

*John Paul Pineda, Christina Newcomb, Gerald Pascual, Byong Kim, and Keibock Lee
Park Systems Inc., Santa Clara, CA USA*

Óptima medición de distribución de corriente de Nanobarras de Óxido de Zinc vía PinPoint™ Conductive AFM

ABSTRACTO

La distribución de corriente en un material es uno de los parámetros más significativos a la hora de determinar el rendimiento de dispositivos eléctricos. Como los componentes de estos dispositivos continúan haciéndose cada vez más pequeños, medir sus propiedades se ha convertido en una tarea desafiante para los investigadores e ingenieros. Por ello, es de vital importancia un método capaz de proveer una medición precisa y repetible a nivel de nanoescala. El microscopio Conductive AFM (C-AFM) es excepcionalmente adecuado para rendir mediciones eléctricas, tales como la distribución de corriente con precisión a nanoescala, pudiendo ser usado con el modo de contacto, el modo tapping, y el modo PinPoint™. Aquí usamos el microscopio C-AFM en nanobarras ZnO, las cuales han sido ampliamente estudiadas debido a su remarcable rendimiento en la electrónica, óptica, fotónica, y fotocatalisis. Usando el microscopio tradicional C-AFM, comparamos el modo de contacto, con el modo tapping y con el modo propio de Park, el modo PinPoint™. Demostramos que el microscopio C-AFM en el modo PinPoint™ brinda información de la relación entre el tamaño de las nanobarras y la conductividad, información la cual no pudo ser obtenida mediante el uso del microscopio C-AFM usando los otros dos modos. El avanzado mecanismo de este modo elimina la alta fuerza de fricción y permite al usuario controlar el tiempo y la fuerza de contacto, lo cual permite una proyección a alta resolución de los ZnO NR.

INTRODUCCIÓN

El descubrimiento del Microscopio de Fuerza Atómica Conductivo (C-AFM) a mediados del año 1990, ha hecho una contribución remarcable en mantener la confiabilidad en la manufacturación de varias industrias, como ser la semiconductor, de celdas solares, y de discos duros, entre otras[1,2]. La continua reducción de dimensión de los materiales y dispositivos de estas industrias, han alcanzado el límite de los métodos de prueba convencionales, tanto que las mediciones de propiedades a granel ya no pueden describir su verdadero comportamiento. Por esta razón, la medición de propiedades locales de los materiales se ha hecho más efectiva que las propiedades generales al proveer mediciones exactas a nanoescala.

Existen diversos métodos creados para medir estas propiedades locales, y las más comunes son la de los microscopios de electrones de escaneo (SEM) y los de focus ion beams (FIB).

[4] Como sea, algunas de estas técnicas son destructivas y otras tienen modos de medición y caracterización de propiedades limitadas. Una de las herramientas más potentes que se diseñaron para superar estos problemas es el C-AFM. Esta técnica provee las propiedades eléctricas y topográficas simultáneamente; primero monitoreando el flujo de corriente entre la punta conductiva y la muestra, y al final, monitoreando la deflexión del cantiléver mientras que la punta escanea sobre la superficie de la muestra. Como sea, el microscopio C-AFM convencional tiene algunas desventajas, como, por ejemplo, la alta fuerza de fricción causada por el constante contacto entre la punta y la muestra, resultando en un rápido desgaste de la punta y degradación en la resolución de imagen, como también un alto nivel de relación señal/ruido. Otra técnica llamada Tapping, fue creada para eliminar la alta fuerza de fricción. En esta técnica, la punta oscila alrededor de su frecuencia de resonancia, permitiendo a la punta tocar la superficie de la muestra de forma periódica. Pero, esta técnica tiene un limitado control de presión y tiempo de contacto de la punta, resultando así

en mediciones con falta de exactitud y precisión y baja repetibilidad de datos. Recientemente, Park Systems desarrolló un nuevo modo operacional AFM llamado PinPoint™, el cual puede ser acoplado con el microscopio C-AFM para ofrecer a científicos investigadores e ingenieros, una solución innovadora para estos problemas. Este método opera en una manera de acercamiento-retroceso, asegurando una operación sin fricción, lo cual elimina la fuerza lateral debido al continuo contacto entre la punta y la muestra (Figura 1). A esto se le suma que el tiempo y la fuerza de contacto entre la punta y la superficie de la muestra es controlable, permitiendo la obtención de datos exactos y repetibles, aún con muestras delicadas, tales como polímeros. Aquí le presentamos los resultados de las 3 técnicas C-AFM, mediante el uso de nanobarras ZnO como estándar.

Los ZnO NR son ampliamente usados debido a sus peculiares propiedades eléctricas y ópticas. Son utilizadas en la electrónica, óptica, fotónica, y fotocatalisis. Como sea, el rendimiento electrónico de estos dispositivos es generalmente vinculado a la presencia de defectos e irregularidades de superficie, lo cual no es posible de observar mediante mediciones a granel. Un ejemplo común es la presencia de adsorbatos en los ZnO NR. Adsorbatos de tamaño nanométrico pueden reducir la conductividad intrínseca de los materiales. Otro ejemplo es la introducción de irradiación lumínica a los ZnO NR. Este cambio de condición de superficie lleva al incremento de conductividad superficial. Por ello, es de vital importancia un método más sofisticado y preciso para validar las propiedades superficiales de los materiales. Mediante este artículo, demostramos que el método PinPoint™ Conductive AFM es el método más óptimo y adecuado para medir la distribución de corriente de Nanobarras de Óxido de Zinc (ZnO NR), método que provee una medición controlada y sin fricción, permitiendo al usuario medir la topografía y la conductividad de una muestra.

EXPERIMENTO

Una muestra de ZnO NR fue estudiada usando un Sistema Park NX10 AFM. La topografía y la conductividad de la muestra fue medida bajo condiciones ambientales, para realizar escaneos de 4 x 4 µm con un tamaño de imagen de 256 x 256 px. La misma muestra fue medida mediante tres diferentes técnicas C-AFM en la siguiente secuencia: 1) PinPoint™ C-AFM, 2) C-AFM de contacto, y 3) C-AFM tapping. Una sonda conductiva cubierta de diamante (NANOSENSORS™ CDT-CONTR), con una fuerza nominal constante de 0.5 N/m fue utilizada para todo el experimento.

En el modo PinPoint™ C-AFM, la topografía y las propiedades eléctricas (ej. conductividad) de la muestra, pueden ser adquiridas simultáneamente. La punta conductiva traza la topografía mediante el monitoreo de su señal de retroalimentación, acercándose a la muestra hasta que alcanza un punto límite predefinido, y luego

midiendo la altura del escáner Z, para después retroceder rápidamente. El punto límite que se aplicó a la muestra fue ajustado a 100mV, mientras que los ajustes de control de altura, los cuales son equivalentes a la magnitud de retroceso, fueron configurados a 0.5 µm. La distribución de corriente de las muestras es trazada cada vez que la punta alcanza la superficie de la muestra. El flujo de corriente producido por la aplicación de un voltaje entre medio de la punta conductiva y la muestra, es medido a cada punto de aterrizaje para así adquirir los datos eléctricos. Generalmente, el flujo de corriente es muy bajo y necesita ser amplificado por un amplificador de corriente, antes de poder ser procesado como una imagen. El microscopio Park NX10 está equipado con un amplificador de corriente interno con una ganancia variable de $10^6 \sim 10^{12}$ V/A, lo cual es aplicable a la mayoría de las mediciones. El voltaje externo de muestra aplicado en el experimento fue de 3V. En el proceso de obtención de datos, el escáner XY se detiene, y el tiempo de contacto es controlado para dar tiempo suficiente al escáner para obtener datos precisos y exactos. El tiempo de contacto usado en este experimento fue de 4 ms. Todo este proceso es repetido para cada pixel de la imagen deseada, hasta que finalmente se obtiene la totalidad de la imagen [7].

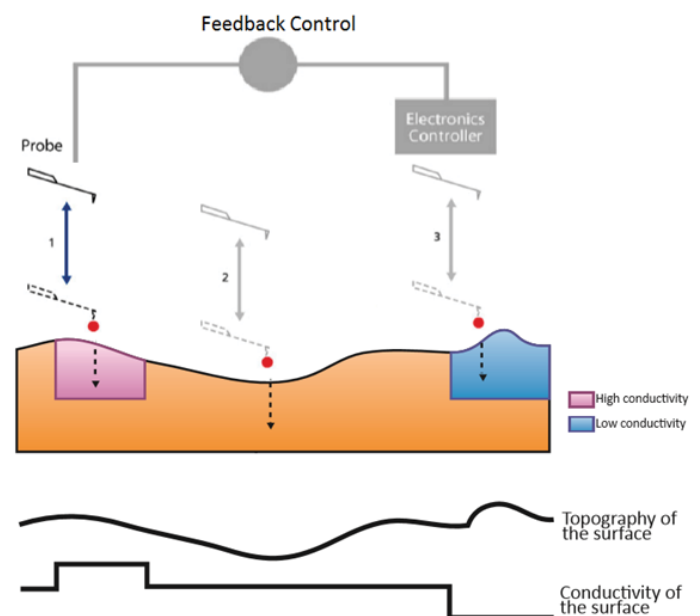


Figure 1. . Principios del modo PinPoint™ Conductive AFM. Este diagrama muestra el acercamiento y retroceso de la retroalimentación controlada de la sonda del C-AFM en múltiples posiciones a lo largo de la superficie de la muestra. El control de retroalimentación del controlador del sistema AFM, permite a esta técnica adquirir datos de topografía y conductividad de superficie al igual que en el tradicional C-AFM y en el tapping C-AFM, pero ahora sin ninguno de los inconvenientes que se presentan generalmente.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Datos de Topografía

Los datos topográficos medidos usando las tres técnicas, están mostradas en las Figuras a-c. Las imágenes revelaron que el área escaneada de la muestra está compuesta por estructuras en forma de zarcillos, las cuales están agrupadas apuntando en dirección vertical. Se observa que su sección transversal de cada NR individual, tiene forma hexagonal, con diámetros que varían entre los 200 a los 800 nm, y alturas que rondan los 30 a 200 nm. Los datos topográficos medidos por el modo contact C-AFM, tienen una calidad muy baja a comparación de los modos PinPoint™ C-AFM y tapping C-AFM, debido a la baja resolución espacial y al efecto de visibilidad de falsas proyecciones en algunas áreas de la imagen. Esta mala calidad puede ser atribuida al continuo contacto de la punta con la muestra, el cual produce una alta fuerza de fricción dañando así la punta y la muestra, y también un bajo nivel de filtro de ruido, el cual degrada intensivamente la exactitud de las medidas adquiridas.

La distribución de corriente de la muestra mostrada en las figuras e-f, fueron trazadas usando una tabla de colores en el XEI, un software de análisis de imagen desarrollado por Park Systems. La intensidad de la degradación de colores se correlaciona con el grado de conductividad de la superficie. En este experimento, las regiones más oscuras representan una mayor conductividad de superficie, mientras que las regiones más claras representan una menor conductividad de superficie. El valor absoluto de la corriente un NR individual oscila entre los 0 a 9 nA. Comparando los resultados de estas tres técnicas, uno puede determinar fácilmente que PinPoint™ C-AFM es el método más sensible detectando variaciones de conductancia locales, ya que los datos de corriente adquiridos en este modo detectan diferencias significativas en las regiones conductivas. Las imágenes adquiridas en los otros modos (modo de contacto y modo tapping), muestran menos conductividad y menos características de la muestra. El poco tiempo de contacto durante la medición, puede ser una de las razones de la mala calidad de imagen. Los datos adquiridos usando el modo PinPoint™, proveen una visión única de las

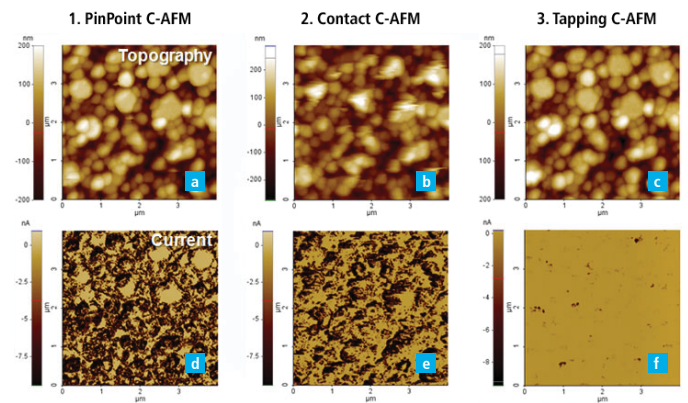


Figure 2. 1.) Datos adquiridos usando el modo PinPoint™ C-AFM (Topografía: a, Corriente: d) 2.) Datos adquiridos usando el modo Contact C-AFM (Topografía: b, Corriente e) y 3.) Datos adquiridos usando el modo Tapping C-AFM (Topografía: c, Corriente: f). Tamaño de escaneo: 4 x 4 μm , tamaño de imagen: 256 x 256 px.

CONCLUSIONES

Entre las técnicas aquí mencionadas, la técnica de PinPoint™ C-AFM desarrollada por Park Systems, provee la mejor calidad de datos en medición de topografía y de corriente. El avanzado mecanismo de este modo elimina la alta fuerza de fricción, lo cual permite una alta resolución de imagen de los ZnO NR. Se observó claramente que la estructura de la muestra tiene una sección transversal hexagonal con diámetros entre los 200 a 800 nm, y alturas desde los 30 a los 200 nm. Más aun, su habilidad de controlar la fuerza y el tiempo de contacto, le permite un trazado preciso de las variaciones de corriente en la superficie. En este estudio, se observó que los ZnO NR de menor diámetro son más conductivos que los de mayor diámetro. Dados dichos resultados, el método PinPoint™ C-AFM es el método más óptimo que puede ser usado para la medición topográfica y la distribución de corriente de la muestra a nanoescala de forma simultánea, todo esto sin sacrificar la calidad de la punta y la muestra, ni la exactitud en las medidas.

REFERENCES

[1] I Gromyko, et al., ZnO Nanorods Grown Electrochemically on Different Metal Oxide Underlays, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.

[2] C. Teichert, et al., Conductive Atomic-Force Microscopy Investigation of Nanostructures in Microelectronics.

[3] K. Bandopadhyay, et al., Spatially resolved photoresponse on individual ZnO nanorods: correlating morphology, defects and conductivity

[4] K. Lee, Failure analysis and the innovative PinPoint™ conductive AFM

[5]
<http://www.parkafm.com/index.php/park-afm-modes/electrical-modes?i=1>

[6]
<http://www.parkafm.com/index.php/park-spm-modes/94-electrical-properties/233-conductive-afm>

[7]
<http://www.parkafm.com/index.php/company/news/press-release/41-park-systems-announces-PinPoint™-conductive-atomic-force-microscopy-afm>

For more information, please visit: www.parksystems.com

3040 Olcott St. Santa, Clara CA 95054
inquiry@parksystems.com,
+1 408-986-1110

