Московский физико-технический институт (государственный университет) Институт физики твердого тела РАН

### «Применение силовой литографии для процессинга InAs нанопроволок» (Дипломная работа)

студентки 022 группы Хисамеевой А.Р. научный руководитель к.ф.-м.н. Жуков А.А.

Черноголовка 2014

# Оглавление

Оглавление					
1	Введение	2			
2	Литературный обзор    2.1  InAs нанопроволоки    2.2  Атомно-силовая микроскопия    2.3  Силовая литография    2.4  Универсальные флуктуации кондактанса    2.5  Эффект Ааронова-Бома	<b>3</b> 3 3 7 8 10			
3 ⊿	Постановка задачи	12			
4	4.1  Образцы	13 13 15 15 17 18 20			
<b>5</b>	Заключение	<b>22</b>			
6	Список литературы	23			

# 1. Введение

Мезоскопика — это раздел физики твёрдого тела, занимающийся системами, в которых число частиц недостаточно для использования стандартных методов статистики, и флуктуации характеризующих систему величин порядка их средних значений [1]. В мезоскопике принципиальным является сравнение размера системы L с длиной сбоя фазы  $L_{\varphi}$ : в системах с  $L < L_{\varphi}$  рассмотрение должно быть принципиально квантовомеханическим. По существу, теория квантовых поправок к проводимости является мостиком между мезоскопикой и физикой макросистем.

Как правило, мезоскопические эффекты наблюдаются в образцах с микронными и субмикронными размерама при температурах до несколько Кельвин. Для примера, использование InAs нанопроволок с диаметром порядка 100 нм и длиной около 1 мкм позволяют наблюдать эти эффекты уже при температуре кипения He<sup>4</sup> (4,2 K). Эти эффекты накладывают естественные ограничения на пределы миниатюризации электронных приборов.

Дипломная работа состоит из введения, трёх глав, заключения и списка литературы.

Первая глава содержит в себе основы атомно-силовой микроскопии и литографии, а также обзор некоторых результатов в области квантовых поправок к проводимости и эффекта Ааронова-Бома. Во второй главе описана постановка задачи. Третья глава представляет собой описание и технологию изготовления образцов, в том числе основных этапов силовой литографии и химического травления. Основные результаты работы приведены в заключении.

# 2. Литературный обзор

#### 2.1 InAs нанопроволоки

Полупроводниковые нанопроволоки, выращенные с помошью метода "bottom-up" (self-assembling method), содержат в себе большой потенциал для создания высокопроизводительных наноэлектронных устройств, а также предоставляют широкие возможности для изучения фундаментальных квантовых эффектов. Для изготовления нанопроволок выбирают полупроводники с узкой запрещённой зоной (InAs, InN) [4], чтобы избежать проблем, связанных с наличием обеднённого слоя вблизи поверхности. У нанопроволок InAs и InN вблизи поверхности образуется обогащённый слой благодаря пиннингу уровня Ферми в зоне проводимости. Из-за переноса электронов из поверхностных состояний зона проводимости и валентная зона изгибаются вниз, и на поверхности, в треугольной потенциальной яме, образуется квазидвумерный электронный газ.

При низких температурах вклад интерфееренционных поправок в электронный транспорт в нанопроволоках оказывается существенным. Соответствующим параметром, связанным с этим явлением, является длина фазовой когерентности  $l_{\varphi}$ . Если длина нанопроволоки L сравнима с  $l_{\varphi}$ , то её проводимость флуктуирует с амплитудой порядка  $e^2/h$  при приложении магнитного поля или изменении электронной концентрации с помощью затвора. Флуктуации возникают из-за того, что в неупорядоченных образцах с размером  $L < l_{\varphi}$ эффекты электронной интерференции не усредняются. Хотя они могут скрыть другие квантовые эффекты, такие как слабая локализация или квантующаяся проводимость, важная информация об электронном транспорте может быть получена из статистических свойств самих флуктуаций.

#### 2.2 Атомно-силовая микроскопия

Атомно-силовой микроскоп (ACM, англ. AFM — atomic-force microscope) — сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения. ACM используется для определения рельефа поверхности с разрешением от десятков ангстрем вплоть до атомарного. Принцип работы атомно-силового микроскопа основан на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом. В качестве зонда используется наноразмерное остриё, которое располагается на конце упругой консоли, называемой кантилевером. В контактной моде сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Изменение рельефа поверхности, появление возвышенностей или впадин под остриём приводит к изменению силы, действующей на зонд, а значит, и к изменению величины изгиба кантилевера. Таким образом, регистрируя величину изгиба, можно получить изображение поверхности образца. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рисунок 2.1). Оптическая система ACM юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отражённый пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприёмника. В качестве позиционно-чувствительных фотоприёмников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды.



Рис. 2.1: a), б) Соответствие между типом изгибных деформаций консоли зондового датчика и изменением положения пятна засветки на фотодиоде; в) схема организации обратной связи в ACM.

Основные регистрируемые оптической системой параметры — это деформации изгиба консоли под действием Z-компонент сил притяжения или отталкивания ( $F_z$ ) и деформации кручения консоли под действием латеральных компонент сил ( $F_L$ ) взаимодействия зонда с поверхностью. Если обозначить исходные значения фототока в секциях фотодиода через  $I_{01}$ ,  $I_{02}$ ,  $I_{03}$ ,  $I_{04}$ , а через  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $I_3$ ,  $I_4$  – значения токов после изменения положения консоли, то разностные токи с различных секций фотодиода  $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$  будут однозначно характеризовать величину и направление изгиба консоли зондового датчика АСМ. Разность токов вида

$$\Delta I_Z = (\Delta I_1 + \Delta I_2) - (\Delta I_3 + \Delta I_4)$$

пропорциональна изгибу консоли под действием силы, действующей по нормали к поверхности образца (рисунок 2.1 a)), а комбинация разностных токов вида

$$\Delta I_L = (\Delta I_1 + \Delta I_4) - (\Delta I_2 + \Delta I_3)$$

характеризует изгиб консоли под действием латеральных сил (рисунок 2.1 б)). Величина  $\Delta I_Z$  используется в качестве входного параметра в петле обратной связи атомно-силового микроскопа (рисунок 2.1 в)). Система обратной связи (ОС) обеспечивает  $\Delta I_Z = \text{const}$  с помощью пьезоэлектрического исполнительного элемента, который поддерживает изгиб консоли  $\Delta Z$  равным величине  $\Delta Z_0$ , задаваемой оператором.

Под силами, действующими между зондом и образцом, в первую очередь подразумевают дальнодействующие силы Ван-дер-Ваальса, которые являются силами притяжения. При дальнейшем сближении существенными оказываеюся силы отталкивания (кулоновское взаимодействие). В зависимости от характера действия силы между кантилевером и поверхностью образца выделяют три режима работы атомно-силового микроскопа (рисунок 2.2):

- контактный (англ. contact mode);
- «полуконтактный» (англ. semi-contact mode или tapping mode);
- бесконтактный (англ. non-contact mode);

Несмотря на то, что при описании работы атомно-силового микроскопа очень часто упоминаются лишь силы Ван-дер-Ваальса, в реальности со стороны поверхности также действуют упругие силы и силы адгезии. Их вклад особенно очевиден при работе в полуконтактном



Рис. 2.2: График зависимости сил, действующих на остриё кантилевера, от расстояния между остриём и поверхностью образца

режиме, когда вследствие "прилипания"кантилевера к поверхности возникает гистерезис, которые могут существенно усложнять процесс получения изображения и интерпретацию результатов.

Для уменьшения разрушающей силы действия зонда на поверхность и избежания «залипания» зонда на практике чаще используют «полуконтактный» режим колебаний (tapping mode). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10-100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, что в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца В данном режиме система обратной связи поддерживает постоянной амплитуду колебания кантилевера.

При работе с зондовым микроскопом необходимо контролировать рабочее расстояние зонд-образец и осуществлять перемещения зонда в плоскости образца с высокой точностью (на уровне долей ангстрема). Данная задача решается с помощью специальных манипуляторов — сканирующих элементов (сканеров). Сканеры зондовых микроскопов изготавливаются из пьезоэлектриков — материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Уравнение обратного пьезоэффекта для кристаллов записывается в виде:

$$u_{ij} = d_{ijk} E_k,$$

где  $u_{ij}$  — тензор деформаций,  $_k$  — компоненты электрического поля,  $d_{ijk}$  — компоненты тензора пьезоэлектрических коэффициентов.

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьзоэлементы (рисунок 2.3). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры. В этом случае продольная деформация под действием радиального электрического поля может быть записана в виде:

$$u_{zz} = \Delta l/l_0 = d_1 \cdot E_r,$$

где  $l_0$  — длина трубки в недеформированном состоянии. Абсолютное удлинение пьезотрубки равно

$$\Delta l = (d_1 \cdot V \cdot l_0)/h,$$

где h — толщина стенки пьезотрубки, V — разность потенциалов между внутренним и внешним электродами.



Рис. 2.3: Трубчатый пьезосканер

Рассмотрим устройство 3х координатного пьезосканера, реализованного с использованием одной пьезотрубки. Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом осуществляется сканирование в плоскости X, Y. Смещение конца трубки в поперечном направлении определяется формулой:

$$\Delta x \approx \frac{2\sqrt{2}d_1 l_0^2 V}{\pi dh}$$

где *d* — внутренний диаметр трубки. Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси Z Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки.

Несмотря на ряд преимуществ, пьезокерамика также обладает некоторыми недостатками, которые необходимо учитывать при работе сканирующих элементов:

- Нелинейность деформации пьезокерамики от приложенного электрического поля (или от приложенного напряжения) (рисунок 2.4). Оказывается, что эта зависимость является линейной только при относительно малых полях, поэтому для уменьшения данного эффекта предпочтительны поля не более 100 В/мм. Это накладывает ограничение на размер поля сканирования при использовании конкретного пьезосканера.
- 2. Крип пьезокерамики (сгеер ползучесть) запаздывание реакции на изменение величины управляющего электрического поля. Для уменьшения влияния крипа керамики применяются временные задержки в указанных процессах, позволяющие частично скомпенсировать запаздывание сканера.
- 3. Гистерезис неоднозначность зависимости удлинения от направления изменения электрического поля.



Рис. 2.4: Зависимость деформации пьезотрубки от приложенного электрического поля

4. Тепловой дрейф. Изменение температурытвердого тела приводит к возникновению термоупругих деформации, которые весьма существенно влияют на работу зондовых мимикроскопов. Наиболее простым способом уменьшения термодрейфа положения зонда по оси Z является введение в конструкцию СЗМ компенсирующих элементов из того же материала и с теми же характерными размерами, что и основные элементы конструкции (рис.). При изменении температуры такой конструкции смещение зондав направлении Z будет минимальным. Для стабилизации положения зонда в плоскости X, Y измерительные головки микроскопов изготавливаются в виде аксиально-симметричных конструкций.

#### 2.3 Силовая литография

ACM можно использовать в качестве инструмента для модификации поверхности образца. В области локального контакта зонда с образцом могут возникать достаточно большие силы, напряженности электрического поля и плотности электрических токов. Раздельное или совместное действие этих факторов может приводить к заметной локальной модификации поверхности образца и зонда. Увеличивая уровень взаимодействия между зондом и образцом, можно перевести ACM из измерительного режима работы с нулевым или минимальным уровнем разрушения исследуемой поверхности, в литографический режим, обеспечивающий создание на поверхности образца заранее заданных структур с нанометровым уровнем пространственного разрешения. В этом заключается основная идея силовой литографии.

В соответствии с видами локального взаимодействия ACM зонда с поверхностью выделяют следующие виды зондовой литографии:

- АСМ силовая литография;
- АСМ литография с применением анодного окисления;
- Другие специфические виды (литография на поверхности образца, покрытого резистом).

ACM позволяет осуществлять непосредственное силовое воздействие зондом на поверхность образца. Реализация такого процесса позволяет осуществлять наногравировку с нанометровым разрешением с использованием методики обычной контактной силовой микроскопии, когда зонд микроскопа перемещается по поверхности подложки с достаточно большой силой прижима, так что на подложке формируется рисунок в виде углублений: материал извлекается из подложки, оставляя канавки с характерным сечением, определяемым формой кончика зонда. Для проведения силовой литографии необходимо, чтобы твёрдость материала зонда была выше твёрдости образца. При этом не должно происходить залипание кантилевера и налипание частиц материала подложки на зонд. Такая технология нанолитографии достаточно проста и дешева, однако у нее есть определенные недостатки. При формировании наноканавки статическим воздействием зонда случайные торсионные изгибы кантилевера приводят к краевым неоднородностям рисунка. Кроме того, при работе с твердыми поверхностями этот метод приводит к быстрому разрушению зонда. Вследствие этого в некоторых случаях удобнее использовать специфический вид силовой литографии литографию на поверхности резиста, покрывающего образец.

В анодно-окислительной литографии изменяется не только рельеф образца, но и локальные электрофизические свойства его поверхности. Например, при подаче напряжения на проводящий ACM зонд на поверхности образца может начаться электрохимический процесс, и металлический слой под зондом начнет окисляться. Этот метод используется на воздухе, когда зонд и поверхность материала покрыты тонким слоем абсорбированной воды. Когда зонд приближается достаточно близко к поверхности образца, эти абсорбированные слои соприкасаются, и вследствие капиллярного эффекта, между остриём и образцом возникает водяная перемычка. Таким образом, при подаче напряжения возникает электрохимическая реакция между зондом и поверхностью образца в водной среде. Если поверхность имеет положительный заряд, а остриё — отрицательный, то они будут электрохимически взаимодействовать соответственно как анод и катод, и непосредственно под остриём начнет расти оксидный слой (рис. 2.5).



Рис. 2.5: a) Схема процесса локального анодного оксидирования с помощью проводящего ACM зонда; б) изображение сверхтонкой плёнки титана на поверхности кремния, окисленной в заданных точках.

### 2.4 Универсальные флуктуации кондактанса

В мезоскопике с квантовой природой электронов связан интересный эффект, состоящий в том, что кондактанс проводников, имеющих размеры мезоскопического масштаба  $(L \sim l_{\varphi})$ , существенно зависит от положения каждого рассеивающего центра. При перемещении любого примесного атома на расстояние порядка длины волны электрона фазовые соотношения для интерферирующих волн, а с ними и кондактанс, изменяются случайным образом. Причём амплитуда флуктуаций кондактанса не зависит от размеров образца  $(L < l_{\varphi})$  и концентрации примесей, и величина её всегда порядка  $e^2/h$ . На практике не представляется возможным фиксировать положение каждого примесного атома или дефекта. Однако флуктуации можно видеть в одном образце, изменяя внешнее магнитное поле или концентрацию электронов. В том и другом случае нарушаются фазовые соотношения для волн, рассеивающихся на дефектах, что эквивалентно изменению координат рассеивающих центров.

Ограничиваясь качественными соображениями, можно получить правильную по порядку величины оценку величины флуктуаций кондактанса при конечной температуре  $\delta G(T)$  в зависимости от  $l_{\varphi}$  и размеров образца [2]. В случае же T = 0 основным механизмом сбоя фазы является рассеяние на магнитных примесях.

Будем считать, что длина образца L во много раз превосходит фазовую длину когерентности, а его ширина W меньше, чем  $l_{\varphi}$ , то есть реализуется одномерный режим. Разделим мысленно такой образец на  $N = L/l_{\varphi}$  последовательно соединённых участков длиной  $l_{\varphi}$ . Величина флуктуаций безразмерного кондактанса отдельного участка имеет порядок единицы. Обозначим сопротивление одного участка как R = 1/g, а флуктуацию сопротивления запишем как

$$\delta R = \delta \left(\frac{1}{g}\right) = \frac{\delta g}{g^2}$$

Сопротивление всего образца будет в N раз больше:  $R_N = NR$ , а флуктуации сопротивления в  $\sqrt{N}$  раз больше флуктуации одного участка:

$$\delta R_N = \sqrt{N} \frac{\delta g}{g^2}$$

Представив флуктуацию полного безразмерного кондактанса в виде  $\delta g_N = g_N^2 \delta R_N$ , найдём

$$\delta g_N = rac{\delta g}{N^{3/2}}.$$

Соответственно для размерного кондактанса получим

$$\delta G_N = \frac{2e^2}{h} \left(\frac{l_\varphi}{L}\right)^{3/2}$$

Найденная зависимость говорит о том, что с ростом температуры, когда длина когерентности  $l_{\varphi}$  уменьшается, флуктуации кондактанса длинного квазиодномерного образца должны резко ослабевать.

При  $T \neq 0$  существует ещё один механизм ослабления универсальных флуктуаций кондактанса. Два интерферирующих фейнмановских пути с энергиями, различающимися на  $\delta E$ , должны рассматриваться как некоррелирующие, если разность фаз, приобретённая за время  $\tau_1$  превышает единицу:

$$\tau_1 \delta E/\hbar \ge 1.$$

За это время диффундирующий электрон пройдёт расстояние  $L_1 = (D\tau_1)^{1/2} = (\hbar D/\delta E)^{1/2}$ . Поскольку при конечных температурах ток переносится электронами из энергетического интервала  $k_B T$  вблизи энергии Ферми, то соответствующая тепловая длина

$$l_T = \left[\hbar D / (k_B T)\right]^{1/2}$$

Предположим, что длина фазовой когерентности  $l_{\varphi}$  превышает  $l_T$ . Тогда можем считать, что существует несколько энергетических интервалов шириной  $\hbar/\tau_{\varphi}$ , между которыми корреляция отсутствует. Всего в интервале  $k_B T$  существует  $N = k_B T/(\hbar/\tau_{\varphi}) = l_{\varphi}^2/l_T^2$  таких независимых каналов. Как следствие, флуктуации кондактанса должны уменьшится в  $N^{1/2}$ раз. Окончательное выражение, справедливое при выполнении условий  $l_{\varphi} \gg l_T W$ , имеет вид

$$\delta G_N = \frac{2e^2}{h} \frac{l_T l_{\varphi}^{1/2}}{L^{3/2}}.$$

Строгая теория даёт результат, отличающийся от полученного качественно на численный множитель порядка единицы.

Согласно «эргодической гипотезе», флуктуации  $\Delta G$  не зависят от того, изменяется ли расположение примесей, внешнее магнитное поле или фермиевская длина волны. Если величина  $\varepsilon_F$  или амплитуда магнитного поля изменяются мало, то физические параметры образца остаются прежними, а изменяются только фазовые соотношения для различных фейнмановских траекторий.

### 2.5 Эффект Ааронова-Бома

Благодаря достижениям нанотехнологии в последние десятилетия стало возможным создавать структуры с заданными параметрами, позволяющие наблюдать влияние квантовых эффектов на процессы проводимости. Характерные размеры лежат в интервале от нанометра до микрометра. При температурах близких к нескольким mK неупругое рассеяние становится незначительным, и длина фазовой когерентности электронов может стать больше размера системы, т.е. сохраняется фазовая когерентность во всем образце. Осцилляции Ааронова-Бома представляет собой хороший пример использования магнитного поля для управления транспортом электронов.

Проявления эффекта Ааронова-Бома в полупроводниках обычно исследуют в образцах в форме узкого кольца с парой токовых контактов. Магнитное поле управляет фазой волновой функции электронов в таком кольце, приводя к осцилляциям сопротивления образца с периодом по магнитному полю, отвечающему прохождению кванта магнитного потока через площадь отверстия. Эффект, как правило, мал по амплитуде и проявляется при температурах не выше нескольких Кельвин. Наблюдается исчезновение рассеянной волны, если магнитный поток в отверстии равен целому числу (*n*) квантов потока:  $\Phi = n\Phi_0$ . В этом случае точная волновая функция отличается от волновой функции свободной частицы лишь фазовым множителем.

Твердотельными интерферометрами типа Ааронова-Бома называются двукратно связанные проводники, простейшими из которых является цилиндр или кольцо с двумя диаметрально разнесенными контактами (рис. 2.6). Интерферометр должен иметь достаточно малый размер для того, чтобы электронные состояния не перемешивались неупругим рассеянием при движении по одному из плеч интерферометра ( $L < l_{\varphi}$ ).



Рис. 2.6: Схематическое изображение электронного интерферометра Ааронова-Бома

Эффект Ааронова-Бома — квантовомеханический эффект, характеризующий влияние внешнего электромагнитного поля, сосредоточенного в области, недоступной для заряженной частицы, на её квантовое состояние. Впервые на возможность такого эффекта указали У. Эренберг и Р. Э. Сайди в 1949 году. Независимо подробное теоретическое изучение эффекта проведено в 1959 году Я. Аароновым и Д. Бомом, отметившими его тесную связь с фундаментальными положениями квантовой теории. В этой работе было показано, что измеряемые кинетические коэффициенты двукратно связанного проводника должны осциллировать в зависимости от пронизывающего его магнитного потока. Период осцилляций Ааронова-Бома имеет значение  $\Phi_0 = h/e$ , и это число в настоящее время принято называть квантом магнитного потока. В эффекте Ааронова-Бома, в отличие от представлений классической механики, квантовомеханические частицы должны чувствовать пронизывающее проводник магнитное поле даже в том случае, если сами находятся в областях со строго нулевым магнитным полем.

Очевидно, что изготовление колец на основе ДЭГ является более перспективным, чем на основе металлических пленок, поскольку позволяет создавать кольца с меньшим количеством подзон и большей длиной свободного пробега. Именно увеличение соотношения длины свободного пробега к диаметру колец позволило существенно увеличить амплитуду наблюдаемых осцилляций и обнаружить более тонкие эффекты, например, корреляции амплитуды осцилляций Ааронова-Бома и заполнения подзон. В общем случае экспериментальная зависимость сопротивления от магнитного поля представляет собой набор квазипериодических осцилляций, «упорядоченность» (выраженность определенной частоты) которых произвольно зависит от состояния образца. Однако было продемонстрировано, что осцилляции «упорядочиваются» при тех состояниях образца, когда заполнено целое количество 1D подзон в кольце, что соответствует плато на зависимости сопротивления от затворного напряжения в нулевом магнитном поле. Также увеличение качества исследуемых образцов позволило обнаружить и проанализировать биения осцилляций сопротивления в зависимости от магнитного поля, которые объяснялись конечной (ненулевой) толщиной колец. Соответственно при движении вдоль внутренней и вдоль внешней границ кольца набег фазы будет различным. Учёт конечной толщины приводит к отличающимся на несколько процентов периодам осцилляций Ааронова-Бома, которые при суммировании вызывают биения. Эта модель объясняет возникновение биений даже при одной заполненной подзоне. Согласно этой модели, в магнитном поле образуются неэквивалентные краевые состояния, движущиеся вдоль внутренней и внешней сторон кольца и имеющие отличающийся период осцилляций Ааронова-Бома.

# 3. Постановка задачи

Основной целью данной работы является изготовление образцов (туннельных сужений и колец Ааронова-Бома) с точностью не хуже 5 нм. Электронная литография и метод фокусированого ионного пучка, к сожалению, не могут обеспечить заданную точность. Вследствие этого было предложено использование силовой литографии в совокупности с жидкостным химическим травлением.

- Туннельное сужение может быть использовано для изготовления квантовых точек (КТ) заранее заданного размера. На практике применяются два способа их создания:
  - КТ в нанопроволоках, ограниченные затворами для подавления проводимости, создания туннельного барьера [8]. Основная сложность — формирование диэлектрического слоя между электродом и нанопроволокой.
  - Получение КТ на подложке методом металл —органическое химическое осаждение из газовой среды (MOCVD). В работе [9] таким образом в InAs нанопроволоках выращивались квантовые точки, ограниченные InP барьерами.

Оба этих метода ресурсоёмкие, а с помощью силовой литографии квантовая точка может быть относительно легко сформирована из нанопроволоки. Однако, недостатком данного способа является невозможность обратимого изменения проницаемости туннельных барьеров.

• Используя кольца Ааронова-Бома, можно померить длину сбоя фазы в зависимости от температуры.

Методологическая часть данной работы состоит из нескольких задач:

- разработка методики позиционирования и калибровки на AFM;
- выбор и возможная модификация кантилевера для силовой литографии;
- подбор параметров химического травления.

### 4. Методологическая часть

#### 4.1 Образцы

В данной дипломной работе использовались InAs нанопроволоки, выращенные в Peter Grünberg Institute (PGI-9), Forschungszentrum Jülich в Германии. Изготовление производилось на субстрате GaAs (111)В с помощью металлоксидной газофазной эпитаксии (MOVPE). Для проведения транспортных измерений нанопроволоки были перенесены на подложку из р-легированного Si, покрытого слоем SiO<sub>2</sub> толщиной 100 нм. Слой SiO<sub>2</sub> был получен термическим оксидированием. Изображения полученных нанопроволок приведены на рис. 4.1. Их характерный диаметр составлял 80-100 нм, а длина — до нескольких микрон.

Нанопроволоки InAs можно охарактеризовать следующими параметрами [5]

#### Электронная концентрация

Для определения электронной концентрации снимается зависимость проводимости нанопроволоки от напряжения, приложенного к заднему затвору. При некотором отрицательном пороговом напряжении  $V_{th}$  проводимость обращается в ноль. Рассматривая систему из нанопроволоки и заднего затвора как конденсатор с ёмкостью C, получаем следующее выражение для концентрации электронов в нанопроволоке:

$$n_{3d} = \frac{C|V_{th}|}{el\pi (d/2)^2},$$

где *l* — длина нанопроволоки, а *d* — её диаметр. Для ёмкости известно следующее выражение:

$$C = \frac{2\pi\varepsilon_0\varepsilon l}{\ln[(2h+d+2\sqrt{h^2+hd})/d]}$$

где h — толщина слоя диэлектрика между нанопроволокой и задним затвором, а  $\varepsilon$  — диэлектрическая проницаемость SiO<sub>2</sub>. Окончательно для концентрации:

$$n_{3d} = \frac{8\varepsilon_0\varepsilon|V_{th}|}{ed^2\ln[(2h+d+2\sqrt{h^2+hd})/d]}$$

 $d \approx 80$  нм, h = 100 нм,  $\varepsilon = 3.9$ ,  $V_{th} \approx -1.9$  В  $\Rightarrow n_{3d} \approx 2.7 \cdot 10^{17}$  см<sup>-3</sup>

Радиус сферы  $k_F$  и длина волны Ферми  $\lambda_F$ 

$$k_F = \sqrt[3]{3\pi^2 n_{3d}} \approx 2 \cdot 10^8 m^{-1}$$
$$\lambda = \frac{2\pi}{k_F} \approx 32 \text{nm}$$



Рис. 4.1: Характеризация нанопроволок InAs с помощью электронной микроскопии [10]. (а) Изображение нанопроволок InAs, полученное в сканирующем электронном микроскопе. (b) Изображение нанопроволоки, полученное в просвечивающем электронном микроскопе; на вставке показано Фурье-преобразование соответствующей дифракционной картины. (c) Соответствующее изображение нанопроволоки в просвечивающем электронном микроскопе в высоком разрешении. (d) Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия показывает, что отношение количеств In и As в нанопроволоке близко к 1. (e) Схема с задним затвором, используемая для построения вольт-амперных характеристик. (f) Изображение образца в сканирующем электронном микроскопе

#### Средняя длина свободного пробега

$$l_e = \sqrt[3]{3\pi^2 n_{3d}} \frac{h}{e^2} \frac{1}{R_{wire}} \frac{L_{wire}}{\pi r^2} \sim 50$$
nm

где  $L_{wire}\approx 2~\mu m$  - длина,  $R_{wire}\approx 50~kOm$  - сопротивление, r~=50~nm - радиус нанопроволоки.

### 4.2 Силовая литография

#### 4.2.1 Позиционирование

Основная задача позиционирования зонда заключалась в выполнении требования точности не хуже 5 *nm*. При выполнение поставленной задачи необходимо было устранить следующие проблемы:

• нелинейность и крипы пьезотрубки. Специально для этого было установлено, что в нашем рабочем диапозоне латеральных смещений кантилевера от 150 до 200 nm нелинейность пьезотрубки не сказывается. Для этого были проделаны несколько серий измерений (рис. 4.2) по определению зависимости реального смещения зонда от заданного смещения. Результаты приведены на рис. 4.3.



Рис. 4.2: Изображение характерной серии измерений реального смещения зонда

- чувствительность пьезотрубки к температурным флуктуациям. Для избежания данной проблемы в лаборатории поддерживалась относительно постоянная температура, путем исключения сквозняков закрытием дверей и окон.
- общий наклон полученного изображения. Он связан, во-первых, с тем, что плоскость образца обычно не строго перпендикулярна оси пьезотрубки, и, во-вторых, в процессе сканирования кантилевер движется над образцом не в плоскости, а по поверхности более высокого порядка (связано с конструкцией пьезотрубки). Для исключения первого обстоятельства, был спроектирован и сделан калибровочный столик (рис. 4.4, рис. 4.5 а, b). Угол наклона столика можно регулировать подстраивая угловые винты, шаг резьбы которых составляет 0.5 mm. Рабочий наклон образца(перепад высот 50 nm на 10 μm), легко достижимый при помощи данного столика, без особых проблем позволял обнаруживать отверстия и проводить силовую литографию с заданной точностью.
- смещение кантилевера при переходе из полуконтактной в контактную моду (рис. 4.5 с). Данное смещение происходит вдоль балки кантилевера, чтобы минимизировать влияния этого эффекта на точность позиционирования острия, следует располагать нанопроволоку параллельно балке. Вращение проволоки осуществляется при помощи гра-



Рис. 4.3: График зависимости реального смещения от заданного



Рис. 4.4: Фотография калибровочного столика, где указаны: 1-вращающийся цилиндр, 2-регулирующие винты, 3-градусная сетка

дусной сетки на калибровочном столике (рис. 4.5). При этом характерная точность ориентирования образца была не хуже 3°.

После того, как плоскость образца и нанопроволока соорентированы необходимым образом, для более точного позиционирования острия первоначально проделывалось отверстие ("маркер") рядом с нанопроволокой на расстояние, не превыщающее рабочий диапозон 150 -200 nm, где не сказывается нелинейность пьезотрубки, но и не слишком близко к ней. Затем сканирование топографии проводилось еще раз для определения расстояния от маркера до центра проволоки. Далее мы находили маркер и перемещали остриё в искомую позицию над проволокой, где делалось отверсие для последующего травления (рис. 4.6).



Рис. 4.5: Схематическое изображение калибровочного столика: a) вид сбоку; b) вид сверху, где указаны: 1-вращающийся цилиндр, 2-регулирующие винты, 3-градусная сетка, 4-кремнивая подложка; c) Смещение кантилевера при переходе из полуконтактного в контактный режим



Рис. 4.6: Результат силовой литографии, где на картинке отмечены: 1a, 2a - маркеры; 1b, 2b - точки травления; 2c - точка травления, полученная смещением из точки 2b

#### 4.2.2 ПММА

Главная задача при работе с ПММА - умение наносить его тонким слоем на образец с контролем качества. Для успешного проведения силовой литографии толщина слоя ПММА над

нанопроволокой должна составлять не более 20 нм. Диаметр рабочих проволок лежит в диапазоне от 80 до 100 нм, следовательно, толщина ПММА на образце должна быть не более 80 нм. С этой целью, для уменьшения вязкости 3% раствор ПММА разбавляется в толуоле в соотношении 1:2, после этого наносился на поверхность образца и раскручивался на спиннере со скоростью 6000 об/мин. Длительность вращения на спиннере подбиралась в соответствии с необходимой толщиной слоя ПММА. Были проведены измерения толщины ПММА в зависимости от длительности вращения. Для этого использовались кремниевые подложки схожего с образцами размера. В полученном слое проделывались разрезы согласно рис. 4.7, с помощью АСМ были измерены толщины слоя в точках А, В, С, D. Измерения показывают хорошую однородность толщины ПММА. Калибровочные результаты приведены на рис. 4.8.



Рис. 4.7: Схема разрезов для измерения толщины слоя ПММА



Рис. 4.8: Зависимость толщины слоя ПММА от времени вращения образца на спиннере

#### 4.2.3 Кантилеверы

При измерении латеральных размеров надо учитывать, что профиль объекта является результатом свертки его реальной формы и формы кантилевера. Поэтому радиус кривизны острия оказывает решающее влияние на точность определения латеральных размеров. Для успешного выполнения поставленной задачи необходимо, чтобы остриё удовлетворяло двум важным критериям:

• оно должно быть достаточно износостойким, то есть должно сохранять достаточно маленький радиус скругления после проведения силовой литографии

• остриё должно быть проводящим для возможности стекания статического заряда, чтобы предотвратить сильное загрязнение при сканировании поверхности образца (рис. 4.9b)



Рис. 4.9: Результаты сканирования алмазным остриём: a) при наличии ПММА; b) без ПММА на поверхности образца



Рис. 4.10: Изображение алмазного острия с налипшим на него шариком грязи после сканирования (см. рис. 4.9), полученное на электронном микроскопе

В нашем распоряжении были кантилеверы двух видов: кремниевые и алмазные. Первые не удовлетворяли требованию износостойкости, а вторые при сканировании очень быстро заряжались и притягивали на себя много грязи с поверхности образца (рис. 4.10), после того, как было снято ППМА. При покрытом резистом образце качество острия, а вследствие и качество сканов, практически не изменяется (рис. 4.9а). Для получения острия, удовлетворяющего обоим критериям, были модифицированы алмазные острия путём покрытия их слоем золота (30 нм) для того, чтобы статический заряд имел возможность стекать с острия (рис. 4.11а). После с ними был проведен процесс силовой литографии, с целью очищения конца острия от золота: остриём проделывались отверстия в ПММА, не разбавленном толуолом, с изменением силы надавливания (рис. 4.12). Конечный радиус скругления приблизительно 30 nm(рис. 4.11b).



Рис. 4.11: Изображение острия, покрытого золотом, полученное на электронном микроскопе: a) до; b) после применения силовой литографии



Рис. 4.12: Результаты измерения топографии калибровочной решётки(период 3  $\mu m$ , высота ступени 104  $nm \pm 1.5 nm$ ) в направлении +Y (a, d, g) и -Y (b, e, h), отвечающим обеим сторонам пирамиды острия, для усилий +4 DFL(a, b), +8 DFL(d,e), +12 DFL(g,h) и соответствующие им профили получившихся отверстий (c, f, i) с глубиной 8 nm, 25 nm, 50 nm

### 4.3 Химическое травление

В процессе химического травление образец погружался в раствор пероксида водорода и лимонной кислоты, предварительно растворенной в воде. Подбирая необходимые соотношения

между этими компонентами, достигается различная скорость травления (см. таблицу 4.1). В данной работе использовалось соотношение 20:1, растворенной в 1 *ml* воды.

$C_6H_8O_7:H_2O_2$	1:2	1:1	5:1	10:1	20:1
Etch rate, $Å/min$	655	826	895	727	473

После травления образец на 1 час погружался в разогретую дистиллированную воду  $(60 - 70^{\circ}\text{C})$  для вымывания остатков продуктов реакции и предотвращения образования солей в области травления. В зависимости от размера проделанного в ПММА отверстия после травления в нанопроволоке образуются либо углубления, либо небольшие отверстия (рис. 4.13, рис. 4.14).



Рис. 4.13: Изображение нанопроволоки в АСМ после травления с образовавшимся углублениями



Рис. 4.14: Изображение нанопроволоки в АСМ после травления с образовавшимся сужением

# 5. Заключение

В данной дипломной работе были отработана методологическая часть по изготовлению образцов (туннельных сужений и колец Ааронова-Бома) при помощи силовой литографии с последующим жидкостным химическим травлением, которая состояла из нескольких задач: разработки методики позиционирования и калибровки на AFM, выбор и возможная модификация кантилевера для силовой литографии, подбора параметров химического травления. Для исключения недостатков, которые необходимо было учитывать при работе с АСМ, для проведения силовой литографии с заданной точностью был спроектирован и сделан калибровочный столик с регулирующими угловыми винтами, которые позволяли устранить общий наклон полученного изображения для улучшения обнаружения отверстий, и вращающимся цилиндром-основанием с градусной сеткой, для точной ориентации нанопроволоки параллельно балке кантилевера, чтобы минимизировать смещение, происходящее вдоль балки вследствие перехода из полуконтактной в контактную моду. Достигнутая точность проведения силовой литографии не хуже 5 nm. Были проведены измерения высоты слоя ПМ-МА от длительности вращения на спиннере для покрытия образца необходимой толщиной и модифицированы алмазные острия, удолетворяющие критериям износостойкости и удобства сканирования. После подбора параметров химического травления удалось получить как углубления, так и сужения в InAs нанопроволоках.

В заключении хотелось бы выразить благодарность моему научному руководителю А. А. Жукову за интересную работу, ценные советы, всестороннюю поддержку и терпение, В. В. Дрёмову за помощь на различных стадиях работы, В. Н. Звереву за интересные курсы и заботу о студентах кафедры, а также всем соотрудникам Лаборатории квантового транспорта за создание приятной рабочей атмосферы.

# 6. Список литературы

- [1] Гантмахер В. Ф. Электроны в неупорядоченных средах. М.: Физматлит, 2013.
- [2] Демиховский В. Я., Вугальтер Г. А. Физика квантовых низкоразмерных структур. М.: Логос, 2000.
- [3] Миронов В. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2005.
- [4] S.Estevez Hernandez, M.Akabori, K.Sladek, Ch.Volk, S.Alagha, H.Hardtdegen, M.G.Pala, N.Demarina "Spin-orbit coupling and phase coherence in InAs nanowires Physical Review B 82, 235303 (2010)
- [5] S.Wirths, K.Weis, A.Winden, K.Sladek, C.Volk, S.Alagha, T.E.Weirich, M. von dae Ahe, H.Hardtdegen, H.Lueth, N.Demarina, D.Grützmacher "Effect of Si-doping on InAs nanowire transport and morphology Journal of applied physics 110, 053709 (2011)
- [6] A.A.Zhukov, C.Volk, H.Hardtdegen and T.Shhäpers "The electronic transport of top subband and disordered sea in an InAs nanowire in the presence of a mobile gate J.Phys.: Condens. Matter 26, 165304 (2014)
- [7] Alexandra C. Ford, Johnny C. Ho, Yu-Lun Chueh, Yu-Chih Tseng, Zhiyong Fan, Jing Guo, Jeffrey Bokor and Ali Javey "Diameter-Dependent Electron Mobility of InAs Nanowires Nano Lett., Vol. 9, No. 1, 2009.
- [8] Carina Fisher, Andreas Fuhrer, Mikael T.Björk and Lars Samuelson, Nano Lett., 2005, 5(7), pp 1487-1490
- M.T.Björk, B.J.Ohlsson, C.Thelander, A.I.Persson, M.H.Magnusson, K.Deppert, L.R.Wallenberg and L.Samuelson, Nano Lett., 2, 87 ((2002))
- [10] Alexandra C. Ford, Johnny C. Ho, Yu-Lun Chueh, Yu-Chih Tseng, Zhiyong Fan, Jing Guo, Jeffrey Bokor and Ali Javey "Diameter-Dependent Electron Mobility of InAs Nanowires Nano Lett., Vol. 9, No. 1, 2009.