kommt.

In Kombination mit dem *contact*-Modus lässt sich auch eine orts aufgelöste Leitfähigkeitsuntersuchung durchführen. Hierbei wird die Oberfläche mit einer an der Spitze

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

angelegten Spannung abgerastert und der Strom als Funktion des jeweiligen Ortes bestimmt. Dieses Verfahren wird als *Spreading Resistance Microscopy (SRM)* bezeichnet [75] und eignet sich besonders zur Charakterisierung von Bauelementen wie z.B. MOS-Transistoren. Hieran konnten auch laterale Auflösungen von <25 nm demonstriert werden [76]. In Abbildung 14 ist eine Aufnahme des orts aufgelösten Stroms durch eine mit Goldionen beschossene nichtleitende Oberfläche zu sehen. Die Goldionen bilden in der nichtleitenden Schicht kleine leitfähige Kanäle aus, die sich dann mit Hilfe der SRM darstellen lassen.



**Abbildung 14:** Aufnahme im *Spreading Resistance Microscopy* Modus an einer mit Goldionen beschossenen nicht leitfähigen Oberfläche.

### 2.5.7 Optische Rasternahfeldmikroskopie (SNOM)

Im Gegensatz zu den bisher im Kapitel 2.5 vorgestellten Verfahren wird die Optische Rasternahfeldmikroskopie (engl.: *scanning nearfield optical microscopy (SNOM)*) im engeren Sinne nicht zu den AFM Sondermodi gezählt, da der Schwerpunkt bei diesem Verfahren auf der Optik liegt. Trotzdem soll auf Grund der Vollständigkeit das SNOM oder auch NSOM (*Nearfield Scanning Optical Microscope*), wie es im US-amerikanischen Raum auf Grund der Betonung des Nahfeldes häufig bezeichnet wird, an dieser Stelle vorgestellt werden, da es sich ebenfalls zur Integration in eine NPM eignet.

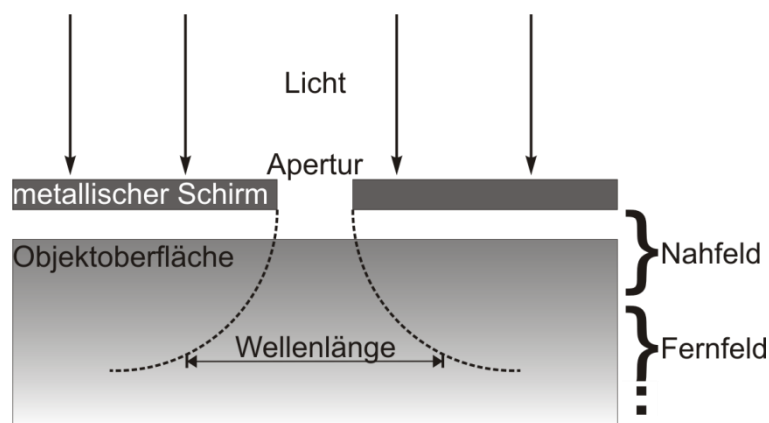
Vor der Entwicklung des SNOM war das auflösungsbegrenzende Element eines optischen Mikroskops die Wellenlänge des verwendeten Lichtes. So lässt sich über das sogenannte Abbesche Beugungslimit das Auflösungsvermögen eines Mikroskops berechnen [77]:

$$\Delta x = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha}. \quad (22)$$

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

Hierbei ist  $\lambda$  die Lichtwellenlänge,  $n$  die Brechzahl des Mediums zwischen dem Gegenstand und dem Objektiv und  $\alpha$  der halbe Öffnungswinkel des Objektivs. Da die Brechzahl (materialbedingt) und der Öffnungswinkel (konstruktionsbedingt) des Objektivs nicht beliebig gewählt werden können und die Wellenlänge des Lichts durch das Sehvermögen des menschlichen Auges ebenfalls begrenzt ist, ist das Auflösungsvermögen auf etwa dreihundert Nanometer beschränkt. Um geringere Auflösungen zu erreichen, ist also eine Umgehung des Abbe Limits nötig.

Im Jahr 1928 wurde durch Edward H. Synge einen Weg gefunden, diese physikalische Gesetzmäßigkeit zu umgehen [78]. Dafür wurde ein Objekt durch eine dünne metallische Schicht mit einer Apertur, die kleiner als die Wellenlänge des Lichtes ist, mit Licht bestrahlt. Da die Schicht sehr dicht an dem Objekt war und nacheinander Punkte der Oberfläche angefahren wurden, ließ sich dort die Wechselwirkung des Objekts mit dem durch die Apertur tretenden Licht detektieren. Der durch Probe und Schicht aufgespannte Raum, der in allen Richtungen in der Größenordnung der eingestrahlenen Wellenlänge liegt, wird als optisches Nahfeld bezeichnet. Die mit diesem System erreichbare Auflösung hängt im Wesentlichen nur noch vom Abstand zwischen Objekt und Apertur und deren Größe ab und ist somit in gewissen Grenzen unabhängig von der Wellenlänge des Lichtes. In Abbildung 15 wird der schematische Aufbau dieses Prinzips vorgestellt. Es ist zu erkennen, dass durch die Apertur hindurch nur ein kleiner Ausschnitt der Probe beleuchtet wird, dessen Größe deutlich kleiner als die verwendete Wellenlänge ist.



**Abbildung 15: Schematischer Aufbau des von Edward H. Synge vorgestellten Prinzips zur Umgehung des Abbe Limit [78].**

Da die technischen Möglichkeiten zu dieser Zeit noch nicht so weit fortgeschritten waren, wurde das Prinzip erst nach der Entdeckung des AFMs [8] von Pohl und Dürig in einem ersten SNOM mit einer Auflösung von  $\frac{\lambda}{20}$  realisiert [79; 80]. Den eigentlichen Durchbruch erreichte das SNOM aber erst durch die Herstellung geeigneter Sonden und die Entdeckung der Scherkraft-Abstandsdetektion nach dem Jahr 1991 [81; 82]. Insbesondere die



## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

Kombination der AFM-Technik mit dem optischen Analyseverfahren des SNOMs ermöglichten die unterschiedlichen Anwendungen für biologische Untersuchungen [83; 84] und für die Charakterisierung von Halbleitern wie z.B. der Photolumineszenzmessung [85; 86]. Es soll im Folgenden nur auf die wichtigsten Grundsätze und Funktionsweisen eingegangen werden. Ausführlich wird das Thema in den Quellen [87] und [88] behandelt.

### 2.5.7.1 Nahfeld

Der Begriff des Nahfeldes stammt aus der klassischen Optik. Zur Bestimmung muss die Beugung einer Lichtwelle an einem Spalt oder einer Lochblende berücksichtigt werden. Hierbei wird abhängig vom Abstand von Beugungsquelle und Beobachter in zwei Grenzfälle des Beugungsintegrals unterschieden: der Fresnel- und der Fraunhofer-Beugung. Erstere ist eine Näherung für das sogenannte Nahfeld, das eine Ausdehnung in der Größenordnung weniger Wellenlängen hat. Das Nahfeld geht dann mit größerer Entfernung in das Fernfeld über, in dem der zweite Grenzfall, die Fraunhofer-Beugung, zum Tragen kommt [87].

### 2.5.7.2 Auflösung

Die Auflösung ist die wichtigste Größe eines SNOM, da gerade hier der Vorteil gegenüber der klassischen optischen Mikroskopie liegt. Im Folgenden sollen kurz verschiedene Auflösungskriterien diskutiert werden.

#### 2.5.7.2.1 Auflösung einer Punktlichtquelle

Ein beleuchtetes oder selbstleuchtendes Objekt kann aus vielen Punktlichtquellen zusammengesetzt werden, die jede für sich Kugelwellen in den Raum sendet. Um eine perfekte Abbildung dieses Objektes zu erreichen, ist es nötig, dass alle Anteile dieser Welle wieder an einem Punkt konstruktiv interferieren. Um eine vergrößerte Abbildung zu erreichen, ist ein optisches System nötig, das durch seine endliche Größe nur einen Teil dieser Wellen übertragen kann und dadurch Fourierkomponenten höherer Ordnung abschneidet. Dies entspricht einer Fraunhoferschen Beugung an einer zirkularen Blende; die Punktquelle wird also beugungslimitiert abgebildet. Durch die Airy-Formel lässt sich die Intensitätsverteilung bei der Fraunhoferschen Beugung an einer kreisförmigen Blende beschreiben [89]:

$$I(z) = I(0) \cdot \left( \frac{2J_1(z)}{z} \right)^2 \text{ mit } z = kr \sin \nu. \quad (23)$$

Dabei ist  $J_1$  die Bessel-Funktion 1. Ordnung,  $k = 2\pi \frac{n}{\lambda}$  die Wellenzahl mit dem Brechungsindex  $n$ ,  $r$  der Radius der Kreisblende und  $\nu$  der Winkel der Beugungsrichtung mit der optischen Achse.  $I(0)$  ist die Intensität im Symmetriezentrum der Beugungsfigur (Abbildung 16a)

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

Das hieraus bestimmbare zirkulare Hauptmaximum wird als Airy-Scheibchen bezeichnet. Es enthält 84% des auf die Kreisblende fallenden Lichtes, sodass für die konzentrisch um den Zentralfleck angeordneten Ringe nur 16% übrigbleiben. Das erste Minimum der Bessel-Funktion wird mit  $z = 3,832$  erreicht. Hat ein Punkt  $P$  in diesem Minimum auf dem Schirm die Entfernung  $R$  zum Zentrum der Lochblende, so berechnet sich der Abstand  $x$  zur Mitte des Beugungsscheibchens nach [89]:

$$x = 3,832 \frac{\lambda}{2\pi n} \frac{R}{r} = 1,22 \frac{\lambda R}{2nr}. \quad (24)$$

Im Falle einer Linse entspricht die Entfernung  $R$  in Näherung der Brennweite  $f$  und aus  $\frac{r}{f}$  ergibt sich die numerische Apertur  $NA$ , wobei ein möglicher erhöhter Brechungsindex  $n$  im Raum zwischen Linse und Schirm in die Rechnung einbezogen wird:

$$x = 0,611 \frac{\lambda}{NA}, \quad (25)$$

mit  $NA = \frac{r}{f} n$ .

### 2.5.7.2.2 Auflösung eines klassischen optischen Mikroskops

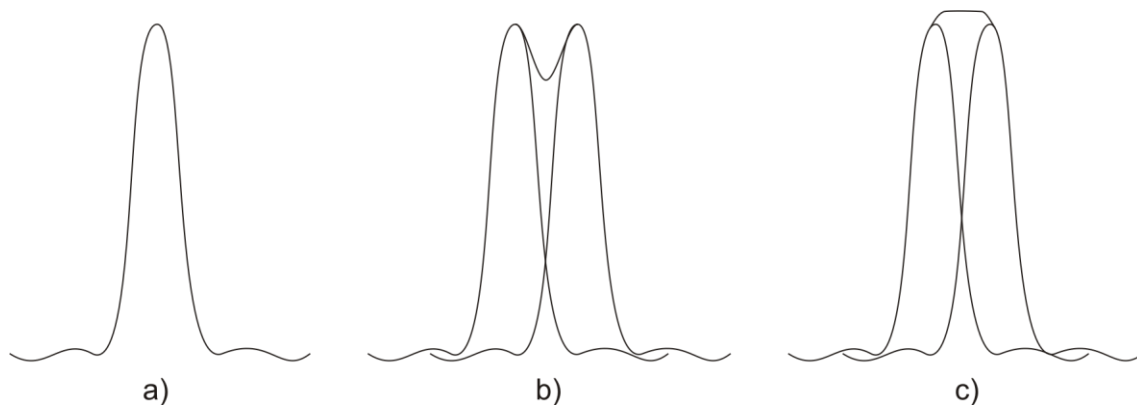
Die Definition des Auflösungsvermögens von klassischen optischen Mikroskopen wird als die kleinstmögliche Entfernung der Beugungsbilder zweier Punktlichtquellen angegeben, in der diese noch als voneinander getrennt abgebildet werden können. Diese Definition wurde durch die Berechnungen von Abbe aufgestellt [77]. Um das Auflösungsvermögen zu bestimmen, wird ein Löcherpaar mit dem Abstand  $d$  von hinten mit parallelem Licht beschienen. Die durch die beiden Löcher erzeugten Beugungsmuster mit einem Hauptmaximum und weiteren Nebenmaxima werden mittels einer Linse auf einen Schirm projiziert. Abhängig vom Öffnungswinkel  $2\alpha$  dieses Objektivs können nicht alle Nebenmaxima abgebildet werden. Da für die Unterscheidung der Löcher mindestens das erste Nebenmaximum benötigt wird, errechnet sich somit der kleinste Abstand der Löcher nach:

$$d = \frac{\lambda}{n \sin \alpha}, \quad (26)$$

wobei  $n \sin \alpha$  die numerische Apertur der Linse ist, die auch den Brechungsindex  $n$  im Zwischenraum beinhaltet. Die Grenze  $d$  kann auch mathematisch noch weiter herabgesetzt werden, indem das Beugungsverhalten einer Punktlichtquelle zur Berechnung herangezogen wird. Ein allgemeines Kriterium zu diesem Verhalten ist das sogenannte Rayleighsche Auflösungskriterium. Danach wird der kleinstmögliche Abstand dann erreicht, wenn das Hauptmaximum des ersten Beugungsbildes und das erste Minimum des zweiten

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

Beugungsbildes am gleichen Ort abgebildet werden. (Abbildung 16b). Der Abstand lässt sich hierbei nach Formel (25) berechnen und ist identisch mit dem Abbeschen Beugungslimit (Formel (22)). Da durch weitere Annäherung ein lokales Minimum in der Summe der beiden Intensitäten zwischen ihren Maxima zu beobachten ist, lässt sich hieraus ebenfalls ein Auflösungskriterium ableiten. Das Sparrow-Kriterium gibt dabei den Abstand an, bei dem eine weitere Annäherung nicht mehr möglich ist (Abbildung 16c). In der Praxis ist das Auflösungsvermögen eines klassischen Mikroskops aber durch Gerätefunktionen wie Blendengröße und Abbildungsfehler sowie das Signal-zu-Rauschen-Verhältnis begrenzt, das durch die Lichtintensität und den verwendeten Kontrastmechanismus bedingt ist.



**Abbildung 16:** a) zweidimensionale Intensitätsabbildung des Beugungsbildes einer Punktlichtquelle (Airy-Scheibchen); daraus abgeleitete Auflösungskriterien nach b) Rayleigh und c) Sparrow.

### 2.5.7.2.3 Auflösung eines SNOM

Da es sich bei den bisherigen Überlegungen zur Auflösung bei einem klassischen optischen Mikroskop um den Bereich des Fernfelds handelt, sind diese nicht direkt übertragbar auf ein SNOM. Der Unterschied, der letztendlich auch das größere Auflösungsvermögen dieser Instrumente ausmacht, besteht darin, dass hier das Fernfeld, also die Fraunhoferbeugung einer Punktlichtquelle (der Apertur), keinen auflösungsbestimmenden Einfluss mehr hat. Vielmehr ist die Auflösung durch das serielle Aufzeichnungsverfahren, dem Abrastern des Objekts, bei dem die Information für jeden Punkt der Probe einzeln aufgezeichnet wird, auf Grund der Pixeldichte des entstandenen Bildes eingeschränkt. In der Praxis ist die Auflösung allerdings vorrangig durch die Abmessungen der verwendeten Sonde limitiert.

### 2.5.7.2.4 Aufbau eines SNOM

Zu einem SNOM gehört ein entsprechender Wellenleiter, mit dem die später beschriebenen Modi realisiert werden. Hierbei handelt es sich um den wichtigsten Teil des Messaufbaus, mit dessen Hilfe die optische Auflösung ermöglicht wird. Dieser wird häufig durch eine Glasfaser realisiert, die durch Verjüngung zu einer Spitze mit einem Radius, der geringer als der

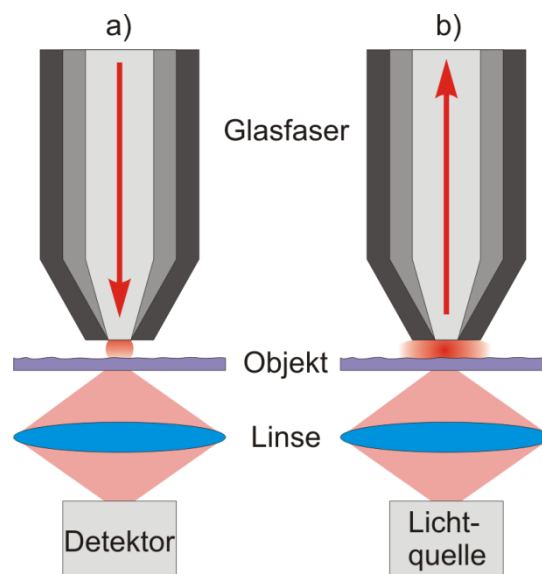
## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

sogenannte Cut-off-Radius ist, geformt wird. Unterhalb dieses Radius ist keine reguläre Wellenleitung mehr möglich; das Licht wird absorbiert oder reflektiert. Diese Spitzen werden entweder durch thermisches Ziehen oder durch Ätzen hergestellt und anschließend mit Metall beschichtet. Eine weitere Möglichkeit ist die Nutzung einer AFM-Spitze als Wellenleiter. Hierbei wird eine AFM-Spitze „durchbohrt“ und dann mit einem Laser beleuchtet. Das Loch in der Spitze dient dabei als Apertur und mit der AFM- Fähigkeit dieser Struktur lässt sich gleichzeitig die Topografie bestimmen.

Neben der Unterscheidung nach Wellenleitern lässt sich ein SNOM ebenfalls anhand der Messart in drei Gruppen unterteilen: Transmissions-, Reflexions- und aperturlose [90] Mikroskope, wobei nur die ersten beiden hier vorgestellt werden sollen.

### 2.5.7.3 Transmissions-SNOM

Ausschlaggebend an einem Transmissions-SNOM ist, dass sich Lichtquelle und Detektor auf verschiedenen Seiten der Probe befinden, diese also durchleuchtet wird. Hierbei dient die Lichtquelle oder der Detektor als Apertur. Als Nahfeldsonde wird dabei, wie zuvor beschrieben, eine metallbeschichtete Glasfaser Spitze, ein transparenter Cantilever oder eine selbstleuchtende bzw. fotosensitive Mikrospitze verwendet. In Abbildung 17 sind exemplarisch zwei verschiedene Varianten des Transmissions-SNOM dargestellt.



**Abbildung 17: Verschiedene Varianten des Transmissions-SNOM: a) „klassisches“ Apertur-SNOM mit Beleuchtung durch eine Faser (a-SNOM) und b) Sammel-Modus SNOM mit Detektion über eine Faser.**

Im klassischen Modus wird Licht durch die Apertur am äußersten Ende einer speziell präparierten Glasfaser geleitet, deren Nahfeld mit der Probe wechselwirkt. Als Information wird die Intensität, Polarisation oder Frequenzverschiebung des Lichts dann im Fernfeld

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)

detektiert (Abbildung 17a). Dabei findet eine Abschwächung des Lichts von mehreren Größenordnungen statt. Diese Konfiguration ist die älteste [80] und am weitesten verbreitete.

Beim Sammelmodus handelt es sich um die Umkehrung der oben beschriebenen Konfiguration [91]. Hierbei findet eine großflächige Beleuchtung der Probe aus dem Fernfeld statt, wobei nur ein kleiner Teil des Lichts von der Apertur eingesammelt wird (Abbildung 17b). Im Vergleich zum eingestrahlt Licht ist die Intensität des gesammelten Lichts nur sehr klein [92].

Da nur ein sehr geringer Teil der für eine optische Charakterisierung interessanten Objekte transparent ist und sich somit nicht im Transmissionsmodus untersuchen lässt, ist auch ein Reflexionsverfahren entwickelt worden.

### **2.5.7.4 Reflexions-SNOM**

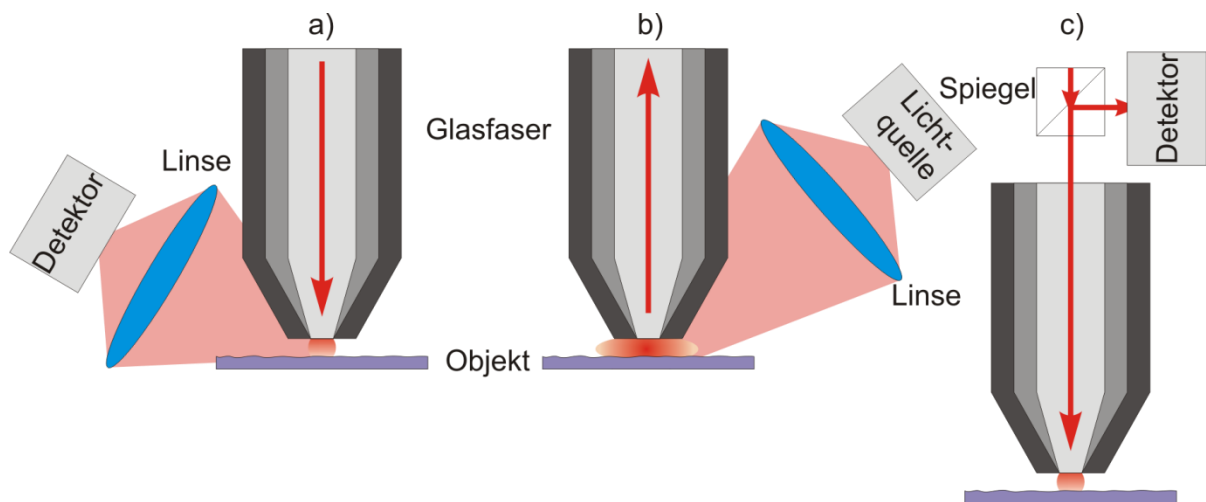
Besonders im Bereich der Halbleiterbauelemente gibt es relativ wenig transparente Strukturen. Um aber dennoch optische Untersuchungen durchführen zu können, müssen sich Lichtquelle und Detektor auf derselben Seite des Objektes befinden und die Reflexion als Messverfahren auszunutzen [93].

Die in Abbildung 18a dargestellte Konfiguration benutzt den gleichen Aufbau wie beim konventionellen Transmissions-Apertur-SNOM, die Detektion des in diesem Fall von der Probe reflektierten Lichts findet jedoch im Fernfeld mit Hilfe einer Sammellinse [103, 104] statt. Hiermit lassen sich besonders Halbleiterstrukturen, wie z.B. Fotodetektoren [94] oder Solarzellen [95], mit hoher lateraler Auflösung untersuchen.

Der Sammelmodus funktioniert ebenfalls in der gleichen Weise wie beim zuvor beschriebenen Transmissions-SNOM [96]. Dieser Aufbau wird z.B. auch für Untersuchungen an selbstleuchtenden Proben benutzt [97; 98].

Eine Kombination aus den beiden Modi stellt der in Abbildung 18c dargestellte Faser-Reflexions-Modus dar. Über einen Strahlteiler wird, außerhalb oder in der Glasfaser, das eingestrahlt vom reflektierten Licht getrennt. Der Vorteil dieser Methode ist der Verzicht auf zusätzliche optische Komponenten in der Nähe der Nahfeldsonde.

## 2 Nanoanalytik/Atomkraftmikroskopie (AFM)



**Abbildung 18: Verschiedene Varianten des Reflexions-SNOM: a) SNOM mit Beleuchtung durch eine Faser (R-SNOM), b) Sammel-Modus SNOM mit Detektion über eine Faser und c) mit Beleuchtung und Detektion über eine Faser.**

Anwendungen für SNOM reichen von biologischen Fluoreszenzmessungen an DNA [99] bis zu Untersuchungen von Solarzellen [95] und Fotodetektoren [94] im Halbleiterbereich.

Die hier vorgestellten Zusammenhänge sollen einen kurzen Einblick in das sehr komplexe Thema der optischen Rasternahfeldmikroskopie geben. Weiterführende Informationen sowie nähere Erläuterungen können in verschiedenen Übersichtsartikeln [100; 101; 102] und in Büchern [103; 104] gefunden werden.

## 2.6 Zusammenfassung der Analyseverfahren

Bei den in dieser Arbeit vorgestellten Analyseverfahren handelt es sich ausschließlich um Methoden zur Nanoanalytik. In der folgenden Tabelle soll schließlich ein Überblick über die vorgestellten Verfahren gegeben werden, der die Unterschiede in Sondenart und Auflösungsvermögen aufgezeigt sowie Vor- und Nachteile der Analyseverfahren nennt. Die grauhinterlegten Verfahren eignen sich dabei zur Integration in die NPM-Maschine, da diese nicht auf besondere Bedingungen wie z.B. eine Vakuumumgebung angewiesen sind.

**Tabelle 2: Überblick über die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Nanoanalyseverfahren**

Name	Sondenart	Information	Auflösung	Vorteil/Nachteil
REM	Elektronen	Bild der Oberfläche	1 nm [105]	+ hohe Tiefenschärfe - Vakuumaufbau
TEM	Elektronen	Bild einer Schicht	atomar [106]	+ sehr hohe Auflösung - hoher Probenpräparationsaufwand
EDX	Elektronen/ Röntgenstrahlen	Material	lateral: wie REM/TEM Tiefe: <1 µm	+ einfache Integrierbarkeit - geringe Oberflächensensitivität
AES	Elektronen	Material	lateral: 10 nm Tiefe: <5 nm [107]	+ hohe Oberflächensensitivität - UHV-Aufbau
AFM <i>contact</i>	Taktil durch Kontakt zur Oberfläche	Oberflächenprofil	atomar [108]	+ sehr hohe Auflösung - große Beanspruchung der Oberfläche
AFM <i>non-contact</i>	Taktil über van der Waals Kräfte	Oberflächenprofil	atomar [109]	+ sehr hohe Auflösung - höherer Messaufwand

## 2 Nanoanalytik/Zusammenfassung der Analyseverfahren

<b>Name</b>	<b>Sondenart</b>	<b>Information</b>	<b>Auflösung</b>	<b>Vorteil/Nachteil</b>
KPFM	Elektrostatische Kräfte	Austrittsarbeit	<50 nm [45]	+ hohe Auflösung - Einfluss der Topografie
EFM	Elektrostatische Kräfte	Elektrostatische Eigenschaften	<50 nm [45]	+ hohe Auflösung - Einfluss der Topografie
MFM	Magnetische Kräfte	Magnetische Eigenschaften	<50 nm [110]	+ hohe Auflösung - Einfluss der Topografie
PFM	Taktil durch Kontakt zu Oberfläche	Piezoelektrische Eigenschaften	<10 nm [111]	+ hohe Auflösung - kleine Signale
Spektroskopie Kraft-Weg	Allg. Kräfte	Elastische Eigenschaften	25 nm [74]	+ hohe Auflösung - Positionierungs- ungenauigkeit
Spektroskopie Strom-Spannung	Spannung zwischen Spitze und Probe	Elektrische Eigenschaften	25 nm	+ hohe Auflösung - unbekannter Kontaktwiderstand
SNOM	Licht	Optische / strukturelle Eigenschaften	100 nm [81]	+ hohe Auflösung - großer experimenteller Aufwand



### **3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine**

Da die Verbindung zwischen Makro- und Nanowelt in der jüngeren Vergangenheit immer wichtiger wurde, wird seit längerer Zeit an der Entwicklung von ultrapräzisen Nanopositionier- und Messmaschinen (NPM-Maschinen) mit Stellwegen bis zu einigen Zentimetern bei gleichzeitiger Auflösung von bis zu 0,1 nm zum Ausmessen größerer dreidimensionaler Objekte gearbeitet (Tokyo University [112], Eindhoven University [113], TU-Ilmenau [114]). Um keine Beschränkung dieser Maschinen auf topologische Messungen zu haben, ist eine Erweiterung auf weiterführende Methoden notwendig, die zu den Prinzipien der NPM-Maschine nicht im Widerspruch stehen. Die Kombination der AFM-Gerätetechnik mit einer NPM-Maschine kann so die Beschränkungen beider Gerätetypen bezüglich Messbereich und Messmodi überwinden und so die Vorteile der beiden Systeme unter einer Plattform vereinen.

Die bisher vorgestellten AFM-Messverfahren, insbesondere die sogenannten Sondermodi, hängen stark von der exakten Bestimmung der Topografie ab, somit wäre die Nutzung mehrerer, unterschiedlicher Spitzen, die jeweils für die eigentliche Aufgabe optimiert sind, von Vorteil für die Reproduzierbarkeit und Unsicherheit auf einem zur Verfügung stehenden Messfeld im Bereich von einigen mm<sup>2</sup>. Ebenso handelt es sich bei dem Prinzip der NPM-Maschine um ein Messsystem, das in der Lage ist, absolute Werte zu bestimmen. Dieses steht im Gegensatz zu AFM, wo nur vergleichende Messungen zwischen zwei benachbarten Gebieten durchgeführt werden können.

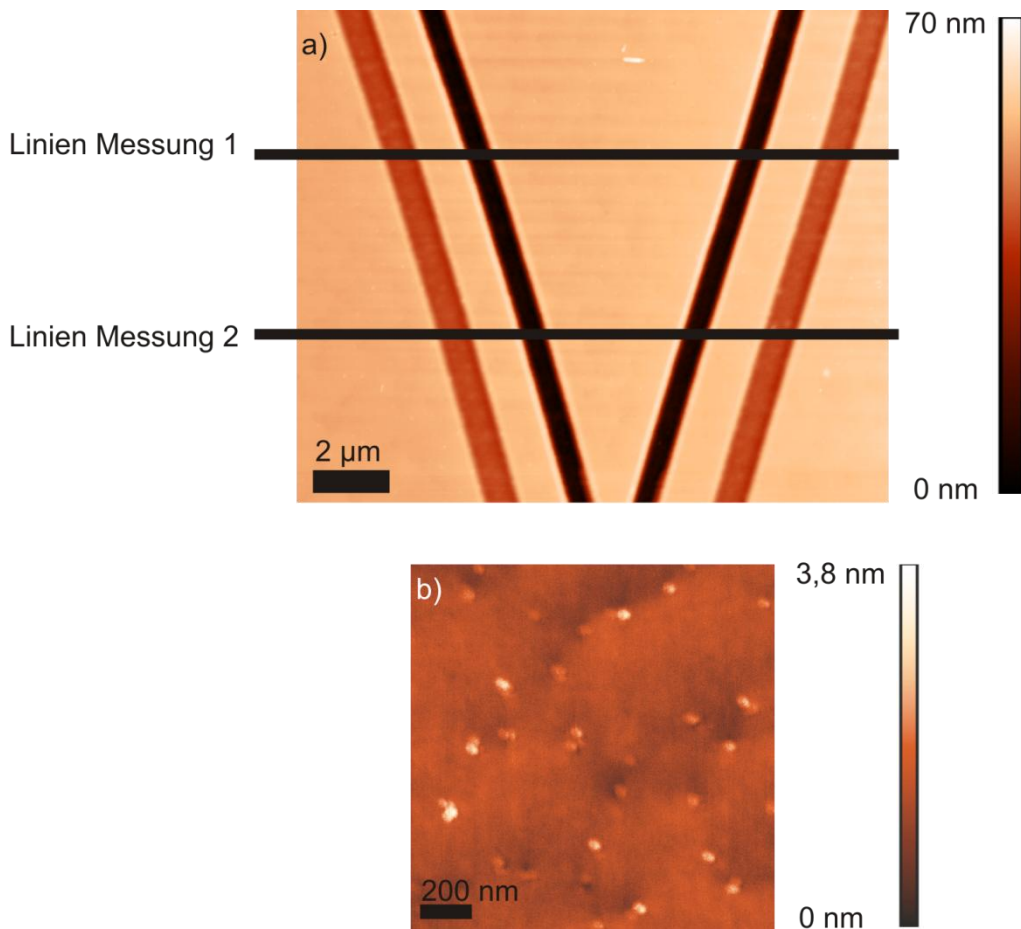
Um die sehr hohen Anforderungen an die Positioniergenauigkeit einer Nanopositionier- und Messmaschine zu erfüllen, ist die Kenntnis der exakten Lage der AFM-Spitze nötig. Die Fertigungstoleranzen und Abweichungen beim Spitzenwechsel, die zu nicht vorhersagbaren Verschiebungen der Position führen können, lassen eine so genaue Positionierung, wie in der NPM-Maschine gefordert wird, jedoch noch nicht zu. Aus diesem Grund ist eine vorherige Referenzierung der AFM-Spitze an Referenzmarken nötig. Die Möglichkeit, verschiedene Eigenschaften mit unterschiedlichen AFM-Spitzen bestimmen zu können, erlaubt weiterhin eine Referenzierung für alle vorhandenen Messmodi.

#### **3.1 Oberflächenbestimmung**

Für eine genaue Messung der Topografie und eine reproduzierbare Positionierung der Spitze an einer bestimmten Stelle ist eine hierarchische Referenzierungsstrategie nötig. Hierfür wurde eine Kombination aus selbstorganisierten Nanoobjekten und prozessierten V-Strukturen hergestellt. Damit ist es möglich, eine Grob- und Feinpositionierung durchzuführen und somit die exakte Position der AFM-Spitze zu bestimmen. Die in

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Optische Rasternahfeldmikroskopie (SNOM)

Abbildung 19a dargestellte V-Struktur dient dabei mit den genau definierten und zuvor bestimmten Abmessungen der Grobpositionierung. Es werden dazu in gewissem Abstand zueinander zwei Linien-Messungen durchgeführt, aus deren Profilen sich ein virtueller Schnittpunkt der V-Struktur berechnen lässt [115]. Um die hohe Präzision der NPM-Maschine zu erreichen, ist zusätzliche eine Feinpositionierung nötig. Hierfür wird definiert vom virtuellen Schnittpunkt ausgehend zu einem zusätzlichen Messfeld gefahren (Abbildung 19b). In diesem Messfeld lässt sich nun an Hand von selbstorganisiert aufgewachsenen Nanoobjekten die Feinpositionierung durchführen und so die benötigte Unsicherheit für die NPM-Maschine erzielen.



**Abbildung 19:** Hierarchisch aufgebaute Struktur zur Bestimmung der AFM-Spitzenposition mit a) V-Struktur zur Grobpositionierung und b) selbstorganisiert aufgewachsenen Nanoobjekten (SiC) zur Feinpositionierung.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Optische Rasternahfeldmikroskopie (SNOM)

Zur Herstellung der Strukturen wurde auf ein *Focused Ion Beam* - Verfahren zurückgegriffen, indem zwei parallele Gräben in die Oberfläche geschnitten wurden. Die parallelen Linien wurden mit einem Öffnungswinkel von  $30^\circ$  zu der V-Struktur ergänzt. Die Gräben wurden mit einer Breite von  $1,5\ \mu\text{m}$  und einer Tiefe von bis zu  $70\ \text{nm}$  hergestellt [115]. Durch die Vielseitigkeit des *Focused Ion Beam* - Verfahren ist es möglich, die V-Struktur auf nahezu jedem beliebigen Substrat zu erzeugen und damit sehr flexibel in der Anwendung und Herstellung solcher Strukturen zu werden.

## 3.2 Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

### 3.2.1 Leitfähigkeit von GaN-Nanodrähten

Neben der Topografie-Bestimmung sollen, wie bereits erwähnt, weitere Messverfahren auf AFM-Basis in die NPM-Maschine integriert werden. In den folgenden Abschnitten werden anhand von Beispielen verschiedene AFM-basierende Verfahren vorgestellt, die für die spätere Integration in die NPM-Maschine geeignet sind. Eine sehr anspruchsvolle Anwendung ist die Leitfähigkeitsmessung von GaN-Nanodrähten über die Aufnahme von Strom-Spannungs-Kennlinien, was als Modellsystem zur elektrischen Charakterisierung von Nanostrukturen dienen soll. Um die Ergebnisse an den GaN-Nanostrukturen korrekt interpretieren zu können, werden zunächst die grundlegenden Eigenschaften von GaN-Schichten eingeführt.

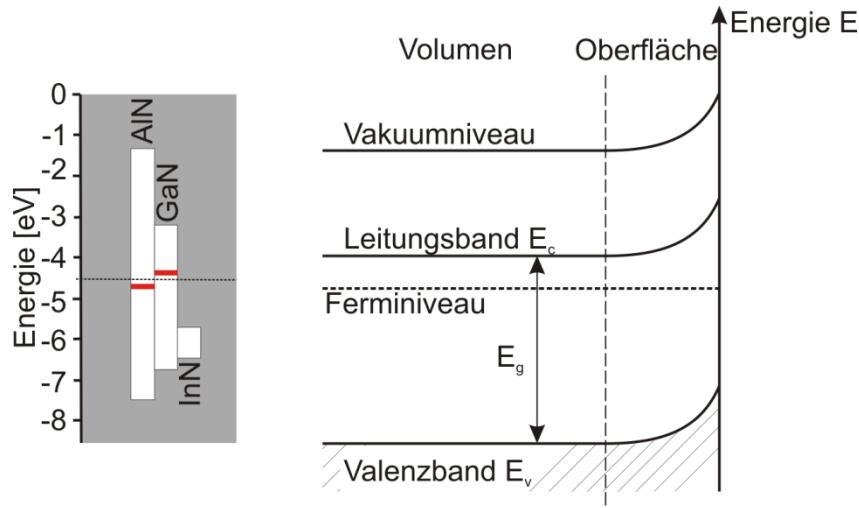
Galliumnitrid (GaN) wird seit den 70er Jahren als ein vielversprechendes Material für optoelektronische Bauelemente im blauen und ultravioletten Spektralbereich angesehen und ist seit der Entwicklung der blauen LED sowie später dem ersten blauen Halbleiterlaser in seiner Marktfähigkeit immer bedeutender geworden. Besonders durch die Legierungen mit Aluminium und Indium eröffnet GaN mit einem einstellbaren Bereich der Bandlücke von 0,7 eV bis 6,1 eV eine fast unbegrenzte Einsetzbarkeit in diesem Gebiet [116; 117]. GaN existiert in drei unterschiedlichen Kristallstrukturmodifikationen, wobei die hexagonale Wurzitstruktur die häufigste ist. Diese  $\alpha$ -Phase oder auch 2H-GaN-Phase ist unter Normalbedingungen die thermodynamisch begünstigte Struktur und besitzt eine Bandlücke von 3,4 eV [117]. Weitere Möglichkeiten sind die Zinkblendestruktur [117; 118] und die NaCl-Struktur [119], auf die in dieser Arbeit allerdings nicht näher eingegangen werden sollen.

Die Eigenschaft, die GaN-Nanoobjekte besonders für Analysen mit einer NPM interessant macht, ist die Verarmungszone, die sich an der Oberfläche ausbildet. Da Nanoobjekte durch die geringen Abmessungen eine nahezu ideale Struktur aufweisen, lassen sich so die Materialeigenschaften genauer charakterisieren.

Diese Verarmungszone wird durch das Festhalten des Fermi-niveaus an der Oberfläche verursacht. Von C. van de Walle et al. wurden dazu Berechnungen zur sogenannten Fermi-Stabilisierungsenergie (*branch point*) angestellt [120]. Hierbei handelt es sich um einen energetischen Punkt, der charakteristisch für jedes Material ist und bei dem sich Defekte energetisch einordnen (Abbildung 20). Da sich dieser Punkt bei GaN wie bei den meisten Halbleitermaterialien in der Bandlücke befindet, kommt es zu einer Bandverbiegung nach oben und damit zu einer Verarmungszone an der Oberfläche. Durch Untersuchungen mit Sauerstoff an der Oberfläche von GaN Schichten wurde diese theoretische Berechnung

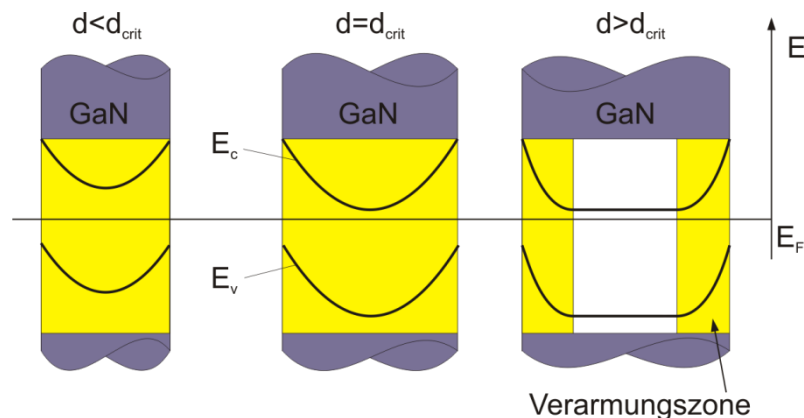
### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

durch Messungen bestätigt [121; 122]. Weitere Informationen zur Verarmungszone und dem *Fermi level pinning* lassen sich bei J. Ma et al. [123], C. I. Wu et al. [124], S. J. Cho et al. [125] oder J. P. Long et al. [126] finden. Hier wird auch genauer auf die physikalischen Mechanismen eingegangen.



**Abbildung 20:** Links: Energielage der Bandlücke von AlN, GaN und InN und Kennzeichnung des „branch point“ (roter Balken) [120]. Rechts: Die dadurch verursachte Bandverbiegung an der Oberfläche von GaN [122].

Überträgt man die Eigenschaften einer Schicht auf ein dreidimensionales Gebilde, ergibt sich ein interessanter Effekt. Bei einer Schicht wird davon ausgegangen, dass es ein Volumen mit einer Oberfläche gibt, die jeweils zugehörige Eigenschaften und Effekte aufweisen. Dieses trifft bei einem Körper logischerweise nicht mehr zu, da sich hier auf allen Seiten des Körpers Oberflächeneffekte bemerkbar machen. Durch Skalierung der Abmessungen lässt sich der Körper auf ein quasi eindimensionales Objekt reduzieren, das praktisch nur noch Oberflächeneffekte aufweist. Ein hierfür entsprechendes Modell ist in Abbildung 21 exemplarisch für einen Nanodraht dargestellt.

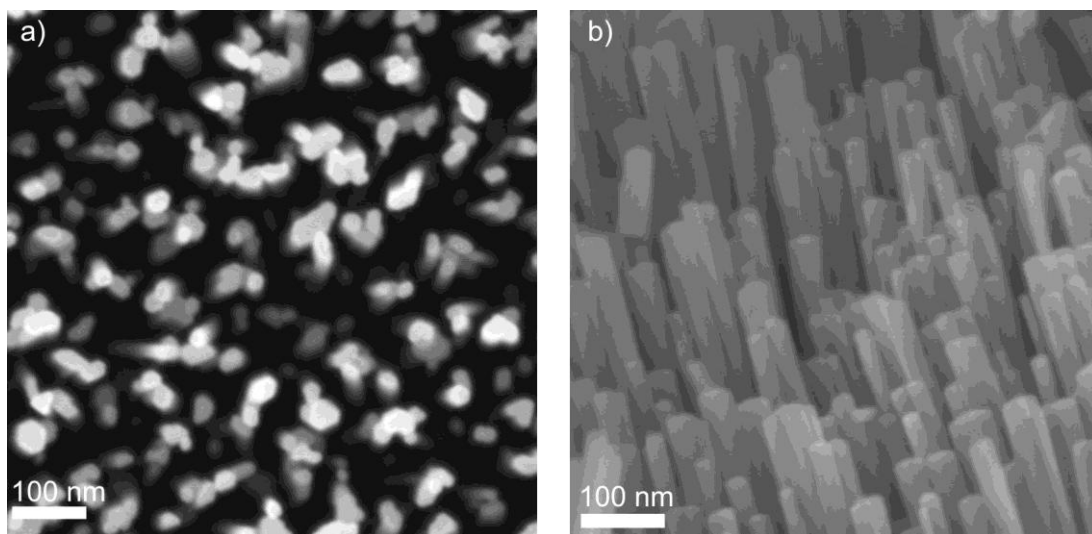


**Abbildung 21:** Bändermodell für einen GaN-Nanodraht unterschiedlichen Durchmessers mit Kennzeichnung der Verarmungszone an der Oberfläche (gelb). [127].

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Dieses Modell beschreibt die Reduktion des Durchmessers des Nanodrahts, wodurch ab einem bestimmten Wert, dem kritischen Durchmesser ( $d_{\text{crit}}$ ), die zuvor beschriebene Verarmungszone der Oberfläche den gesamten Draht ausfüllt. Durch weitere Reduktion der Abmessungen werden die elektrischen Eigenschaften folglich nur noch durch die Verarmungszone bestimmt [127]. Zur Charakterisierung dieser Nanodrähte kommen nur Nanoanalyseverfahren in Frage, da es sich um Durchmesser von nur einigen Nanometern handelt, die angetastet werden müssen.

Zur Herstellung von GaN Nanodrähten eignen sich CVD- [128; 129] und MBE-Verfahren [130; 131], wobei im Rahmen dieser Arbeit nur Nanodrähte verwendet wurden, die mit einer plasmaunterstützten Molekularstrahlepitaxie (PAMBE) hergestellt wurden. Hierfür wurde über einen selbstmaskierenden Prozess auf einem leitfähigen n-type Siliziumsubstrat GaN mit einer Wachstumsrate von  $0,15 \frac{\mu\text{m}}{\text{h}}$  abgeschieden [130]. Mit diesem Verfahren wurden einzelne, senkrecht freistehende Nanodrähte erzeugt, wie sie exemplarisch in Abbildung 22 dargestellt sind. Die Durchmesser der Drähte lagen bei den untersuchten Drähten zwischen 20 und 80 nm. Die mittels REM bestimmte Länge reichte von 300 bei 1000 nm, wobei hier zu bemerken ist, dass die Längenschwankung innerhalb einer Probe wesentlich geringer war und es sich um Proben mit unterschiedlicher Wachstumszeit handelte.

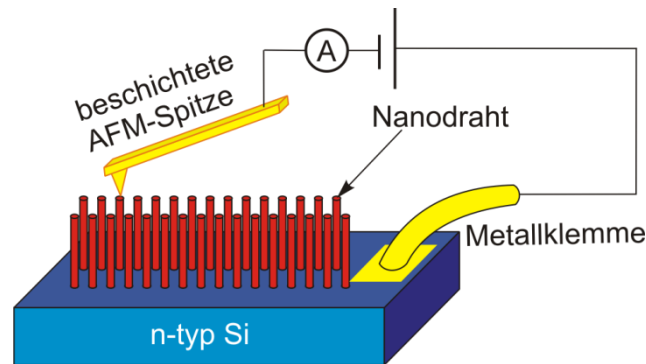


**Abbildung 22: a) Draufsicht auf senkrecht gewachsene GaN-Nanodrähte. b) Seitenansicht der GaN-Drähte durch Kippen der Probe im REM.**

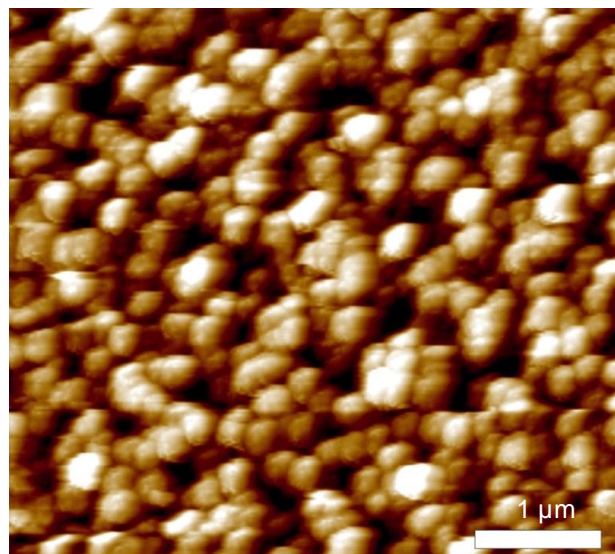
Die am häufigsten angewendete Technik zur elektrischen Charakterisierung von Nanodrähten ist die Präparation mit Hilfe der Elektronenstrahlithografie, wobei die Nanodrähte auf ein nichtleitendes Substrat aufgebracht werden und die Kontaktierung der Drähte mit gesputterten Goldkontakten erfolgt [132; 133]. Diese Technik hat den Nachteil einer möglichen Beeinflussung der Verarmungszone durch die Strahlenbelastung der

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Elektronenstrahlolithografie und des Sputterprozesses sowie durch eventuelle Kohlenstoffabscheidung auf den Nanodraht [134; 135]. Zur Ermittlung der im Folgenden vorgestellten Ergebnisse wurde die in Kapitel 2.5.6 beschriebene AFM Technik mit der Möglichkeit der Spektroskopie genutzt (Abbildung 23). Der Vorteil dieser Methode ist das zerstörungsfreie Messen der Nanodrähte, sodass keine Präparation der Proben erfolgen muss, sondern die Nanodrähte so untersucht werden können, wie sie gewachsen wurden.



**Abbildung 23:** Modell des verwendeten Messaufbaus mit einer leitfähigen AFM-Spitze zur Aufnahme einer I/U-Kennlinie eines einzelnen Nanodrahts.



**Abbildung 24:** *non-contact* AFM-Aufnahme der vertikalen Nanodrähte zur Auswahl eines einzelnen geeigneten Messobjekts.

Da dieses Verfahren zum Zeitpunkt der Arbeit noch nicht in die NPM-Maschine integriert war, wurden die Messungen auf einem kommerziellen AFM der Firma NT-MDT durchgeführt. Um dennoch eine Lokalisierung der Nanodrähte und eine anschließende Positionierung der AFM-Spitze zu ermöglichen, wurde ein *non-contact* Scan an den zu vermessenden Drähten durchgeführt. Ein entsprechendes Bild ist in Abbildung 24 dargestellt. Anhand dieses Bildes lässt sich die beschichtete AFM-Spitze gezielt auf der Oberseite der senkrechten Nanodrähte absetzen. So konnte, wie in Abbildung 23 schematisch dargestellt, ein

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Stromkreis zwischen Nanodrahtoberseite und dessen Boden geschlossen werden, wobei der Rückkontakt über das leitfähige Siliziumsubstrat erfolgte. Als Beschichtungen der AFM-Spitze wurden Schichten aus 20-30 nm Gold (Au), Platin (Pt) oder Kobalt (Co) verwendet.

Da es bei dem Kontakt zwischen Halbleiter und Metall mit unterschiedlicher Austrittsarbeit zu einem Schottky-Kontakt kommt [46; 136], besitzen die mit diesem Messverfahren ermittelten I/U-Kennlinien ein ebensolches Verhalten. In Abbildung 25a sind beispielhaft die I/U-Kennlinien für verschiedene Kontaktmaterialien dargestellt. Über die Auswertung der Schwellspannungen lässt sich, wie in Kapitel 2.5.3.2 bereits kurz beschrieben, die Austrittsarbeit der Metalle bestimmen. Die Ergebnisse werden in Abbildung 25 zusammenfassend dargestellt. Hierbei wurden Literaturwerte sowie Herstellerangaben für die Austrittsarbeit den gemessenen Werten der Schwellspannung gegenüber gestellt. Es ist zu erkennen, dass eine Abhängigkeit zwischen Schwellspannung und Austrittsarbeit besteht, die jedoch, wenn man die absoluten Werte betrachtet, zu groß ist. So steht bei Gold mit einer Austrittsarbeit von 4,8 eV und Platin (5,3 eV) eine Differenz in der Austrittsarbeit von 0,5 eV einer Änderung in der Schwellspannung von 2 V gegenüber [137; 138].

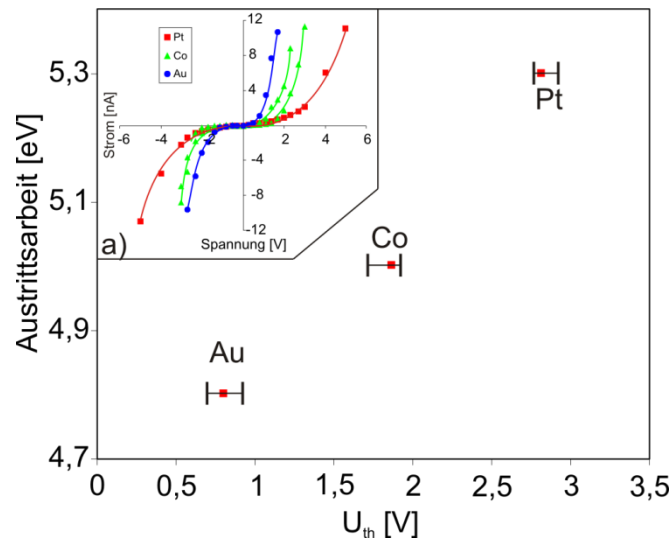
Der Grund hierfür liegt zum Teil in den sehr kleinen Abmessungen der Kontaktfläche. So wurde von verschiedenen Gruppen beobachtet, dass die gemessene Austrittsarbeit stark von der Kontaktfläche abhängig ist. W. I. Park et al. [139] beobachtete bei einem ähnlichen Messverfahren an ZnO-Nanodrähten diesen Zusammenhang, den er als „*Schottky nanocontact*“ bezeichnete. Zurückzuführen ist dies auf den Punktkontakt zwischen der AFM-Spitze und dem Nanodraht. Ein entsprechendes Modell wurde von D. M. Schaadt und E. T. Yu anhand ihrer Messungen an AlGaIn/GaN-Strukturen vorgestellt [140] und von Smit et al. [141] weiterentwickelt. Das Modell beschreibt ebenfalls ein asymmetrisches Verhalten der I-U-Kennlinien. So kommt es sowohl in Durchlassrichtung als auch in Sperrichtung zu einem Nichtohmschenverhalten, obwohl nur an der Grenzfläche GaN-AFM-Spitze ein Schottky-Kontakt vorhanden ist.

Die eigentliche Bestimmung des spezifischen Widerstands erfolgt über die Auswertung der Steigung der jeweiligen I-U-Kennlinie. Da eine Abhängigkeit des Widerstands vom Durchmesser erwartet wurde, war eine gleichzeitige Bestimmung des jeweiligen Drahtdurchmessers nötig. Ein bekannter Nachteil der AFM-Technik ist die durch die Geometrie der AFM-Spitze hervorgerufene Faltung zwischen dieser und der Oberfläche [142; 143]. Als Resultat kommt es so zu einer Kombination aus den Abmessungen des Objekts und der Form der Spitze. Diese Faltung verursacht eine Verfälschung des „realen“ Drahtdurchmessers und bedingt, dass der Durchmesser größer erscheint als er in Wirklichkeit ist. Über Rechenalgorithmen lässt sich auf die Form der AFM-Spitze

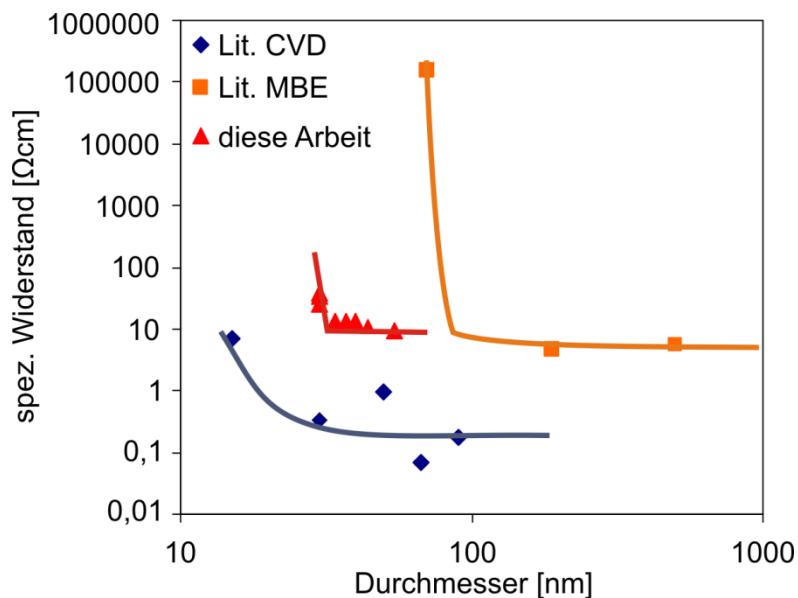


### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

zurückschließen und damit die reale Geometrie errechnen. Beispiele hierfür sind die *Blind Tip Estimation* (BTE) und der „fuzzy region growing algorithm“, die eine Entfaltung von Oberfläche und AFM-Spitze anwenden [142; 144; 145], wodurch sich der exakte Durchmesser des zu untersuchenden Nanodrahts bestimmen lässt. Die genaue Funktionsweise dieser Methoden zur Entfaltung werden in der Dissertation von T. Machleidt erläutert, die ebenfalls im Rahmen des Sonderforschungsbereichs 622 der TU Ilmenau angefertigt wird [146].



**Abbildung 25:** Austrittsarbeit der einzelnen Metalle über der Schwellenspannung  $U_{th}$  der I/U-Kennlinie. a) I/U-Kennlinien für unterschiedliche Metalle.



**Abbildung 26:** Vergleich des spez. Widerstandes von GaN-Nanodrähten, die von verschiedenen Gruppen mit unterschiedlichen Verfahren hergestellt wurden [128; 129; 131; 147; 148].

Somit ließ sich aus den elektrischen Messungen und der Geometrie des Nanodrahts der spez. Widerstand einzelner Nanodrähte ermitteln. Das Ergebnis ist mit verschiedenen

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Vergleichsmessungen anderer Gruppen in Abbildung 26 dargestellt. Zu bemerken ist hierbei, dass die Vergleichswerte für Nanodrähte, die mit CVD-Verfahren hergestellt wurden, von unterschiedlichen Gruppen stammen und die Trendlinie hierbei nur eine optische Hilfe darstellt, um das Modell zu verdeutlichen. Sowohl die Literaturwerte für mit CVD als auch für mit MBE hergestellte Drähte wurden, wie vorher beschrieben, auf konventionelle Weise mit Elektronenstrahlolithografie präpariert und charakterisiert.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass bei beiden Verfahren Anzeichen für einen kritischen Durchmesser zu erkennen sind. Die Ergebnisse der mit CVD gewachsenen Drähte zeigen dabei durchweg einen geringeren spezifischen Widerstand, was auf die bei diesem Verfahren übliche hohe Hintergrunddotierung zurückzuführen ist. Bei den MBE-Messungen, die von Calarco et al. [131] veröffentlicht wurden, wird ein kritischer Durchmesser von 85 nm angegeben, ab dem, wie beschrieben, die Verarmungszone den gesamten Draht ausfüllt und damit alleinig die elektrischen Eigenschaften bestimmt. So kommt es ab diesem Durchmesser zu einem drastischen Anstieg des spez. Widerstandes, wohingegen er oberhalb nahezu konstant bleibt. Dieser Effekt tritt bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Nanodrähten ebenfalls auf. Der durchschnittliche spez. Widerstand oberhalb des kritischen Durchmessers liegt mit  $11 \Omega cm$  auf einem ähnlichen Niveau wie bei Calarco et al. Der Wert für den kritischen Durchmessers dahingegen ist mit etwa 32 nm aber deutlich geringer. Da die Hintergrunddotierung in beiden Fällen ( $6,25 \cdot 10^{17} cm^{-3}$  Calarco et al. und  $5 \cdot 10^{17} cm^{-3}$  diese Arbeit) als etwa gleich angesehen werden kann, ist der Unterschied wohl auf die Kontamination bei der Präparation sowie die Beeinflussung der Verarmungszone durch den Elektronenstrahl zurückzuführen.

Genau hier liegt der Vorteil dieses AFM-basierten Messverfahrens in Kombination mit einer NPM-Maschine. Durch die hohe Positionierunsicherheit lässt sich ein bestimmter Draht präzise anfahren und damit auch messen. Die Geometriebestimmung kann dabei unabhängig von der Messung erfolgen und ist somit genauer. Besonders bei den hier vorgestellten Durchmessern von  $<30$  nm wäre die Analyse mit einer NPM-Maschine einfacher und genauer durchzuführen.

#### 3.2.2 Leitfähigkeit von InN-Nanodrähten

Diese Messmethode wurde weiterhin an InN-Nanodrähten durchgeführt, um hier ebenfalls den spez. Widerstand zu ermitteln. InN gehört wie GaN zu den Halbleitern der Gruppe-III-Nitride, hat aber im Bezug auf das elektrische Verhalten vollkommen unterschiedliche Eigenschaften. Der deutlichste Unterschied besteht in der Bandlücke, welche bei GaN mit 3,4 eV fast 5-mal so hoch ist wie bei InN mit 0,7 eV [116]. Neben diesem gibt es den für diese Messungen wichtigen Unterschied in der Raumladungszone an der Oberfläche des

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Materials. Da sich der sog. *branch point*, wie aus Abbildung 20 hervorgeht, bei InN im Leitungsband befindet, besitzt InN eine hohe elektrische Leitfähigkeit. Hierbei führen Defekte oder Verunreinigungen sowie Gitteranomalien an der Oberfläche zu einer Elektronenanreicherung und damit zu einer negativen Bandverbiegung.

Um diese Eigenschaft zu analysieren, wurde mit Hilfe der AES und weiteren Verfahren nachgewiesen, dass InN-Schichten eine solche Oberflächenanreicherungsschicht besitzen [116]. Diese Untersuchungen sollen im Folgenden kurz vorgestellt werden, da sie die Interpretation der Messergebnisse unterstützen.

Durch die AES sowie die Möglichkeit einer gleichzeitigen elektrischen Messung wurden zunächst der spezifische Widerstand der InN-Schicht und die genaue Peaklage von Indium bestimmt. Für die Durchführung der Messung wurden dünne Streifen der InN-Schichten mit metallischem Indium kontaktiert und, um weitere gleichzeitige Analysen durchführen zu können, in eine AES-Vakuumkammer geschleust [116; 149]. Durch eine Tiefenprofilierung, bei der die Schicht durch einen Argon-Ionenstrahl im Ultrahochvakuum in Lagen abgetragen wird, wurde der Querschnitt bei gleichzeitiger Messung immer weiter verringert. Somit ließ sich eine Ladungsträgerverteilung von der Oberfläche der InN-Schicht bis zum Volumen aufzeigen. Um auftretende Strahlenschäden so gering wie möglich zu halten, wurden  $\text{Ar}^+$ -Ionen mit geringer Energie (1keV) beschleunigt und unter einem sehr flachen Winkel von  $80^\circ$  auf die Oberfläche geschossen. Eine schematische Darstellung des verwendeten Aufbaus ist in Abbildung 27a) dargestellt. Die in Abbildung 27b) und c) dargestellten Widerstände entsprechen den konstanten Schichtwiderständen der InN-Schicht auf einem isolierenden Substrat. Hierbei sind die Widerstände  $R_1$  und  $R_2$  die Schichtwiderstände außerhalb des gesputterten Gebiets, wohingegen  $R_0$  einen von der Zeit bzw. der Sputtertiefe abhängigen Widerstand repräsentiert. Im Falle einer homogenen Leitfähigkeit  $\sigma$  kommt es zu dem in Formel (27) beschriebenen Verlauf für den Gesamtwiderstand der Schicht (Abbildung 28a):

$$R(z) = \frac{1}{\frac{1}{R_0} - \frac{w \cdot \sigma \cdot z}{L}} + R_{1,2}, \quad (27)$$

wobei L (Länge), w (Breite) und z (Tiefe) die geometrischen Abmessungen sind. Da es bei InN, wie bereits beschrieben, zu einer Elektronenanreicherung an der Oberfläche kommt, ist genau dieser berechnete Verlauf nicht zu erwarten. Es kommt zu dem in Abbildung 28b) gezeigten Verlauf: Mit Verringerung der Schichtdicke kommt es zu einem Anstieg des Widerstands; dabei weichen allerdings zwei Bereiche von dem berechneten Widerstandsverlauf ab. Zum einen kommt es in den ersten 5 nm des Tiefenprofils zu einer sehr starken Änderung des Widerstandes. Diese, in der Ausschnittvergrößerung in

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Abbildung 28b dargestellte Änderung zeigt, dass an der Oberfläche eine sehr leitfähige Schicht existiert.

Zum anderen kommt es zu einer deutlichen Verringerung des Widerstandes nach der Unterbrechung der Messung und der Lagerung der InN-Schicht an Luft. Bei Fortführung der Messung im Ultrahochvakuum kommt es erneut in den ersten 5 nm zu einem starken Anstieg des Widerstandes, bevor er anschließend auf den ursprünglichen nahezu linearen Trend zurückkehrt.

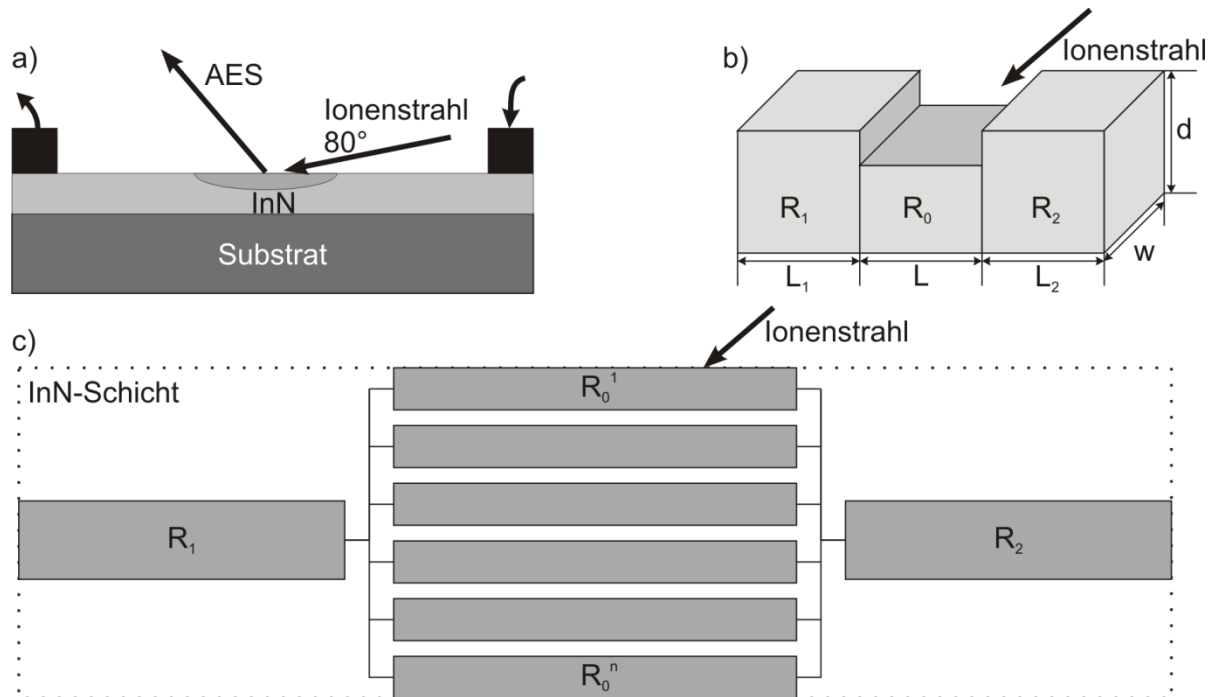
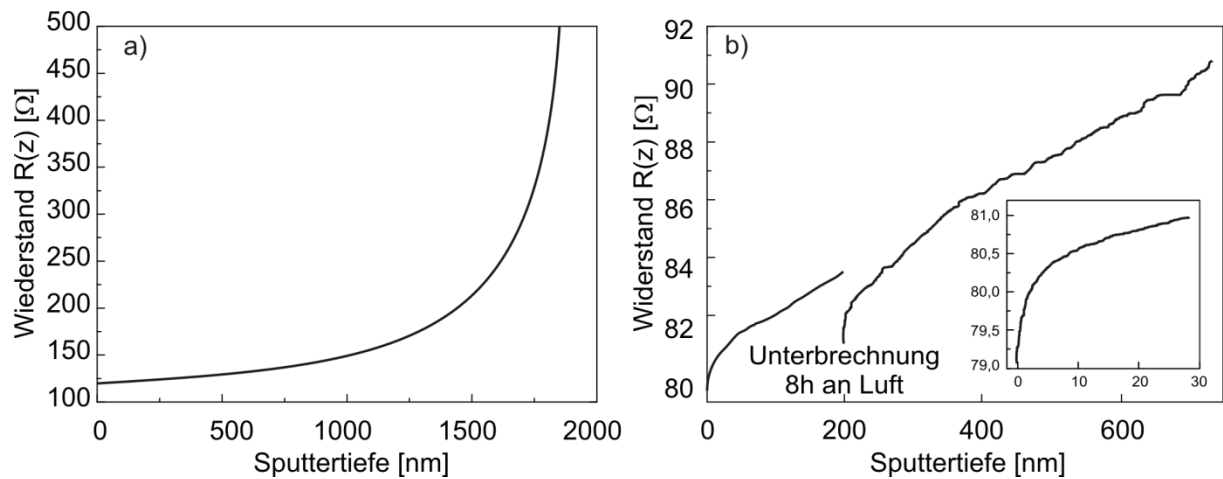


Abbildung 27: a) Analyseaufbau des zu untersuchenden InN-Streifens. b) Widerstandsdarstellung der Schicht c) mit entsprechendem Ersatzschaltungsbild der gesamten InN-Schicht auf einem nichtleitenden Substrat.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie



**Abbildung 28:** a) Berechneter Widerstand einer InN-Sicht über die Sputtertiefe mit über die Tiefe homogenen Leitfähigkeit  $\sigma$ . b) Gemessener Widerstand einer 1,8  $\mu\text{m}$  dicken InN-Schicht über die Sputtertiefe mit Ausschnittvergrößerung der ersten 30 nm [149].

Unter Berücksichtigung des in Abbildung 27c dargestellten Ersatzschaltbilds lässt sich das Leitfähigkeitsprofil  $\sigma(z)$  mit der Formel

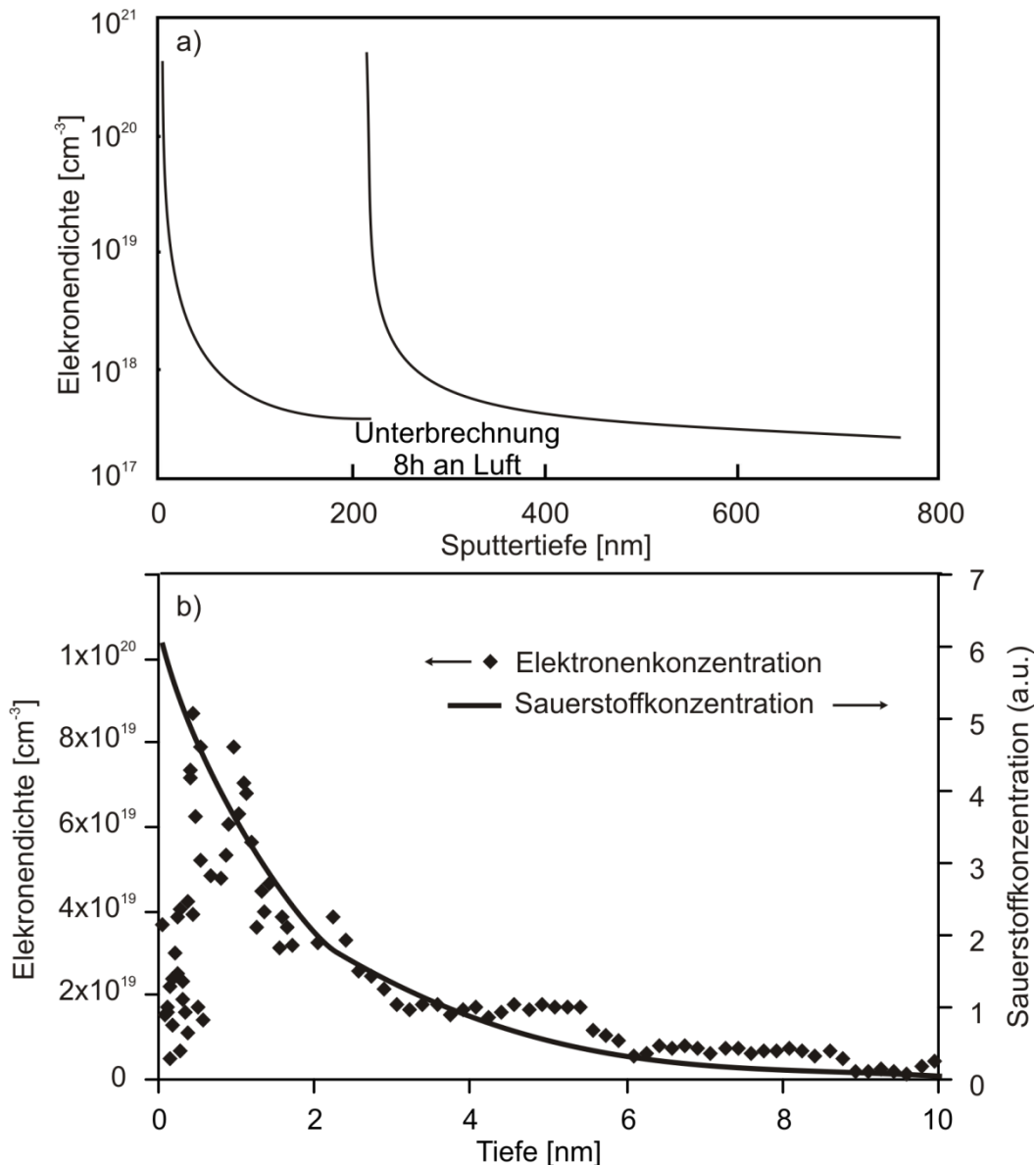
$$\sigma(z) = \frac{L}{w} \frac{d \left( \frac{1}{R_{sp}(z) - R_{1,2}} \right)}{dz} \quad (28)$$

berechnen, wobei  $R_{sp}(z)$  der Widerstand des gesputterten Gebiets und  $R_{1,2}$  der Widerstand der nichtgesputterten Gebiete sind.

Da die Oberflächenleitfähigkeit in InN überwiegend durch Elektronen verursacht wird, lässt sich deren Konzentration  $n$  mit  $\sigma = e \cdot \mu \cdot n$  bestimmen, wobei  $\mu$  die Mobilität der Elektronen ist. Die Mobilität wurde mit Hilfe von Hall-Messungen an InN-Schichten unterschiedlicher Dicke bestimmt [150], woraus sich die empirische Beziehung  $n = 8 \cdot 10^{13} \mu^{\frac{3}{4}}$  bestimmen lässt.

Die so berechnete Elektronenkonzentration über einen Teil der Schicht ist in Abbildung 29 dargestellt. Hier lässt sich deutlich die Anreicherung der Elektronen an der Oberfläche erkennen. Diese Anreicherung ist erneut nach der Unterbrechung und der damit verbundenen Aussetzung von Sauerstoff zu beobachten. Besonders der Verlauf der Sauerstoffkonzentration, der, wie in der Ausschnittvergrößerung von Abbildung 29 zu sehen ist, gleichsam mit der Elektronenkonzentration abnimmt, deutet darauf hin, dass Sauerstoff als Dotant wirkt und direkt an der Oberfläche freie Ladungsträger generiert. Desweiteren kommt es nach dem Entfernen der oxidierten Schichten zu einer Elektronenkonzentration, die mit  $\sim 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  annähernd mit dem Wert für sehr dicke InN-Schichten übereinstimmt [150].

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie



**Abbildung 29:** Aus dem Widerstand berechnete Elektronenkonzentration mit einer Ausschnittvergrößerung der ersten 10 nm der Schicht sowie der zugehörigen Sauerstoffkonzentration.

Da es sich dabei um einen reinen Oberflächeneffekt handelt, eignen sich InN-Nanodrähte wegen ihres hohen Oberfläche-zu-Volumenverhältnisses besonders für Untersuchungen der Leitfähigkeit mittels AFM.

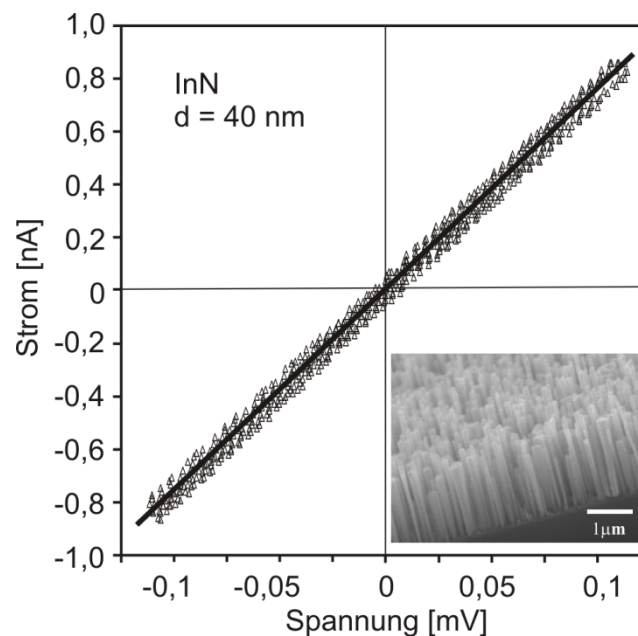
Der Messaufbau und die Parameter entsprechen den bereits zuvor in Kapitel 3.2 beschriebenen. Der in Abbildung 23 dargestellte Aufbau wurde durch einen Reihenwiderstand von  $10 \text{ M}\Omega$  ergänzt, um den hohen Strom, der sonst durch den geringen Widerstand von InN auftreten würde, zu begrenzen.

Die Durchmesser der InN-Nanodrähte lagen zwischen 40 und 120 nm bei einer Länge von 600 bis 1000 nm. Das Herstellungsverfahren ähnelt dem für die zuvor beschriebenen GaN-

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

Nanodrähte und basiert ebenfalls auf einem PAMBE-Prozess, mit dem die Drähte auf einem leitfähigen Siliziumsubstrat aufgewachsen werden [151].

Auf Grund der unterschiedlichen Materialeigenschaften von GaN und InN kommt es, wie erwartet, bei den hier untersuchten Nanodrähten zu einem völlig anderen Verhalten. Wie in Abbildung 30 gezeigt, folgt die I/U-Kennlinie der untersuchten InN-Nanodrähte einem linearen Verlauf. Somit ist im Gegensatz zu GaN der Verlauf der Kennlinie nicht abhängig vom Kontaktmaterial oder von der Kontaktfläche, was auf die sehr gute Leitfähigkeit der Oberfläche und damit der Kontaktfläche von InN zurückzuführen ist.



**Abbildung 30:** I/U-Kennlinie eines 40 nm InN-Nanodraht. Ausschnitt: REM Bild der InN-Nanodrähte [151].

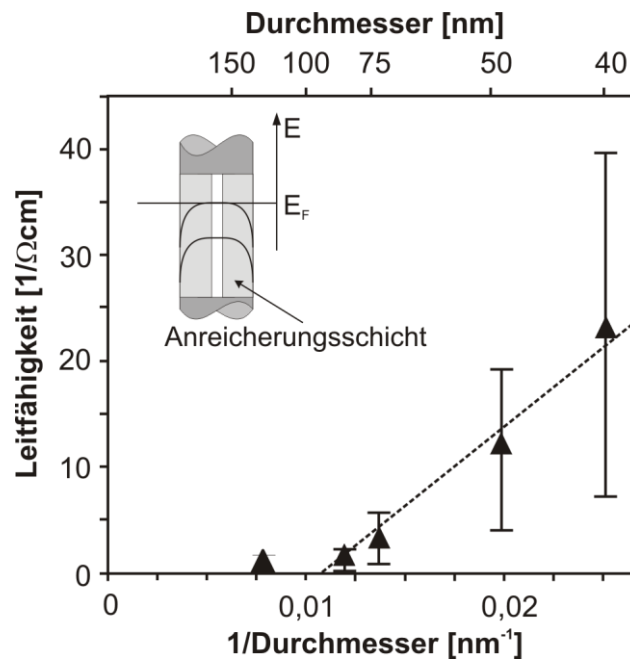
Die Abhängigkeit der Leitfähigkeit in Relation zum Durchmesser der InN-Drähte ist in Abbildung 31 dargestellt. Hierbei zeigt sich der nahezu lineare Verlauf in Abhängigkeit des inversen Durchmessers. Diese folgt dem Modell, das zwei unterschiedliche Leitfähigkeiten, die Oberflächen- und die Volumenleitfähigkeit verbindet. Dieses Modell lässt sich mit der Formel (29) beschreiben [152]:

$$\sigma = e\mu \left( n_{vol} + \frac{4N_S}{d} \right), \quad (29)$$

wobei  $\mu$  die Beweglichkeit,  $\sigma$  die Leitfähigkeit,  $n_{vol}$  die Ladungsträgerdichte im Volumen des Drahtes und  $N_S$  die Oberflächenladungsträgerdichte sind. Beide Ladungsträgerdichten können dabei als konstant angenommen werden. Da es sich bei den untersuchten Nanodrähten um InN mit sehr guter kristalliner Qualität handelt, kann davon ausgegangen werden, dass  $n_{vol}$  sehr viel kleiner als  $\frac{4N_S}{d}$  ist, was diesen im Summanden der Formel (29) dominant macht. Dies hat wiederum zur Folge, dass sich die Leitfähigkeit direkt proportional

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Elektrische Messung mit Atomkraftmikroskopie

zum inversen Durchmesser verhält. Für größere Durchmesser kann eine elektrische Leitung durch das Volumen nicht mehr ausgeschlossen werden, was das Verlassen des linearen Trends zur Folge hat [151].



**Abbildung 31: Vom Durchmesser abhängige Leitfähigkeit und schematische Darstellung eines InN-Nanodrahtes mit Kennzeichnung des Bandverlaufes.**

Das Modell einer Anreicherungsschicht an nichtpolaren Oberflächen, wie im Ausschnitt von Abbildung 31 dargestellt, ließ sich somit bestätigen und entspricht den theoretischen Berechnungen von D. Segev und C. G. van der Walle [153].

Von R. Calarco und M. Marso wurden ebenfalls Messungen an InN-Nanodrähten veröffentlicht [154]. Die Nanodrähte in diesem Artikel weisen allerdings eine viel höhere Leitfähigkeit auf, was jedoch auf die Präparation mit Elektronenstrahlolithographie zurückgeführt werden kann, wobei es zu Defekten im InN durch den Lithographieprozess selbst kommen kann.

Wie bereits bei den untersuchten GaN-Nanodrähten könnte eine in die NPM-Maschine integrierte AFM-Messung zu genaueren Ergebnissen führen, da so eine genauere Bestimmung der Abmessungen des einzelnen Nanodrahts möglich wäre.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass elektrische Messungen an Nanoobjekten mit dem AFM sinnvoll sind, da sich hierbei durch die nahezu ideale Kristallstruktur sowie die hohen Oberflächen-zu-Volumenverhältnisse elektrische Effekte wie Verarmungs- (GaN) oder Anreicherungszonen (InN) ideal charakterisieren lassen. Besonders das zerstörungsfreie sowie das nahezu einflussfreie Messen solcher Strukturen stellen hierbei einen Vorteil gegenüber anderen Verfahren wie z.B. Elektronenstrahlolithographie dar.



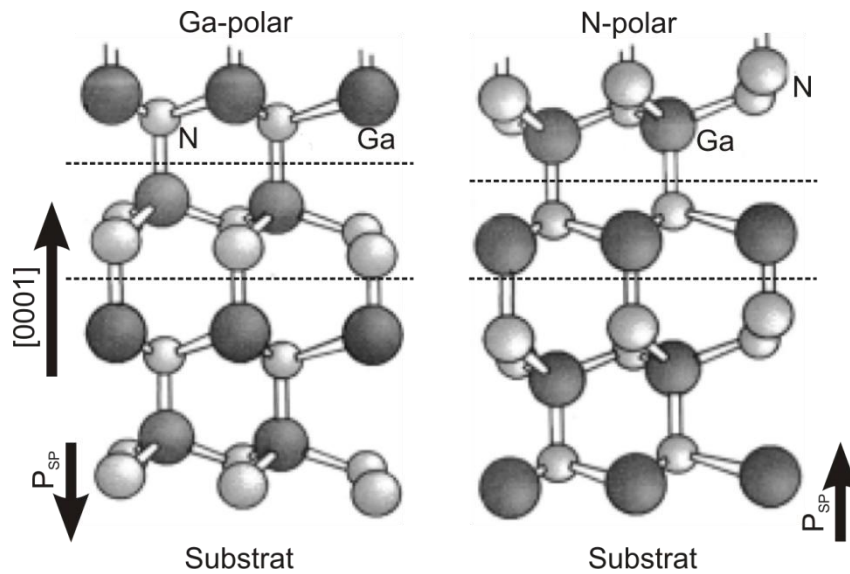
### 3.3 Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)

Ein weiterer Sondermodus der AFM-Technik, der sich zur Integration in die NPM-Maschine eignet, ist die Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM). Die Anwendungsmöglichkeit dieses Modus lässt sich gut anhand einer Materialeigenschaft der Gruppe-III-Nitride demonstrieren. Am besten ist dazu die sogenannte *Lateral Polarity* Heterostruktur (LPH) geeignet.

Da alle Gruppe-III-Nitride im System InN-GaN-AlN in der hexagonalen Modifikation einen polaren Charakter besitzen, wird in dieser Arbeit exemplarisch GaN betrachtet. In Abhängigkeit der Anordnung der Metall- und Stickstoffmonolage in einer Bilage in Bezug auf die Wachstumsrichtung des Kristalls bilden sich zwei unterschiedliche Polaritäten aus. Der Unterschied zwischen beiden Polaritäten besteht in der Anordnung der Metall- und Stickstoff-Monolage. Dabei bedeutet die Bezeichnung Ga-polar (*Ga-face*), dass die Bilage mit den Metall-Atomen zur Schichtoberfläche und mit den Stickstoff-Atome zum Substrat zeigt, im umgekehrten Fall wird diese als N-polare Schicht (*N-face*) bezeichnet (Abbildung 32).

Die Polaritäten lassen sich in gewissen Grenzen wählen. So kommt es beim Wachstum von GaN auf (0001) Saphir mittels MOCVD stets zur Ausbildung einer Ga-polaren Schicht [155; 156]. N-polares GaN lässt sich mit MOCVD nur unter besonderen Bedingungen wachsen und soll deshalb nicht weiter betrachtet werden [157]. Im Gegensatz dazu sind beim Wachstum mit MBE, je nach genutzten Prozessparametern, die Polaritäten unterschiedlich einstellbar. Bei der Bereitstellung der Stickstoffatome mit Hilfe von Ammoniak, der an der heißen Substratoberfläche ein Stickstoffatom abspaltet, stellt sich eine Ga-polare Schicht ein [158]. Bei der Verwendung von RF-Plasmaquellen zur Erzeugung von reaktivem Stickstoff ist die Polarität der gewachsenen Schichten von der Wahl der Pufferschicht abhängig. Durch das vorherige Wachstum einer hinreichend dicken AlN-Puffer-Schicht, vor dem Wachstum der GaN-Basisschicht, wird ebenfalls Ga-polares Wachstum erreicht. Durch Verwendung eines GaN-Puffer oder durch direktes Wachstum auf dem Substrat kommt es dahingegen zu N-polarem Wachstum von GaN [159; 160]. Dieser Fall wird auch als „invers“ bezeichnet, weil er im Gegensatz zu den „normal“ bei der MOCVD vorherrschenden Gegebenheiten steht. Im Falle einer zu geringen Dicke der AlN-Pufferschicht (< 4 nm), kann es auch zur Ausbildung einer Mischpolarität kommen [155]. In Abbildung 33 werden beispielhaft für verschiedene Herstellungsverfahren die resultierenden Polaritäten bei Verwendung von (0001) Saphirsubstraten dargestellt.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)



**Abbildung 32:** Atomarer Aufbau mit Kennzeichnung der Polarität und der Bilagen (gestrichelte Linien) von hexagonalem GaN gewachsen auf Saphirsubstrat [161].

MOCVD	MBE		
Ga-polar	Ga-polar	Ga-polar	N-polar
GaN	GaN	GaN	GaN
Puffer	Puffer	AlN Puffer	GaN Puffer
Saphir	Saphir	Saphir	Saphir
	mit Ammoniak	mit RF-Plasma	mit RF-Plasma

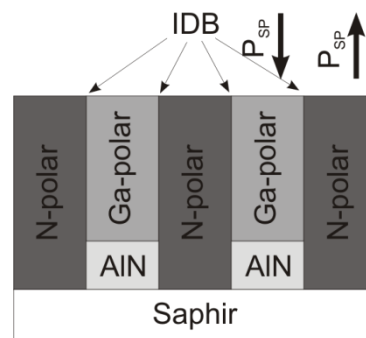
**Abbildung 33:** Polarität von hexagonalem GaN, gewachsen auf Saphir in Abhängigkeit vom Herstellungsverfahren.

Die Polarisierung der Gruppe-III-Nitride resultiert aus der fehlenden Inversionsgeometrie des Wurtzitgitters in Verbindung mit dem stark ionischen Charakter der Stickstoff-Metallbindung. Verursacht durch die großen Differenzen der Elektronegativitäten von Stickstoff im Vergleich zu Indium, Gallium und Aluminium, besitzen die Elektronen eine erhöhte Aufenthaltswahrscheinlichkeit in der Nähe des Stickstoffatoms, was eine Ausbildung von Dipolmomenten bei jeder Stickstoff-Metallbindung zur Folge hat. Im Fall eines idealen Wurtzitgitters ist jedes Atom von vier nächsten Nachbarn umgeben, wobei diese fünf Atome einen Tetraeder aufspannen. Im Idealfall beträgt das  $c_0/a_0$ -Verhältnis der Gitterkonstanten 1,633 und die Wirkung der vier Dipolmomente wird kompensiert. Die Einheitszellen von unverspannten hexagonalen Gruppe-III-Nitriden haben allerdings durchweg geringere  $c_0/a_0$ -Verhältnisse. Eine der vier Bindungen liegt beim Wachstum auf einem hexagonalen Substrat parallel zur Wachstumsrichtung, während die anderen drei die Basalfläche aufspannen. Dadurch kommt es im unverspannten Kristallgitter zu einer Kompensation der Dipolmomente

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)

in der Basalfäche und es bleibt nur ein Dipolmoment senkrecht zur Kristalloberfläche erhalten. Dieser Effekt wird als spontane oder pyroelektrische Polarisation bezeichnet [161].

Die Bestimmung der Polarität dieser Materialien bietet sich als Anwendungsbeispiel für eine Kelvinsonden-Kraftmikroskopie (KPFM) an, da sich bei diesem Verfahren die zu erwartenden unterschiedlichen Austrittsarbeiten bestimmen lassen. Es soll dazu eine laterale Schichtfolge auf ihre Polarität untersucht werden. Wie zuvor beschrieben, lässt sich die Polarität der GaN-Schichten mittels PAMBE kontrollieren, indem verschiedene Pufferschichten benutzt werden. Um einen lateralen Wechsel der Polaritäten zu erreichen, wird eine dünne AlN-Schicht (ca. 30 nm) trockenchemisch vorstrukturiert und so die unterschiedlichen Nukleationschichten erzeugt (Saphir, AlN). Wird nun das GaN aufgewachsen, bilden sich in den verschiedenen Domänen unterschiedliche Polaritäten aus und es entsteht eine sogenannte *Lateral Polarity Heterostruktur* (LPH) wie in Abbildung 34 dargestellt.



**Abbildung 34:** Aufbau einer LPH Schicht mit *Inversion Domain Boundary* (IDB)

An der Grenzfläche der beiden Polaritäten kommt es zur sogenannten *Inversion Domain Boundary* (IDB). Diese entsteht durch die vom Polaritätenwechsel hervorgerufene Verschiebung im Kristallgitter. So kommt es zwischen zwei Galliumatomen oder zwei Stickstoffatomen zu Bindungen [162]. Die IDB-Regionen können eine laterale Ausdehnung von mehreren  $\mu\text{m}$  haben und sind durch häufigen Wechsel der Polarität gekennzeichnet. Messungen in diesem Bereich sind auf Grund des geringen Abstands zwischen einzelnen IDBs nicht möglich.

Die Polaritäten, genauer die durch die Polaritäten verursachte unterschiedliche Oberflächenterminierung, verursachen auch eine charakteristische Verbiegung der Bänder an der Oberfläche [7; 163; 164], was eine unterschiedliche Lage des Fermi-niveaus in der Bandlücke zur Folge hat [162]. Da die Austrittsarbeit, wie in Kapitel 2.5.3.1 beschrieben und in Abbildung 9 zu sehen, direkt von der Lage des Fermi-niveaus bestimmt wird, ist ebenfalls eine polaritätsabhängige Austrittsarbeit zu erwarten. Durch die laterale Aneinanderreihung dieser Polaritätenwechsel kann dabei von einem durchgehenden Fermi-niveau ausgegangen werden, was eine Analyse erst ermöglicht. Ein entsprechendes Bändermodell ist in

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)

Abbildung 35 dargestellt. Dieses Modell soll durch die KPFM bestätigt werden. Um die Messung zu verifizieren, wird ebenfalls die AES angewandt, deren Analysemöglichkeit für Polaritäten im Folgenden kurz beschrieben werden soll.

Wie in Kapitel 2.4 beschrieben, ist die AES ein ausschließlich oberflächensensitives Verfahren, somit eignet es sich in besonderer Weise zur Analyse der Bandverbiegung und der Austrittsarbeitdifferenz bei einem Oberflächeneffekt wie hier. Wie in Abbildung 35 zu erkennen, unterscheidet sich die kinetische Energie des Augerelektrons in Abhängigkeit von der Polarität. Da es bei *Ga-face* zu einer Bandverbiegung nach oben kommt, erhält ein z.B. aus dem Valenzband emittiertes Augerelektron einen höheren Energiebetrag als ein Elektron aus der *N-face*-Seite, wo es zu einer entgegengesetzten Verbiegung kommt. Diese Energiedifferenz lässt sich mit Hilfe der AES-Peakverschiebung der Materialien zwischen *Ga-face* und *N-face*-GaN feststellen. Die ermittelte Peakverschiebung entspricht dabei der Austrittsarbeitdifferenz zwischen beiden Oberflächen.

Die an der *Lateral Polarity* Heterostruktur durchgeführten Untersuchungen sollten möglichst genau die Möglichkeiten, die in einer NPM gegeben sind, widerspiegeln. Aus diesem Grund wurden zwei verschiedene Untersuchungen durchgeführt, um die Peakverschiebung zu ermitteln. Eine Analyse sollte die Möglichkeit einer Linienmessung über beide Polaritäten überprüfen. Hierfür wurde eine Linie mit 30 Punkten so angeordnet, dass sie über die beiden unterschiedlichen Polaritäten führte und jeweils die Peaklage von Gallium und Stickstoff bestimmt. Die zweite Messung war eine integrale Messung über zwei Flächen mit einer Kantenlänge von ca. 8  $\mu\text{m}$ , wobei, um den Messbereich der NPM-Maschine darzustellen, relativ weit auseinander liegende Messbereiche gewählt wurden. Hierbei wurde auf jeder Polarität eine Messfläche ausgewählt und für diese Flächen ein Augerspektrum aufgenommen.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)

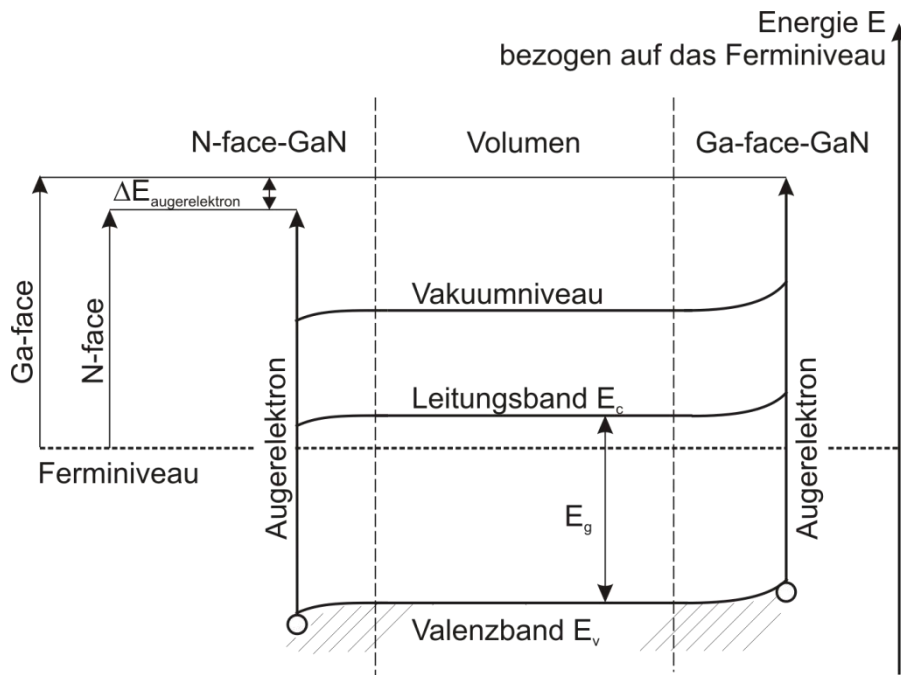


Abbildung 35: Prinzipielles Bändermodell für eine *Lateral Polarity Heterostruktur* mit den unterschiedlichen Austrittsarbeiten und Kennzeichnung der AES Elektronenenergie [7].

Das Ergebnis des Linienscans ist anhand des Gallium-LMM-Peaks und des Stickstoff-KLL-Peaks in Abbildung 36 dargestellt, wobei die gestrichelte Linie den Mittelwert der jeweiligen Polarität repräsentiert. Hierbei zeigt sich der deutliche Unterschied zwischen der Ga-polaren und der N-polaren Seite. Problematisch ist der Bereich um die IDB. Hier lässt sich keine eindeutige Tendenz erkennen, was auf das Vorhandensein von beiden Polaritäten in diesem Bereich zurückzuführen ist [162]. Die laterale Ausdehnung dieser IDB-Region ist bei der hier untersuchten Struktur im Bereich von  $5\ \mu\text{m}$  und wurde aus der Mittelwertberechnung herausgenommen.

Da bei der NPM die Möglichkeit bestehen soll, zwei Punkte zu messen, die weit voneinander entfernt sind, soll mit der zweiten Messung dieser Möglichkeit Rechnung getragen werden. Auf Grund des besseren Signal-Rausch Verhältnisses wurden keine Punkte, sondern Messfelder gewählt, die in einem ausreichend großen Abstand zur IDB positioniert wurden, um an diesen Stellen die Peaklage zu bestimmen. Der Unterschied der Peaklage konnte so auf  $0,25\ \text{eV}$  von *N-face* zu *Ga-face* bestimmt werden (Abbildung 37). Da die Peaklage wie erläutert, direkt mit der Lage des Fermi-niveaus korreliert, entspricht die Peaklagendifferenz der Austrittsarbeitendifferenz. Der mit  $0,25\ \text{eV}$  gemessene Austrittsarbeitensunterschied entspricht den Ergebnissen der Literatur ( $0,2\ \text{eV}$ ) [164].

3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)

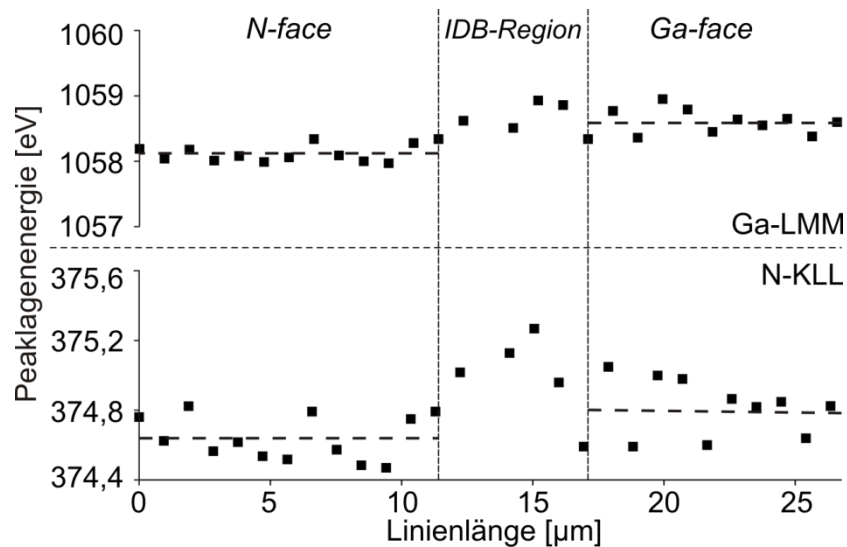


Abbildung 36: Peaklage des Gallium-LMM- und Stickstoff-KLL-Peaks für unterschiedliche Messpunkte auf einer Linie über die beiden Polaritäten von GaN.

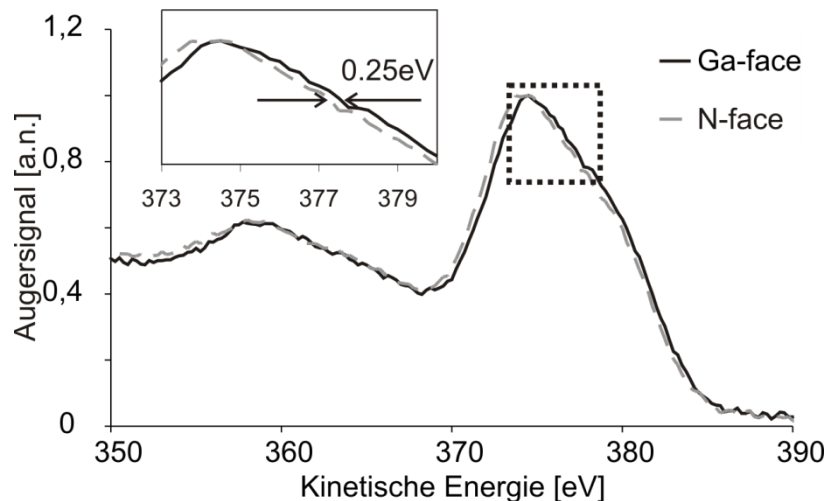
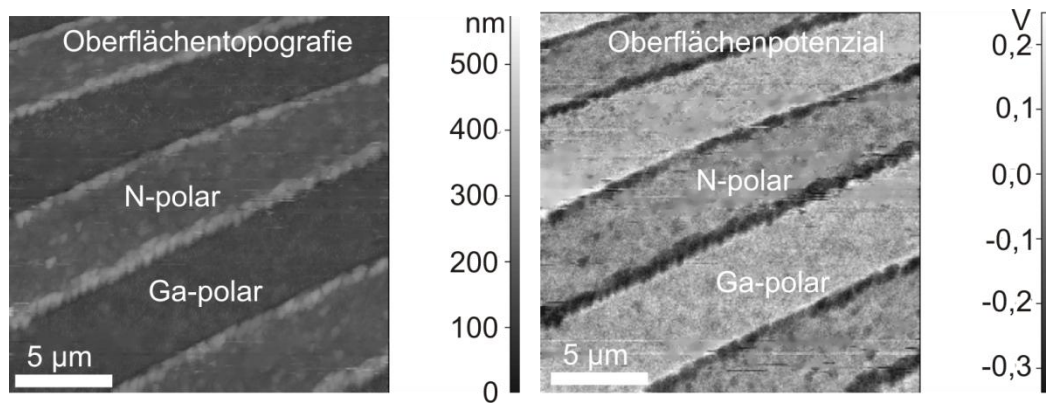


Abbildung 37: Augersignal von Stickstoff-KLL, aufgenommen an zwei Messfeldern auf *N-face*- und *Ga-face*-GaN.

Da sich die AFM-Sondermodi der NPM-Maschine noch in der Entwicklung befinden, wurde die KPFM-Messung mit einem entsprechenden AFM durchgeführt. Hierbei ist allerdings zu berücksichtigen, dass der Scanbereich eingeschränkt ist und so einer Untersuchung wie bei der zweiten Messung mit AES an zwei weit voneinander entfernten Messfeldern noch nicht durchführbar ist. Aus diesem Grund wurde bei einem sehr abrupten Polaritätenwechsel mit kleiner IDB-Region eine KPFM-Messung durchgeführt.

In der in Abbildung 38 dargestellten Messung ist deutlich der Potentialunterschied zwischen den beiden Polaritäten zu erkennen. Die Auswertung dieser Messung bestätigt den zuvor mit AES gemessenen Wert von 0,25 eV.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Potentialmessungen an lateral polaren Heterostrukturen (LPH)



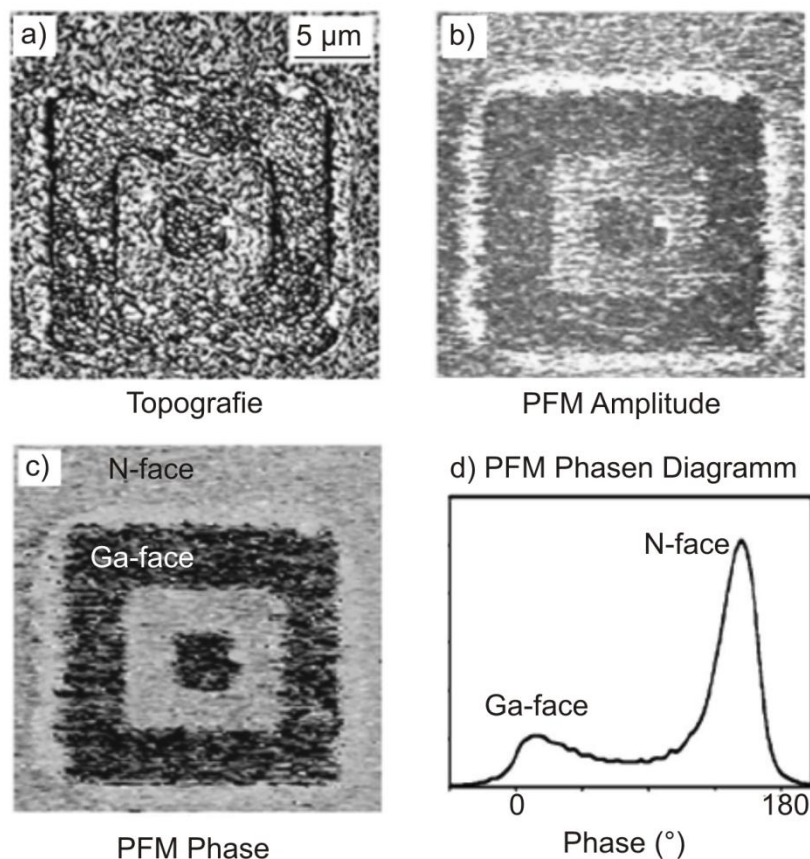
**Abbildung 38: Oberflächenprofil und Potenzialunterschied der Oberfläche einer *Lateral Polarity* Heterostruktur gemessen mit KPFM.**

Die Integration der KPFM in die NPM-Maschine würde eine neue Möglichkeit eröffnen. So könnte eine Messung an zwei weit voneinander entfernten Bereichen durchgeführt werden und eine genauere Bestimmung der Austrittsarbeitdifferenz erreicht werden. Ebenso bietet die NPM-Maschine durch vorherige Referenzierung an einer bekannten Struktur mit definierter Austrittsarbeit die Möglichkeit, diese für die beiden Polaritäten exakt und quantitativ zu bestimmen.

### 3.4 Piezoelektrische Eigenschaften

Zur Messung von piezoelektrischen Eigenschaften eignet sich ebenfalls ein AFM-Sondermodus zu Integration in die NPM-Maschine. Hierbei handelt es sich um die *Piezoresponse Force Microscopy (PFM)*, wie in Kapitel 2.5.2 erläutert. Dieses Analyseverfahren wird in der Literatur ebenfalls an einer *Lateral Polarity* Heterostruktur vorgestellt, da die Gebiete nicht nur verschiedene Polaritäten, sondern auch unterschiedliches piezoelektrisches Verhalten haben.

So zeigt B. J. Rodriguez et al. mit Hilfe einer solchen PFM-Messung, dass es zu einer Phasenverschiebung zwischen den beiden Polaritäten von annähernd  $180^\circ$  kommt [165]. Die in Abbildung 39 dargestellten Topografie-, Amplituden- und Phasenbilder demonstrieren eine solche Messung an einer mit einem AFM erfassbaren Struktur. Durch den vergrößerten Arbeitsbereich einer NPM-Maschine lässt sich dieses Verfahren auch für wesentlich größere Bereiche anwenden, da sich so auch „weitentfernte“ Polaritätsunterschiede bestimmen lassen.



**Abbildung 39:** a)Topografie-, b) PFM-Amplituden- und c) PFM-Phasenbild einer GaN *Lateral Polarity* Heterostruktur. Die innere Struktur ist Ga-face Polarität. Die N-face Polarität hat eine größere *Piezoresponse* Amplitude d) Diagramm der Phasenlage [165].



### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Piezoelektrische Eigenschaften

Neben den in der Literatur angegebenen dynamischen Messungen wurde mit Hilfe eines Standard-AFM im Rahmen dieser Arbeit an AlN-Schichten statische PFM Messungen durchgeführt. Hierbei wurde über einen Funktionsgenerator eine Wechselspannung von 10 kHz an die piezoelektrische AlN-Schicht angelegt, wobei der nötige Massekontakt entweder, wie in Abbildung 40 dargestellt, über eine Topmetallisierung oder über eine leitfähige AFM-Spitze realisiert wurde. Durch die so am piezoelektrischen Material anliegende Spannung kommt es zu einer Dickenänderung der Schicht [166]. Diese kann durch den AFM-Cantilever, der sich im direkten Kontakt mit der Probenoberfläche befindet, gemessen werden. Da die Dickenänderung im Bereich von wenigen pm liegt, ist eine Filterung der Frequenz notwendig. Dabei wird mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers das Umgebungsrauschen herausgefiltert und nur die Anregungsfrequenz des Funktionsgenerators betrachtet. Mit diesem Aufbau ist es möglich, auch Änderungen von <10 pm mit Hilfe eines AFM zu detektieren.

Die hohe Ortsauflösung des AFM ist bei diesen Messungen von Vorteil, da sich damit auch Strukturfehler sehr lokal betrachten lassen. Bei der in Abbildung 41 dargestellten Messung wurde an zwei verschiedenen Punkten derselben AlN-Schicht die jeweilige *Piezoresponse* bestimmt. Hierbei zeigte sich, dass es zu einer unterschiedlich starken Signalantwort kam. Auf Grund der Phasenverschiebung von 180°, wie sie auch bei der *Lateral Polarity* Heterostruktur in der Literatur aufgetreten sind (Abbildung 39d), lässt sich rückschließen, dass es sich auch bei diesen Bereichen um Bereiche unterschiedlicher Polarität handelt.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Piezoelektrische Eigenschaften

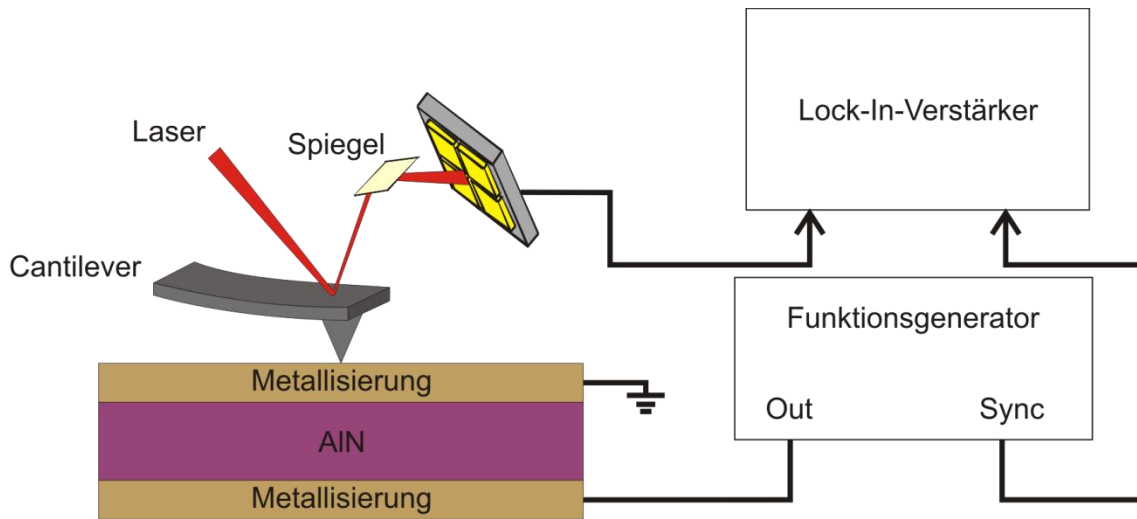


Abbildung 40: Schematischer Aufbau der statischen *Piezoresponse*-Messungen an einer AlN-Schicht mit Hilfe eines AFM.

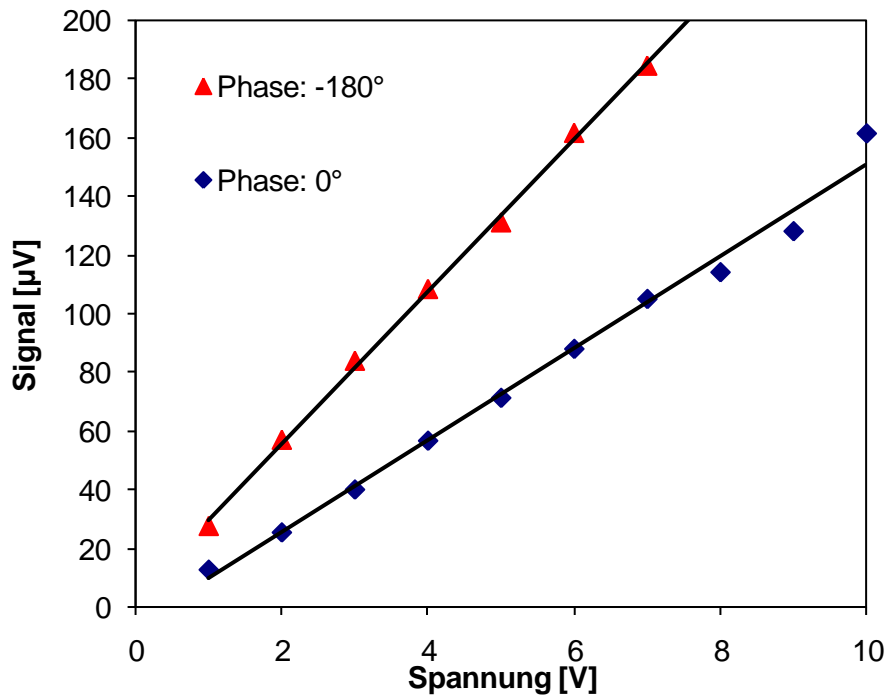


Abbildung 41: Piezosignal über der angelegten Wechselfspannung im Bereich von 1-10 V.

Da die Positionierung mit einem kommerziellen AFM weder so genau noch so reproduzierbar durchgeführt werden kann wie mit einer NPM-Maschine, liegt der Vorteil der Kombination dieses Sondermodus mit der NPM-Maschine auf der Hand. So lassen sich sehr kleine Strukturunterschiede in piezoelektrischen Materialien nachweisen und analysieren, was besonders für die Verbesserung von z.B. akustischen Oberflächenwellenbauelementen (AOW) genutzt werden könnte.

### 3.5 Mechanische Eigenschaften

Neben den elektrischen und piezoelektrischen Eigenschaften sind auch die mechanischen Eigenschaften von Materialien von sehr hoher wissenschaftlicher und kommerzieller Bedeutung. Speziell der Bereich der Nanodrähte ist von gehobenem Interesse für die Untersuchung mechanischer Eigenschaften, da diese häufig einen Durchmesser haben, der unterhalb des durchschnittlichen Abstands von strukturellen Defekten liegt. So erhält man besonders bei einkristallinen Strukturen Werte für mechanische Eigenschaften, die die theoretischen Grenzen des Materials erreichen [167]. Neben der Herstellung solcher Nanoobjekte ist auch die Analyse der mechanischen Eigenschaften von diesen mit gewissen Schwierigkeiten verbunden. Die Analyse mit einer NPM-Maschine in Kombination mit einem AFM ist eine sehr gute Methode, um statische Untersuchungen an Nanodrähten durchzuführen. Im Folgenden soll nun eine statische Methode über eine Kraft-Weg-Kennlinie wie auch eine dynamische Methode über die Analyse der Resonanzfrequenz vorgestellt werden. Dazu werden Messungen an Wolfram- und Goldnanodrähten vorgenommen.

Die Herstellung der Wolframnanodrähte wurde von A. W. Hassel in [168] beschrieben, somit soll hier nur darauf hingewiesen werden, dass es sich bei den Nanodrähten um einkristalline Wolframdrähte handelt.

Um eine mechanische Analyse zu ermöglichen, war eine Präparation von einzelnen Drähten auf einem Trägersubstrat erforderlich. Hierzu wurde ein Silizium-Wafer verwendet, auf dessen Oberfläche sich ein dickes (ca. 700 nm) Siliziumdioxid befand. Durch ein rückstandsfreies Verfahren wurden die Nanodrähte ungeordnet auf der Oberfläche platziert und anschließend mittels Elektronenstrahlolithographie über Goldpads kontaktiert. Dies hatte zum einen mechanische Gründe (Festpinnen der Nanodrähte) zum anderen elektrische Gründe, da auch eine dynamische Messung der Resonanzfrequenz möglich ist. Um die Nanodrähte mechanisch analysieren zu können, war das Freistellen der Drähte und somit das isotrope Ätzen der SiO<sub>2</sub>-Schicht notwendig. Diese Unterätzung wurde durch chemisches Entfernen des SiO<sub>2</sub> mit HF- (*hydrofluoric acid*) Dampf realisiert, um freistehende Nanodrähte zu erhalten [169]. Es wurden beide Varianten, Cantilever und Brücken, hergestellt, da für die statischen Messungen mit einem AFM einseitig eingespannte Nanodrähte, aber für die dynamischen Messungen beidseitig eingespannte Nanodrähte verwendet wurden.

Der technische Ablauf der statischen Biege-Messungen basiert auf der Erfassung von Kraft-Weg-Kurven durch ein AFM. Hierbei wurde mit der AFM-Spitze auf einen einseitig eingespannten Nanodraht gedrückt und die entsprechende Auslenkung des *Cantilevers* aufgenommen. Eine weitere Möglichkeit ist die Bestimmung der lateralen Kraft, die nötig ist, um den Nanodraht in horizontaler Richtung zu verbiegen. Beide Varianten sind schematisch

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Mechanische Eigenschaften

in Abbildung 42 dargestellt. Über die Auswertung der lateralen und vertikalen Cantileververbiegung und die Höhe der Kraft lässt sich das Elastizitätsmodul des Nanodrahts bestimmen.

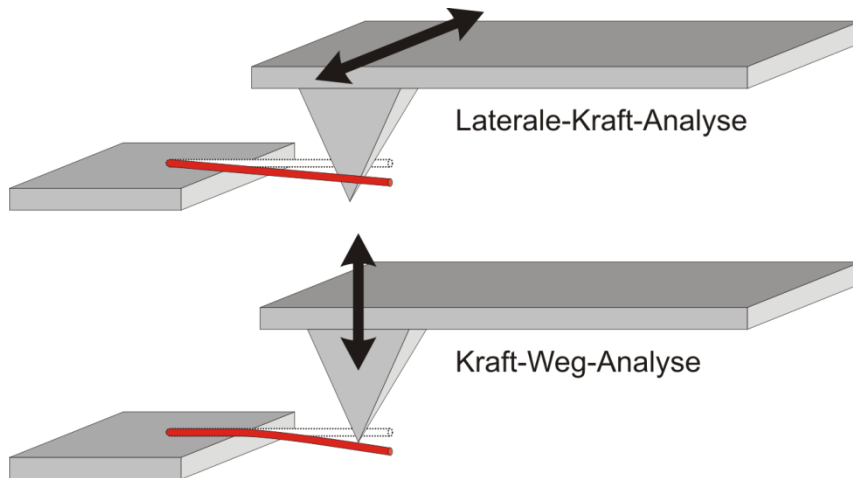


Abbildung 42: Schematische Darstellung der statischen Biegemessungen mit einem AFM.

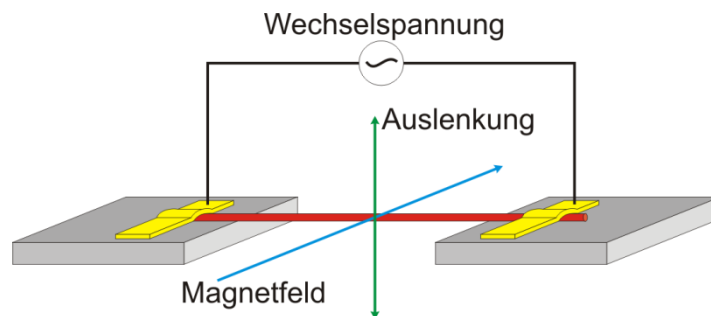


Abbildung 43: Schematische Darstellung der dynamischen Messmodus mit magnetodynamischer Anregung.

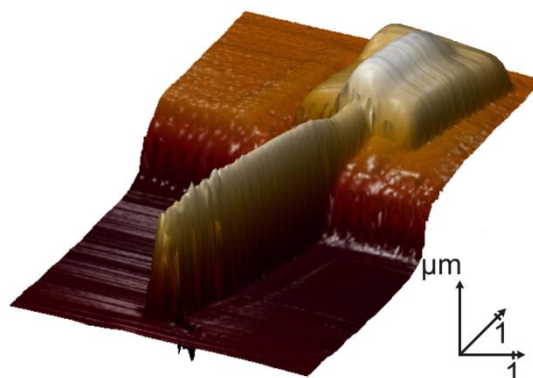


Abbildung 44: 3D AFM-Aufnahme eines einseitig eingespannten und unterätzten Nanodrahts.

Da hierfür die Position der Kraftwirkung möglichst exakt bestimmt werden muss und auf einem kommerziellen AFM ein gezieltes Anfahren von extern bestimmten Punkten nicht mit entsprechender Unsicherheit möglich ist, muss vor der Messung ein entsprechendes Topografiebild aufgenommen werden. Hier bietet die NPM-Maschine mit ihrer hohen

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Mechanische Eigenschaften

Positionierungsunsicherheit eine ideale Möglichkeit. Abbildung 44 zeigt eine 3D AFM-Aufnahme eines einseitig eingespannten und unterätzten Nanodrahts.

Weiterhin sollen auch dynamische Untersuchungen mit einem oszillierenden Nanodraht durchgeführt werden. Da die Resonanzfrequenz eines Nanodrahts über die Dimensionen und Materialeigenschaften wie Elastizitätsmodul und Dichte bestimmt wird, kann bei Kenntnis der Dicke und der Dimensionen eines Drahtes über die Resonanzfrequenz auf den E-Modul geschlossen werden. Basis solcher Untersuchungen ist die Euler-Bernoulli-Theorie, die den Zusammenhang zwischen Resonanzfrequenz und Elastizitätsmodul wie folgt beschreibt:

$$f_{res} = \frac{k^2}{2\pi l^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho A}} \quad (30)$$

Mit der Vereinfachung auf die hier untersuchten doppelseitig eingespannten Nanodrähte ergibt sich die Formel (30) zu:

$$f_{res} \approx 1,78 \frac{r}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}}, \quad (31)$$

mit  $E$  als Elastizitätsmodul und  $\rho$  die Dichte des Materials sowie  $r$  als Radius und  $l$  als Länge des Nanodrahts. Bei dem Messverfahren handelte es sich dabei um eine magnetodynamische Anregung. Hierbei wird der leitfähige Nanodraht in einem permanenten Magnetfeld positioniert und von einem Wechselstrom durchflossen. Dieser Strom verursacht eine Lorentzkraft und sorgt für die Auslenkung des Drahtes, die bei Wechselstrom einer Schwingung entspricht [24; 170]. Ein schematisches Modell dieses Anrege- und Messmodus ist in Abbildung 43 dargestellt. Durch die Bewegung des Drahtes im Magnetfeld wird wiederum eine Spannung induziert, die als Messsignal abgegriffen werden kann.

Mit Formel (30) lässt sich aus der mit diesem Verfahren bestimmten Resonanzfrequenz der Elastizitätsmodul berechnen. Für die untersuchten Wolframnanodrähte ergab sich so ein durchschnittlicher Wert von 450 GPa mit einer Streuung bei den Werten von 400 bis 650 GPa. Alle gemessenen E-Modul-Werte sind größer als der theoretische Wert für den E-Modul von Wolfram, der in der Literatur mit 355 GPa angegeben wird [171], was wahrscheinlich auf die Präparierung der Drähte zurückzuführen ist. Untersuchungen mit AES zeigten eine erhöhte Kontamination mit Kohlenstoff im Vergleich zu den einfach eingespannten Drähten. Diese Kontamination bewirkt eine zusätzliche Massebelegung  $\Delta m$  sowie eine Zunahme der Abmessungen, die zu einer Resonanzfrequenzverschiebung  $\Delta f_{res}$  führten:

$$\Delta f_{res} = -\frac{1}{2} f_{res} \frac{\Delta m}{m}. \quad (32)$$

Durch die Kohlenstoffschicht kann es bei einer geschlossenen Monolage weiterhin zur Änderung der Verspannung und somit zu Resonanzfrequenzverschiebung des Drahtes kommen [172; 173]. Diese Tatsache macht eine genaue Kontrolle der Prozessparameter bei der Herstellung und der Präparation der Nanodrähte nötig, um reproduzierbare Abläufe zu ermöglichen und Kontaminationen zu vermeiden. Da davon ausgegangen werden kann, dass einseitig eingespannte Nanodrähte eine geringere Kontamination aufweisen, ist diese Präparationsform vorzuziehen.

Bei dieser Präparationsform kommt für die genaue Bestimmung des Elastizitätsmoduls nur die statische Biegemessung mit einem AFM in Frage, da für eine magnetodynamische Anregung ein geschlossener Stromkreis nötig ist und so nur beidseitig eingespannte Drähte angeregt werden können. Die Messungen wurden nach der exakten Bestimmung der Position durch Topografieaufnahmen als Linienscan durchgeführt. Hierbei wurden einzelne Kraft-Weg-Kurven und Messwerte der lateralen Biegekraft vom Ende des Nanodrahts in Richtung Einspannpunkt im Abstand von ca. 300 nm aufgenommen. Entsprechende Messdiagramme sind in Abbildung 45 und Abbildung 46 dargestellt.

Bei der Bestimmung der lateralen Biegekraft mit Hilfe von LFM zeigte sich, dass die Torsion des AFM-Cantilever und damit die laterale Kraft steigt, je näher sich der Messpunkt an der Einspannstelle befindet (Abbildung 45). Hierbei kommt es ebenfalls zu einer stärkeren Verbiegung des Drahtes. Damit lässt sich die Abhängigkeit der Federkonstante von dem Abstand zwischen Einspann- und Messpunkt zeigen. Um aus diesem Ergebnis den Elastizitätsmodul zu bestimmen, ist die möglichst genaue Kenntnis der Torsionsfederkonstanten des AFM-Cantilevers notwendig. Auch eine Bestimmung der genauen lateralen Kraft ist schwierig, da der Kontaktpunkt Spitze/Nanodraht unbekannt ist.

Dieser Nachteil besteht bei den Kraft-Weg-Messungen in vertikaler Richtung nicht, da hier die Federkonstante des AFM-Cantilevers mit hoher Unsicherheit, z.B. über die Resonanzfrequenz, bestimmt werden kann. Somit lässt sich der Elastizitätsmodul anhand der Steigung der Kraft-Weg-Kennlinien aus Abbildung 46 bestimmen. Zu berücksichtigen ist hierbei, dass die Steigung sowohl die Federkonstante des Nanodrahts als auch die Federkonstante des AFM-Cantilevers enthält. Da man ein solches System als Reihenschaltung zweier Federn betrachten kann, ergibt sich über die einfache Beziehung:

$$k_{NW} = \frac{k_{eff} \cdot k_{Cantilever}}{k_{eff} - k_{Cantilever}}, \quad (33)$$

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Mechanische Eigenschaften

mit  $k_{\text{Cantilever}}$  als Federkonstante des AFM Cantilever, die Federkonstante  $k_{\text{NW}}$  des Nanodrahts.

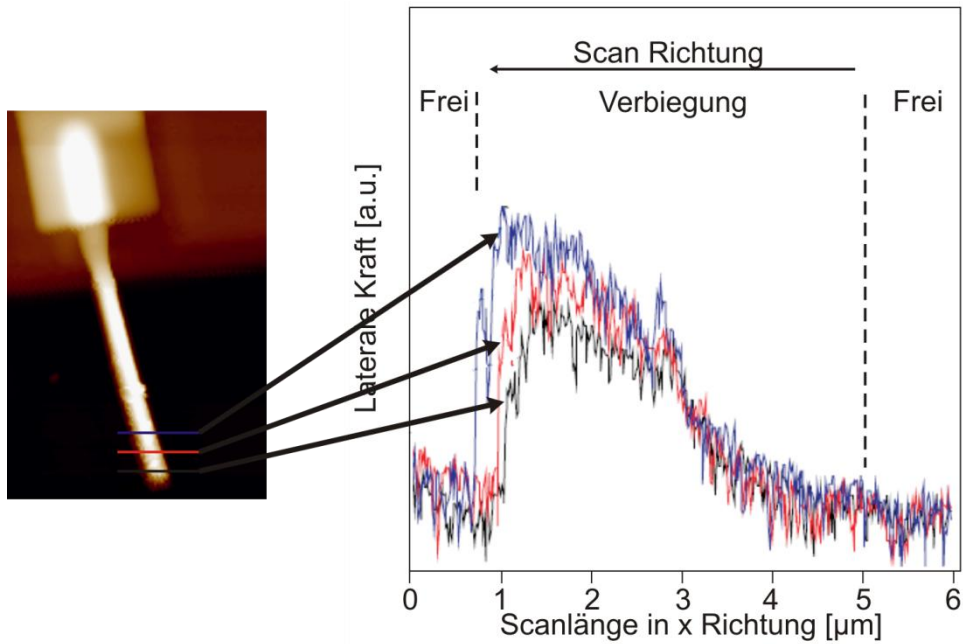


Abbildung 45: Laterale Biegekraft-Messung an einem einseitig eingespannten Wolframnanodraht an drei verschiedenen Punkten.

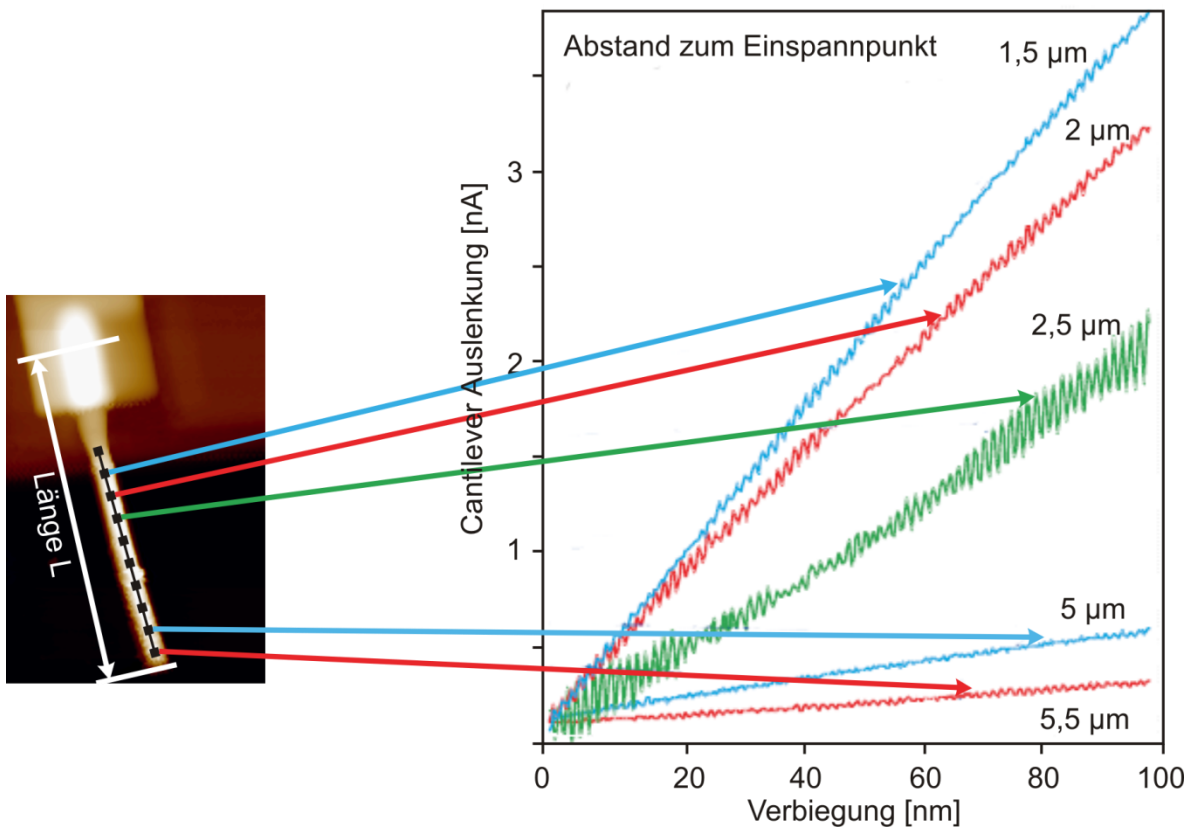


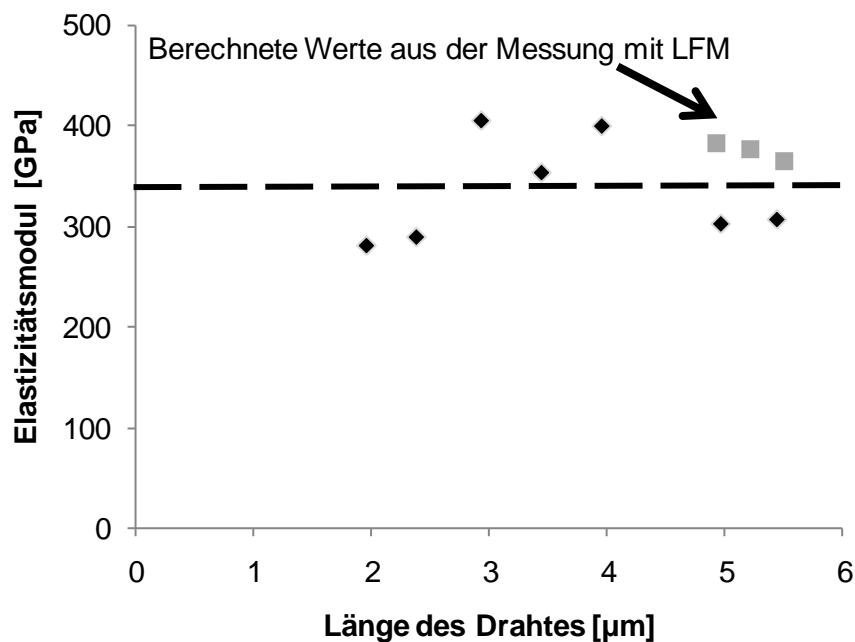
Abbildung 46: Kraft-Weg-Kennlinien in Abhängigkeit der Position des Kraftangriffpunktes, die mit einem AFM an einem Wolframnanodraht aufgenommen wurden.

### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Mechanische Eigenschaften

So lässt sich mit der Formel (33) der Elastizitätsmodul mit

$$E = \frac{4L^3}{3\pi r_{NW}^4} k_{NW} \quad (34)$$

berechnen [174]. Die einzelnen Ergebnisse für einen Wolframdraht sind in Abbildung 47 dargestellt. Hierbei sind die eingezeichneten Werte aus der LFM-Messung aus den zuvor genannten Gründen fehlerbehaftet bzw. ungenau. Der Mittelwert der verschiedenen Nanodrähte wurde aus diesen Messungen bei 332 GPa ermittelt, was dem theoretischen Wert von 355 GPa für Wolfram sehr nahe kommt [171]. Eine Durchmesserabhängigkeit ließ sich bei diesen Nanodrähten mit Durchmessern >100 nm nicht beobachten [174].



**Abbildung 47: Berechnete Werte für den Elastizitätsmodul in Abhängigkeit der Länge des Nanodrahts mit angedeutetem Mittelwert (gestrichelte Linie).**

Dasselbe Verfahren wurde ebenfalls für Untersuchungen an Goldnanodrähten mit Durchmessern zwischen 90 und 100 nm angewendet. Hierbei zeigte sich ein ähnliches Verhalten. So lag der ermittelte Elastizitätsmodul mit 85 - 100 GPa in der Nähe des Wertes für Volumenmaterial, das mit einem Wert von 79 GPa [175] angegeben wird und im Bereich für den kristallrichtungsabhängigen Elastizitätsmodul von Goldnanodrähten von 40 - 100 GPa [176]. Somit ließ sich die Anwendbarkeit dieses Verfahrens ebenfalls bei Goldnanodrähten zeigen.

Als weitere Information lässt sich mit Hilfe der maximalen Auslenkung und damit auch der maximalen Kraft (Abbildung 48) die Biegefestigkeit des Nanodrahts bestimmen, da davon



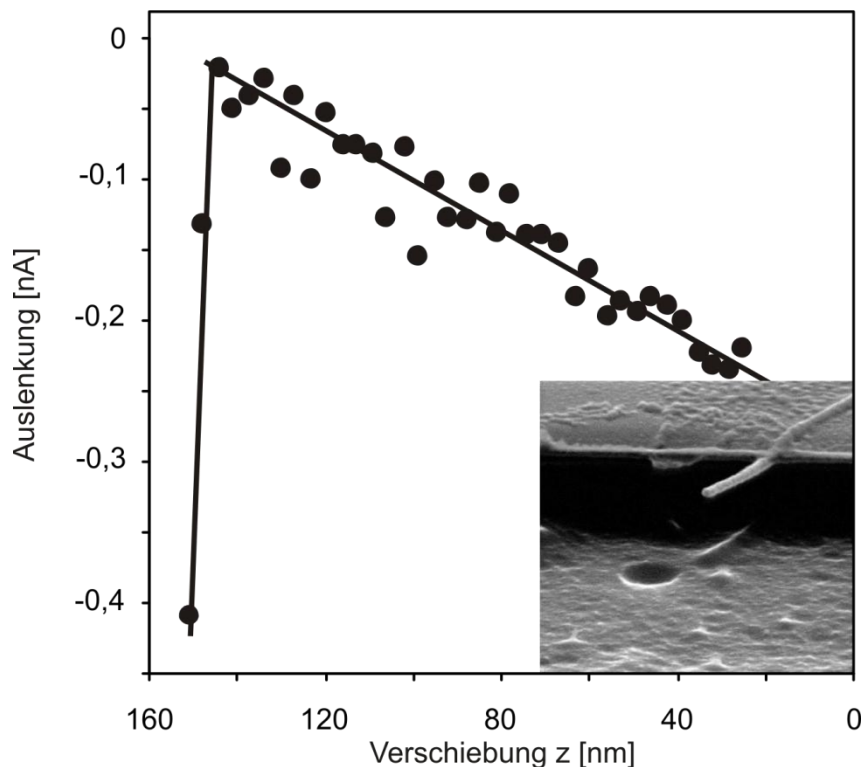
### 3 Analytik zur Integration in die NPM-Maschine/Mechanische Eigenschaften

ausgegangen werden kann, dass am Bruchpunkt die maximale Kraft auf den Draht wirkt. Somit ergibt sich für die Dehnung  $\epsilon$  und die Spannung  $\sigma$  [177]:

$$\epsilon_{max} = \frac{3r\Delta z}{L^2}, \quad (35)$$

$$\sigma_{max} = \epsilon_{max}E = \frac{3r\Delta z}{L^2}E. \quad (36)$$

Bei den untersuchten Goldnanodrähten konnte dabei eine Dehnungsgrenze von 2 – 5 GPa ermittelt werden. Dieses Ergebnis liegt in dem Bereich der Literaturangaben (2 – 8 GPa) [176] und bis zu zwei Größenordnungen höher als für vergleichbares Volumenmaterial [175].



**Abbildung 48:** Diagramm der Auslenkung des Cantilevers durch einen 100 nm Nanodraht aus Gold mit Bruch an der Stelle der höchsten Cantileverauslenkung. Ausschnitt: REM-Aufnahme eines einseitig eingespannten Au-Nanodrahts.

Durch diese Messungen konnten mechanische Eigenschaften wie der Elastizitätsmodul oder die Bruchpunktfestigkeit von nanoskaligen Objekten bestimmt werden. Dabei wäre eine Integration dieses Messverfahrens in die NPM-Maschine von großem Vorteil, da sich so eine Beeinflussung durch vorheriges Abscannen zur Drahtlokalisierung vermeiden lassen könnte.

Der Vorteil der hohen Positionierunsicherheit ermöglicht es hierbei, ohne vorherige mechanische Beeinträchtigung durch Topografieaufnahmen, gezielt die zu untersuchenden Strukturen anzufahren und so eine nahezu unbeeinflusste Umgebung zu untersuchen.

## 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

### 4.1 AlN/Ni Referenzmarken als ideales Materialsystem

Durch die Integration der unterschiedlichen beschriebenen Messprinzipien auf AFM-Basis in die Systemplattform einer Nanopositionier- und Messmaschine kann eine neue Qualität der Nanoanalytik erschlossen werden. Hierbei erlaubt das metrologische Konzept erstmalig eine positionsgenaue serielle Kombination mehrerer Messprinzipien mit einer Auflösung unter einem Nanometer in einem extrem großen Messvolumen. Besonders die reproduzierbare Positionierung unterschiedlicher Messspitzen, sodass durch einen Wechsel der Messelemente an derselben Position variable nanoanalytische Messungen durchgeführt werden können, stellt hierbei neue Herausforderungen an die Referenzierung und die Unsicherheit der exakten Positionsbestimmung. Diese Herausforderungen machen eine Integration von nanostrukturierten Referenzen in die Systemplattform der NPM-Maschine nötig, die eine Vorcharakterisierung der relevanten physikalischen Eigenschaften der Messspitzen ermöglichen. Um eine Referenzmarke mit möglichst vielen verschiedenen physikalischen Eigenschaften zu erhalten, wurde AlN/Ni als Materialsystem gewählt. Wie aus Tabelle 3 zu erkennen ist, unterscheiden sich die beiden Materialien in wichtigen physikalischen Eigenschaften. So ist Aluminiumnitrid im Gegensatz zu Nickel piezoelektrisch und isolierend, das wiederum, wie bei Metallen üblich, gut elektrisch leitend ist. Weiterhin ist Nickel magnetisch und unterscheidet sich somit durch ein weiteres Merkmal von AlN. Auch der Unterschied der Austrittsarbeiten zwischen den beiden Materialien ist ausreichend bzw. lässt sich durch Prozessparameter so wählen, um als Referenzmarke für etwa KPFM zu dienen. Somit lässt sich aus der Kombination beider Materialien eine multifunktionale Referenzstruktur erstellen, mit der sich unterschiedlichste Messprinzipien auf AFM-Basis kalibrieren lassen.

**Tabelle 3: Vergleich der Materialeigenschaften von AlN und Nickel**

Aluminiumnitrid	Nickel
Transparent	Reflektierend / absorbierend
Piezoelektrisch	-
Isolierend	Leitend
-	Magnetisch
Austrittsarbeit: 3,9-5,35 eV [178]	Austrittsarbeit: 5,15 eV

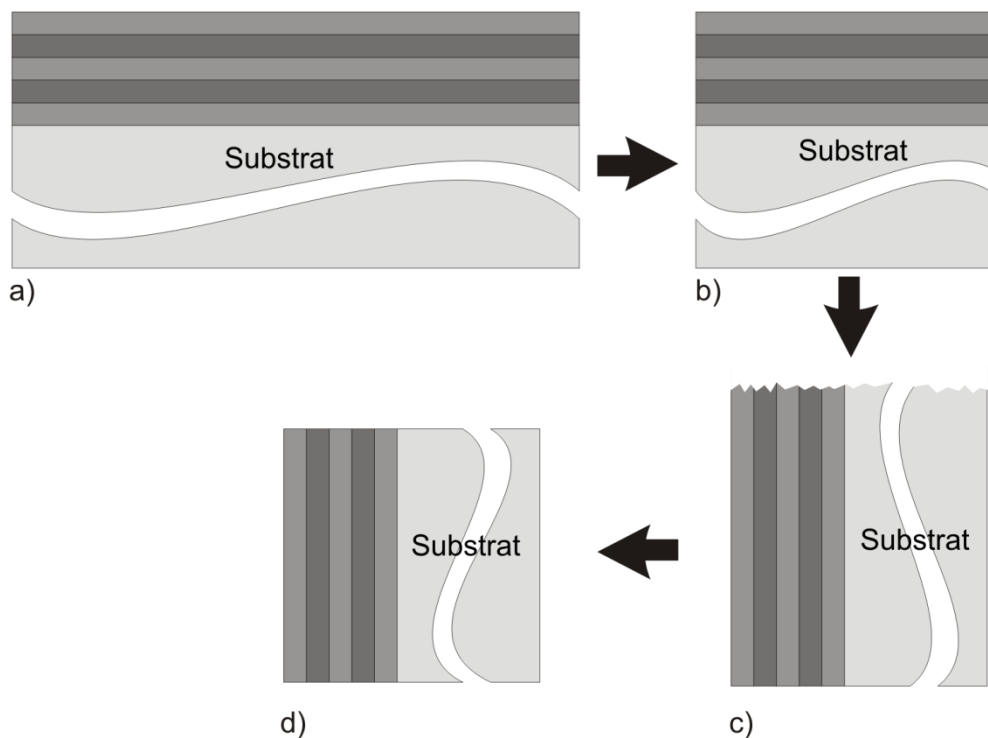
Die Herstellung einer solchen Referenzmarke kann auf verschiedene Weise durchgeführt werden. Im Folgenden sollen drei mögliche Verfahren vorgestellt werden: 1. Querschleif-

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

Präparation, 2. Strukturierung mit Elektronenstrahlolithografie und 3. Strukturierung mit optischer Lithografie.

##### 4.1.1 Querschliff

Eine Querschliffpräparation hat das Ziel, Schichtenstapel, die für Oberflächenanalyseverfahren nicht zugänglich sind, messbar zu machen. Hierfür wird die zu untersuchende Schichtfolge mit dem Trägersubstrat gebrochen und um 90° gekippt. Durch Polieren der so entstehenden Bruchkante wird eine „neue“ Oberfläche erzeugt, bei der die Schichtfolge und das Substrat lateral nebeneinander liegen. Das in Abbildung 49 dargestellte Schema soll die Prozessschritte verdeutlichen.



**Abbildung 49:** a) Hergestellte Schichtfolge auf einem Substrat, b) Bruchkante, c) um 90° gedrehter Bruch, d) polierter Querschliff zur Analyse mit oberflächenempfindlichen Verfahren.

Die Vorteile dieses Verfahrens sind der relativ einfache Prozessablauf, die geringe Oberflächenrauheit und die gute Trennung der einzelnen Schichten. Nachteil ist die Begrenzung auf dünne Schichten, da dicke Schichten oft zu Verspannung führen, die eine Zerstörung des Schichtsystems auf Grund innerer Spannungen zur Folge haben. Weiterhin ist es kaum möglich, so hergestellte Messmarken mit anderen Messmarken zu kombinieren.

Die eigentliche Schichtfolge, die dann auch als Messmarke dient, lässt sich durch das abwechselnde Aufwachsen der einzelnen Schichten realisieren. Das AIN wird durch reaktive Sputterdeposition abgeschieden. Dazu wird in einer Vakuumkammer unter reaktivem Gas ( $N_2$ ) ein Plasma gezündet. Der ionisierte Stickstoff wird auf ein Aluminium-Target beschleunigt und löst dort Al-Atome aus. Diese reagieren mit den N-Radikalen im Plasma zu

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

AlN, welches auf dem Substrat abgelagert wird. Durch eine Substratheizung kann dabei die Mobilität dieser Verbindungen an der Substratoberfläche gesteigert und somit in gewissen Grenzen die Materialeigenschaften verändert werden.

Die darauf folgende Nickelschicht kann entweder durch thermisches Verdampfen, Elektronenstrahlverdampfen oder einen Sputterprozess aufgebracht werden. Die Querschliffe, die im Rahmen dieser Arbeit hergestellt wurden, basierten dabei alle auf dem Prinzip des Elektronenstrahlverdampfens. Die Schichtfolge wurde dabei vollständig in einer Anlage realisiert, um Kontaminationen an den Zwischenschichten durch Luft zu vermeiden. Mit diesem Verfahren konnten sechs Doppelschichten aus AlN/Ni auf einem Silizium-Substrat hergestellt werden. Die Schichtdicke der einzelnen Schichten lag hierbei zwischen 32 und 200 nm. Hierfür wurde eine Schichtfolge mit 50 nm AlN und 200 nm Ni als Querschliff präpariert und zur genauen Bestimmung der Materialgrenzen mittels AES untersucht. In Abbildung 50a ist ein *Scanning Auger Mapping* einer solchen Schichtfolge zu sehen. Es zeigte sich, dass es durch das Polieren der Oberfläche nach dem Brechen der Probe zu einem Verschmieren der beiden Materialien an der Grenzfläche kommt und damit eine klare Trennbarkeit der Bereiche nicht mehr gegeben ist. Um diese Verschmierung zu beseitigen, wurde ein weiterer Prozessschritt eingeführt, der die Reinigung der Oberfläche mit einem Argon-Plasma vorsieht.

Diese physikalische Reinigungsmethode basiert auf dem gleichen Prinzip wie das Sputtern, wie es beim AlN-Wachstum beschrieben wurde. Dabei werden hier ionisierte Ar-Atome allerdings nicht auf ein Target, sondern auf das Substrat selbst beschleunigt und reinigen somit durch Abtragen der Schicht die Oberfläche. Dieser Prozessschritt, auch Sputterätzen genannt, bewirkt somit die Säuberung der Oberfläche und gewährleistet die Messbarkeit, indem nun scharfe Kanten zu den unterschiedlichen Materialien gegeben sind.

Um die Eignung als multifunktionale Referenzmarke (Abbildung 50b) für eine NPM-Maschine zu zeigen, wurden auf einem kommerziell erhältlichen AFM der Firma NTMDT [179] zwei verschiedene Messverfahren durchgeführt: eine KPFM-Messung (Kapitel 2.5.3) und eine MFM-Messung (Kapitel 2.5.5). Für die KPFM-Messung wurde eine mit TiN beschichtete AFM-Spitze, für die MFM-Messung eine mit CoCr beschichtete AFM-Spitze verwendet. Die Resonanzfrequenz des verwendeten Cantilevers lag bei 150 kHz und die Federkonstante wurde mit  $5,5 \frac{N}{m}$  angegeben. Die Messungen fanden alle unter normalen Umgebungsbedingungen bei einer Luftfeuchtigkeit von 45% und Raumtemperatur statt.

Zur Reduktion der durch die Topografie verursachten Fehler wurde eine Höhendifferenz zwischen erster (Topografie) und zweiter (Austrittsarbeit) Messung von 15 nm eingestellt.

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

Die auch für die MFM-Messung nötige Höhendifferenz wurde hier mit 130 nm deutlich größer gewählt.

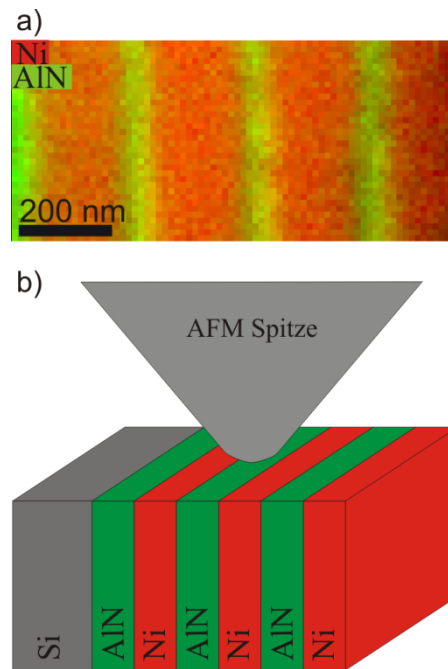


Abbildung 50: a) *Scanning Auger Mapping* eines AlN/Ni-Querschliffs. b) Schematische Darstellung der AlN/Ni-Schichtstruktur auf einem Siliziumsubstrat mit einer AFM-Spitze.

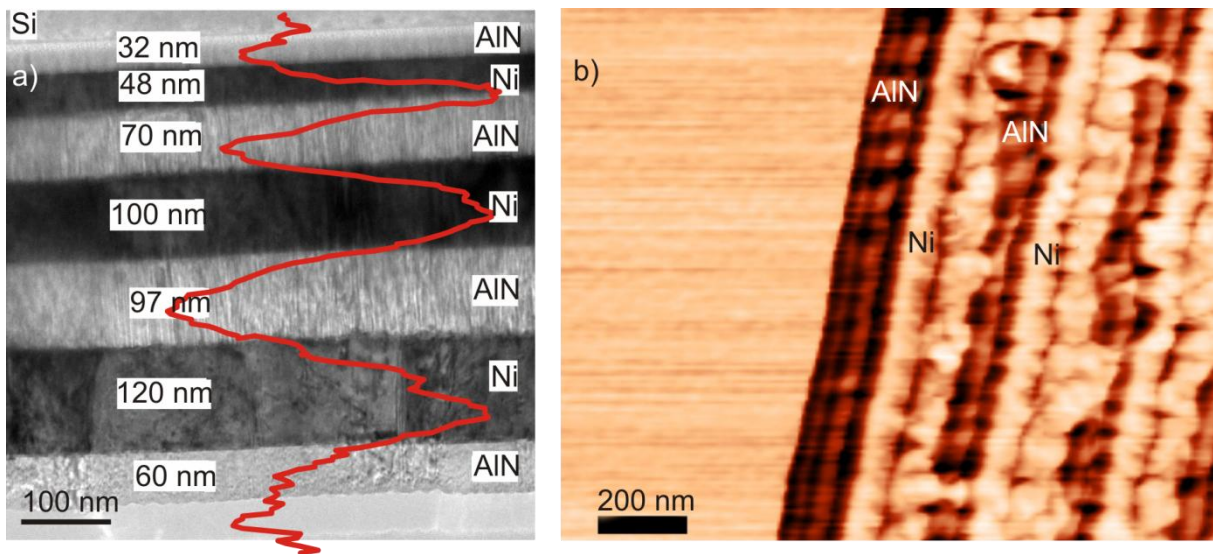


Abbildung 51: a) TEM-Aufnahme eines AlN/Ni-Querschliff mit eingezeichnetem Potenzialverlauf einer KPFM-Messung (rote Linie). b) KPFM-Bild eines AlN/Ni-Querschliffs

Die in Abbildung 51b dargestellte KPFM Aufnahme zeigt deutlich die unterschiedlichen Austrittsarbeiten der beiden Materialien auf. Gleichzeitig sind hier die zum Teil offensichtlichen Verschmierungen an den Grenzflächen der beiden Materialien zu sehen.

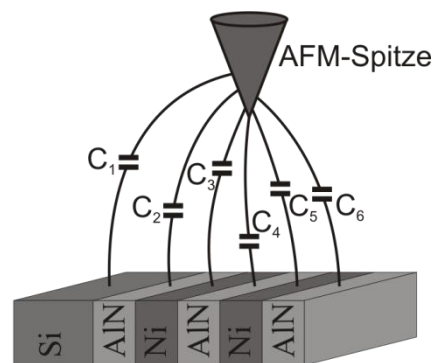
In Abbildung 51a ist die TEM-Aufnahme eines solchen Querschliffs als Referenzmarke gezeigt. Das Ergebnis der entsprechenden KPFM-Messung ist als rote Linie in die Aufnahme

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

ingezeichnet. Durch ein nachgelagertes Sputterätzen konnten die Verschmierungen reduziert werden, und es zeigt sich die Übereinstimmung zwischen den verschiedenen Materialien und dem Verlauf der Austrittsarbeit, die durch die Messung bestimmt wurde.

Durch die bei einem Querschliff sehr kleinen realisierbaren Abmessungen der einzelnen Schichten war es bei diesem Verfahren möglich, Unterschiede in der Austrittsarbeit von ca. 300 mV zwischen AlN und Ni bis zu einer Breite von 50 nm zu detektieren. Somit ergibt sich für das aufgesputterte AlN eine Austrittsarbeit von 4,84 eV.

Bei Schichten mit einer Dicke kleiner als 50 nm kam es allerdings zu stärkeren Überlagerungen [180], sodass hier kein genauer Wert für die Differenz der Austrittsarbeiten angegeben werden konnte. Es ließen sich aber qualitativ noch Unterschiede bis 30 nm detektieren. Über verschiedene Rechenalgorithmen lässt sich die mögliche Auflösung, speziell die Kantendetektion, weiter verbessern. So lässt sich mit Hilfe einer Punktverwaschungsfunktion (*point spread function*) in Kombination mit einem Wienerfilter eine Entfaltung der KPFM-Daten durchführen [180]. Dadurch ist es möglich Einflüsse, die durch benachbarte Gebiete verursacht werden, zu minimieren. In Abbildung 52 ist ein Model dargestellt, das die unterschiedlichen kapazitiven Einflüsse, die auf die AFM-Spitze wirken, verdeutlichen soll. Durch Berücksichtigung dieser Einflüsse in Form einer Entfaltung lässt sich unter der Annahme einer glatten Oberfläche eine bessere Interpretation der gewonnenen KPFM-Daten erzielen.



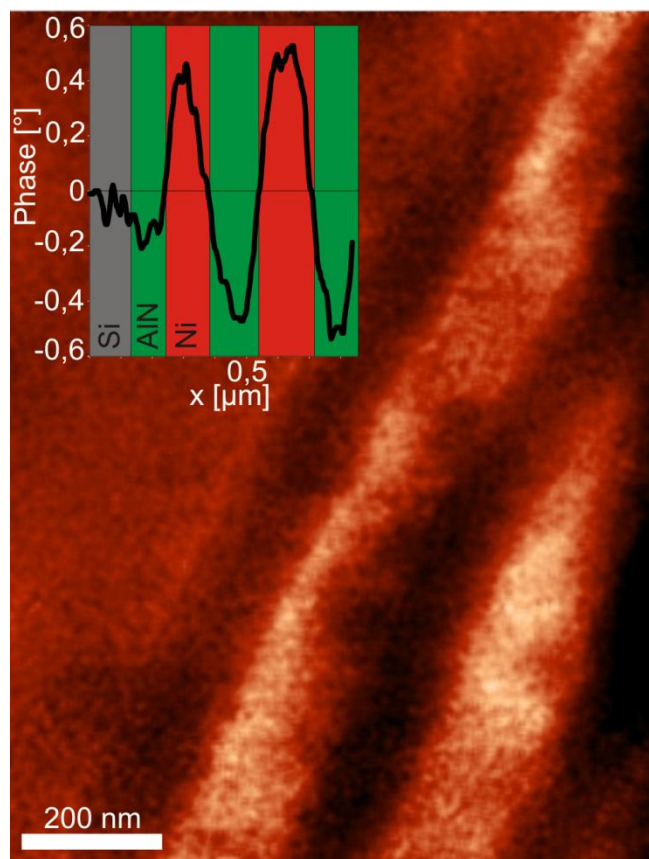
**Abbildung 52: Model der unterschiedlichen Kapazitäten zwischen Objekt und AFM-Spitze [180].**

Da die genaue Bestimmung der kleinsten detektierbaren Auflösung neben der Austrittsarbeitdifferenz und dem Abstand zwischen Probenoberfläche und AFM-Spitze [181] auch durch die Geschwindigkeit der AFM-Regler und die Massenträgheit des Cantileversystems von dem verwendeten Gerät abhängt, ist eine Prognose für die NPM-Maschine schwierig. Es sollten damit jedoch Auflösungen unter 50 nm erreichbar sein, da die Möglichkeit besteht, spezielle Spitzen zu verwenden, die bei konventionellen AFMs durch die vorherige Bestimmung der Topografie zerstört werden würden. In der Literatur werden Werte für das Auflösungsvermögen eines im KPFM-Modus betriebenen AFM von etwa 25 nm

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

angegeben und basieren auf Messungen im UHV und dafür geeigneten Systemen [182]. Es zeigt sich also, dass die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse mit denen anderer Gruppen vergleichbar sind [183].

Wie bereits zuvor erwähnt, soll die Struktur für mehrere Sondermodi geeignet sein. Aus diesem Grund wurde neben der KPFM-Messung auch noch eine MFM-Messung durchgeführt. In Abbildung 53 ist die entsprechende MFM-Aufnahme dargestellt. Hierbei zeigt sich deutlich, dass es auf Grund des größeren Abstands zwischen Oberfläche und AFM-Spitze zu einer Verbreiterung der Strukturen kommt. In dem Ausschnitt in Abbildung 53 ist der Phasenverlauf über die Schichtfolge zu sehen, die mit einer Phasenverschiebung von ca.  $1^\circ$  eine deutliche Unterscheidbarkeit der beiden Materialien auch bei Analyse der magnetischen Kräfte aufzeigt.



**Abbildung 53: MFM-Aufnahme einer als Querschliff präparierten AlN/Ni-Schichtfolge. Ausschnitt: Maßstabgetreues Schema der Schichtfolge mit eingezeichnetem Phasenverlauf.**

Da auch bei MFM das mögliche Auflösungsvermögen von vielen Einflussgrößen, wie Materialkontrast, Spitze-Probe-Abstand und verwendete Spitze abhängt, sind auch hier Aussagen über Auflösung bei der NPM-Maschine schwierig. Hinzu kommt, dass bei MFM, um Einflüsse von kurzreichenden Kräften zu minimieren, eine größere Abstandsdifferenz zwischen Topografie- und magnetischer Messung gewählt werden muss. Die Reduktion auf einen Abstand von 1 nm würde Auflösungen  $>10$  nm ermöglichen [184], was jedoch aus den



#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

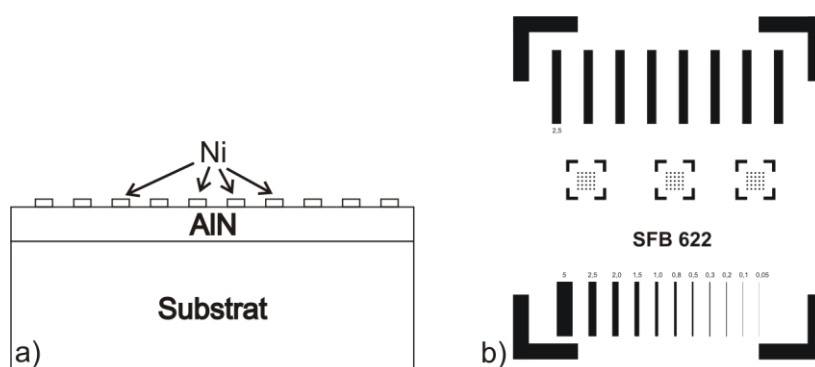
zuvor genannten Gründen, wie z.B. die Überlagerung durch die Topografie, in der Praxis nicht erreichbar ist.

##### 4.1.2 Strukturierung mit Elektronenstrahlolithografie

Neben der Präparation als Querschliff, in der eine vertikale Schichtfolge durch Brechen messbar gemacht wird, gibt es die Möglichkeit der lateralen Strukturierung durch optische wie auch Elektronenstrahlolithografie. Hierbei wird ein Material aus dem Materialsystem großflächig aufgebracht und das andere Material darauf strukturiert. Da eine Strukturierung von Metallen technologisch einfacher ist, wird im Fall des Materialsystems AlN/Ni, AlN großflächig auf ein Substrat aufgebracht und Ni über die Elektronenstrahlolithografie mittels Lift-off-Verfahren strukturiert. Zur der Herstellung der AlN-Schicht gibt es dabei mehrere Möglichkeiten: epitaktische Verfahren (MBE, MOCVD) oder physikalische Verfahren (Sputtern).

Die epitaktischen Verfahren zeichnen sich hierbei gegenüber den physikalischen Verfahren durch bessere Schichtqualitäten aus, haben jedoch den Nachteil auf bestimmte Substrate angewiesen zu sein.

In Abbildung 54 ist das Schema der Struktur mit Seitenansicht (Abbildung 54a) und Draufsicht (Abbildung 54b) dargestellt. Das Aufbringen der Nickelschicht erfolgt durch ein Lift-off-Verfahren, bei dem Polymethylmethacrylat- (PMMA) Lack zur Anwendung kommt, der durch Elektronenstrahlolithografie strukturiert wurde. Auf diese Weise konnten verschiedene Strukturen mit unterschiedlichen Abmessungen von 50 nm bis 5 µm erzeugt werden. Da bei diesem Verfahren nur eine Strukturierung des Nickels vorgenommen wird, kommt es, wie in dem Schema in Abbildung 54a dargestellt, zu einer Topografieerhöhung, die aufgrund des Feldverlaufs [185] eine zusätzliche Verbreiterung des KPFM-Signals hervorruft. In Abbildung 55a sind die Topografie und in Abbildung 55b das KPFM-Signal dargestellt. Hierbei sind die deutlich breiter erscheinenden Strukturen in dem KPFM-Bild zu erkennen.



**Abbildung 54:** Schema einer AlN/Ni-Referenzmarke, die mit Elektronenstrahl strukturiert wurde. a) Seitenansicht mit durchgängiger AlN-Schicht und aufgedampften Ni. b) Draufsicht mit unterschiedlichen Referenzfeldern.



## 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

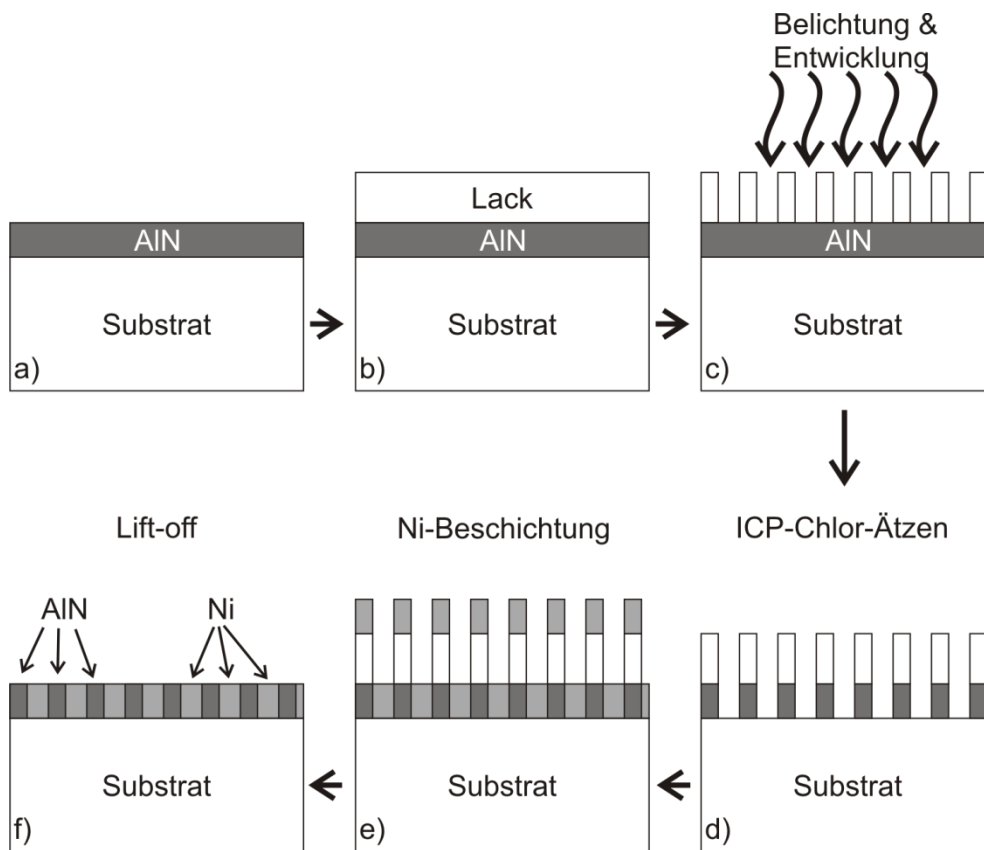


**Abbildung 55:** a) Topografieaufnahme einer mit Elektronenstrahlolithografie strukturierten Messmarke und b) dazugehörige KPFM-Aufnahme.

### 4.1.3 Strukturierung mit optischer Lithografie

Im Gegensatz zur Strukturierung mit Elektronenstrahlolithografie sind die möglichen Strukturbreiten der optischen Lithografie mit bis 1 µm viel größer. Jedoch werden bei der optischen Lithografie im Vergleich zur Elektronenstrahlolithografie (100 nm) 2 µm dicke Lackschichten eingesetzt, die eine gewisse Ätzbeständigkeit aufweisen. So lässt sich der Lack als Ätzmaskierung für einen Trockenätzprozess zur Strukturierung der AlN-Schicht einsetzen und es wird, im Gegensatz zu dem in Abbildung 54 dargestellten Aufbau, eine nahezu stufenfreie Oberfläche erreicht. Der Prozessplan ist schematisch in Abbildung 56 dargestellt. Hierbei wird ein mit 30 nm AlN beschichtetes Substrat ca. 2 µm dick belackt, über eine Streifenmaske mit Streifenbreiten >1 µm der Lack belichtet und anschließend entwickelt. Im nächsten selbstjustierenden Prozessschritt dient die so erzeugte Lackmaske sowohl als Ätzmaskierung für einen ICP-Trockenätzprozess, bei dem durch ein chlorbasiertes Plasma die AlN-Schicht strukturiert wird, als auch als Lift-off-Maske für die darauffolgende Bedampfung mit 30 nm Nickel. Durch Entfernen der Lackmaske mit Lösungsmittel werden die überschüssigen Nickelstreifen entfernt, und es wird so eine stufenfreie Oberfläche erzeugt, die abwechselnd aus Nickel und AlN besteht. In Abbildung 57 ist eine EDX-Aufnahme der so hergestellten Struktur zu sehen. Hierbei ist besonders die gute Trennung der beiden Materialien entscheidend für die Funktion als Referenzmarke.

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung



**Abbildung 56: Schematischer Aufbau einer mit optischer Lithografie strukturierten Referenzmarke.**  
a) Mit AlN beschichtetes Substrat, b) Belacken der Oberfläche mit ca. 2 µm dickem Lack, c) Belichten und Entwickeln der Lackschicht, um ein Streifenmuster zu erzeugen, d) strukturiert mit einem Chlor-Trockenätzprozess das AlN-Entfernen, e) Struktur mit Nickel beschichten und f) Entfernen der Lackmaske und des überschüssigen Nickels.

Über die Wahl eines geeigneten Substrats lässt sich so eine Struktur als multifunktionale Referenzstruktur einsetzen. So kann ein leitfähiges Substrat, wie z.B. dotiertes Silizium, als Rückelektrode dienen. Die gut leitfähigen Nickelstreifen können einen elektrischen Kontrast zu dem isolierenden AlN bilden. Eine entsprechende Aufnahme ist in Abbildung 58 dargestellt. Hier zeigt sich in dem SRM-Bild deutlich der starke Kontrast.

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

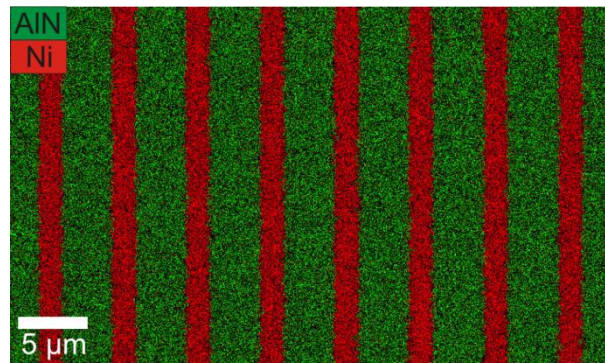


Abbildung 57: EDX-Aufnahme einer mit optischer Lithografie hergestellten Referenzstruktur mit rot als Nickel und grün als AlN.

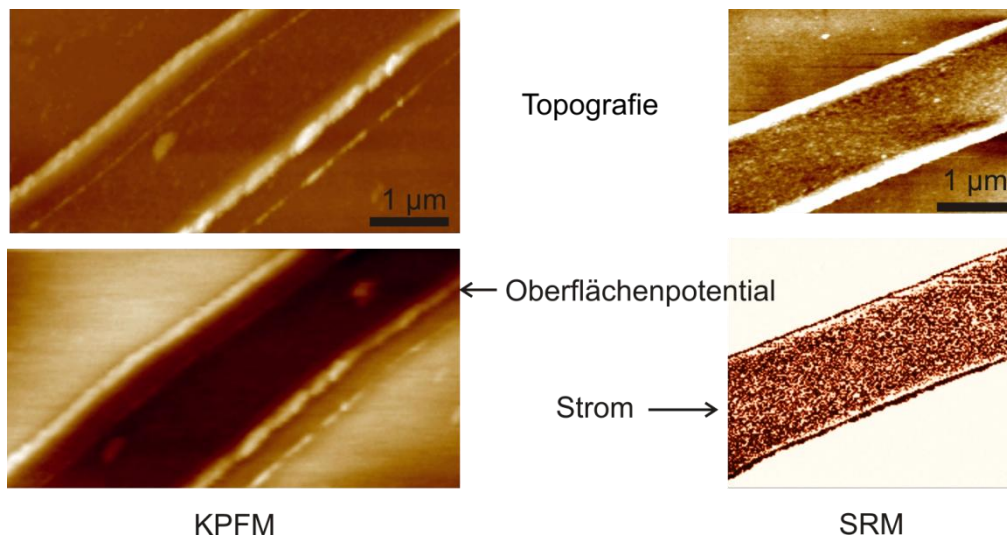


Abbildung 58: KPFM- und SRM-Aufnahmen einer mit optischer Lithografie hergestellten Referenzstruktur.

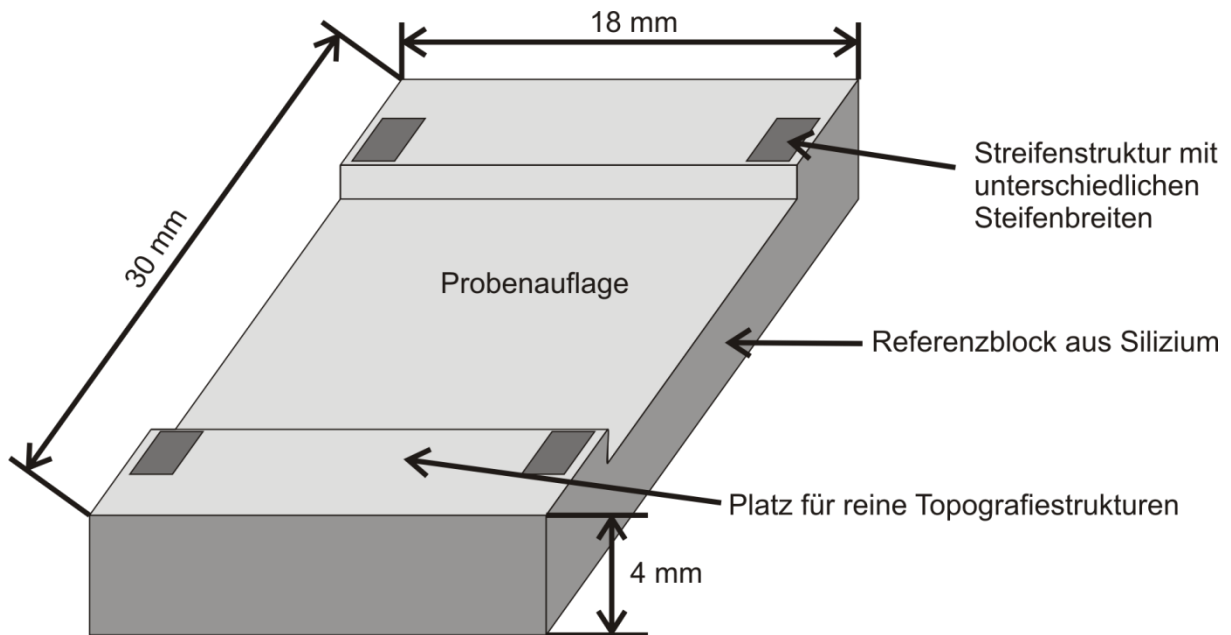
#### 4.1.4 Aufbau der Referenzstruktur

Um die vielseitige Einsetzbarkeit der Referenzmarken in der NPM-Maschine nutzen zu können, müssen die Marken für die AFM-Sondermodi mit Strukturen zur Topografiebestimmung in möglichst einer Struktur zusammengefasst werden. Eine Möglichkeit bietet hierbei der in Abbildung 59 dargestellte Referenzblock. Dieser Block ist aus 4 mm dickem Silizium hergestellt, wobei die Dicke der Stabilität dienen soll, und auf dessen Oberfläche Bereiche für die einzelnen Messmarken vorgesehen sind. Die dunklen Bereiche in Abbildung 59 sind die Positionen der Messmarken für die AFM-Sondermodi; der Platz auf jeder Seite dazwischen ist für Topografiemessmarken vorgesehen, die gesondert entwickelt wurden. Ein Beispiel hierfür ist die in Kapitel 3.1 beschriebenen V-Struktur. In der Mitte des Blocks ist eine Probenaufgabe eingepant, die um eine Standard Waferdicke (z.B. 525 µm) tiefer liegt als die Oberfläche.

Die eigentlichen Messmarken für die Sondermodi bestehen aus einem Streifenmuster mit unterschiedlicher Strichbreite von 1 – 10 µm, die, wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben, mit

#### 4 Referenzmarken zur exakten Positionsbestimmung

optischer Lithografie hergestellt wurden. Um auch eine Referenzierung über weite Strecken durchführen zu können, wurden vier Felder mit Streifenstrukturen auf dem Block platziert, die einen möglichst großen Abstand zueinander haben. So wird gewährleistet, dass die Referenzierung der NPM-Maschine über den gesamten Messbereich erfolgen kann.



**Abbildung 59: Zeichnung des geplanten Referenzblock zur Integration verschiedener Messmarken in die Nanopositionier- und Messmaschine.**

Durch die Integration dieses Referenzblocks in das System der Nanopositionier- und Messmaschine lässt sich erst die Vorcharakterisierung und die Referenzierung für viele Modi der AFM-Technik durchführen. Durch die Kombination der Messmarken mit einer Möglichkeit der Probenauflage bietet sich außerdem die Möglichkeit eines flexiblen und leicht zu montierenden Systems.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel dieser Arbeit bestand darin, Möglichkeiten der Integration einer multifunktionalen Nanoanalytik in eine Nanopositionier- und Messmaschine zu entwickeln und zu erproben. Durch die hohen Anforderungen der NPM-Maschine an Positionier- und Messunsicherheit mussten innovative Lösungen gefunden werden, die eine solche Integration zulassen. Vor allem die Anforderungen an die Positionierung im Nanometerbereich stellten hierbei eine besondere Herausforderung für ein Messsystem dar, das nicht nur Topografien, sondern noch weitere Informationen wie z.B. Materialeigenschaften messen können soll. Die im Rahmen dieser Arbeit erzielten Ergebnisse stellen somit die Grundlage für eine Integration, aber auch eine Aufforderung für zukünftige Tests direkt an der NPM-Maschine dar.

Die Kombination von NPM-Maschine mit der ebenfalls hochpräzisen AFM-Technik stellt somit eine hervorragende Möglichkeit dar, die Vorteile der beiden Techniken zu vereinen. Es wurde der Einsatz der AFM-Technik an konkreten Fragestellungen demonstriert und somit der Bedarf an solchen hochpräzisen Nanoanalytikmethoden unterstrichen. Die in den Kapiteln 3.1 bis 3.5 vorgestellten Techniken zeigen hierbei die Vorzüge der AFM-Techniken wie die Möglichkeit der orts aufgelösten Widerstandsmessung, die laterale Bestimmung der Austrittsarbeit und der piezoelektrischen Eigenschaften sowie die Bestimmung des Elastizitätsmoduls von Nanodrähten, die durch die hohe Reproduzierbarkeit der NPM-Maschine weiter verbessert werden könnten. Die NPM-Maschine würde weiterhin nicht nur vergleichende Messungen wie etwa die Messung der Austrittsarbeit zweier nebeneinander liegenden Materialien, sondern im Gegensatz zu der AFM-Technik eine absolute Bestimmung dieser Materialeigenschaften ermöglichen.

Um allerdings den Vorteil der NPM-Maschine nutzen zu können, ist eine Referenzierung und eine Vorcharakterisierung an bekannten Strukturen nötig. So wurde in Kapitel 4 die Notwendigkeit einer solchen Referenzierung und eine Vorcharakterisierung beschrieben und gleichzeitig verschiedene Ansätze vorgestellt, mit denen sich solche durchführen lassen. Besonders die Materialkombination AlN/Ni wurde hierbei als Referenzmarke eingeführt und dazu auch Herstellungstechniken erläutert. Der Aufbau der Referenzstruktur, wie er in Kapitel 4.1.4 beschrieben ist, stellt somit die integrierte Lösung der Vereinbarkeit zwischen den einzelnen Messtechniken dar.

Die einzelnen Messergebnisse, die in Tabelle 4 zusammengefasst sind, zeigen die Vielseitigkeit der AFM-Technik sowie die Eignung von AFM-Sondermodi zur Nanoanalytik.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

**Tabelle 4: Zusammenfassung der verschiedenen Messungen in dieser Arbeit**

Analytik zu Integration	Laterale Abmessungen untersuchter Strukturen	Messergebnis
Topografie	20 nm	<ul style="list-style-type: none"> <li>Grobpositionierung an V-Struktur</li> <li>Feinpositionierung an selbstorganisierten SiC-Strukturen</li> </ul>
Elektrische Messung (SRM) / Leitfähigkeit von GaN Nanoobjekten	20 nm	<ul style="list-style-type: none"> <li>Kritischer Durchmesser bei 32 nm</li> <li>Leitfähigkeit von 11 <math>\Omega\text{cm}</math></li> </ul>
Elektrische Messung (SRM) / Leitfähigkeit von InN Nanoobjekten	40 nm	<ul style="list-style-type: none"> <li>Durchmesserabhängige Leitfähigkeit</li> </ul>
KPFM / Bestimmung der Austrittsarbeit	>30 nm	<ul style="list-style-type: none"> <li>Austrittsarbeitdifferenz bei LPH = 0,25 eV</li> <li>Max. Auflösung: 30 nm</li> </ul>
PFM / Bestimmung der piezoelektrischen Eigenschaften		<ul style="list-style-type: none"> <li>Phasenverschiebung bei LPH von 180°</li> </ul>
Mechanische Messung / Bestimmung des E-Modul	70 nm	<ul style="list-style-type: none"> <li>E-Modul Wolfram: 355 GPa</li> <li>E-Modul Gold: 85-100 GPa</li> </ul>

Eine Anforderung an zukünftige Arbeiten ist die genauere Analyse des Einflusses der Topografie auf die Sondermodi. Hier sind, wie bereits erwähnt, parallel zu dieser Arbeit Untersuchungen durchgeführt worden, die jedoch noch präzisiert werden müssten [146; 180].

Die NPM-Maschine ist durch die Integrationsmöglichkeit der im Rahmen dieser Arbeit beschriebenen Techniken für die Zukunft bestens gerüstet, da sich der Bereich der multifunktionalen Analytik immer weiter entwickelt und sich so ein weiteres Marktpotenzial für die NPM-Maschine auftut. Um dieses auch nutzen zu können, müssen von der NPM-Maschine noch verschiedene Rahmenbedingungen erfüllt bzw. diese untersucht werden. Die wichtigste Funktion die ein AFM erfüllen muss, das in die NPM-Maschine integriert ist, ist die Betriebsart des *non-contact* Modus. Dieser ist für die meisten Sondermodi unabdingbar. Ebenso ist eine elektrische Kontaktierung zwischen AFM-Spitze und Probe für die meisten in dieser Arbeit vorgestellten Sondermodi nötig. Die endgültige Integration eines AFMs in eine NPM-Maschine ist mit dieser Arbeit also nicht abgeschlossen, sondern gibt vielmehr die Möglichkeiten und Rahmenbedingungen der zukünftigen Integration vor, die im Rahmen des Sonderforschungsbereich 622 an der Technischen Universität Ilmenau durchgeführt werden wird [3].

## Literaturverzeichnis

- [1] *Reducing Variation in Advanced Logic Technologies: Approaches to Process and Design for Manufacturability of Nanoscale CMOS*. **K. J. Kuhn**. Washington, DC : IEEE, 2007. Proceedings of International Electron Devices Meeting.
- [2] **Intel Corporation**. Intel News Release. *Intel Demonstrates Industry's First 32nm Chip and Next-Generation Nehalem Microprocessor Architecture*. [Online] 18. September 2007.
- [3] **TU Ilmenau - Sonderforschungsbereich 622**. Sonderforschungsbereich 622. [Online] [Zitat vom: 15. August 2008.] [www.tu-ilmenau.de/sfb622/](http://www.tu-ilmenau.de/sfb622/).
- [4] **nanoforum.org**. Nanoforum Glossary. [Online] <http://nanoforum.org/>.
- [5] **P. Auger**. *J. Phys. Radium*. Bd. 6, 1925, S. 205.
- [6] **L. Meitner**. Über die  $\beta$ -Strahl-Spektren und ihren Zusammenhang mit der  $\gamma$ -Strahlung. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei*. Bd. 11, 1922, S. 35-54.
- [7] **M. Niebelschütz, et al.** Work Function Analysis of GaN-based Lateral Polarity Structures by Auger Electron Energy Measurements. *J. Appl. Phys.* Bd. 100, 2006, S. 074909.
- [8] **G. Binnig, C. F. Quate und C. Gerber**. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.* Bd. 56, 1986, S. 930.
- [9] **H. Bubert und H. Jenett**. *Surface and Thin Film Analysis*. Weinheim : Wiley-VCH, 2003. ISBN 3527304584.
- [10] **L. Reimer und G. Pfefferkorn**. *Raster - Elektronenmikroskopie*. Berlin : Springer, 1977. ISBN 3540081542.
- [11] **S. L. Flegler, J. W. Heckman und K. L. Klomparens**. *Elektronenmikroskopie. Grundlagen, Methoden, Anwendungen*. Berlin : Spektrum Akademischer Verlag, 1995. ISBN: 3860253417.
- [12] **L. Reimer**. *Transmission Electron Microscopy*. Berlin : Springer, 1989. ISBN 3540504990.
- [13] **J. Heydenreich**. Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopie. [Buchverf.] O. Brümmer, et al. *Festkörperanalyse mit Elektronen, Ionen und Röntgenstrahlen*. Berlin : VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, 1980.
- [14] **F. Eggert**. *Standardfreie Elektronenstrahl- Mikroanalyse mit dem EDX im Rasterelektronenmikroskop*. Norderstedt : Books on Demand GmbH, 2005. ISBN: 3833425997.

- [15] **R. Kosiba.** *Dissertation: Augerelektronenspektroskopie und niederenergetischer Ionenbeschuss von Siliziumkarbid.* Ilmenau : Technische Universität Ilmenau, 2005.
- [16] **G. Binnig und H Rohrer.** Scanning Tunneling Microscopy. *Helvetica Physica Acta.* Bd. 55, 1982, S. 726.
- [17] **G. Binnig und H. Rohrer.** Scanning Tunneling Microscopy. *Surface Science.* Bd. 126, 1983, S. 236.
- [18] **E. R. Schnell.** *Dissertation: Rasterkraftmikroskopie als Methode zur Charakterisierung amphiphiler Strukturen.* Regensburg : Universität Regensburg, 2002.
- [19] **S.N. Magonov und M.-H Whangbo.** *Surface Analysis with STM and AFM.* Weinheim : Wiley-VCH, 1998. ISBN: 3527293132 .
- [20] **J.N. Israelachvili.** *Intermolecular and Surface Forces.* New York : Academic Press Inc., 1991. ISBN: 0123751810.
- [21] **M. Molitor.** *Dissertation: Rasterkraftmikroskopie im UHV.* Osnabrück : Universität Osnabrück, 2001.
- [22] **Xintek Inc.** Carbon Nanotube AFM Tip. [Online] [Zitat vom: 21. Februar 2008.] [www.xintek.com/products/afm/index.htm](http://www.xintek.com/products/afm/index.htm).
- [23] **S. N. Magonov und M. H. Whangbo.** *Surface Analysis with STM and AFM: Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis.* New York : VCH Publishers , 1996. ISBN: 3527293132.
- [24] **C. Förster.** *Dissertation: Mikro- und nanoelektromechanische Resonatoren für die Sensorik.* Ilmenau : Technische Universität Ilmenau, 2006.
- [25] **J. P. den Hartok.** *Mechanische Schwingungen.* Berlin : Springer, 1952.
- [26] **Y. Martin, C. C. Williams und H. K. Wickramasinghe.** Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale. *J. Appl. Phys.* Bd. 61, 1987, S. 4723.
- [27] **T. R. Albrecht, et al.** Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *J. Appl. Phys.* Bd. 69, 1991, S. 668.
- [28] **M. Alexe, et al.** Polarization imprint and size effects in mesoscopic ferroelectric structures. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 79, 2001, S. 242–244.
- [29] **A. Gruverman, et al.** Asymmetric nanoscale switching in ferroelectric thin films by scanning force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 78, 2001, S. 2751.



- [30] **B. J. Rodriguez, et al.** Threedimensional high-resolution reconstruction of polarization in ferroelectric capacitors by piezoresponse force microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 95, 2004, S. 1958.
- [31] **F. Peter.** *Piezoresponse Force Microscopy and Surface Effects of Perovskite Ferroelectric Nanostructures.* Jülich : Forschungszentrum Jülich GmbH, 2006. ISBN: 3893364447.
- [32] **J. Hölzl und F. K. Schulte.** Solid Surface Physics: Work Function of Metals,. *Springer Tracts in Modern Physics.* Berlin : Springer, 1979.
- [33] **R.G. Forbes.** What do we mean by work function? [Buchverf.] R. J. Behm, N. García und H. Rohrer. *Scanning Tunneling Microscopy and Related Methods.* Berlin : Springer, 1990, S. 163-172.
- [34] **G. Burns.** *Solid State Physics.* Orlando : Academic Press Inc., 1985. ISBN: 0121460703.
- [35] **N.D. Lang.** The Density-Functional Formalism and the Electronic Structure of Metal Surfaces. [Buchverf.] H. Ehrenreich. *Solid State Physics, Advances in Research and Applications Vol.28.* New York : Academic Press, 1973.
- [36] **N.D. Lang und W. Kohn.** Theory of metal surfaces: work functions. *Phys. Rev. B.* Bd. 3, 1971, S. 1215-1223.
- [37] **H. Beneking.** *Feldeffekttransistoren.* Berlin : Feldeffekttransistoren, 1982. ISBN: 3540063773.
- [38] **Lord Kelvin.** Contact electricity of metals. *London, Edinburgh and Philosophical Magazine and Journal of Science.* Bd. 46, 1898, S. 82.
- [39] **J.C. Rivière.** *Solid State Surface Science.* New York : M. Dekker, 1969.
- [40] **E. Hering, R. Martin und M. Stohrer.** *Physik für Ingenieure.* Berlin : Springer, 2007. ISBN: 3540718559.
- [41] **W. Telieps und E. Bauer.** An analytical reflection and emission UHV surface electron microscope. *Ultramicroscopy.* Bd. 17, 1985, S. 57.
- [42] **R. H. Fowler und L. Nordheim.** Electron Emission in Intense Electric Fields. *Proceedings of the Royal Society of London.* Bd. 119, 1928, S. 173-181.
- [43] **C. Hamann und M. Hietschold.** *Raster-Tunnel-Mikroskopie.* Berlin : Akademie Verlag, 1991. ISBN 3055012720.
- [44] **W. A. Zisman.** A new method of measuring contact potential differences in metals. *Rev. Sci. Instr.* Bd. 3, 1932, S. 367.

- [45] **M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle und H. K. Wickramasinghe.** Kelvin probe force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 58, 1991, S. 2921.
- [46] **H. Romanus.** *Dissertation: Siliziumkarbidelektronik - Technologische und Werkstoffwissenschaftliche Untersuchungen zur Metallisierung/Kontaktierung.* Ilmenau : Technische Universität Ilmenau, 2004.
- [47] **J. M. R. Weaver und D. W. Abraham.** High resolution atomic force microscopy potentiometry. *J. Vac. Sci. Technol. B.* Bd. 9, 1991, S. 1559.
- [48] **B. D. Terris, et al.** Contact Electrification using Force Microscopy. *Phys. Rev. Lett.* Bd. 63, 1989, S. 2669.
- [49] **Y. Martin, D. W. Abraham und H. K. Wickramasinghe.** High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 52, 1988, S. 1103.
- [50] **S. Belaidi, P. Girard und G. Leveque.** Electrostatic forces acting on the tip in atomic force microscopy: Modelization and comparison with analytical expressions. *J. Appl. Phys.* Bd. 81, 1997, S. 1023 .
- [51] **H. W. Hao, A. M. Barò und J. J. Sàenz.** Electrostatic and contact forces in force microscopy. *J. Vac. Sci. Technol. B.* Bd. 9(2), 1991, S. 1323.
- [52] **M. Böhmisch.** *Dissertation: Herstellung und Charakterisierung individueller mesoskopischer Strukturen mit Rastersondenmethoden.* Konstanz : Universität Konstanz, 1998.
- [53] **Y. Leng, et al.** Atomic ordering of GaInP studied by Kelvin probe force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 66, 1995, S. 1264.
- [54] **A. K. Henning und T. Hochwitz.** Scanning probe microscopy for 2-D semiconductor dopant profiling and device failure analysis. *Mat. Sci. Eng. B.* Bd. 42, 1996, S. 88.
- [55] **A. K. Henning, et al.** Two-dimensional surface dopant profiling in silicon using scanning Kelvin probe microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 77, 1995, S. 1888.
- [56] **O. Vatel und M. Tanimoto.** Kelvin probe force microscopy for potential distribution measurement of semiconductor devices. *J. Appl. Phys.* . Bd. 77, 1995, S. 2358.
- [57] **M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle und H. K. Wickramasinghe.** Surface investigations with a Kelvin probe force microscope. *Ultramicroscopy.* Bd. 42, 1992, S. 268.
- [58] **M. P. O'Boyle, T. T. Hwang und H. K. Wickramasinghe.** Atomic force microscopy of work functions on the nanometer scale. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 74, 1999, S. 2641.

- [59] **A. K. Sinensky und A. M. Belcher.** Label-free and high-resolution protein/DNA nanoarray analysis using Kelvin probe force microscopy. *Nature Nanotechnology*. Bd. 2, 2007, S. 653.
- [60] **S. Decossas, J. J. Marchand und G. Brémont.** Electrical characterisation of local electronic properties of self-assembled semiconductor nanostructures using AFM. *Physica E*. Bd. 23, 2004, S. 396.
- [61] **P. Girard.** Electrostatic force microscopy: principles and some applications to semiconductors. *Nanotechnology*. Bd. 12, 2001, S. 485.
- [62] **NT-MDT.** Application Notes: Lateral resolution of surface potential measurements. [Online] 2008. [Zitat vom: 25. Februar 2008.] [www.ntmdt.com/Application-Notes/index.html](http://www.ntmdt.com/Application-Notes/index.html).
- [63] **L. M. Eng, et al.** Surface morphology, chemical contrast, and ferroelectric domains in TGS bulk single crystals differentiated with UHV non-contact force microscopy. *Appl. Sur. Sci.* Bd. 140, 1999, S. 253.
- [64] **D.-Y. Kim, J. W. Hong und S.-I. Kwun.** Atomic force microscopy observation of the ferroelectric domainstructure on the (010) cleavage surface of K<sub>2</sub>ZnCl<sub>4</sub>. *J. Vac. Sci. Technol. B*. Bd. 16(4), 1998, S. 2125.
- [65] **Y. Sugawara, et al.** True atomic resolution imaging of surface structure and surface charge on GaAs(110). *Appl. Sur. Sci.* Bd. 140, 1999, S. 371.
- [66] **N. W. Nelson, et al.** Two-dimensional dopant profiling of patterned Si wafers using phase imaging tapping mode atomic force microscopy with applied biases. *J. Vac. Sci. Technol. B*. Bd. 17(4), 1999, S. 1353.
- [67] **J. J. Sáenz, et al.** Observation of magnetic forces by the atomic force microscope. *J. Appl. Phys.* Bd. 62, 1987, S. 4293.
- [68] **Y. Martin und H. K. Wickramasinghe.** Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 50, 1987, S. 1455.
- [69] **F. Brem, et al.** Magnetic iron compounds in the human brain: a comparison of tumour and hippocampal tissue. *J. R. Soc. Interface*. Bd. 3, 2006, S. 833.
- [70] **T. Takahashi und D. Saida.** Magnetic field detection for current evaluation by magnetic force microscopy. *Ultramicroscopy*. Bd. 100, 2004, S. 293.
- [71] **B D Terris und T Thomson.** Nanofabricated and self-assembled magnetic structures as data storage media. *J. Phys. D: Appl. Phys.* Bd. 38, 2005, S. 199.
- [72] **P. Maivald, et al.** Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope. *Nanotechnology*. Bd. 2, 1991, S. 103.

- [73] **C. M. Mate, et al.** Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface. *Phys. Rev. Lett.* Bd. 59, 1987, S. 1942.
- [74] **T. Aoki, et al.** Noncontact scanning probe microscopy with sub-piconewton force sensitivity. *Ultramicroscopy.* Bd. 70, 1997, S. 45.
- [75] **P. Eyben, et al.** Scanning spreading resistance microscopy and spectroscopy for routine and quantitative two-dimensional carrier profiling. *J. Vac. Sci. Technol. B.* Bd. 20, 2002, S. 471.
- [76] *High resolution 2D Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM) of thin film SOI MOSFETs with ultra short effective channel length.* **J. Hartwich, et al.** SOI Conference : IEEE International, 2003. S. 35.
- [77] **E. Abbe.** Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung. *Archiv f. Mikroskop. Anat.* Bd. 9, 1873, S. 413.
- [78] **E.H. Syngé.** A suggested model for extending microscopic resolution into the ultramicroscopic region. *Philos. Mag.* Bd. 6, 1928, S. 356.
- [79] **D.W. Pohl, W. Denk und M. Lanz.** Optical stethoscopy: Image recording with resolution  $\lambda/20$ . *Appl. Phys. Lett.* Bd. 44, 1984, S. 651.
- [80] **U. Dürig, D.W. Pohl und F. Rohner.** Near-field optical-scanning microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 59, 1986, S. 3318.
- [81] **E. Betzig, et al.** Breaking the diffraction barrier: Optical microscopy on a nanometric scale. *Science.* Bd. 251, 1991, S. 1468 .
- [82] **E. Betzig, P.L. Finn und S.J.Weiner.** Combined shear force and near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 60, 1992, S. 2484.
- [83] **E. Betzig, et al.** Near-field fluorescence imaging of cytoskeletal actin. *Bioimaging.* Bd. 1, 1994, S. 129 .
- [84] **J.K. Trautman, et al.** Near-field spectroscopy of single molecules at room temperature. *Nature.* Bd. 369, 1994, S. 40.
- [85] **R.D. Grober, et al.** Optical spectroscopy of a GaAs/AlGaAs quantum wire structure using near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 64, 1994, S. 1421.
- [86] **H.F. Hess, et al.** Near-field spectroscopy of the quantum constituents of a luminescent system. *Science.* Bd. 264, 1994, S. 1740.
- [87] **M. Ohtsu und K. Kobayashi.** *Optical Near Fields: Introduction to Classical and Quantum Theories of Electromagnetic Phenomena at the Nanoscale.* Berlin : Springer, 2004. ISBN: 354040483X.

- [88] **G. Kaupp**. *Atomic force microscopy, scanning nearfield optical microscopy and nanoscratching : application to rough and natural surfaces*. Berlin : Springer, 2006. ISBN: 3540284052.
- [89] **M. Born, et al.** *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light*. Cambridge : University Press, 1999. ISBN: 0521642221 .
- [90] **F. Zenhausern, M.P. O'Boyle und H.K. Wickramasinghe**. Apertureless near-field optical microscope. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 65, 1994, S. 1623.
- [91] **E.L. Buckland, P.J. Moyer und M.A. Paesler**. Resolution in collection-mode scanning optical microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 73, 1993, S. 1018.
- [92] **E. Betzig, M. Isaacson und A. Lewis**. Collection mode near-field scanning optical microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 51, 1987, S. 2088.
- [93] **U.Ch. Fischer, U.T. Dürig und D.W. Pohl**. Near-field optical scanning microscopy in reflection. *Appl. Phys. Lett.* . Bd. 52, 1988, S. 249.
- [94] **M.S. Ünlü, B.B. Goldberg und W.D. Herzog**. Near-field optical beam induced current measurements on heterostructures. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 67, 1995, S. 1862 .
- [95] **A.A. McDaniel, J.W.P. Hsu und A.M. Gabor**. Near-field scanning optical microscopy studies of Cu(In,Ga)Se<sub>2</sub> solar cells. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 70, 1997, S. 3555.
- [96] **J.A. Cline, H. Barshatzky und M. Isaacson**. Scanned-tip reflection mode near field scanning optical microscopy. *Ultramicroscopy* . Bd. 38, 1991, S. 299.
- [97] **S.K. Buratto, et al.** Imaging InGaAsP quantum-well lasers using near-field scanning optical microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 76, 1994, S. 7720.
- [98] **Ch. Lienau, et al.** Near-field scanning optical microscopy of polarization bistable laser diodes. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 69, 1996, S. 2471.
- [99] **J. M. Kim, et al.** DC electric-field-induced DNA stretching for AFM and SNOM studies. *Ultramicroscopy*. Bd. 91, 2002, S. 139.
- [100] **E. Betzig und J. Trautman**. Near-field optics: Microscopy, spectroscopy, and surface modification beyond the diffraction limit. *Science*. Bd. 257, 1992, S. 189.
- [101] **N.F. van Hulst, M.H.P. Moers und B. Bölger**. Near-field optical microscopy in transmission and reflection modes in combination with force microscopy. *J. Microsc.* Bd. 171, 1993, S. 95.
- [102] **H. Heinzelmann und D.W. Pohl**. Scanning near-field optical microscopy. *Appl. Phys. A*. Bd. 59, 1994), S. 89.

- [103] **M.A. Paesler und P.J. Moyer.** *Near-Field Optics: Theory, Instrumentation and Applications.* New York : John Wiley & Sons, Inc., 1996. ISBN: 0471043117.
- [104] **J. Tominaga und T. Nakano.** *Optical near-field recording : science and technology.* Berlin : Springer, 2005. ISBN: 354022128X.
- [105] **FEI Company.** Scanning Electron Microscopes. *Nova 600 NanoSEM essential specifications.* [Online] [Zitat vom: 03. März 2008.]  
<http://www.fei.com/products/types/scanning-electron-microscope.aspx>.
- [106] —. Transmission Electron Microscopes (TEM). *Application Note.* [Online] [Zitat vom: 03. März 2008.] <http://www.fei.com/products/types/transmission-electron-microscope.aspx>.
- [107] **Thermo Fisher Scientific Inc.** MICROLAB 350 - Auger Electron Spectrometer. [Online] [Zitat vom: 03. März 2008.]  
[www.thermo.com/com/cda/product/detail/1,1055,15886,00.html](http://www.thermo.com/com/cda/product/detail/1,1055,15886,00.html).
- [108] **M. R. Jarvis, R. Pérez und M. C. Payne.** Can Atomic Force Microscopy Achieve Atomic Resolution in Contact Mode? *Phys. Rev. Lett.* Bd. 86, 2001, S. 1287 - 1290.
- [109] **Y. Seo, H. Jhe und Choe W.** Atomic-resolution noncontact atomic force microscopy in air. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 83, 2003, S. 1860.
- [110] **L. Abelmann, et al.** Comparing the resolution of magnetic force microscopes using the CAMST reference samples. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* Bd. 190, 1998, S. 135-147.
- [111] **A. N. Morozovska, et al.** Resolution-function theory in piezoresponse force microscopy: Wall imaging, spectroscopy, and lateral resolution. *Phys. Rev. B.* Bd. 75, 2007, S. 174109.
- [112] *Development of Multiple Small Linear Planar Motor System.* **X. Chen, et al.** Glasgow : 4th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2004. S. 252.
- [113] *Integrated Design of a Lightweight Positioning System.* **J. Makarovic, et al.** St. Louis : 7th International Conference on Motion and Vibration Control, 2004.
- [114] **T. Hausotte.** *Dissertation: Nanopositionier- und Nanomessmaschine.* Ilmenau : Technische Universität Ilmenau, 2002. ISBN: 3932633717.
- [115] **H. Romanus, et al.** Markers prepared by focus ion beam technique for nanopositioning procedures. *Microelectron. Eng.* Bd. 84, 2007, S. 524.
- [116] **V. Cimalla, et al.** Surface band bending at nominally undoped and Mg-doped InN by Auger Electron Spectroscopy. *phys. stat. sol. (a).* Bd. 203, 2006, S. 59.

- [117] **O. Ambacher**. Growth and applications of Group III-nitrides. *J. Phys. D: Appl. Phys.* Bd. 31, 1998, S. 2653.
- [118] **L. K. Teles, et al.** Structural properties of cubic GaN epitaxial layers grown on  $\beta$ -SiC. *J. Appl. Phys.* Bd. 80, 1996, S. 6322.
- [119] **P. Perlin, et al.** Raman scattering and x-ray-absorption spectroscopy in gallium nitride under high pressure. *Phys. Rev. B.* Bd. 45, 1992, S. 83-89.
- [120] **C. G. Van de Walle und J. Neugebauer**. Universal alignment of hydrogen levels in semiconductors, insulators and solutions. *NATURE*. Bd. 423, 2003, S. 626.
- [121] **V. M. Bermudez**. Study of oxygen chemisorption on the GaN(0001)-(1x1) surface. *J. Appl. Phys.* Bd. 80, 1996, S. 1190.
- [122] **C. I. Wu, et al.** GaN (0001)-(1x1) surfaces: Composition and electronic properties. *J. Appl. Phys.* Bd. 83, 1998, S. 4249.
- [123] **J. Ma, et al.** Photoemission spectroscopy studies of the surface of GaN films grown by vapor phase epitaxy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 69, 1996, S. 3351.
- [124] **C. I. Wu und A. Kahn**. Electronic states and effective negative electron affinity at cesiated p-GaN surfaces. *J. Appl. Phys.* Bd. 86, 1999, S. 3209.
- [125] **S. J. Cho, et al.** Surface band bending in as-grown and plasma-treated n-type GaN films using surface potential electric force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 84, 2004, S. 3070.
- [126] **J. P. Long und V. M. Bermudez**. Band bending and photoemission-induced surface photovoltages on clean n- and p-GaN (0001) surfaces. *Phys. Rev. B.* Bd. 66, 2002, S. 121308.
- [127] **M. Niebelschütz, et al.** Electrical performance of gallium nitride nanocolumns. *Physica E.* Bd. 37, 2007, S. 200.
- [128] **J. Goldberger, et al.** Single-crystal gallium nitride nanotubes. *Nature*. Bd. 522, 2003, S. 599.
- [129] **J. Li, et al.** Conversion between Hexagonal GaN and  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanowires and Their Electrical Transport Properties. *Nano Lett.* Bd. 6, 2006, S. 148.
- [130] **E. Calleja, et al.** Luminescence properties and defects in GaN nanocolumns grown by molecular beam epitaxy. *Phys. Rev. B.* Bd. 62, 2000, S. 16826.
- [131] **R. Calarco, et al.** Size-dependent Photoconductivity in MBE-Grown GaN-Nanowires. *Nano Lett.* Bd. 5, 2005, S. 981.

- [132] **J. J. Boote und S. D. Evans.** Dielectrophoretic manipulation and electrical characterization of gold nanowires. *Nanotechnology*. Bd. 16, 2005, S. 1500.
- [133] **K. S. Lee, et al.** Electrical Characterization of C-coated Nickel Silicide Nanowires Grown on Ni-loaded Si Substrate. *Korean J. Chem. Eng.* Bd. 21, 2004, S. 1240.
- [134] **A Matoussi, et al.** Electron Beam-Induced Current Investigation of GaN Schottky Diode. *Journal of Electronic Materials*. Bd. 34, 2005, S. 1059.
- [135] *Electron Beam Induced Carbon Deposition and Etching.* **Y. M. Sun, et al.** Boston : MRS Symp. Proc., 2002. Y8.46.
- [136] **L. Wang, et al.** High barrier height GaN Schottky diodes: Pt/GaN and Pd/GaN. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 68, 1996, S. 1267.
- [137] **J. C. Rivière.** The workfunction of Gold. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 8, 1966, S. 172.
- [138] **S P Murarka.** *Metallization Theory and Practice for VLSI and ULSI*. s.l. : Butterworth-Heinemann Ltd , 1993. ISBN: 0750690011 .
- [139] **W. I. Park, et al.** Schottky nanocontacts on ZnO nanorod arrays. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 82, 2003, S. 4358.
- [140] **D. M. Schaadt und E. T. Yu.** Scanning capacitance spectroscopy of an AlGaIn/GaN heterostructure field-effect transistor structure: Analysis of probe tip effects. *J. Vac. Sci. Technol. B*. Bd. 20, 2002, S. 1671.
- [141] **G. D. J. Smit, S. Rogge und T. M. Klapwijk.** Scaling of nano-Schottky-diodes. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 81, 2002, S. 3852.
- [142] **T. Machleidt, et al.** Using defined structures on very thin foils for characterizing AFM tips. *Ultramicroscopy*. Bd. 107, 2007, S. 1086.
- [143] **T. Tsirlin, et al.** AFM and TEM Studies of Pt Nanoparticle Arrays Supported on Alumina Model Catalyst Prepared by Electron Beam Lithography . *Topics in Catalysis*. Bd. 19, 2002, S. 165.
- [144] **T. Machleidt, R. Kästner und K.-H.Franke.** Reconstruction and geometric assessment of AFM tips. [Buchverf.] G. Wilkening und L. Koenders. *Nanoscale Calibration Standards and Methods*. Weinheim : Wiley-VCH, 2005.
- [145] **H. Romanus, et al.** Preparation of defined structures on very thin foils for characterization of AFM probes. *Microelectron. Eng.* Bd. 84, 2007, S. 528.
- [146] **T. Machleidt.** *Dissertation: (in Bearbeitung)*. Ilmenau : TU Ilmenau, 2008.



- [147] **J. R. Kim, et al.** Electrical transport properties of individual gallium nitride nanowires synthesized by chemical-vapor-deposition. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 80, 2002, S. 3548.
- [148] **B. S. Simpkins, P. E. Pehrsson und A. R. Laracuente.** Electronic conduction in GaN nanowires. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 88, 2006, S. 072111.
- [149] **V. Cimalla, et al.** Surface conductivity of epitaxial InN. *phys. stat. sol. (c)*. Bd. 2, 2005, S. 2254.
- [150] **H. Lu, et al.** Growth of Thick InN by Molecular Beam Epitaxy. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* Bd. 743:L4, 2003, S. 10.
- [151] **E. Calleja, et al.** Evidence of electron accumulation at nonpolar surfaces of InN nanocolumns. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 90, 2007, S. 262110.
- [152] **M. Niebelschütz, et al.** Space charged region in GaN and InN nanocolumns investigated by atomic force microscopy. *phys. stat. sol. (c)*. Bd. 5, 2008, S. 1609.
- [153] **D. Segev und C. G. van der Walle.** Origins of Fermi level pinning on GaN and InN polar and nonpolar surfaces. *Europhysics Letters*. Bd. 76, 2006, S. 305.
- [154] **R. Calarco und M. Marso.** GaN and InN nanowires grown by MBE: A comparison. *Appl. Phys. A*. Bd. 87, 2007, S. 499.
- [155] **R. Dimitrov, et al.** Two-dimensional electron gases in Ga-face und N-face AlGaN/GaN heterostructures grown by plasma-induced molecular beam epitaxy and metalorganic chemical vapor deposition on sapphire. *J. Appl. Phys.* Bd. 87, 2000, S. 3375.
- [156] **O. Ambacher, et al.** Two-dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization charges in N- and Ga-face AlGaN/GaN heterostructures. *J. Appl. Phys.* Bd. 85, 1999, S. 3222.
- [157] **P. R. Tavernier, et al.** The growth of N-face GaN by MOCVD: effect of Mg, Si, and In. *J. Cryst. Growth*. Bd. 264, 2004, S. 150.
- [158] **S. Sonoda, et al.** Characterization of polarity of wurtzite GaN film grown by molecular beam epitaxy using NH<sub>3</sub>. *Jpn. J. Appl. Phys.* Bd. 39, 2000, S. 202.
- [159] **X. Q. Shen, et al.** Realization of Ga-polarity GaN films in radio-frequency plasma-assisted molecular beam epitaxy. *J. Cryst. Growth* . Bd. 218, 2000, S. 155.
- [160] **M. J. Murphy, et al.** Molecular beam epitaxial growth of normal and inverted two-dimensional electron gases in AlGaN/GaN based heterostructures. *J. Vac. Sci. Technol. B*. Bd. 17, 1999, S. 1252.
- [161] **M. Stutzmann, et al.** Playing with Polarity. *phys.stat.sol.(b)*. Bd. 228, 2001, S. 505.

- [162] **W.-C. Yang, et al.** Photoelectron emission microscopy observation of inversion domain boundaries of GaN-based lateral polarity heterostructures. *J. Appl. Phys.* Bd. 94, 2003, S. 5720.
- [163] **O. Ambacher.** Growth and applications of Group III-nitrides. *J. Phys. D: Appl. Phys.* Bd. 31, 1998, S. 2653.
- [164] **U. Karrer, O. Ambacher und M. Stutzmann.** Influence of crystal polarity on the properties of Pt/GaN Schottky diodes. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 77, 2000, S. 2012.
- [165] **B. J. Rodriguez, et al.** Piezoresponse force microscopy for polarity imaging of GaN. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 80, 2002, S. 4166.
- [166] *AlN as a piezoelectric material for integrated micro and nano sensors on silicon.* **T. Polster, et al.** Paris : VDE Verlag, 2007. Smart Systems Integration 2007. ISBN: 380073009X.
- [167] **B. Wu, et al.** Microstructure-hardened silver nanowires. *Nano Letters.* Bd. 6, 2006, S. 468.
- [168] **A. W. Hassel, et al.** Electrochemical production of nanopore arrays in a nickel aluminium alloy. *Electrochimica Acta.* Bd. 50, 2005, S. 3033.
- [169] **W. I. Jang, et al.** Fabrication of MEMS devices by using anhydrous HF gasphase etching with alcoholic vapour. *Journal of Micromechanics and Microengineering.* Bd. 12, 2002, S. 297.
- [170] **K. Brueckner, et al.** Strain- and pressure-dependent RF response of microelectromechanical resonators for sensing applications. *J. Micromech. Microeng.* Bd. 17, 2007, S. 2016.
- [171] **D. Mende und G. Simon.** *Physik — Gleichungen und Tabellen.* Leipzig : VEB Fachbuchverlag, 1986. ISBN: 3446228365 .
- [172] **V. Cimalla, et al.** Nanoelectromechanical devices for sensing applications. *Sensors and Actuators B.* Bd. 126, 2007, S. 24.
- [173] **V. Cimalla, et al.** Pulsed mode operation of strained microelectromechanical resonators in air. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 88, 2006, S. 253501.
- [174] **V. Cimalla, et al.** Nanomechanics of Single Crystalline Tungsten Nanowires. *Journal of Nanomaterials.* Bd. 2008, 2008, S. 638947.
- [175] **R. Komanduri, N. Chandrasekarana und L. M. Raffb.** Molecular dynamics (MD) simulation of uniaxial tension of some single-crystal cubic metals at nanolevel. *Int. J. Mech. Sci.* Bd. 43, 2001, S. 2237.

- [176] **J. S. Lin, S. P. Ju und W. J. Lee.** Mechanical behavior of gold nanowires with a multishell helical structure. *Phys. Rev. B.* Bd. 72, 2005, S. 085448.
- [177] *Nanomechanics with nanowires and nano-electro-mechanical systems.* **V. Cimalla, et al.** Velingrad : Bulgarian Academy of Sciences, 2007. Proceedings of the International Workshop "Development, characterization and industrial application of nanostructured thin films, hard and superhard coatings". ISBN: 9789543222384.
- [178] **V. M. Bermudez, et al.** The growth and properties of Al and AlN films on GaN(0001)–(1x1). *J. Appl. Phys.* Bd. 79, 1996, S. 110.
- [179] **NT-MDT.** Solver P47-PRO. [Online] [Zitat vom: 22. April 2008.]  
[http://www.ntmdt.com/Products/Scanning\\_Probe\\_Microscopes/product12.html](http://www.ntmdt.com/Products/Scanning_Probe_Microscopes/product12.html).
- [180] *Deconvolution of Atomic Force measurements in special modes – methodology and application.* **E. Sparrer, et al.** Ilmenau : Universitätsverlag Ilmenau, 2007. ISBN 9783939473176.
- [181] **H. O. Jacobs, et al.** Resolution and contrast in Kelvin probe force microscopy. *J. Appl. Phys.* Bd. 84, 1998, S. 1168.
- [182] **S. Sadewasser, et al.** High-resolution work function imaging of single grains of semiconductor surfaces. *Appl. Phys. Lett.* Bd. 80, 2002, S. 2979.
- [183] **J. Lu, et al.** Kelvin Probe Force Microscopy on Surfaces: Investigation of the Surface Potential of Self-Assembled Monolayers on Gold. *Langmuir.* Bd. 15, 1999, S. 8184 - 8188.
- [184] **S. Hosaka, A. Kikukawa und Y. Honda.** High Resolution of Magnetic Force Microscope Image using a Just-on-Surface Magnetic Force Microscope. *Jap. J. Appl. Phys.* Bd. 33, 1994, S. 3779.
- [185] **H. Henke.** *Elektromagnetische Felder: Theorie und Anwendung.* Berlin : Springer, 2007. ISBN: 3540710043.
- [186] **F. Bernardini, V. Fiorentini und D. Vanderbilt.** Polarization-based calculation of the dielectric tensor of polar crystals. *Phys. Rev. Lett.* . Bd. 79, 1997, S. 3958.

## Abkürzungsverzeichnis

$\mu$	Beweglichkeit
AES	Augerelektronenspektroskopie
AFM	Atom Kraft Mikroskopie (Atom Kraft Mikroskop)
AM	Amplitudenmodulations-Detektion
CVD	<i>Chemical vapor deposition</i>
$d_{\text{crit}}$	kritischer Durchmesser
E	Elastizitätsmodul
e	Elementarladung
E(x)	Schalenenergie
$E_A$	Energie des Analysators
$E_B$	Bindungsenergie
$E_c$	Leitungsband
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
$E_g$	Bandabstand
$E_{\text{kin}}$	Kinetische Energie
$E_P$	Kinetische Energie des Augerelektron bezogen auf Fermi-niveau
$E_{\text{Photon}}$	Photonenenergie
$E_v$	Valenzband
F(x)	Energieverbrauch durch Interaktion
FEM	Feldemissionsmikroskop
$F_{\text{es}}$	elektrostatische Kraft
FIM	Feldionenmikroskop
FM	Frequenzmodulations-Detektion
$f_{\text{res}}, f_1$	Resonanzfrequenz
h	Plancksches Wirkungsquantum
$I_0$	Intensität
$J_1$	Bessel-Funktion 1. Ordnung
k	Federkonstante

## Abkürzungsverzeichnis

k	Wellenzahl
konst.	Konstante die die Größen $F(x)$ , $R_{ea}$ und $R_{ia}$ enthält
L	Länge
LEED	Low Energy Electron Diffraction
$m^*$	effektive Masse
MBE	Molekularstrahlepitaxie
MOCVD	Metall Organische Dampfphasen Abscheidung
MOS Transistoren	Metall Oxid Halbleiter Transistoren
n	Brechungsindex
NA	numerische Apertur
NPM-Maschine	Nanopositionier- und Nanomessmaschine
$N_s$	Ladungsträgerdichte an der Oberfläche
$n_{Vol}$	Ladungsträgerdichte im Volumen
p	Impuls
PMMA	Polymethylmethacrylat
r	Radius
$R_{ea}$	Relaxationsenergie zwischen den Atome
REM	Rasterelektronenmikroskop
RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse
$R_{ia}$	Relaxationsenergie innerhalb der Atome
$R_{sp}(z)$	Widerstand des gesputterten Gebiets
SIMS	Sekundär Ionen Massen Spektrometrie
SNOM, NSOM	Optische Rasternahfeld Mikroskopie
SRM	Spreading Resistance Microscopy
TEM	Transmissionselektronen Mikroskop
$U_k$	Potentialdifferenz
UPS	ultra violette Photoelektronenspektroskopie
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie
$\lambda$	Wellenlänge

## Abkürzungsverzeichnis

$\Phi, \varphi$	Austrittsarbeit
$\sigma$	Spannung
$\chi$	Elektronegativität
$\epsilon$	Dehnung

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Schematische Darstellung der NPM-Maschine und eine Ausschnittsvergrößerung des zu integrierenden AFMs. ....	2
Abbildung 2:	Energieverteilung der Elektronen, die durch Beschuss entstehen. Ausschnitt: Herkunftsarten der verschiedenen Elektronen nach Primärelektronenbeschuss. ....	6
Abbildung 3:	Schematische Darstellung des Aufbaus und des Strahlengangs in einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) [12].....	8
Abbildung 4:	Schematische Darstellung des Atommodells mit Ionisation und Emission von Röntgenquanten $K_{\alpha}$ , $K_{\beta}$ , $L_{\alpha}$ .....	10
Abbildung 5:	Das Prinzip der AES: (a) die Ionisation einer tieferen (K) Elektronenschale mittels Elektronen- oder Photonenstrahl, (b) die Emission des Augerelektrons durch die Freigabe der Energie beim Übergang eines Elektrons von der $L_1$ -Schale auf die ionisierte K-Schale [15].....	12
Abbildung 6:	Prinzipieller Aufbau eines Augerelektronenspektroskops mit einem Halbkugelanalysator zum Detektieren der Elektronen, einem Elektronenstrahl zum Auslösen des Augerprozesses und einem Ionenstrahl zur Tiefenprofilierung. ....	14
Abbildung 7:	Schematischer Aufbau eines Atomkraftmikroskops mit einem Piezoscanner und zugehöriger Controllereinheit.....	16
Abbildung 8:	Pyramidenförmige AFM-Spitze aus Si mit Kohlenstoffwhisker zur Verbesserung der Auflösung [22]. ....	17
Abbildung 9:	Schematische Darstellung der Austrittsarbeit aus einem typischen Halbleiter mit Leitungs- ( $E_C$ ) und Valenzband ( $E_V$ ). ....	21
Abbildung 10:	Systeme mit mehreren Festkörper-Festkörper-Grenzflächen: a) Systeme mit zwei Grenzflächen, b) Systeme mit drei Grenzflächen, c) Unterbrochene Verbindung zwischen zwei Festkörpern (Luftspalt) (Modell für KPFM). ....	23
Abbildung 11:	Energieniveaudiagramm von zwei Metallen unterschiedlicher Austrittsarbeit $\phi$ : ohne Kontakt, mit externen elektrischen Kontakten und nach der Kompensation der Austrittsarbeitdifferenz $\Delta\phi$ durch das Anlegen einer Gleichspannung $U_{dc}$ [46]. ....	27

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 12:	Aufnahme einer GaAlAs Heterostruktur im KPFM- (a) und EFM- (b) Modus mit der Darstellung des verbesserten Kontrasts bei EFM [62].....	29
Abbildung 13:	Exemplarische Kraft-Weg-Kennlinie eines weichen Cantilevers auf einer harten Oberfläche mit vier unterschiedlichen Kraftbereichen. ....	31
Abbildung 14:	Aufnahme im <i>Spreading Resistance Microscopy</i> Modus an einer mit Goldionen beschossenen nicht leitfähigen Oberfläche.....	33
Abbildung 15:	Schematischer Aufbau des von Edward H. Syngge vorgestellten Prinzip zur Umgehung des Abbe Limit [78].....	34
Abbildung 16:	a) zweidimensionale Intensitätsabbildung des Beugungsbildes einer Punktlichtquelle (Airy-Scheibchen); daraus abgeleitete Auflösungskriterien nach b) Rayleigh und c) Sparrow.....	37
Abbildung 17:	Verschiedene Varianten des Transmissions-SNOM: a) „klassisches“ Apertur-SNOM mit Beleuchtung durch eine Faser (a-SNOM) und b) Sammel-Modus SNOM mit Detektion über eine Faser. ....	38
Abbildung 18:	Verschiedene Varianten des Reflexions-SNOM: a) SNOM mit Beleuchtung durch eine Faser (R-SNOM), b) Sammel-Modus SNOM mit Detektion über eine Faser und c) mit Beleuchtung und Detektion über eine Faser.....	40
Abbildung 19:	Hierarchisch aufgebaute Struktur zur Bestimmung der AFM-Spitzenposition mit a) V-Struktur zur Grobpositionierung und b) selbstorganisiert aufgewachsenen Nanoobjekten (SiC) zur Feinpositionierung. ....	44
Abbildung 20:	Links: Energielage der Bandlücke von AlN, GaN und InN und Kennzeichnung des „ <i>branch point</i> “ (roter Balken) [120]. Rechts: Die dadurch verursachte Bandverbiegung an der Oberfläche von GaN [122]. ....	47
Abbildung 21:	Bändermodell für einen GaN-Nanodraht unterschiedlichen Durchmessers mit Kennzeichnung der Verarmungszone an der Oberfläche (gelb). [127].....	47
Abbildung 22:	a) Draufsicht auf senkrecht gewachsene GaN-Nanodrähte. b) Seitenansicht der GaN-Drähte durch Kippen der Probe im REM.....	48
Abbildung 23:	Modell des verwendeten Messaufbaus mit einer leitfähigen AFM-Spitze zur Aufnahme einer I/U-Kennlinie eines einzelnen Nanodrahts. ....	49
Abbildung 24:	<i>non-contact</i> AFM-Aufnahme der vertikalen Nanodrähte zur Auswahl eines einzelnen geeigneten Messobjekts.....	49
Abbildung 25:	Austrittsarbeit der einzelnen Metalle über der Schwellspannung $U_{th}$ der I/U-Kennlinie. a) I/U-Kennlinien für unterschiedliche Metalle.....	51



## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 26: Vergleich des spez. Widerstandes von GaN-Nanodrähten, die von verschiedenen Gruppen mit unterschiedlichen Verfahren hergestellt wurden [128; 129; 131; 147; 148].....	51
Abbildung 27: a) Analyseaufbau des zu untersuchenden InN-Streifens. b) Widerstandsdarstellung der Schicht c) mit entsprechendem Ersatzschaltungsbild der gesamten InN-Schicht auf einem nichtleitenden Substrat. ....	54
Abbildung 28: a) Berechneter Widerstand einer InN-Sicht über die Sputtertiefe mit über die Tiefe homogenen Leitfähigkeit $\sigma$ . b) Gemessener Widerstand einer 1,8 $\mu\text{m}$ dicken InN-Schicht über die Sputtertiefe mit Ausschnittvergrößerung der ersten 30 nm [149].....	55
Abbildung 29: Aus dem Widerstand berechnete Elektronenkonzentration mit einer Ausschnittvergrößerung der ersten 10 nm der Schicht sowie der zugehörigen Sauerstoffkonzentration.....	56
Abbildung 30: I/U-Kennlinie eines 40 nm InN-Nanodraht. Ausschnitt: REM Bild der InN-Nanodrähte [151]. ....	57
Abbildung 31: Vom Durchmesser abhängige Leitfähigkeit und schematische Darstellung eines InN-Nanodrahtes mit Kennzeichnung des Bandverlaufes.....	58
Abbildung 32: Atomarer Aufbau mit Kennzeichnung der Polarität und der Bilagen (gestichelte Linien) von hexagonalem GaN gewachsen auf Saphirsubstrat [161]. ....	60
Abbildung 33: Polarität von hexagonalem GaN, gewachsen auf Saphir in Abhängigkeit vom Herstellungsverfahren.....	60
Abbildung 34: Aufbau einer LPH Schicht mit <i>Inversion Domain Boundary</i> (IDB) .....	61
Abbildung 35: Prinzipielles Bändermodell für eine <i>Lateral Polarity Heterostruktur</i> mit den unterschiedlichen Austrittsarbeiten und Kennzeichnung der AES Elektronenenergie [7].....	63
Abbildung 36: Peaklage des Gallium-LMM- und Stickstoff-KLL-Peaks für unterschiedliche Messpunkte auf einer Linie über die beiden Polaritäten von GaN. ....	64
Abbildung 37: Augersignal von Stickstoff-KLL, aufgenommen an zwei Messfeldern auf <i>N-face</i> - und <i>Ga-face</i> -GaN.....	64
Abbildung 38: Oberflächenprofil und Potenzialunterschied der Oberfläche einer <i>Lateral Polarity</i> Heterostruktur gemessen mit KPFM.....	65

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 39:	a) Topografie-, b) PFM-Amplituden- und c) PFM-Phasenbild einer GaN <i>Lateral Polarity</i> Heterostruktur. Die innere Struktur ist Ga-face Polarität. Die N-face Polarität hat eine größere <i>Piezoresponse</i> Amplitude d) Diagramm der Phasenlage [165].	66
Abbildung 40:	Schematischer Aufbau der statischen <i>Piezoresponse</i> -Messungen an einer AlN-Schicht mit Hilfe eines AFM.	68
Abbildung 41:	Piezosignal über der angelegten Wechselspannung im Bereich von 1-10 V.	68
Abbildung 42:	Schematische Darstellung der statischen Biegemessungen mit einem AFM.	70
Abbildung 43:	Schematische Darstellung des dynamischen Messmodus mit magnetodynamischer Anregung.	70
Abbildung 44:	3D AFM-Aufnahme eines einseitig eingespannten und unterätzten Nanodrahts.	70
Abbildung 45:	Laterale Biegekraft-Messung an einem einseitig eingespannten Wolframnanodraht an drei verschiedenen Punkten.	73
Abbildung 46:	Kraft-Weg-Kennlinien in Abhängigkeit der Position des Kraftangriffpunktes, die mit einem AFM an einem Wolframnanodraht aufgenommen wurden.	73
Abbildung 47:	Berechnete Werte für den Elastizitätsmodul in Abhängigkeit der Länge des Nanodrahts mit angedeutetem Mittelwert (gestrichelte Linie).	74
Abbildung 48:	Diagramm der Auslenkung des Cantilevers durch einen 100 nm Nanodraht aus Gold mit Bruch an der Stelle der höchsten Cantileverauslenkung. Ausschnitt: REM-Aufnahme eines einseitig eingespannten Au-Nanodrahts.	75
Abbildung 49:	a) Hergestellte Schichtfolge auf einem Substrat, b) Bruchkante, c) um 90° gedrehter Bruch, d) polierter Querschliff zur Analyse mit oberflächenempfindlichen Verfahren.	77
Abbildung 50:	a) <i>Scanning Auger Mapping</i> eines AlN/Ni-Querschliffs. b) Schematische Darstellung der AlN/Ni-Schichtstruktur auf einem Siliziumsubstrat mit einer AFM-Spitze.	79
Abbildung 51:	a) TEM-Aufnahme eines AlN/Ni-Querschliffs mit eingezeichnetem Potenzialverlauf einer KPFM-Messung (rote Linie). b) KPFM-Bild eines AlN/Ni-Querschliffs.	79

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 52: Model der unterschiedlichen Kapazitäten zwischen Objekt und AFM-Spitze [180].	80
Abbildung 53: MFM-Aufnahme einer als Querschliff präparierten AlN/Ni-Schichtfolge. Ausschnitt: Maßstabgetreues Schema der Schichtfolge mit eingezeichnetem Phasenverlauf.	81
Abbildung 54: Schema einer AlN/Ni-Referenzmarke, die mit Elektronenstrahl strukturiert wurde. a) Seitenansicht mit durchgängiger AlN-Schicht und aufgedampften Ni. b) Draufsicht mit unterschiedlichen Referenzfeldern.	82
Abbildung 55: a) Topografieaufnahme einer mit Elektronenstrahlolithografie strukturierten Messmarke und b) dazugehörige KPFM-Aufnahme.	83
Abbildung 56: Schematischer Aufbau einer mit optischer Lithografie strukturierten Referenzmarke. a) Mit AlN beschichtetes Substrat, b) Belacken der Oberfläche mit ca. 2 µm dickem Lack, c) Belichten und Entwickeln der Lackschicht, um ein Streifenmuster zu erzeugen, d) strukturiert mit einem Chlor-Trockenätzprozess das AlN-Entfernen, e) Struktur mit Nickel beschichten und f) Entfernen der Lackmaske und des überschüssigen Nickels.	84
Abbildung 57: EDX-Aufnahme einer mit optischer Lithografie hergestellten Referenzstruktur mit rot als Nickel und grün als AlN.	85
Abbildung 58: KPFM- und SRM-Aufnahmen einer mit optischer Lithografie hergestellten Referenzstruktur.	85
Abbildung 59: Zeichnung des geplanten Referenzblock zur Integration verschiedener Messmarken in die Nanopositionier- und Messmaschine.	86

## Eigene wissenschaftliche Publikationen

1. Nanomechanics of Single Crystalline Tungsten Nanowires V. Cimalla, C.-C. Röhlig, J. Pezoldt, M. Niebelschütz, O. Ambacher, K. Brückner, M. Hein, J. Weber, S. Milenkovic, A. J. Smith, A. W. Hassel; *Journal of Nanomaterials* 2008 (2008) 638947 DOI:10.1155/2008/638947
2. Space charged region in GaN and InN nanocolumns investigated by Atomic Force Microscopy M. Niebelschütz, V. Cimalla, O. Ambacher, T. Machleidt, K.-H. Franke, J. Ristic, J. Grandal, M.A. Sánchez-García and E. Calleja; *phys. stat. sol. (c)* 5 (2008) 1609–1611
3. Deconvolution of atomic force measurements in special modes - methodology and application E. Sparrer, T. Machleidt, R. Nestler, K.-H. Franke, M. Niebelschütz, E. Sparrer, T. Machleidt, R. Nestler, K.-H. Franke, M. Niebelschütz; *Computer science meets automation; Vol. 2: Imenau: Univ.-Verl. Ilmenau. - 2007, S. 245-250*
4. Electrically characterization of Group III-Nitride nanocolumns with Scanning Force Microscopy M. Niebelschütz, V. Cimalla, O. Ambacher, T. Machleidt, K.-H. Franke, J. Ristic, J. Grandal, M.A. Sánchez-García and E. Calleja  
*Modern Research and Educational Topics in Microscopy, Editors: A. Méndez-Vilas and J. Díaz (2007), pp. 560-567*
5. Nanomechanics with nanowires and nano-electro-mechanical systems V. Cimalla, K. Brückner, A.W. Hassel, S. Milenkovic, M.A. Hein, F. Niebelschütz, M. Niebelschütz, J. Pezoldt, H. Romanus, C.-C. Röhlig, K. Tonisch, J. Weber, and O. Ambacher  
*Proc. Intern Workshop Nanostruct. Thin Films (NANO HARD 2007) May 13-16 2007, Velingrad, Bulgaria (Eds. R. Kakanakov and L. Kolaklieva), 2007, p. 27-48.*
6. Fabrication of one-dimensional "trenched" GaN nanowires and their interconnections V. Lebedev, D. Cengher, M. Fischer, K. Tonisch, V. Cimalla, M. Niebelschütz, and O. Ambacher  
*phys. stat. sol. (a)* 204 (2007) 3387-3391
7. Using defined structures on very thin foils for characterizing AFM tips T. Machleidt, K.-H. Franke, H. Romanus, V. Cimalla, M. Niebelschütz, L. Spieß and O. Ambacher  
*Ultramicroscopy* 107 (2007) 1086-1090
8. Evidence of electron accumulation at nonpolar surfaces of InN nanocolumns E. Calleja, J. Grandal, M.A. Sanchez-Garcia, M. Niebelschütz, V. Cimalla, O. Ambacher  
*Appl. Phys. Lett.* 90 (2007) 262110
9. AlGaIn/GaN biosensor-effect of device processing steps on the surface properties and biocompatibility I. Cimalla, F. Will, K. Tonisch, M. Niebelschütz, V. Cimalla, V. Lebedev, G. Kittler, M. Himmerlich, S. Krischok, J.A. Schaefer, M. Gebinoga, A. Schober, T. Friedrich, and O. Ambacher  
*Sens. Actuat. B* 123 (2007) 740–748

## Eigene wissenschaftliche Publikationen

10. Tuning of electrical and structural properties of indium oxide films grown by metal organic chemical vapor deposition  
Ch.Y. Wang, V. Cimalla, H. Romanus, Th. Kups, M. Niebelschütz, and O. Ambacher  
Thin Solid Films 515 (2007) 6611–6614
11. Electrical performance of gallium nitride nanocolumns  
M. Niebelschütz, V. Cimalla, O. Ambacher, T. Machleidt, J. Ristic and E. Calleja  
Physica E 37 (2007) 200-203
12. Markers prepared by focus ion beam technique for nanopositioning procedures  
H. Romanus, J. Schadewald, V. Cimalla, M. Niebelschütz, T. Machleidt, K.-H. Franke, L. Spiess, and O. Ambacher  
Microelectron. Eng. 84 (2007) 524–527
13. Preparation of defined structures on very thin foils for characterization of AFM probes  
H. Romanus, J. Schadewald, V. Cimalla, M. Niebelschütz, T. Machleidt, K.-H. Franke, L. Spiess, and O. Ambacher:  
Microelectron. Eng. 84 (2007) 528–531
14. Fermi level analysis of group III nitride semiconductor device structures by Auger peak position measurements  
G. Ecke, M. Niebelschütz, R. Kosiba, U. Rossow, V. Cimalla, J. Liday, P. Vogrincic, J. Pezoldt, V. Lebedev, and O. Ambacher  
J. Electr. Eng. 57 (2006) 354-359
15. Origin of n-type conductivity in nominally undoped InN  
V. Cimalla, V. Lebedev, F.M. Morales, M. Niebelschütz, G. Ecke, R. Goldhahn, O. Ambacher  
Mat. wiss. Werkst. techn. 37 (2006) 924
16. Impact of Device Technology Processes on the Surface Properties and Biocompatibility of Group III Nitride Based Sensors  
I. Cimalla, F. Will, K. Tonisch, M. Niebelschütz, V. Cimalla, V. Lebedev, G. Kittler, M. Himmerlich, S. Krischok, J.A. Schäfer, M. Gebinoga, A. Schober, T. Friedrich, O. Ambacher  
Mat. wiss. Werkst. techn. 37 (2006) 919
17. Austrittsarbeitsanalyse von GaN basierten Lateral Polarity Strukturen durch Auger-Elektronen-Energie-Messungen  
M. Niebelschütz, G. Ecke, V. Cimalla, K. Tonisch, O. Ambacher  
Mat. wiss. Werkst. techn. 37 (2006) 937
18. Work Function Analysis of GaN-based Lateral Polarity Structures by Auger Electron Energy Measurements  
M. Niebelschütz, G. Ecke, V. Cimalla, K. Tonisch, and O. Ambacher  
J. Appl. Phys. 100 (2006) 074909
19. The conductivity of Mg-doped InN  
V. Cimalla, M. Niebelschütz, G. Ecke, O. Ambacher, R. Goldhahn, H. Lu, and W. J. Schaff  
phys. stat. sol. (c) 3 (2006) 1721-1724

Eigene wissenschaftliche Publikationen

20. Surface band bending at nominally undoped and Mg-doped InN by Auger Electron Spectroscopy

V. Cimalla, M. Niebelschütz, G. Ecke, V. Lebedev, O. Ambacher, M. Himmerlich, S. Krischok,  
J. A. Schaefer, H. Lu, and W. J. Schaff  
phys. stat. sol. (a) 203 (1) (2006), 59

21. Surface conductivity of epitaxial InN

V. Cimalla, G. Ecke, M. Niebelschütz, O. Ambacher, R. Goldhahn, H. Lu and W.J. Schaff  
phys. stat. sol. (c) 7 (2005) 2254-2257

## Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet.

Bei der Auswahl und Auswertung folgenden Materials haben mir die nachstehend aufgeführten

Personen in der jeweils beschriebenen Weise ~~entgeltlich~~/unentgeltlich<sup>1)</sup> geholfen:

1. Dr. Volker Cimalla

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder anderer Personen) in Anspruch genommen.

Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalte der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer Prüfungsbehörde vorgelegt.

Ich bin darauf hingewiesen worden, dass die Unrichtigkeit der vorstehenden Erklärung als Täuschungsversuch angesehen wird und den erfolglosen Abbruch des Promotionsverfahrens zu Folge hat.

Ilmenau, 01.08.2009

---

Merten Niebelschütz

## **Thesen zur Dissertation von Merten Niebelschütz**

1. Die Kombination von NPM-Maschine mit der ebenfalls hochpräzisen AFM-Technik stellt eine hervorragende Möglichkeit dar, die Vorteile der beiden Techniken zu vereinen und so hochaufgelöste Messungen über eine Fläche von mehreren  $\text{cm}^2$  durchzuführen.
2. Die Möglichkeit der orts aufgelösten Widerstandsmessung, die laterale Bestimmung der Austrittsarbeit und der piezoelektrischen Eigenschaften sowie die Bestimmung des Elastizitätsmoduls von Nanodrähten kann mit einem Atomkraftmikroskop gezeigt werden.
3. Bei GaN- und InN-Nanodrähten ist eine durchmesserabhängige Leitfähigkeit aufzeigbar, die durch eine Raumladungszone verursacht wird.
4. Bei GaN-Nanodrähten existiert ein kritischer Durchmesser, der durch eine Elektronenverarmungszone an der Oberfläche verursacht wird und bei den untersuchten Drähten bei 32 nm liegt.
5. Bei InN-Nanodrähten tritt, sowohl bei polaren als auch nichtpolaren Oberflächen, eine Elektronenanreicherung an der Oberfläche auf.
6. Bei Gold- und Wolframnanodrähten lassen sich bis zu einem Drahtdurchmesser von 70 nm mechanische Eigenschaften wie der Elastizitätsmodul über Kraft-Weg-Kennlinien ermitteln.
7. Mit Kelvinsonden-Kraftmikroskopie können Unterschiede in der Austrittsarbeit mit einer lateralen Auflösung von 30 nm an künstlich hergestellten Strukturen nachgewiesen werden.
8. Das AlN/Ni-Materialsystem ist als multifunktionale Referenzstruktur für AFM-Sondermodi besonders geeignet.