

Vedecká rada Fakulty elektrotechniky a informatiky  
Slovenskej technickej univerzity v Bratislave

**Ing. Jozef Martaus**

Autoreferát dizertačnej práce

**Novel Approach to Local Anodic Oxidation  
of Semiconductor Heterostructures**

na získanie vedecko-akademickej hodnosti *philosophiae doctor*  
v odbore doktorandského štúdia: 26-13-9 Elektronika

Bratislava 2010

**Dizertačná práca bola vypracovaná v dennej forme doktorandského štúdia na oddelení optoelektroniky Elektrotechnického ústavu Slovenskej akadémie vied v Bratislave.**

**Predkladateľ:** Ing. Jozef Martaus  
Oddelenie optoelektroniky  
Elektrotechnický ústav  
Slovenská akadémia vied  
Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

**Školiteľ:** RNDr. Vladimír Cambel, CSc.  
Oddelenie optoelektroniky  
Elektrotechnický ústav  
Slovenská akadémia vied  
Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava

**Oponenti:**

Prof. Ing. Peter Ballo, PhD.  
FEI STU, Bratislava

Prof. RNDr. Andrej Plecenik, DrSc.  
FMFI UK, Bratislava

Prof. RNDr. Peter Samuely, DrSc.  
ÚEF SAV, Košice

Autoreferát bol rozoslaný dňa: .....

Obhajoba dizertačnej práce sa koná dňa ..... o ..... hod. pred komisiou pre obhajobu dizertačnej práce v odbore doktorandského štúdia 26-13-9 Elektronika, vymenovanou predsedom spoločnej odborovej komisie dňa ..... na Elektrotechnickom ústave SAV, Dúbravská cesta 9, 841 04 Bratislava.

Predseda spoločnej odborovej komisie:

Prof. Ing. Daniel Donoval, DrSc.  
Katedra mikroelektroniky, FEI STU  
Ilkovičova 3, 812 19 Bratislava

# ÚVOD

Neustály nárast objemu dát, ktoré vyžadujú zber, spracovanie, a zaznamenanie v reálnom čase, si žiada veľmi rýchle zdokonaľovanie elektronických zariadení. Jedinou cestou ako zvýšiť rýchlosť, výpočtový výkon, ako aj kapacitu pamätí týchto zariadení, pri súčasnom znížení ich energetickej náročnosti, je rapidne zmešovanie rozmerov základných stavebných blokov daných zariadení. Polovodičový priemysel v súčasnosti využíva 45 nm výrobnú technológiu na masovú produkciu elektronických zariadení. Ďalšie zmešovanie rozmerov je čoraz náročnejšie pre fyzikálne a technologické problémy. Prekonanie týchto problémov vyžaduje vývoj nových materiálov a technológií, ktoré budú v budúcnosti využívané na výrobu výkonných a zároveň úsporných elektronických zariadení s typickým rozmerom základných stavebných blokov hlboko pod 45 nm.

V materiálovom výskume je jednou z možných ciest, ako prekonať uvedené problémy, výmena východiskového materiálu. Namiesto objemového polovodiča môže byť použitá plytká polovodičová heteroštruktúra obsahujúca dvojrozmerný elektrónový plyn (Two-Dimensional Electron Gas – 2DEG) umiestnený tesne pod povrchom ( $< 40$  nm). Vhodným kandidátom je heteroštruktúra založená na AlGaAs/GaAs materiálovom systéme, ktorá je najčastejšie používaná a najlepšie preskúmaná spomedzi veľkého množstva dostupných polovodičových heteroštruktúr.

Pre štúdium fyzikálnych a technologických problémov v nízkorozmerných štruktúrach určených na vývoj budúcich elektronických zariadení je nevyhnutné pripraviť nanorozmerné štruktúry a súčastky na polovodičových heteroštruktúrach čo najjednoduchším spôsobom. Navyše, použitá výrobná technológia a spracovanie musia zabezpečiť prenos litografických vzorov do aktívnej vrstvy (2DEG) s presnosťou na jednotky nanometra a zároveň výsledné oddeľujúce vzory musia mať dostatočné izolačné vlastnosti v rovine tejto vrstvy.

Lokálna anodická oxidácia (LAO) povrchu vzorky pomocou hrotu atómového silového mikroskopu (Atomic Force Microscope – AFM) [1] predstavuje najjednoduchšiu litografickú techniku s nanometrovým rozlíšením používanú na opakovateľnú prípravu vzorov s typickým rozmerom v nanometrovej škále. LAO prebieha pod špičkou hrotu AFM, ktorý je záporne polarizovaný vzhľadom na vzorku. Ak sa hrot hýbe tesne nad povrchom vzorky počas procesu LAO, zostávajú za ním nanorozmerné litografické vzory vo forme oxidových čiar.

Štandardný prístup k LAO využíva oxidové čiary na priamu definíciu oddeľujúcich vzorov v aktívnej vrstve plytkej polovodičovej heteroštruktúry (priame ochudobnenie 2DEGu pod oxidovanou oblasťou). Takto pripravené čiary na AlGaAs/GaAs polovodičovej heteroštruktúre majú typickú šírku v základni  $\approx 130$  nm [2] a jej hodnota nebola za posledné obdobie významne

znižená. Uvedené horizontálne rozlíšenie je postačujúce na prípravu kvantových štruktúr a súčiastok, ako je napríklad kvantový bodový kontakt (Quantum Point Contact – QPC) [3], kvantová bodka [4], alebo jednoelektrónový tranzistor [5] len na plytkých polovodičových heteroštruktúrach s vysokou pohyblivosťou elektrónov v aktívnej vrstve (pri nízkych teplotách je stredná voľná dráha elektrónov rádovo mikrometre). Takéto heteroštruktúry sú pripravované pomocou epitaxného rastu z molekulárneho zväzku (Molecular Beam Epitaxy – MBE), keďže ide o najpresnejšiu a najčistejšiu zo všetkých epitaxných metód. MBE je však aj veľmi nákladná a pomalá technológia, a preto sa nedá použiť v priemysle. Okrem toho, oddeľujúce vzory vytvorené štandardným prístupom k LAO majú dobré izolačné vlastnosti v rovine aktívnej vrstvy len pri nízkych teplotách. Podľa našich vedomostí technika LAO aplikovaná priamo na polovodičovú heteroštruktúru nebola doteraz úspešne použitá na prípravu nanorozmernej súčiastky fungujúcej pri izbovej teplote (Room Temperature – RT).

## CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

Zámerom dizertačnej práce bolo:

1. Zvýšenie rozlíšenia techniky LAO (zúženie šírky pripravovaných vzorov), aby sa dala využiť na tvorbu kvantových štruktúr a súčiastok aj na plytkých polovodičových heteroštruktúrach s nízkou pohyblivosťou elektrónov v aktívnej vrstve (pri nízkych teplotách je stredná voľná dráha elektrónov pod jeden mikrometer) rastejších pomocou epitaxie z plyných pár organokovových zlúčenín (Organo-Metallic Vapour Phase Epitaxy – OMVPE), keďže OMVPE je štandardne používanou technológiou v polovodičovom priemysle.
2. Rozšírenie využitia techniky LAO na prípravu nanorozmerných súčiastok pracujúcich od nízkych teplôt až po RT.

Ciele dizertačnej práce vychádzajú zo súhrnu dostupných poznatkov zo sledovanej oblasti a boli stanovené nasledovne.

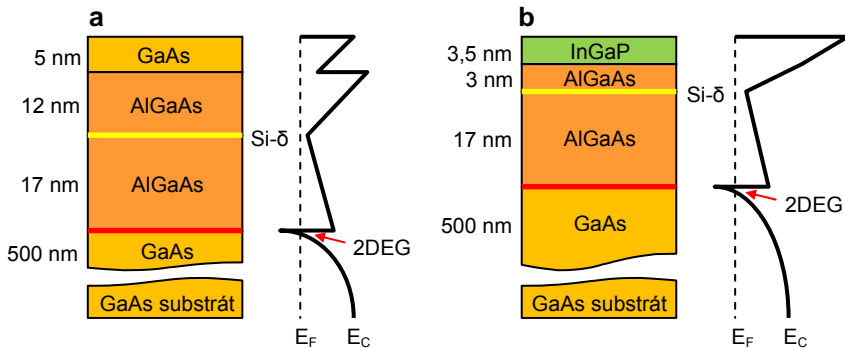
1. Štúdium procesov medzi AFM hrotom a povrchom vzorky počas LAO.
2. Zdokonalenie procesu LAO novým prístupom k LAO.
3. Štúdium transportu elektrónov cez potenciálovú bariéru vytvorenú pomocou nového prístupu k LAO.
4. Príprava QPC.
5. Príprava submikrometrových Hallovských sond pracujúcich aj pri RT.

# ZHRNUTIE DOSIAHNUTÝCH VÝSLEDKOV

Dizertačná práca sa zaoberá zdokonalením procesu LAO využívaného na definíciu nanorozmerných štruktúr a súčiastok pripravovaných na plytkých polovodičových heteroštruktúrach. Práca je rozdelená do troch kapitol.

Prvá kapitola obsahuje návrh, prípravu a charakterizáciu plytkých polovodičových heteroštruktúr určených pre tvorbu nanorozmerných štruktúr a súčiastok pomocou LAO, popisom činnosti AFM, ako aj popisom štandardného prístupu k LAO plytkých polovodičových heteroštruktúr pomocou AFM.

Nové, extrémne plytké polovodičové heteroštruktúry boli pripravené pomocou optimalizovaného OMVPE procesu. Novým spočíva v použití napätého  $\text{In}_{0,315}\text{Ga}_{0,685}\text{P}$  (ďalej v texte InGaP) ako krycej vrstvy heteroštruktúry namiesto bežne používaného GaAs. InGaP je na rozdiel od GaAs bariérový materiál vzhľadom na pod ním ležiaci AlGaAs a taktiež má o rád nižšiu hustotu povrchových stavov ako GaAs. Tieto vlastnosti nám umožnili umiestniť dotačnú rovinu (Si- $\delta$ ) len 6,5 nm pod povrch a aktívnu vrstvu (2DEG vytvorenú na AlGaAs/GaAs rozhraní) len 23,5 nm pod povrch (Obr. 1b). Navyše InGaP vykazuje vysokú chemickú stabilitu a odolnosť voči leptadlám.

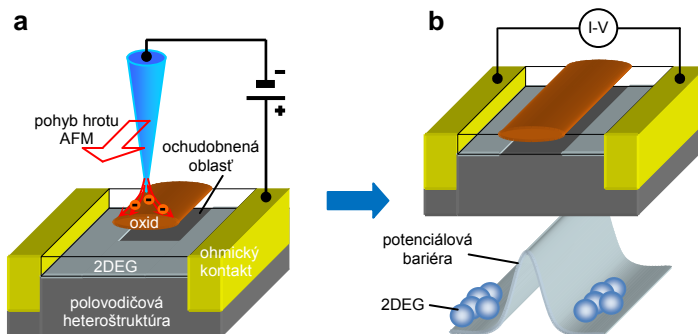


**Obr. 1:** Prierez heteroštruktúrou: (a) Štandardná AlGaAs/GaAs heteroštruktúra pripravená pomocou MBE s 5 nm hrubou GaAs krycou vrstvou, aktívna vrstva je umiestnená 34 nm pod povrchom. (b) Naša heteroštruktúra pripravená pomocou OMVPE s 3,5 nm hrubou InGaP krycou vrstvou, aktívna vrstva sa nachádza 23,5 nm pod povrchom.

Pripravené heteroštruktúry vykazovali nízko teplotnú pohyblivosť elektrónov v aktívnej vrstve v rozsahu 1 až  $10 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ , čo je o rád nižšia pohyblivosť ako pri heteroštruktúrach pripravovaných pomocou MBE.

Kapitola sa ďalej venuje popisu činnosti AFM a jeho využitiu v nanolitografii [6]. Vysvetľuje princíp činnosti LAO a jej štandardné použitie na tvarovanie plytkých heteroštruktúr. Aktívna vrstva umiestnená blízko pod

povrchom ( $< 40$  nm) je úplne ochudobnená pod oblasťami ovplyvnenými LAO (Obr. 2a). Ochudobnené oblasti predstavujú vysoké potenciálové bariéry pre elektróny v aktívnej vrstve, ktoré sa nachádzajú mimo oxidovanú oblasť (Obr. 2b).



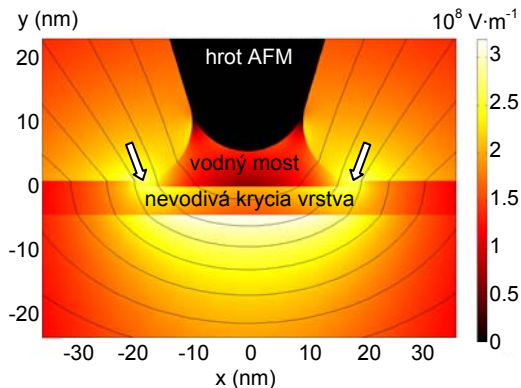
**Obr. 2:** LAO aplikovaná na plytkú polovodičovú heteroštruktúru. (a) Aktívna vrstva (2DEG) je úplne ochudobnená pod oblasťami ovplyvnenými LAO. (b) Ochudobnené oblasti predstavujú vysoké potenciálové bariéry pre elektróny v aktívnej vrstve nachádzajúce sa mimo oxidovanú oblasť.

Týmto spôsobom je možné efektívne tvarovať aktívnu vrstvu plytkej heteroštruktúry a tak pripravovať rôzne nanorozmerné štruktúry a súčiastky.

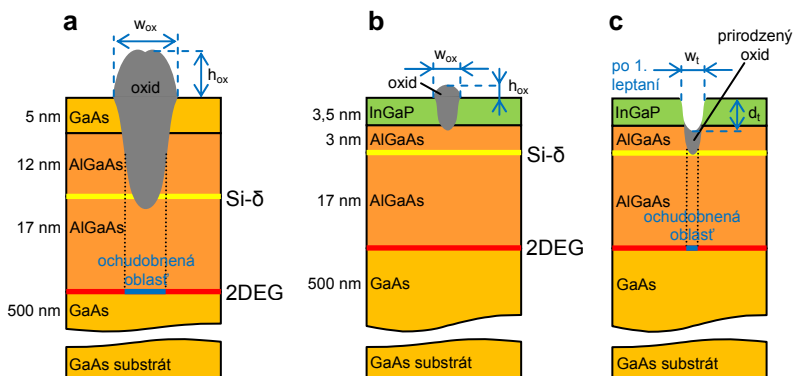
Druhá kapitola predstavuje jadro práce a zaoberá sa zdokonalením LAO aplikovanej na plytké polovodičové heteroštruktúry, konkrétne zlepšením rozlíšenia danej techniky a rozšírením jej použitia na prípravu nanorozmerných súčiastok pracujúcich pri RT.

Výpočty rozloženia elektrického poľa (elektrickým poľom myslíme absolútnu hodnotu elektrického poľa) medzi hrotom AFM a povrchom vzorky tesne pred LAO pomocou metódy konečných prvkov (FEM Lab softvér) ukázali, že maximálna hodnota elektrického poľa sa v prípade polovodičovej heteroštruktúry s nevodivou krycou vrstvou nenachádza priamo pod hrotom AFM, ale na rozhraní vodného mosta a povrchu vzorky (biele šípky na Obr. 3), čiže aj pri použití ostrého hrotu sa budú tvoriť relatívne široké oxidové čiary, a tak je problematické pomocou štandardného prístupu k LAO (Obr. 4a) pripraviť úzke a zároveň vysoké oxidové čiary slúžiace na priame definovanie potenciálových bariér v aktívnej vrstve.

Na základe predchádzajúcich výpočtov sme navrhli nový prístup k LAO, v ktorom je LAO aplikovaná na polovodičovú heteroštruktúru s InGaP krycou vrstvou. LAO sme použili len na definíciu litografických vzorov v InGaP krycej vrstve (Obr. 4b) a tieto boli následne prenesené do aktívnej vrstvy pomocou opakovaného odstraňovania oxidov mokkým chemickým leptaním, čo viedlo k zlepšeniu horizontálneho rozlíšenia techniky na úroveň  $\approx 60$  nm (Obr. 4c).



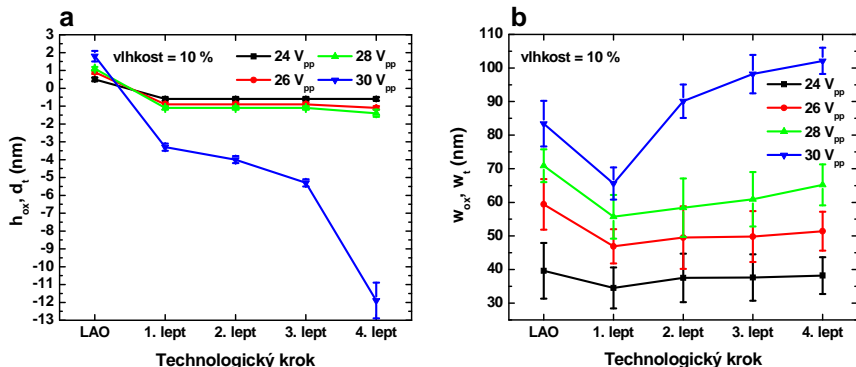
**Obr. 3:** Rozloženie elektrického poľa medzi hrotom a povrchom vzorky s nevodivou krycou vrstvou. Maximum elektrického poľa sa nachádza na rozhraní vodného mosta a povrchu vzorky (biele šípky).



**Obr. 4:** Štandardný verzus nový prístup k LAO. (a) Priame definovanie oddelujúcich vzorov v aktívnej vrstve pomocou LAO. Na ovplyvnenie dotlačnej roviny (ochudobnenie 2DEGu) sú potrebné oxidové čiary vysoké  $h_{ox} \approx 15$  nm, čo vedie k ich šírke v základni  $w_{ox} \approx 130$  nm. (b) LAO je použitá len na definíciu litografických vzorov v InGaP krycej vrstve, na čo stačia oxidové čiary vysoké  $h_{ox} \approx 3$  nm, so šírkou v základni  $w_{ox} \approx 80$  nm, čo po ich odleptaní (c) vedie k šírke oddelovacích vzorov v základni  $w_1 \approx 60$  nm a hĺbke  $d_t \approx 3,5$  nm.

Za účelom nájdania vhodných parametrov LAO bol pre tri rôzne hodnoty okolitej vlhkosti (10 %, 50 %, 90 %) pripravený súbor testovacích oxidových čiar vytvorených použitím rôznych hodnôt napätí  $V_{pp}$  privedených na hrot AFM. Po zmeraní rozmerov (výška, šírka v základni) oxidových čiar, boli tieto odleptané pomocou mokrého chemického leptania a zmerali sme rozmery (hĺbka, šírka v základni) vzniknutých drážok. Prirodzené oxidy vzniknuté v drážkach (AlGaAs vďaka obsahu hliníka rýchlo oxiduje na vzduchu) boli odleptané a znova sme zmerali rozmery drážok. Uvedený postup bol zopakovaný ešte dvakrát. Obrázok 5 ukazuje výsledok merania rozmerov

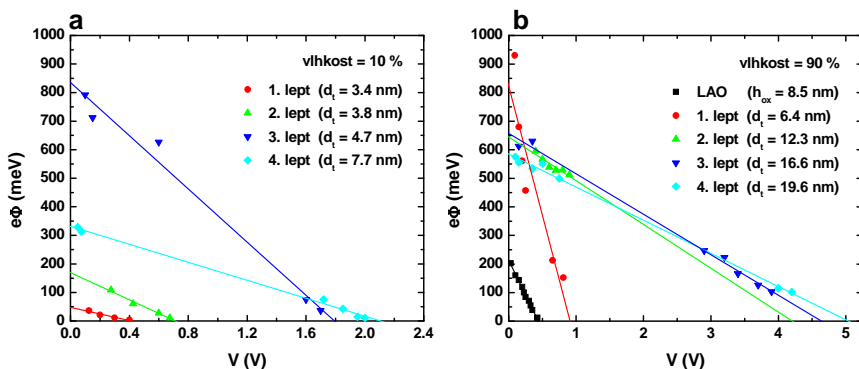
testovacích vzorov (oxidových čiar, drážok), pripravených pri 10 % vlhkosti, po jednotlivých technologických krokoch.



**Obr. 5:** Rozmery testovacích vzorov pripravených pri 10 % vlhkosti. (a) Výška oxidových čiar  $h_{ox}$ , respektíve hĺbka drážok  $d_i$ . (b) Šírka oxidových čiar  $w_{ox}$ , respektíve šírka drážok  $w_i$  v základni.

Najvhodnejšie parametre na tvorbu úzkych drážok ( $\approx 60$  nm) boli: oxidačné napätie  $V_{pp} = 30$  V, vlhkosť 10 %, a jedno odleptanie oxidov.

Efektívnu výšku potenciálových bariér (ďalej v texte bariér) vytvorených v aktívnej vrstve oddeľovacími vzormi sme vypočítavali z teplotne závislých meraní prúdu v závislosti od priloženého napätia ( $V$ - $A$  charakteristiky) na testovacích štruktúrach (dvojerminálových súčiastkach) (viď Obr. 2b). Na obrázku 6 je porovnanie efektívnych výšok bariér v závislosti od priloženého napätia po jednotlivých technologických krokoch.

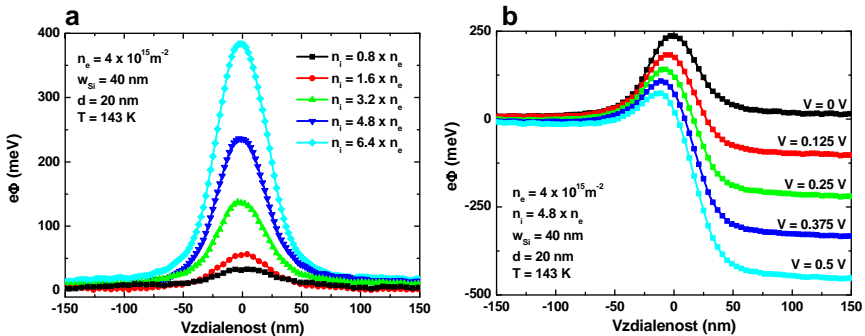


**Obr. 6:** Porovnanie efektívnych výšok bariér v závislosti od priloženého napätia po jednotlivých technologických krokoch. Testovacie štruktúry boli pripravené pri (a) 10 % a (b) 90 % vlhkosti. Symboly reprezentujú hodnoty vypočítané z teplotne závislých  $V$ - $A$  charakteristík, čiary predstavujú lineárne interpolácie. Výška  $h_{ox}$ , respektíve hĺbky  $d_i$  vymedzovacích vzorov sú uvedené v zátvorkách.



Použitím navrhnutého prístupu k LAO plytkých polovodičových heteroštruktúr bolo možné pripraviť oddeľovacie vzory s rozlíšením  $\approx 60$  nm, ktoré vytvorili v aktívnej vrstve bariéry s efektívnou výškou ( $\approx 47$  meV pri nulovom naloženom napätí, Obr. 6a, 1. lept) postačujúcou pre nízko-temperatúrne aplikácie. Viacnásobným odstránením prirodzených oxidov sme pripravili oddeľovacie vzory s rozlíšením na úrovni  $\approx 350$  nm, ktoré však vytvorili v aktívnej vrstve bariéry s efektívnou výškou ( $\approx 600$  meV pri nulovom naloženom napätí, Obr. 6b, 2. až 4. lept) postačujúcou aj pre aplikácie pracujúce pri RT.

Namerané  $V$ - $A$  charakteristiky boli porovnané najskôr s jednoduchým modelom, v ktorom má bariéra lichobežníkový potenciálový profil s pevnou šírkou šikmej hrany. Tento analytický model poskytoval  $V$ - $A$  charakteristiky, ktoré zodpovedali experimentálnym dátam len v prípade oddeľovacieho vzoru vytvoreného oxidovou čiarou. V prípade oddeľovacích vzorov vytvorených drážkami sa model značne odchyľoval od nameraných dát najmä pre vyššie napätia. Pre lepšie pochopenie 2D transportu elektrónov cez bariéru sme využili mikroskopické priblíženie, ktoré kombinuje Monte Carlo (MC) simuláciu s molekulárnou dynamikou (MD) [7,8]. MC-MD simulácie boli použité na zistenie potenciálového profilu bariéry a jeho deformáciu vplyvom naloženého napätia (Obr. 7).

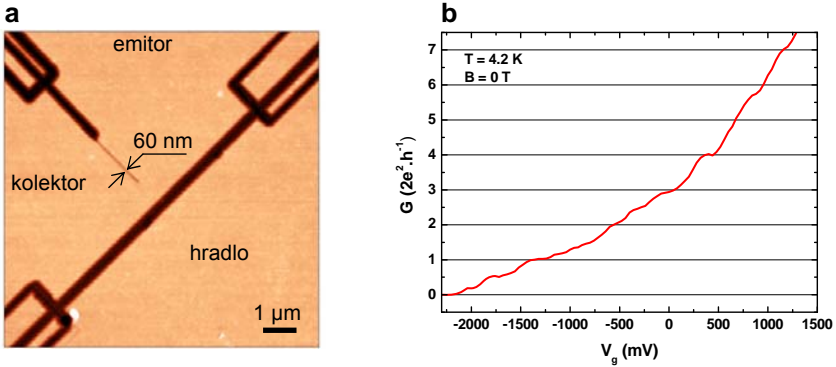


**Obr. 7:** (a) Efektívna výška bariéry v aktívnej vrstve v závislosti od vzdialenosti od oddeľovacieho vzoru (40 nm široká drážka) pri nulovom napätí. Koncentrácia donorov v dotačnej rovine je parametrom. Vo všetkých prípadoch má profil tvar Gaussovej krivky. (b) Deformácia profilu bariéry vplyvom naloženého napätia. Výška aj šírka bariéry klesajú a zároveň sa posúva poloha maxima efektívnej výšky bariéry.

Na základe MC-MD simulácií sme upravili použitý analytický model, kde v modifikovanom modeli uvažujeme s lineárnym poklesom šírky šikmej hrany lichobežníkového tvaru potenciálového profilu bariéry s naloženým napätím.  $V$ - $A$  charakteristiky poskytnuté modifikovaným modelom vykazovali dobrú zhodu s experimentálnymi charakteristikami aj v prípade oddeľovacích vzorov vytvorených drážkami.

V tretej kapitole je popísané využitie prezentovanej techniky na prípravu nanorozmerných súčiastok používaných pri nízkych teplotách a pri RT.

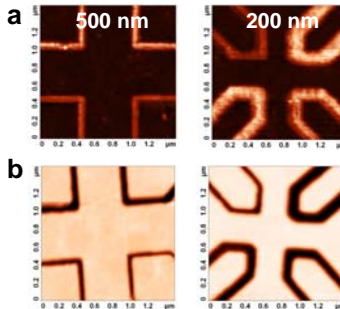
Zlepšenie horizontálneho rozlíšenia sme demonštrovali prípravou QPC s topografickou dĺžkou 1D ohraničenia  $\approx 60$  nm (Obr. 8a) na polovodičovej heteroštruktúre s nízkou pohyblivosťou elektrónov v aktívnej vrstve (pri nízkych teplotách bola stredná voľná dráha elektrónov  $\sim 300$  nm). Vďaka veľmi krátkemu 1D ohraničeniu bolo možné pripravenom QPC namerať kvantovanú vodivosť v závislosti od hradlového napätia  $V_g$  v nulovom magnetickom poli pri teplote 4,2 K (Obr. 8b).



**Obr. 8:** (a) AFM topografia QPC s dĺžkou 1D ohraničenia  $\approx 60$  nm. (b) Kvantovaná vodivosť QPC nameraná v nulovom magnetickom poli pri teplote 4,2 K. Vodivosť bola získaná z  $V$ - $A$  meraní na QPC po odčítaní konštantného sériového odporu 6 k $\Omega$ .

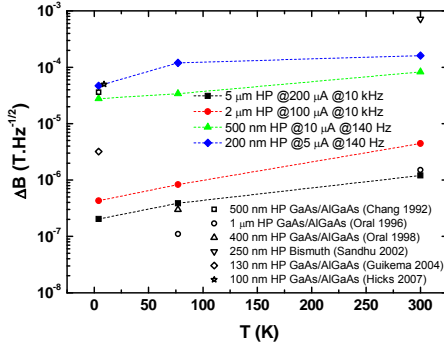
Poškodenie tvaru schodíkov kvantovanej vodivosti na krivke je zapríčinené najmä krátkou strednou voľnou dráhou elektrónov v 2DEGu.

Rozšírenie využitia techniky LAO na prípravu nanorozmerných súčiastok pracujúcich pri RT sme ukázali prípravou submikrometrových Hallových sond (Obr. 9) pracujúcich od nízkych teplôt po RT.



**Obr. 9:** AFM topografia pripravených submikrometrových Hallovských sond: (a) po zadefinovaní pomocou LAO, (b) po 4. leptaní.

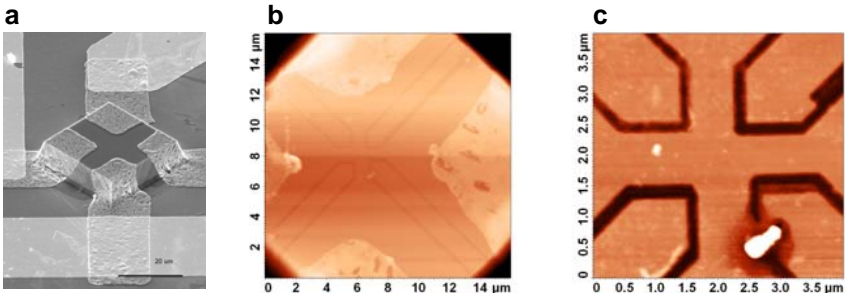
Číťlivosť a rozlíšenie v magnetickom poli boli vyhodnotené v závislosti na veľkosti pripravených Hallových sond, napájacom prúde a na teplote. Najmenšia pripravená sonda mala litografický rozmer 200 nm. Vykazovala rozlíšenie v magnetickom poli  $47 \mu\text{T}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  na frekvencii 140 Hz pri teplote 4,2 K, a  $161 \mu\text{T}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  na rovnakej frekvencii pri RT, keď bola napájaná prúdom  $5 \mu\text{A}$ . Na obrázku 10 je porovnanie rozlíšenia jednotlivých Hallových sond v magnetickom poli.



**Obr. 10:** Rozlíšenie v magnetickom poli  $\Delta B$  Hallovských sond (HP) pripravených navrhnutým prístupom k LAO. Najlepšie publikované výsledky sú uvedené na porovnanie (je uvedený litografický rozmer sond).

Podľa našich vedomostí technika LAO aplikovaná priamo na polovodičovú heteroštruktúru bola úspešne použitá na prípravu nanorozmernej súčiastky fungujúcej pri RT po prvý krát.

Nakoniec sme submikrometrové Hallové sondy definovali na vrchnom plate pyramidálnych objektov (Obr. 11), aby sa dali použiť na mapovanie rozloženia magnetického poľa pomocou skenovacieho Hallového mikroskopu [9].



**Obr. 11:** (a) Pyramidálna štruktúra s aktívnou vrstvou na vrchnom plate. Ohmické kontakty spájajú aktívnu vrstvu s prepájacími vodičmi. (b) Hallova sonda s litografickým rozmerom 800 nm, definovaná na vrchnom plate pyramidálnej štruktúry. (c) Detail centrálnej časti sondy.

## ZÁVER

Práca prezentuje nový prístup k lokálnej anodickej oxidácii polovodičových heteroštruktúr. LAO bola využitá len na definovanie litografických vzorov v InGaP krycej vrstve heteroštruktúry, nie na priame definovanie potenciálových bariér v aktívnej vrstve. Prenesenie litografických vzorov do aktívnej vrstvy sme realizovali odstránením oxidových čiar pomocou mokrého chemického leptania, čo viedlo k horizontálnemu rozlíšeniu na úrovni  $\approx 60$  nm, pričom výsledné oddeľovacie vzory mali dostatočné izolačné vlastnosti pri nízkych teplotách. Zlepšenie horizontálneho rozlíšenia bolo demonštrované prípravou QPC na polovodičovej heteroštruktúre s nízkou pohyblivosťou elektrónov v aktívnej vrstve (pri nízkych teplotách bola stredná voľná dráha elektrónov  $\sim 300$  nm). Keď sme litografické vzory preniesli do aktívnej vrstvy viacnásobným odstraňovaním prirodzených oxidov vznikajúcich v AlGaAs vrstve až po rozhranie AlGaAs/GaAs (rovina 2DEGu), výsledné oddeľujúce vzory mali dostatočné izolačné vlastnosti aj pri RT. Rozšírenie využitia techniky LAO na prípravu nanorozmerných súčiastok pracujúcich pri RT bolo ukázané prípravou submikrometrových Hallovských sond pracujúcich od nízkych teplôt po RT.

Prínos k študovanej problematike môžeme zhrnúť do nasledujúcich bodov:

1. Návrh, príprava a charakterizácia plytkých polovodičových heteroštruktúr s InGaP krycou vrstvou určených pre tvorbu nanorozmerných štruktúr a súčiastok pomocou LAO.
2. Výpočet rozloženia elektrického poľa medzi hrotom AFM a povrchom vzorky počas LAO pomocou metódy konečných prvkov. Výpočet ukázal, že je problematické pripraviť úzke a zároveň vysoké oxidové čiary slúžiace na priame definovanie potenciálových bariér v aktívnej vrstve polovodičovej heteroštruktúry s nevodivou krycou vrstvou.
3. Návrh nového prístupu k LAO, kde (na základe predchádzajúcich výpočtov) nanorozmerné štruktúry nie sú v aktívnej vrstve definované priamo, ale LAO je využitá len na definíciu litografických vzorov v InGaP krycej vrstve a tieto sú následne prenesené do aktívnej vrstvy pomocou opakovaného odstraňovania oxidov mokrým chemickým leptaním, čo vedie k zlepšeniu horizontálneho rozlíšenia techniky na úroveň  $\approx 60$  nm ( $\approx 130$  nm pri štandardnom prístupe k LAO).
4. Experimentálne a teoretické štúdium transportu elektrónov cez potenciálové bariéry vytvorené v aktívnej vrstve oddeľovacími vzormi pripravenými prezentovanou technikou. Monte Carlo simulácie

s molekulárnou dynamikou ukázali profil vytvorenej potenciálovej bariéry a jeho deformáciu vplyvom naloženého napätia.

5. Príprava QPC na polovodičovej heteroštruktúre s nízkou pohyblivosťou elektrónov v aktívnej vrstve a meranie kvantovanej vodivosti na pripravenom QPC pri 4,2 K.
6. Príprava submikrometrových Hallovských sond pracujúcich od nízkych teplôt až po RT a ich elektrická charakterizácia.

Táto práca vznikla aj vďaka projektom Slovenskej agentúry pre vedu a vývoj APVV-51-045705 a VVCE-0058-07, a taktiež vďaka projektu vedeckej grantovej agentúry VEGA-2/0081/09.

## SUMMARY

Production of nano-metre-sized structures and devices for use at low and high temperatures requires that lithographic patterns should be transferred accurately with nano-metre resolution into the active layers and insulation patterns should possess sufficient insulating properties.

Such patterns can be quite easily produced by *local anodic oxidation*, which is one of the simplest ways to go about it. LAO is used to oxidize a sample surface under the apex of an AFM tip biased with a negative voltage with respect to the sample. If such a tip is being scanned over the surface, a nano-scale oxidized pattern is formed.

LAO is commonly used to form such patterns in shallow AlGaAs/GaAs semiconductor heterostructures. If oxidized deeply enough, the patterns are transferred further into a heterostructure by forming depletion lines, i.e. areas where the active channel (a 2DEG) of the heterostructure becomes devoid of the electrons.

If LAO is applied directly to a semiconductor heterostructure, a lateral resolution of  $\approx 130$  nm is typically achieved. Lower values have not yet been reached. The lateral resolution of about 130 nm is sufficient only for the patterning of high-mobility semiconductor heterostructures grown by MBE. Additionally, such patterns possess sufficient lateral insulating properties only at low-temperatures. Therefore, the technique is used to prepare low-temperature nanodevices, such as quantum point contact, quantum dot, and single electron transistor. To our knowledge, LAO used directly to pattern a semiconductor heterostructure has not yet produced a successful RT device.

This thesis presents a novel approach to the LAO of semiconductor heterostructures. We envisaged that LAO could be modified to be able to produce thinner lines, i.e. higher resolution, and that it could be used to manufacture devices for RT uses. We proposed that LAO should be applied to

pattern semiconductor heterostructures indirectly. This novel approach was taken to pattern an OMVPE-grown AlGaAs/GaAs heterostructure capped with an InGaP layer. The structure was an extremely shallow and low-mobility one. This modified LAO technique was demonstrated with a QPC defined on a low-mobility heterostructures, and sub-micrometer Hall probes for low-to-room-temperature use.

The thesis is divided into three chapters. Each presents the following original contributions:

Chapter 1 covers the design, growth, and characterization of semiconductor heterostructures to be structured using LAO. New extremely shallow  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$  heterostructures were grown by optimized OMVPE processes. The heterostructures were capped with tensile strained  $\text{In}_{0.315}\text{Ga}_{0.685}\text{P}$ , which is the barrier material in the  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$  system. As there is a zero band discontinuity at the  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{In}_{0.315}\text{Ga}_{0.685}\text{P}$  interface, charge should not accumulate at the interface. InGaP has a favourable density of surface states that is one order of magnitude lower than that of commonly used GaAs. It also exhibits a good etching selectivity with respect to GaAs. If  $\text{In}_{0.315}\text{Ga}_{0.685}\text{P}$  is used for a cap layer on an  $\text{Al}_{0.3}\text{Ga}_{0.7}\text{As}/\text{GaAs}$  heterostructure, it is then possible to position its  $\delta$ -doping layer and active channel only 6.5 nm and 23.5 nm beneath the surface, respectively. Such heterostructures exhibit low-temperature electron mobilities in the active channel one order of magnitude lower compared with those grown by MBE. The chapter also deals with AFM operation and its use for the nano-scale patterning of the semiconductor heterostructures by standard LAO.

Chapter 2 is the core of the thesis. It is devoted to a study of processes during the LAO of semiconductor heterostructures under an AFM tip. Our aim was to scale up the resolution of the technique and to extend its use for room-temperature applications.

The calculation of electric field distributions during LAO shows that it is difficult to prepare narrow and high-aspect-ratio oxide lines using standard LAO applied directly onto a semiconductor heterostructure. The calculation inspired us to propose a novel approach to LAO. We suggest LAO should be used to modify a shallow heterostructure with an InGaP cap layer and a remote  $\delta$ -doping layer located a few nm beneath the surface. We propose only the cap layer should be oxidized. We have showed that oxide lines as narrow as  $\approx 80$  nm can be formed this way. The lines are not supposed to deplete the 2DEG layer directly. They only define patterns in the InGaP layer. The patterns are then etched away to expose underlying AlGaAs to the air, on which it naturally oxidizes. The native oxides in the AlGaAs layer are subsequently removed by a wet etching process. The process of the native oxide formation and removal can be repeated several times to transfer the LAO patterns into the 2DEG. The

technique leads to trenches as narrow as  $\approx 60$  nm. We have shown that this LAO technique is conducive to a considerable improvement in lateral resolution. The line patterns form potential barriers in the active layer, which split 2D electrons into separate regions within the structure. Since ionized donors from the remote  $\delta$ -doping layer are physically removed, the trenches represent high potential barriers for the 2DEG electrons.

The following part of the chapter deals with 2D electron transport through such potential barriers. They were formed on two-terminal devices processed on the heterostructure. We found that the potential barriers had effective heights sufficient for use in low-temperature and room-temperature nano-scaled structures and devices. We compared data measured with simple and modified theoretical models for the 2D transport through the potential barrier. The Monte Carlo simulations were used to find the potential profile of the barriers and the profile deformation by applied voltage. We have demonstrated that this LAO technique can be also used for RT applications.

Chapter 3 deals with an application of the LAO technique. A quantum point contact with a  $\approx 60$  nm topographic length of the 1D constriction was prepared on a low-mobility heterostructure. The quantized conductance of the device was evaluated from current-voltage measurement at 4.2 K. The quantized conductance of the QPC was observed in a zero magnetic field at 4 K thanks to a very short 1D constriction. We also fabricated low-to-room-temperature sub-micrometer Hall probes to show that the technique is conducive to room-temperature sub-micrometer devices. The magnetic-field resolution and sensitivity of the probes were evaluated. We prepared a 200 nm Hall probe with magnetic-field resolutions of  $47 \mu\text{T}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  at 140 Hz and at 4.2 K, and  $161 \mu\text{T}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$  at the same frequency at RT, when it was driven by 5  $\mu\text{A}$  bias current. The LAO technique was combined with a non-planar sensor technology, and the sub-micrometer Hall probes were realized on top of pyramidal mesas.

To our knowledge, a LAO technique applied directly to a shallow semiconductor heterostructure has been successfully used for an RT application for the first time.

In conclusion, the original contribution of the thesis can be summarized as follows:

1. Design, growth and characterization of shallow semiconductor heterostructures with an InGaP cap layer designed for local anodic oxidation;
2. Study of processes between the AFM tip and sample surface during LAO;
3. Improvement of the LAO process using a novel approach to LAO;

4. Study of electron transport through the potential barriers prepared by the approach;
5. Preparation of a QPC, its quantized conductance measurement;
6. Preparation of RT sub-micrometer Hall probes, their electrical characterization.

## ZOZNAM CITOVANEJ LITERATÚRY

- [1] M. Yasutake, Y. Ejiri, T. Hattori: Modification of silicon surface using atomic force microscope with conducting probe. *Jpn. J. Appl. Phys.* **32**, L1021 (1993).
- [2] D. Graf, M. Frommenwiller, P. Studerus, T. Ihn, K. Ensslin, D.C. Driscoll, A.C. Gossard: Local oxidation of Ga[Al]As heterostructures with modulated tip-sample voltages. *J. Appl. Phys.* **99**, 053707 (2006).
- [3] G. Mori, M. Lazzarino, D. Ercolani, G. Biasiol, and L. Sorba: Magnetic field and temperature dependence of an atomic force microscope-defined quantum point contact. *J. Vac. Sci. Technol. B* **22**, 570 (2004).
- [4] A. Pioda, S. Kičín, T. Ihn, M. Sigrist, A. Fuhrer, K. Ensslin, A. Weichselbaum, S. E. Ulloa, M. Reinwald, and W. Wegscheider: Spatially resolved manipulation of single electrons in quantum dots using a scanned probe. *Phys. Rev. Lett.* **93**, 216801 (2004).
- [5] U. F. Keyser, H. W. Schumacher, U. Zeitler, R. J. Haugh: Fabrication of a single-electron transistor by current-controlled local oxidation of a two-dimensional electron system. *Appl. Phys. Lett.* **76**, 457 (2000).
- [6] X. N. Xie, H. J. Chung, C. H. Sow, A. T. S. Wee: Nanoscale materials patterning and engineering by atomic force microscopy nanolithography. *Mat. Sci. Eng. R* **54**, 1 (2006).
- [7] V. Cambel, M. Moško: The influence of ionized impurities on electron-electron drag between parallel two-dimensional gases: Monte Carlo simulations with molecular dynamics. *Semicond. Sci. Technol.* **8**, 364 (1993).
- [8] M. Moško, A. Mošková, V. Cambel: Carrier-carrier scattering in photoexcited intrinsic GaAs quantum wells and its effect on femtosecond plasma thermalization. *Phys. Rev. B* **51**, 16860 (1995).



- [9] V. Cambel, J. Fedor, D. Gregušová, P. Kováč, I. Hušek: Large-scale high-resolution scanning Hall probe microscope used for MgB<sub>2</sub> filament characterization. *Supercond. Sci Technol.* **18**, 417 (2005).

## ZOZNAM PUBLIKOVANÝCH PRÁČ

### Publikácie so vzťahom k skúmanej problematike

- [1] **J. Martaus**, V. Cambel, D. Gregušová, R. Kúdela, and J. Fedor: 50-nm local anodic oxidation technology of semiconductor heterostructures. *J. Nanosci. Nanotechnol.* **10**, (2010), doi:10.1166/jnn.2010.2362.
- [2] D. Gregušová, **J. Martaus**, J. Fedor, R. Kúdela, I. Kostič, and V. Cambel: On-tip sub-micrometer Hall probes for magnetic microscopy prepared by AFM lithography. *Ultramicroscopy* **109**, 1080 (2009).
- [3] V. Cambel, **J. Martaus**, J. Šoltýs, R. Kúdela, and D. Gregušová: Local anodic oxidation by AFM tip developed for novel semiconductor nanodevices. *Ultramicroscopy* **108**, 1021 (2008).
- [4] **J. Martaus**, D. Gregušová, V. Cambel, R. Kúdela, and J. Šoltýs: New approach to local anodic oxidation of semiconductor heterostructures. *Ultramicroscopy* **108**, 1086 (2008).
- [5] V. Cambel, **J. Martaus**, J. Šoltýs, R. Kúdela, and D. Gregušová: AFM nanooxidation process – Technology perspective for mesoscopic structures. *Surface Science* **601**, 2717 (2007).
- [6] P. Eliáš, D. Gregušová, **J. Martaus**, and I. Kostič: Conformal AZ5214-E resist deposition on patterned (1 0 0) InP substrates. *J. Micromech. Microengn.* **16**, 191 (2006).
- [7] V. Cambel, J. Šoltýs, **J. Martaus**, and M. Moško: IV characteristics in structures prepared by tip induced oxidation. *J. de Physique IV* **132**, 171 (2006).
- [8] **J. Martaus**, V. Cambel, D. Gregušová, and R. Kúdela: Sub-micrometer Hall probes prepared by tip-induced local anodic oxidation. In: *ASDAM 2008*. Proc. 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems. Eds. Š. Haščík and J. Osvald. Piscataway: IEEE 2008. ISBN: 978-1-4244-2325-5. pp. 195-198.

- [9] **J. Martaus**, D. Gregušová, V. Cambel, R. Kúdela, and J. Šoltýs: AFM tip induced Local Anodic Oxidation of InGaP/AlGaAs/GaAs heterostructures. In: *EW-MOVPE 2007*. Ext. Abstract Book from 12<sup>th</sup> European Workshop on Metalorganic Vapour Phase Epitaxy, Bratislava, Slovakia, June 3-6, 2007, pp. 299-302.
- [10] R. Kúdela, **J. Martaus**, V. Cambel, M. Kučera, and E. Dobročka: Novel MOVPE grown 2DEG structures for local anodic oxidation. In: *EW-MOVPE 2007*. Ext. Abstract Book from 12<sup>th</sup> European Workshop on Metalorganic Vapour Phase Epitaxy, Bratislava, Slovakia, June 3-6, 2007, pp. 49-52.
- [11] **J. Martaus**, V. Cambel, R. Kúdela, D. Gregušová, and J. Šoltýs: 2D electron transport through potential barrier prepared by LAO on shallow GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As/InGaP heterostructures. In: *ASDAM 2006*. Proc. 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems. Eds. J. Breza et al. Piscataway: IEEE 2006. ISBN: 1-4244-0396-0. pp. 253-256.

### Ostatné publikácie

- [12] V. Cambel, P. Eliáš, D. Gregušová, J. Fedor, **J. Martaus**, G. Karapetrov, V. Novosad, and I. Kostič: Novel magnetic tips developed for the switching magnetization magnetic force microscopy. *J. Nanosci. Nanotechnol.* **10**, (2010), doi: 10.1166/jnn.2010.2366.
- [13] D. Gregušová, M. Kučera, S. Hasenöhrl, I. Vávra, P. Štrichovanec, **J. Martaus**, and J. Novák: Impact of growth conditions on the spatial non-uniformities of composition in InGaP epitaxial layers. *Physica Status Solidi C* **4**, 1419 (2007).
- [14] Š. Haščík, P. Eliáš, J. Šoltýs, **J. Martaus**, and I. Hotový: CCl<sub>4</sub>-based reactive ion etching of semi-insulating GaAs and InP. *Czechoslov. J. Phys. B* **56**, B1169 (2006).
- [15] P. Eliáš, Š. Haščík, **J. Martaus**, I. Kostič, J. Šoltýs, and I. Hotový: CCl<sub>4</sub>-based RIE pattern transfer into facets of mesas formed by wet etching in InP(100). *Electrochem. Solid-State Lett.* **9**, G27 (2006).
- [16] P. Eliáš, **J. Martaus**, J. Šoltýs, and I. Kostič: Micromachining of mesa and pyramidal-shaped objects in (1 0 0) InP substrates. *J. Micromech. Microengn.* **15**, 1007 (2005).

## Citácie

**J. Martaus**, D. Gregušová, V. Cambel, R. Kúdela, and J. Šoltýs: New approach to local anodic oxidation of semiconductor heterostructures. *Ultramicroscopy* **108**, 1086 (2008).

1. Pust, S.E.: *Nanotechnology* **20**, 075302 (2009),
2. Simeone, F. C.: *J. Phys. Chem. C* **113**, 18987 (2009).

V. Cambel, **J. Martaus**, J. Šoltýs, R. Kúdela, and D. Gregušová: Local anodic oxidation by AFM tip developed for novel semiconductor nanodevices. *Ultramicroscopy* **108**, 1021 (2008).

1. Voves, J.: *Microelectr. Engn.* **86**, 561 (2009),
2. Simeone, F. C.: *J. Phys. Chem. C* **113**, 18987 (2009).

V. Cambel, **J. Martaus**, J. Šoltýs, R. Kúdela, and D. Gregušová: AFM nanooxidation process – Technology perspective for mesoscopic structures. *Surface Science* **601**, 2717 (2007).

1. Parisse, P.: *Materials Sci. Eng. B* **165**, 227 (2009).

Š. Haščík, P. Eliáš, J. Šoltýs, **J. Martaus**, and I. Hotový: CCl<sub>4</sub>-based reactive ion etching of semi-insulating GaAs and InP. *Czechoslov. J. Phys. B* **56**, B1169 (2006).

1. Venugopal, V.: *Surface Sci.* **602**, 3000 (2008),
2. Park, Y.H.: *Microelectron. Eng.* **87**, 548 (2010).

## Príspevky prezentované na konferenciách

[1] **J. Martaus**, V. Cambel, R. Kúdela, D. Gregušová and J. Šoltýs: *50-nm local anodic oxidation technology of semiconductor heterostructures*. TBN2008, 1<sup>st</sup> Int. Workshop on Tip-Based Nanofabrication, Howard International House, Taipei, Taiwan, Čína, 19-23 Október 2008, výveska.

[2] **J. Martaus**, V. Cambel, D. Gregušová, and R. Kúdela: *Sub-micrometer Hall probes prepared by tip-induced local anodic oxidation*. ASDAM 2008, 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems, Smolenický zámok, Slovensko, 12-16 Október 2008, ústna prezentácia.

[3] **J. Martaus**, D. Gregušová, V. Cambel, R. Kúdela, and J. Šoltýs: *New Approach to Technology of Local Anodic Oxidation by AFM Tip*. ISPM 2007, International Scanning Probe Microscopy Conference, Jeju, Južná Kórea, 10-14 Jún 2007, výveska.

- [4] **J. Martaus**, D. Gregušová, V. Cambel, R. Kúdela, and J. Šoltýs: *AFM tip induced Local Anodic Oxidation of InGaP/AlGaAs/GaAs heterostructures*. EW-MOVPE 2007, 12<sup>th</sup> European Workshop on Metalorganic Vapour Phase Epitaxy, Bratislava, Slovensko, 3-6 Jún 2007, výveska.
- [5] **J. Martaus**, V. Cambel, R. Kúdela, D. Gregušová, and J. Šoltýs: *2D electron transport through potential barrier prepared by LAO on shallow GaAs/Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>As/InGaP heterostructures*. ASDAM 2006, 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems, Smolenický zámok, Slovensko, 16-18 Október 2006, ústna prezentácia.
- [6] **J. Martaus**, V. Cambel, D. Gregušová, R. Kúdela, and J. Šoltýs: *Fabrication of quantum wire by modification of a shallow 2DEG using AFM lithography on GaAs/AlGaAs heterostructures*. Jaszowiec 2005, XXXIV International School on the physics of semiconducting compounds, Jaszowiec, Poľsko, 4-10 Jún 2005, výveska.
- [7] **J. Martaus**, V. Cambel, J. Šoltýs, R. Kúdela: *Non-planar nanolithography by local anodic oxidation using atomic force microscopy*. NENAMAT – Mobilization Workshop, Hotel Lesná, Stará Lesná, Slovensko, 13 – 16 Február 2005, výveska.

## Poznámky