

Vedecká rada Fakulty elektrotechniky a informatiky  
Slovenskej technickej univerzity v Bratislave

**Ing. Ján Šoltýs**

Autoreferát dizertačnej práce

**AFM nanolitografia a jej aplikácia  
na vybrané polovodičové štruktúry**

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

Bratislava, Júl 2005

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

**Predkladateľ:** Ing. Ján Šoltýs  
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. Daniel Donoval, DrSc.  
FEI STU, Bratislava  
  
RNDr. Ivan Baťko, CSc.  
ÚEF SAV, Košice  
  
Ing. Slavomír Kičín, PhD.  
ETH, Zürich

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

Nanotechnológia je v súčasnosti rýchlo sa rozvíjajúci odbor výskumu a vývoja vo viacerých vedných disciplínach. Vo všeobecnosti pod týmto pojmom označujeme technologický odbor zaoberajúci sa vytváraním materiálov, štruktúr a rôznych systémov, ktoré majú nové neobvyklé vlastnosti. Modifikácia takýchto systémov sa realizuje prostredníctvom manipulácie individuálnych atómov, molekúl prípadne makromolekúl na nanometrovej úrovni, obyčajne 0,1 až 100 nm [1]. V polovodičovej oblasti umožňuje nanotechnológia znižovanie elektronických súčiastok z mikro do nano-rozmerov, čo je veľmi zaujímavé z fyzikálneho pohľadu. Vlastnosti hmoty v „nano“ merítke nie sú totiž vždy predvídateľné na základe skúmania vo väčších rozmeroch. Významné zmeny chovania materiálov sú spôsobené nielen plynulou modifikáciou ich charakteristických vlastností so znižujúcimi sa rozmermi, ale pôsobením javov ako sú napr. kvantové javy, prevažujúci vplyv povrchových javov atď. Rozmery vyrobených štruktúr začínajú byť porovnateľné z charakteristickou dĺžkou koherentného elektrónového transportu. Príkladom sú slabá elektrónová lokalizácia a jedoelektrónové nabíjacie efekty. Takéto štruktúry, využívajúce kvantové fenomény otvárajú nové možnosti pre rôzne kvantové súčiastky a obvody, kde kvantovo-mechanické správanie jedného alebo viacerých elektrónov je riadené rôznymi sofistikovanými spôsobmi. Medzi takéto štruktúry patria kvantový drôt, jedoelektrónový tranzistor, rezonančná tunelová dióda, kvantový bodový kontakt atď. Tieto kvantové fenomény sú obyčajne pozorované pri nízkych teplotách, ak sú však rozmery štruktúry dostatočne malé, niektoré z týchto efektov možno pozorovať pri izbovej teplote [2], čo môže hrať dôležitú úlohu v budúcich informačných technológiách.

V priemysle sa pri výrobe integrovaných obvodov a iných elektronických štruktúr využíva optická litografia. Mnoho rokov bol rozmer 100 nm považovaný za definitívny limit optickej litografie, avšak priemysel nedávno úspešne posunul tento limit k ešte menším rozmerom. Napokon však optická litografia dosiahne svoje fyzikálne limity a v tomto bode bude požiadavka na výrobu zariadení s nanometrovými rozmermi na inom litografickom princípe. Tejto problematike sa už viac než jednu dekádu venuje vedná disciplína – nanolitografia, založená na princípe skenovacej sondovej mikroskopie (SPM) [3]. Na mnohých výskumných pracoviskách boli v poslednom období vyvinuté rôzne variácie SPM techník. Značne rozšírenou a perspektívnou nanolitografickou metódou je technika

využívajúca lokálnu anodickú oxidáciu (LAO) pomocou atómového silového mikroskopu (AFM) [4].

Princíp AFM nanolitografie spočíva v tom, že povrch modifikovanej vzorky je vystavený lokálnemu elektrickému poľu vysokej intenzity, pri ktorom dochádza k fyzikálnym a chemickým zmenám daného materiálu. Povrch vzorky je oxidovaný pomocou veľmi ostrého hrotu umiestneného na konci nosníka. Polomer špičky takéhoto hrotu je  $2 \div 20$  nm. Aplikovaním napätia medzi AFM hrot a vzorku, je daný materiál lokálne transformovaný na oxid, čím je možné na vzorke vytvárať definované štruktúry s vysokou priestorovou presnosťou. Táto technika sa aplikuje ako na kovových vrstvách tak aj na polovodičových substrátoch a stala sa vhodnou litografickou metódou na výrobu rôznych elektronických nanoštruktúr. Zvolením vhodných litografických podmienok možno dosiahnuť požadované geometrické rozmery nano-útvarov. Pomocou AFM nanolitografie Snov a kol. nakreslili na povrchu kremíka  $\text{SiO}_2$  čiary so šírkou len 10 nm, ktoré slúžili ako maska pri následnom suchom leptaní [5]. Matsumoto a kol. pripravili oxidáciou titánovej vrstvy jedoelektrónový tranzistor s rozmermi aktívnej časti približne  $40 \times 40 \text{ nm}^2$  [6].

## CIELE DIZERTAČNEJ PRÁCE

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

1. Štúdium faktorov ovplyvňujúcich tvar a rozmery oxidu vytvoreného pomocou lokálnej anodickej oxidácie.
2. Vyšetrit' možnosti  $\text{TiO}_x$  ako masky pripravenej pomocou lokálnej anodickej oxidácie pri definovaní polovodičových nanoštruktúr.
3. Príprava GaAs/AlGaAs plytkých heteroštruktúr metódou MOCVD pre potreby lokálnej anodickej oxidácie pomocou AFM hrotu.
4. Vyšetrit' možnosti zmenšenia aktívnej časť Hallovej sondy pomocou lokálnej anodickej oxidácie.
5. Experimentálne a teoretické štúdium 2D transportu elektrónov cez potenciálovú bariéru vytvorenú pomocou lokálnej anodickej oxidácie.

## ZHRNUTIE DOSIAHNUTÝCH VÝSLEDKOV

V dizertačnej práci sme sa zaoberali lokálnou anodickou oxidáciou s využitím atómového silového mikroskopu. Táto technika umožňuje pripraviť štruktúry submikrometrových rozmerov, čo sme demonštrovali na viacerých príkladoch. Lokálnu oxidáciu sme aplikovali na titánovú vrstvu a taktiež na GaAs povrch.

Keďže sme chceli pri definovaní nanoštruktúr pomocou LAO dosahovať vysokú presnosť, museli sme nájsť optimálne litografické podmienky, ktoré by nám zabezpečili vytváranie oxidových objektov požadovaného tvaru a rozmerov. Za týmto účelom sme študovali parametre, ktoré ovplyvňujú tvar a rozmery oxidu pripraveného pomocou LAO. Medzi tieto parametre patria rýchlosť posuvu AFM hrotu počas oxidácie, napätie aplikované na hrote, tvar hrotu, vlhkosť okolitého prostredia a AFM mód. Ukázali sme, že so vzrastajúcim aplikovaným napätím na AFM hrote sa zväčšuje šírka aj výška vytváraného oxidu. Porovnaním kontaktného a nekontaktného AFM módu sme zistili, že nekontaktný mód produkuje tenšie oxidové čiary, ktoré majú konštantnú výšku a šírku po celej svojej dĺžke. Naproti tomu oxidové čiary vytvorené kontaktným módom sa vyznačujú fluktuáciou v šírke aj výške, ktorá sa zvýrazňuje so zvyšovaním aplikovaného napätia. Hlavný faktor, ktorý spôsobuje rozdielne rozmery oxidových útvarov pripravených jednotlivými AFM módmi je vzdialenosť hrotu od vzorky počas oxidácie a s tým súvisiaca veľkosť vodného menisku.

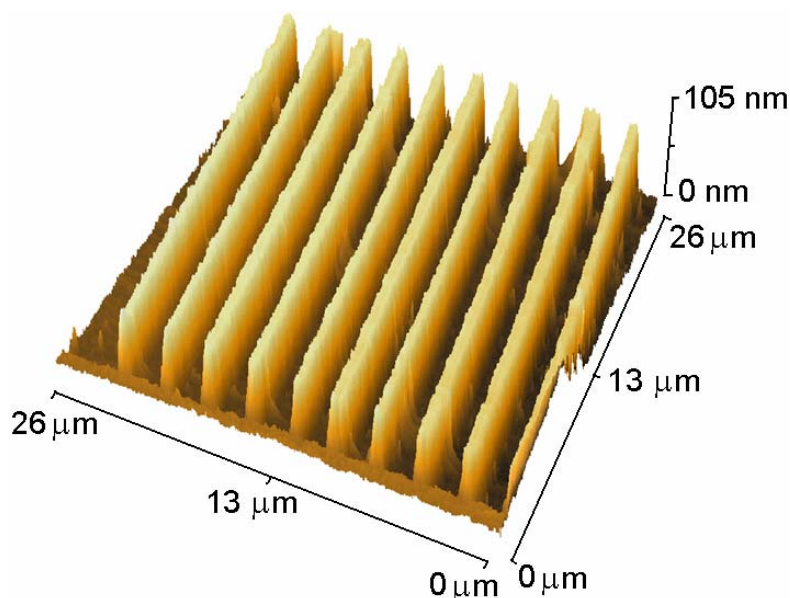
Pri oxidácii GaAs povrchu v kontaktnom móde sme pri vyšších napätiach pozorovali vznik priehlbiny uprostred oxidovej čiary. Z porovnania tvaru oxidových čiar na titánovej vrstve a GaAs substráte predpokladáme, že vznik takejto drážky pozdĺž čiar súvisí s rýchlym vyčerpaním záporných OH<sup>-</sup> iónov vplyvom silného elektrického poľa v oblasti pod hrotom.

### **Aplikácia AFM nanolitografie na Ti vrstvu**

V časti venovanej oxidovaniu tenkej titánovej vrstvy pomocou LAO sme skúmali technologické možnosti využitia oxidu titánu (TiO<sub>x</sub>) ako litografickej masky pri definovaní polovodičových štruktúr submikrometrových rozmerov. Takáto maska môže byť využitá v nanolitografickom procese, v ktorom sa LAO

kombinuje so štandardnou optickou litografiou. Za týmto účelom sme porovnávali vlastnosti  $\text{TiO}_x$  čiar, ktoré sme pripravili v kontaktnom a nekontaktnom móde AFM. Pri leptaní cez takto pripravené oxidové čiary sme zistili, že  $\text{TiO}_x$  vhodný pre masky v nanotechnológii môže byť pripravený len v kontaktnom móde. Naproti tomu, čiary vytvorené v nekontaktnom móde AFM boli odstránené už počas leptania Ti vrstvy v HF-leptadle, hoci boli dodržané rovnaké leptacie podmienky.

Spôľahlivosť  $\text{TiO}_x$  masky sme overili na dvoch rôznych polovodičových štruktúrach. V prvom prípade sme leptaním do hĺbky  $\sim 80$  nm zadefinovali na GaAs substráte sústavu 10 čiar (obr. 1), v druhom prípade sme na InGaAs/InP heteroštruktúre vyleptali do hĺbky 160 nm útvar v tvare kríža.

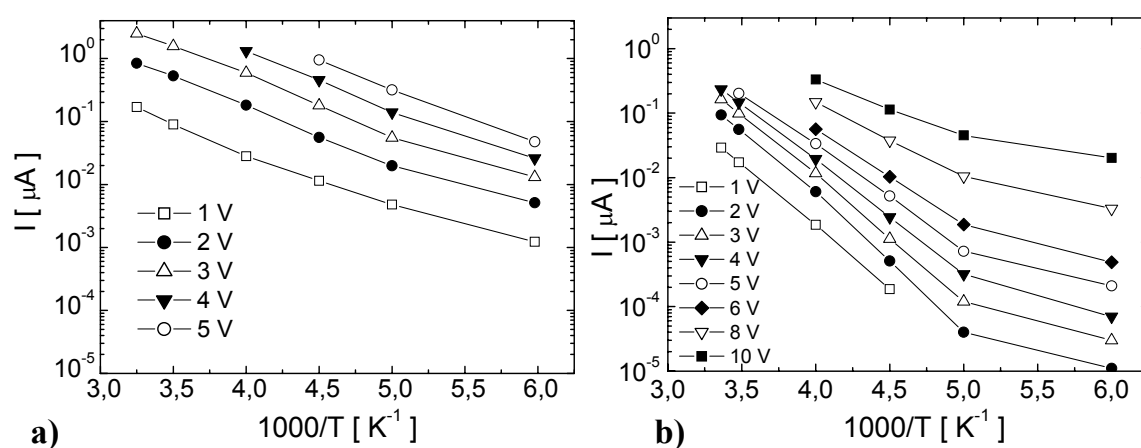


**Obr. 1.** AFM 3D snímok sústavy GaAs čiar leptaných cez  $\text{TiO}_x$  masku do hĺbky 80nm. Čiary majú rovnakú výšku po celej svojej dĺžke, to znamená, že  $\text{TiO}_x$  maska vytvorená v kontaktnom móde AFM nebola podleptaná. Šírka čiar meraná v polovici výšky čiar je v rozsahu 750 – 800 nm.

Rozdiely medzi oxidovými čiarami, ktoré sme zistili pri leptacích experimentoch, súvisia s odlišným chemickým zložením  $\text{TiO}_x$  sformovaného rôznymi AFM módmi. Na základe rozmerov oxidovej vrstvy sme zistili, že v kontaktnom móde vzniká pravdepodobne  $\text{TiO}_2$ , zatiaľ čo v nekontaktnom móde vzniká  $\text{TiO}$ . Predpokladali sme, že jednotlivé oxidy by mali vykazovať určité odlišnosti v izolačných vlastnostiach. Mohlo by ísť napríklad o rozdielne množstvo (resp. typ) zachyteného náboja v oxide počas oxidačného procesu

v jednotlivých módoch. Preto sme pre lepšie pochopenie našich experimentálnych výsledkov pripravili špeciálnu štruktúru pre testovanie izolačných vlastností  $\text{TiO}_x$  vytvoreného v obidvoch módoch AFM. Štruktúra slúži na testovanie transportu teplotne aktivovaných elektrónov medzi titánovými elektródami rozdelenými oxidovou čiarou. Je to planárny typ MIM diódy (metal-insulator-metal :  $\text{Ti}/\text{TiO}_x/\text{Ti}$ ), pripravený na Si substráte so 100 nm hrubou izolačnou vrstvou  $\text{SiO}_2$ . V našej realizácii MIM diódu tvorí titánový pásik hrúbky 10 nm a šírky 4,5  $\mu\text{m}$ . Konce Ti vrstvy sú nakontaktované zlatými vodičmi a predstavujú kladný a záporný pól diódy. Na titánovom pásiku bola pomocou AFM sformovaná oxidová čiara v kontaktnom alebo nek kontaktnom móde. Šírka čiary pripravenej v nek kontaktnom móde bola 220 nm a v kontaktnom móde 500 nm.

V-A charakteristiky MIM diódy sme merali pri rôznych teplotách. Z teplotnej závislosti prúdu (obr. 2) sme určili efektívnu výšku bariéry  $\phi_B$ . Hoci oxidová čiara pripravená v nek kontaktnom móde mala polovičnú šírku oproti čiare vytvorenej v kontaktnom móde, jej efektívna výška bariéry bola dvojnásobná (300 meV, resp. 150 meV). Rozdielne výšky bariér oxidových čiar pripravených jednotlivými módmi potvrdzujú odlišné chemické zloženie oxidu titánu. Pozorovaný pokles výšky bariéry od druhej odmocniny intenzity elektrického poľa v našom prípade nemožno pripísať vplyvu síl od zrkadlového náboja, t.j. Schottkyho efekt nehrá dominantnú úlohu pri znižovaní bariéry. Na tvar a výšku potenciálovej bariéry majú vplyv faktory ako fluktuácie rozmerov oxidu a zachytené kladné a záporné náboje v oxide.

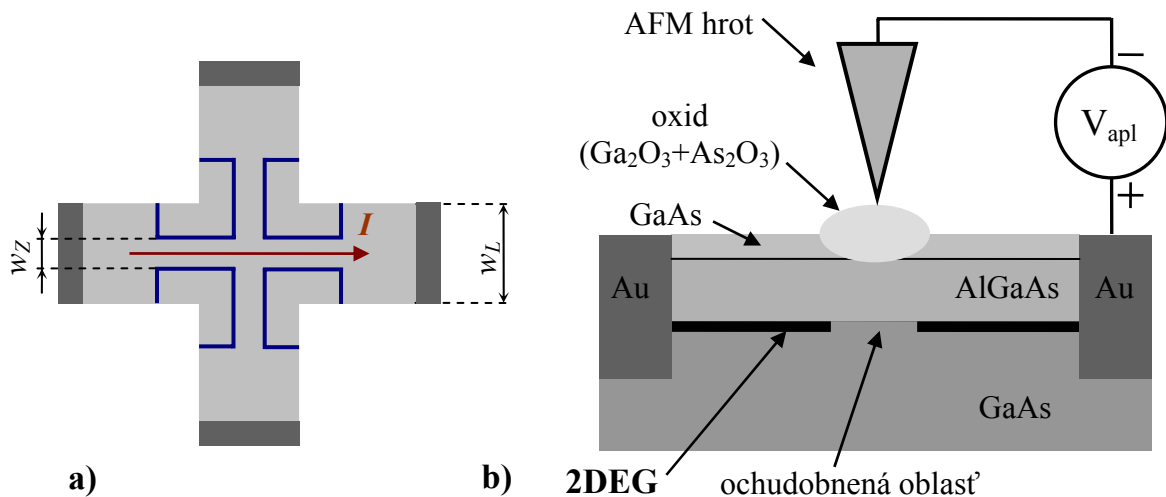


**Obr. 2.** Teplotná závislosť prúdu MIM diódy pripravenej v  
a) kontaktnom resp. b) nek kontaktnom AFM móde

## Aplikácia AFM nanolitografie na GaAs/AlGaAs heteroštruktúre

V druhej časti práce sme sa pokúsili túto nanolitografickú techniku využiť na modifikáciu Hallovej sondy, ktorá bola pripravená optickou litografiou na GaAs/AlGaAs plytkej heteroštruktúre. V plytkej heteroštruktúre je dvojdimenzionálny elektrónový plyn (2DEG) lokalizovaný v tesnej blízkosti (40 nm) pod povrchom vzorky. Naším cieľom bolo zlepšiť priestorové rozlíšenie sondy a znížiť jej šum. Princíp takejto modifikácie je znázornený na obr. 3a. Pomocou AFM hrotu sa na Hallovej sonde vhodným spôsobom vykreslia oxidové čiary, ktorými sa v skutočnosti zmenší aktívna časť sondy. Keďže pod oxidovými čiarami dochádza k ochudobneniu 2DEG-u, vzniknuté potenciálové bariéry vymedzia na kraji sondy oblasti, ktorými netečie prúd. Takýmto zmenšením aktívnej časti sondy sa zároveň izoluje vplyv bočných stien sondy, ktoré sú pre veľký počet povrchových stavov zdrojom šumu.

Obrázok 3b schematicky znázorňuje princíp procesu ochudobňovania 2DEG-u pomocou LAO. Vplyvom LAO dochádza k zväčšeniu počtu povrchových stavov a k efektívnemu zmenšeniu vzdialenosti povrchu polovodiča od roviny 2DEG-u. Pri určitej vzdialenosti (v závislosti od parametrov heteroštruktúry) začnú elektróny tunelovať z potenciálovej jamy na povrch [7].



**Obr. 3** a) Hallova sonda zadenovaná optickou litografiou sa modifikuje AFM nanolitografiou, pričom sa pôvodný rozmer aktívnej časti sondy  $w_L$  zmenší na rozmer  $w_z$ . b) Schematické znázornenie procesu AFM nanolitografie na GaAs/AlGaAs heteroštruktúre s dvojdimenzionálnym elektrónovým plynom. Pod vytvoreným oxidom vzniká v 2DEG-u následkom úniku elektrónov ochudobnená oblasť.



Heteroštruktúru s plytkým 2DEG-om vhodnú pre účely lokálnej anodickej oxidácie sme pripravili pomocou MOCVD aparatury. Zistili sme, že vlastnosti heteroštruktúry silne závisia od rastových parametrov, predovšetkým od dopačnej koncentrácie, rastovej rýchlosti a rozmerov AlGaAs vrstiev. Početnou sériou epitaxných rastov sme našli tieto optimálne rastové podmienky: rastová rýchlosť 10 nm/sec, tlak v reaktore 20 mbar, V/III pomer = 575, delta-dopácia  $\text{SiH}_4 = 7,33 \times 10^{-5}$  mol. zl. Najvyššia dosiahnutá pohyblivosť pri teplote hélia bola  $175\,800 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ .

Zmenšovanie Hallovej sondy sme realizovali na jednej modulačne dopovanej heteroštruktúre a dvoch  $\delta$ -dopovaných heteroštruktúrach. Odizolovaním aktívnej časti sondy pomocou oxidových čiar sa nám nepodarilo znížiť šum sondy. Pravdepodobnou príčinou môže byť príliš vysoký nárast sériového odporu sondy po zmenšení. Ďalšou príčinou, prečo odizolovaním bokov sondy neklesol šum podľa očakávania je, že vzniknutá potenciálová bariéra pod oxidovou čiarou nie je dostatočne vysoká. Preto sme začali podrobnejšie skúmať vlastnosti bariér vytvorených pomocou LAO a v poslednej časti práce sme sa zaoberali podrobnou štúdiou elektrónového transportu cez takúto bariéru.

### **Štúdium transportu prúdu cez potenciálovú bariéru v dvojdimenzionálnom elektrónovom plyne**

V snahe pochopiť procesy a efekty určujúce transport elektrónov cez potenciálovú bariéru sme sa zamerali na analýzu experimentálnych V-A charakteristík potenciálovej bariéry. Bariéry sme vytvárali tak, že sme pomocou LAO prerušili 2DEG, ktorý predstavoval vodivú cestu medzi dvoma príslušnými kontaktami (obr. 3b). Z nameraných transportných charakteristík sme zistili, že logaritmus prúdu je lineárne závislý od druhej odmocniny aplikovaného napätia. Takýto priebeh je typický pre Pool-Frenkelov efekt, avšak v našom prípade je závislosť  $\ln(I) \propto V^{1/2}$  pravdepodobne iného pôvodu. Na vysvetlenie tvaru V-A kriviek sme najskôr prezentovali jednoduchý model, v ktorom má energetická bariéra lichobežníkový tvar. Tento analytický model poskytuje V-A charakteristiky, ktoré odpovedajú experimentálnym dátam, avšak takýto model je príliš jednoduchý na korektný opis kompletnej fyzikálnej podstaty dvojrozmerného elektrónového transportu. Preto sme za účelom objasnenia niektorých detailov a úlohy ionizovaných donorov v 2D elektrónovom transporte

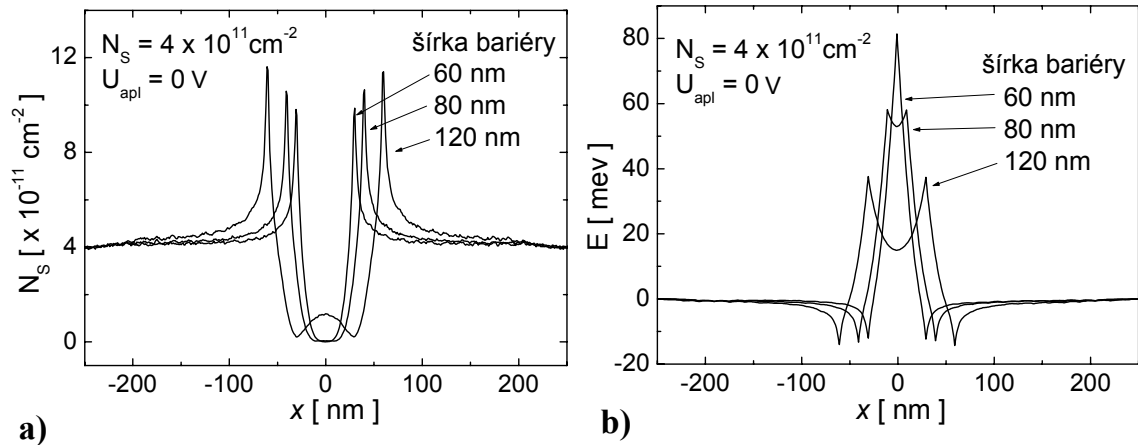
využili mikroskopické priblíženie, ktoré kombinuje Monte Carlo simuláciu (MC) s molekulárnou dynamikou (MD).

MC simulácia simuluje semi-klasický pohyb individuálnych 2D nosičov, ktoré sú urýchľované externým poľom a rozptyľované náhodnými okamžitými interakciami s fonónmi. V MD simulácii každý elektrón interaguje s Coloumbovskými silami od všetkých ostatných nosičov a ionizovaných donorov. Časový vývoj tohoto interagujúceho mnoho-elektrónového systému je simulovaný klasicky riešením sústavy Newtonových rovníc pre všetky elektróny. Kombinácia MD s MC simuláciami nám poskytuje exaktné mnohočasticové modelovanie semiklasického transportu so všetkými podstatnými interakciami zahrnutými na mikroskopickej úrovni. Takáto simulácia začleňuje do jednotnej metódy také mnohočasticové efekty ako efekt priestorového náboja, rozptyl na nosičoch, dynamické tienenie a mnohonásobný iónový rozptyl [8, 9].

Modelované V-A charakteristiky získané pomocou MC-MD simulácií vykazujú dobrú zhodu s experimentálnymi charakteristikami. Monte Carlo simulácia nám okrem modelovania V-A charakteristík umožnila podrobnejšiu štúdiu tvaru bariéry a jej vplyv na rozloženie náboja v simulovanej štruktúre. Použitím metódy skúšobného náboja sme počítali distribúciu náboja v štruktúre a tvar jednorozmerného potenciálu naprieč bariérou (potenciál bol spriemerovaný pozdĺž osi  $y$ ).

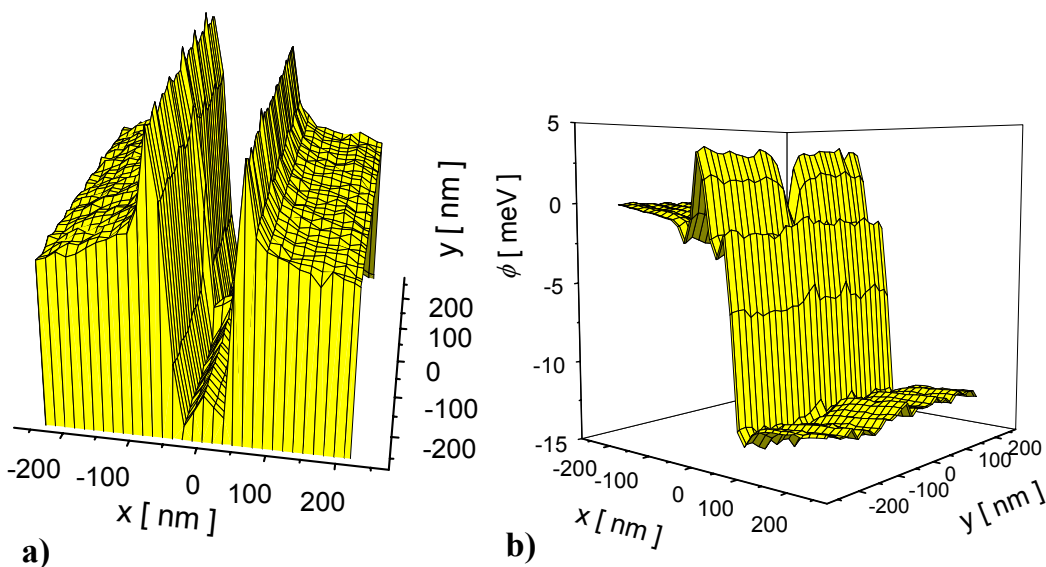
Z koncentračného profilu bariéry sme zistili, že zväčšením šírky bariéry dochádza k redistribúcií elektrónov v systéme, následkom čoho klesá efektívna výška bariéry. Ako vidieť z obrázku 4a, v blízkosti bariéry sa hromadia elektróny a so zväčšujúcou sa šírkou bariéry pozorujeme pod jej nástupnými hranami zvyšujúcu sa hodnotu koncentrácie. Na počiatku simulácie mala bariéra zadaný lichobežníkový tvar a výšku 150 meV, avšak prerozdelenie náboja v štruktúre má v dôsledku zákonov elektrostatiky za následok zakrivenie potenciálu a pokles výšky bariéry (obr. 4b). Ako z obrázku vidieť, pri okrajoch bariéry ako aj v jej strede sa vytvorili potenciálové jamy, v ktorých sa lokalizujú elektróny. Zvýšenú koncentráciu elektrónov uprostred bariéry najvýraznejšie vidieť pri najširšej bariére. Lokálne minimum, ktoré vzniká uprostred bariéry, môže zachytávať a uvoľňovať pohyblivý náboj, čo sa na experimentálnych V-A charakteristikách prejavuje reprodukovateľnými skokmi. Tento efekt môže byť navyše zosilnený prítomnosťou ionizovaných donorov nad oblasťou bariéry.

Simuláciou sme zistili, že výška bariéry klesá nelineárne so zvyšujúcim sa aplikovaným napätím. Táto skutočnosť objasňuje pôvod závislosti  $\ln(I) \sim (V)^{1/2}$ , ktorú sme pozorovali na experimentálnych V-A charakteristikách.



**Obr. 4** Koncentračný (a) a potenciálový (b) profil v okolí bariéry pre rôzne šírky bariér pri nulovom aplikovanom napätí.

Monte Carlo simulácia kombinovaná s molekulárnou dynamikou nám navyše umožňuje modelovať vplyv individuálnych donorov na tvar potenciálovej bariéry. Na obrázku 5 je znázornená 3D distribúcia koncentrácie a potenciálu v systéme, v ktorom sme zámerne pridali štyri ionizované donory do blízkosti bariéry. Tieto injektované donory spôsobia svojim silovým pôsobením zvýšenie elektrónovej koncentrácie (obr. 5a) a zníženie potenciálovej bariéry (obr. 5b), čím vytvoria kanál pre prúd prechádzajúci bariérou.



**Obr. 5** 2D koncentračný (a) a potenciálový (b) profil v štruktúre so štyrmi ionizovanými donormi

## ZÁVER

V dizertačnej práci sme ukázali, že AFM hrotom indukovaná oxidačná technika je perspektívnou nanolitografickou technikou. Pomocou oxidových čiar možno vytvárať potenciálové bariéry ako na kovovej vrstve, tak aj na polovodičovej heteroštruktúre s dvojdimenzionálnym elektrónovým plynom. Takéto bariéry môžu slúžiť na prípravu nízko-dimenzionálnych elektronických štruktúr a súčiastok využívajúcich kvantové efekty.

Záverom môžeme zhrnúť prínos k študovanej problematike do nasledovných bodov:

1. Porovnaním kontaktného a nekontaktného módu sme ukázali, že jednotlivé AFM módy poskytujú oxidové čiary s rôznymi tvarmi a rozmermi. Hlavným faktorom, ktorý vplýva na rozmery vytvorených oxidových útvarov pri oxidáciách v jednotlivých módoch AFM je vzdialenosť hrotu od vzorky počas oxidácie a s tým súvisiaca veľkosť vodného menisku, ktorý sa vytvára medzi AFM hrotom a povrchom vzorky.
2. Na základe poznatkov získaných pri oxidáciách titánu môžeme povedať, že  $\text{TiO}_x$  čiara vytvorená v nekontaktnom móde je kvôli lepším izolačným vlastnostiam vhodnejšia na prípravu izolovaných hradiel, zatiaľ čo čiara nakreslenú v kontaktnom móde možno použiť ako litografickú masku pri definovaní nanoštruktúr.
3. Ukázali sme, že oxidáciou časti povrchu heteroštruktúrnej vzorky, ktorá má dvojdimenzionálny elektrónový plyn lokalizovaný 40 nm pod povrchom, možno vytvoriť potenciálové bariéry.
4. Kombinácia Monte Carlo simulácie s molekulárnou dynamikou nám poskytla nový pohľad na procesy a efekty určujúce transport elektrónov cez potenciálovú bariéru. Zistili sme, že tvar výslednej V-A charakteristiky možno vysvetliť nelineárnym poklesom výšky bariéry od aplikovaného napätia a lokálnym minimom, ktoré vzniká uprostred bariéry.

## SUMMARY

Surface local modification methods using scanning probe microscopy have been intensively developed in the last decade. AFM and STM can be applied in several ways to modify surface properties at a nanometer scale, e.g. by mechanical scratching or by local anodization. When a voltage is applied to an STM or AFM tip, material surface under the tip can be locally oxidized at a fast rate thanks to the sharpness of the tip. As the result, LAO has found wide practical applications in probe lithography. The method has been currently increasingly used at metal and semiconductor surfaces for the formation of nanoelectronic devices.

The basic principle of LAO lies in the stimulation of electrochemical reactions under the conductive tip by the application of negative voltages to the tip with respect to the underlying surface. If a voltage is applied to the tip being in intimate contact with the surface, the tip brings about the formation of a hillock in the material under ambient conditions. The growth of oxide under the tip is based on electrochemical anodization enhanced by the electric field.

The thesis demonstrates that tip-induced oxidation techniques, using a nm-scale atomic force microscope, can be used both for the fabrication of low-dimensional electronic devices and for the investigation of the physics of electron transport phenomena in semiconductor nanostructures.

Chapter 1 briefly introduces the reader to basic operation principles of the AFM. It also gives a summary of advanced devices made by prominent research group specialised in LAO.

Chapter 2 is focused on factors that influence tip-induced oxidation processes. The geometry of protruding oxide patterns formed by LAO is determined by a number of parameters, such as the scanning speed, applied voltage, tip shape, and the AFM mode of operation (contact and non-contact mode). The tip-sample distance is the main factor that determines the size of oxide patterns formed by LAO, whether used in contact mode or in non-contact mode. The tip-sample distance is crucially linked with the size of meniscus formed between the AFM tip and the surface of a sample oxidized.

Chapter 3 summarizes our research into the technological potential of  $\text{TiO}_x$  mask prepared by the LAO of a thin Ti film in contact and non-contact modes. It was observed that the non-contact mode leads to the formation of  $\text{TiO}_x$  mask

which is not resistant to several etching solutions. Hence it is not suitable for GaAs-based nanotechnology. By contrast, the experiments showed that the contact mode allows for the formation of durable  $\text{TiO}_x$  mask, which makes AFM useful in nanotechnology and processing applications.

We also studied insulation properties of  $\text{TiO}_x$  lines, prepared in contact and in non-contact mode, using planar MIM-diode configurations. It is demonstrated that the effective barrier height was two times higher if  $\text{TiO}_x$  lines prepared in non-contact mode. Both the etching experiments and the current-temperature characterization of the planar MIM diodes showed the role of the AFM mode in the Ti-oxide stoichiometry.

Chapter 4 presents the use of LAO for the oxidation of a shallow GaAs/AlGaAs heterostructures with a two-dimensional electron gas (2DEG): Below the oxide line an insulation energy barrier is formed in 2DEG. Using this technique, we tried to improve properties of Hall probes. We particularly performed experiments to decrease the active area of Hall probes to increase their spatial resolution. We also expected that it would concurrently lead to a decrease in the noise of the probes as the original sides of the probes would no longer influence the operation of the probes. Unfortunately, no noise reduction was observed. This could have been caused by an increase in serial resistance of the probes as well as by having a potential barrier whose height was not sufficient. Therefore, we studied properties of the barriers in greater detail.

Chapter 5 brings a study of the transport of a two-dimensional electron gas through an energy barrier prepared by LAO. Experimental  $I$ - $V$  curves were initially explained using a simple model in which the built-in potential is of tapered shape. The model gave us a reasonable explanation of the experimental data. However, as it is based on simplified assumptions, the model does not provide a deeper insight into the 2DEG transport studied. To have a more profound explanation for details of the 2D electron transport in the system, we used a computer simulation ensemble Monte Carlo method with molecular dynamics included. Such a simulation incorporates in a unified manner many-body effects, such as the space charge effect, carrier-carrier scattering, dynamic screening, and multiple-ion scattering.

At first, we computed the charge distribution in the system with a LAO barrier and without ionized donors. Using the probing charge, we calculated the charge distribution in the structure, and the shape of the 1D effective potential

across the barrier. We also showed the dependence of the potential on the carrier concentration, external field, and the build-in barrier width in the system. Increased barrier width causes increased carrier redistribution in the system. As a consequence, effective barrier height is drastically lowered and potential minima is created in the centre of the barrier. The local minima can capture and reemit mobile charge. We found out that the effective barrier high decreases with applied voltage sub-linearly, which leads to a  $\ln(I) \sim (V)^{1/2}$ -like  $I$ - $V$  characteristics rather than to a characteristic following  $\ln(I) \sim V$ . We further showed that few ionized donors can influence the 2D electron transport in the system significantly.

In conclusion, the local anodic oxidation technique using the atomic force microscope is an effective tool for the fabrication of structures and devices at a nanometer scale. The advantage of this method lies in its universality - low voltage LAO can be applied directly to metals and semiconductors.

## ZOZNAM CITOVANEJ LITERATÚRY

- [1] Eric Drexler: Engines of Creation, Anchor Books, 1986
- [2] K. Matsumoto: STM/AFM Nano-oxidation process to room-temperature-operated single-electron transistor and other devices, *Proc. of the IEEE*, **85** (4), 1997, str. 612
- [3] Roland Wiesendanger: Probe Microscopy and Spectroscopy: Methods and Applications, Cambridge University Press 1994
- [4] G. Binning, C.F. Quate, C. Gerber: Atomic Force Microscope, *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 1986, str. 930
- [5] E. S. Snow, P. M. Campbell: Fabrication of Si nanostructures with an atomic force microscope, *Appl. Phys. Lett.*, **64** (15), 1994, str.1932
- [6] K. Matsumoto, M. Ishii, and K. Segawa: Application of STM nanofabrication process to single electron transistor, *J. Vac. Sci. Tech.*, B14 (2), 1996, str. 1331
- [7] T. Heinzl, R. Held, S. Lüscher, K. Ensslin, W. Wegscheider, M. Bichler: Electronic properties of nanostructures defined in Ga[Al]As heterostructures by local oxidation, *Physica E*, **9**, 2001, str. 84
- [8] V. Cambel, M. Moško: The influence of ionized impurities on electron-electron drag between parallel two-dimensional gases: Monte Carlo simulation with molecular dynamics, *Semicond. Sci. Techn.* **8**, 1993, str.364.

- [9] 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**, 1995, str. 16860

## ZOZNAM PUBLIKOVANÝCH PRÁC

### *Publikované práce so vzťahom k danej problematike*

- [1] Cambel, V., Šoltýs, J., Martaus, J., Moško M.: *IV characteristics in structures prepared by tip induced oxidation*, prijaté v J. de Physique IV
- [2] Cambel, V., Šoltýs, J., Moško, M., Kúdela, R.: Two-dimensional electron transport through a barrier prepared by tip-induced oxidation, *Superlatt. Microstruct.*, **36**, 2004, str. 359
- [3] Šoltýs, J., Cambel, V., Fedor, J.: Study of tip-induced Ti-film oxidation in atomic force microscopy contact and non-contact mode, *Acta Physica Polonica A*, **103**, 2003 str. 553
- [4] Gregušová, D., Cambel, V., Kúdela, R., Šoltýs, J., Kostič, I., Attolini, G., Pelosi, C.: Investigation of the GaAs-pyramids overgrowth using MOCVD, *J. Crystal Growth*, **248**, 2003, str. 417
- [5] Gregušová, D., Cambel, V., Fedor, J., Kúdela, R., Šoltýs, J., Lalinský, T., Kostič, I., Bending, S. J.: Fabrication of a vector Hall sensor for magnetic microscopy, *Appl. Phys. Lett.*, **82**, 2003, str. 3704
- [6] Cambel, V., Gregušová, D., Kúdela, R., Šoltýs, J.: Technology of sub-micron GaAs/AlGaAs non-planar devices. In: Fifth Int. Workshop on Epitaxial Semiconductors on Patterned Substrates and Novel Index Surfaces (ESPS-NIS) 2003. Stuttgart, Max-Planck-Institute for Solid State Research 2003, str. 52.

### *Ostatné publikácie*

- [7] Španková, M., Vávra, I., Chromik, Š., Harasek, S., Lupták, R., Šoltýs, J., Hušeková, K.: Structural properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films grown on Si(100) and Si(111) substrates, *Materials Sci Engrn.* **B**, 116, 2005, str. 30



- [8] Eliáš, P., Martaus, J., Šoltýs, J., Kostič, I.: Micromachining of mesa and pyramidal-shaped objects in (1 0 0) InP substrates, *J. Micromech. Microengn.*, **15**, 2005, str. 1007
- [9] Štrichovanec, P., Novák, J., Vávra, I., Kúdela, R., Kučera, M., Šoltýs, J.: QWIP structures prepared on wet-etched non-planar GaAs, *Phys. Status Solidi (c)*, **2**, 2005, str. 1384
- [10] Eliáš, P., Kostič, I., Šoltýs, J., Hasenöhrl, S.: Wet-etch bulk micromachining of (100) InP substrates, *J. Micromech. Microengn.*, **14**, 2004, str. 1205
- [11] Eliáš, P., Šoltýs, J., Kostič, I.: Formation of micro- and nano-striations at (211)A facets during wet etching of InP in HCl, *Superlatt. Microstruct.*, **36**, 2004, str. 315
- [12] Novák, J., Hasenöhrl, S., Kučera, M., Šoltýs, J.: Nano-patterning surfaces by the self-organized growth of ordered and strained epitaxial layers, *Superlatt. Microstruct.*, **36**, 2004, str. 123
- [13] Písečný, P., Hušková, K., Fröhlich, K., Harmatha, L., Šoltýs, J., Machajdík, D., Espinos, J.P., Jergel, M., Jakobovič, J.: Growth of lanthanum oxide films for application as a gate dielectrics in CMOS technology, *Materials Sci Semicond. Process.*, **7**, 2004, str. 231
- [14] Gregušová, D., Novák, J., Hardtdegen, H., Šoltýs, J., Kostič, I., Greguš, J., Kordoš, P.: Smooth GaN recess wet photoelectrochemical etching., *ASDAM 2004. Piscataway: IEEE*, 2004., str. 199
- [15] Kúdela, R., Štrichovanec, P., Gregušová, D., Cambel, V., Šoltýs, J., Hasenöhrl, S., Novák, J., Kostič, I., Attolini, G., and Pelosi, C.: MOVPE growth of AlGaAs/GaAs and InGaP/GaAs structures on patterned GaAs substrates. In: Booklet of Extended Abstracts from 10<sup>th</sup> Int. Workshop on Metal-Organic Vapour Phase Epitaxy – EW MOVPE X. Univ. of Lecce 2003, str. 219.
- [16] Kolenčiak, V., Šoltýs, J., Ivan, J., Iždinský, K.: Výsledky pilotných pokusov depozície povlakov magnetronom, *ÚMMS SAV., Konštrukčné materialy*, 2003, str. 23

***Príspevky prezentované na konferenciách***

- [1] Cambel, V., Šoltýs, J., Martaus, J., Moško M.: *IV characteristics in structures prepared by tip induced oxidation*, ICFSI-10, Aix en Provence, France, 3-8 Júl, 2005
- [2] Gregušová, D., Novák, J., Hardtdegen, H., Šoltýs, J., Kostič, I., Greguš, J., Kordoš, P.: *Smooth GaN recess wet photoelectrochemical etching.*, ASDAM, Smolenice, 17-21 Október, 2004
- [3] Kúdela, R., Gregušová, D., Cambel, V., Šoltýs, J., Kostič, I.: *Overgrowth of pyramidal patterns by AlGaAs/GaAs layers and structures*. In: Fifth Int. Workshop on Epitaxial Semiconductors on Patterned Substrates and Novel Index Surfaces (ESPS-NIS) 2003. Stuttgart, Max-Planck-Institute for Solid State Research 2003. P. 77.
- [4] **J. Šoltýs**, V. Cambel, D. Gregušová and J. Fedor: *Study of tip-induced Ti-film oxidation in AFM contact and non-contact mode*. XXXII International School on the Physics of Semiconducting Compounds, Jaszowiec, Poland 2003.
- [5] Gregušová, D., Cambel, V., Kúdela, R., Šoltýs, J., Kostič, I., Attolini, G., Pelosi, C.: *Investigation of the GaAs-pyramids overgrowth using MOCVD*, ICMOVPE XI, Berlin, 3-7 Jún 2002

*Poznámky:*