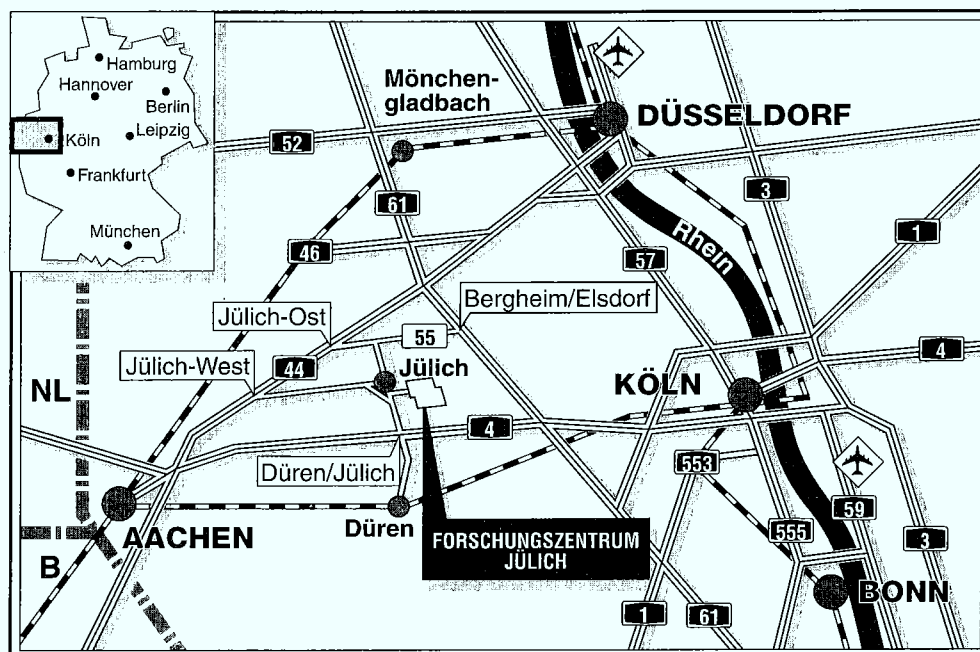


Institut für Schicht- und Ionentechnik

**Elektrische Transportmessungen an
Supraleiter / Halbleiter / Supraleiter-
Strukturen im Materialsystem
Nb / (InGaAs / InP) / Nb**

Jörg Hermann Kaufmann



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 3276

ISSN 0944-2952

Institut für Schicht- und Ionentechnik Jül-3276

D82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 024 61/61-61 02 · Telefax: 024 61/61-61 03 · Telex: 833 556-70 kfa d

**Elektrische Transportmessungen an
Supraleiter/Halbleiter/Supraleiter-
Strukturen im Materialsystem
Nb/(InGaAs/InP)/Nb**

Jörg Hermann Kaufmann

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	5
2.1	Josephson-Kontakte	5
2.2	Andreev-Reflexion und Proximity-Effekt	10
2.2.1	Die Andreev-Reflexion	11
2.2.2	Der Proximity-Effekt	14
2.3	Die InGaAs/InP-Heterostruktur	17
3	Herstellung der Proben	21
3.1	Lithografie	21
3.1.1	UV-Lithografie	22
3.1.2	Elektronenstrahlolithografie	31
3.2	Ätzverfahren	33
3.2.1	Naßchemisches Ätzen	34
3.2.2	Reaktives Ionenätzen	41
3.3	Metallisierungen	43
3.4	Der selbstjustierende Prozeß	48
3.5	Der Prozeß mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie	60
4	Messungen und Ergebnisse	67
4.1	Die Tieftemperaturmeßplätze	67
4.1.1	Der ^3He -Verdampfungskryostat	70
4.1.2	Der $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischkryostat	72
4.2	SdH- und QHE-Messungen an den Halbleiterdrähten	74
4.3	Differentielle Kennlinien	80
4.3.1	Nb aus der einfachen Vakuumkammer	80
4.3.2	Nb aus der Hochvakuumaufdampfanlage	83
4.3.3	Josephson-Kontakte in den Nb-Elektroden	92
5	Zusammenfassung und Ausblick	97

1 Einleitung

In dieser Arbeit werden Supraleiter/Halbleiter/Supraleiter-Kontakte, kurz S/HI/S-Kontakte, bei denen der laterale Abstand zwischen den beiden supraleitenden Elektroden so gering ($< 1 \mu\text{m}$) ist, daß es zu einer Kopplung der beiden Elektroden und insbesondere zu einem Suprastrom im Halbleiter kommt, untersucht. Als Supraleiter wurde Niob gewählt, weil dessen Materialeigenschaften besonders günstig sind (siehe Abschnitt 3.3). Als Halbleiter wurde eine $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur verwendet (siehe Abschnitt 2.3). Sie bietet eine hohe Ladungsträgerkonzentration mit hoher Beweglichkeit, was zu einer starken Kopplung der beiden supraleitenden Elektroden führt, eine geringe elektrische Barriere zu einem lateralen Kontakt und Steuerbarkeit durch den Feldeffekt, d. h. Beeinflußbarkeit der Ladungsträgerkonzentration durch die an eine Steuerelektrode angelegte Spannung.

Das Interesse an Bauelementen, die aus einer Kombination supraleitender und halbleitender Materialien bestehen, sogenannten *Hybridbauelementen*, begann vor etwa 20 Jahren mit dem Vorschlag supraleitender Transistoren [98, 50] für digitale Anwendungen. Es ist bemerkenswert, daß kaum eine Diskussion der zu erwartenden Vorteile dieser Hybridtransistoren gegenüber der konventionellen Halbleiterelektronik stattgefunden hat. In [69] werden etwa 10 Jahre nach dem Vorschlag geringerer Leistungsverbrauch, kürzere Schaltzeiten und steilere Kennlinien logischer Gatter als Vorteile für einen supraleitenden Transistor angeführt, wobei jedoch nicht mit einer wesentlichen Verbesserung der Eigenschaften konventioneller Feldeffekt-Transistoren, kurz *FET*, zu rechnen sei: Prinzipiell, ohne auf technologische Schwierigkeiten einzugehen, erhält man einen supraleitenden Transistor (SFET) durch Verwendung eines supraleitenden Elektrodenmaterials bei einem konventionellen FET und entsprechend tiefes Abkühlen. Zum Vergleich SFET – FET müssen natürlich die auch bei einem konventionellen FET bei tiefen Temperaturen gegenüber Raumtemperatur besseren Eigenschaften herangezogen werden. Das Hauptproblem hinsichtlich der Anwendungstauglichkeit eines SFETs ist das ungünstige Verhältnis zwischen dem Spannungshub am Ausgang des Bauelements $U_{\text{D,aus}} - U_{\text{D,ein}}$ und der notwendigen Steuerspan-

nung $U_{G,\text{aus}}$: Eine Anwendung als elektronischer Schalter setzt Spannungsverstärkung voraus, der Spannungshub am Ausgang eines Transistors muß groß genug sein, um am Steuereingang eines nachgeschalteten Transistors anliegend diesen vom „ein“- in den „aus“-Zustand und umgekehrt versetzen zu können, was bisher technologisch unmöglich ist. In Abbildung 1.1 ist links der Aufbau eines SFETs als Weiterentwicklung der in dieser Arbeit vorgestellten S/HI/S-Kontakte dargestellt. Rechts in dieser Abbildung sind zwei IU -Kennlinien eines solchen SFETs skizziert: Für Steuerspannungen $U_{G,\text{ein}} \approx 0$ V befindet sich das Bauelement im supraleitenden (linker grauer Punkt), für $U_{G,\text{aus}} \sim -1$ V im normalleitenden (rechter grauer Punkt) Zustand. Im Unterschied zu einem konventionellen FET, bei dem die Ausgangsspannung im „ein“-Zustand $U_{D,\text{ein}}$ wegen der endlichen Leitfähigkeit des Kanals zwischen der Quell- und der Senkenelektrode einen endlichen Wert hat, ist bei einem SFET $U_{D,\text{ein}} = 0$ V. Im „aus“-Zustand ist der Kanal durch eine Reduktion der Ladungsträgerdichte und die daraus folgende Entkopplung der supraleitenden Quell- und Senkenelektroden (siehe Abschnitt 2.2) normalleitend, also resistiv mit $R_{N,\text{aus}}$. Der Strom von der Quelle zur Senke $I_{D,\text{aus}}$ ist dann kleiner als der Suprastrom $I_{D,\text{ein}} \leq I_c$ im „ein“-Zustand, der nach oben durch die Energielücke des Supraleiters Δ_0 abgeschätzt werden kann. Dabei wird vorausgesetzt [69], daß der Lastwiderstand $R_L < R_{N,\text{aus}}$ ist. Der Spannungshub ist damit

$$U_{D,\text{aus}} - U_{D,\text{ein}} = U_{D,\text{aus}} < I_c R_L < I_c R_{N,\text{aus}} < \frac{2\Delta_0}{e} \frac{R_{N,\text{aus}}}{R_{N,\text{ein}}} \sim 10 \text{ mV} ,$$

weil die Leitfähigkeit des Kanals, um einen deutlichen Suprastrom I_c zu ermöglichen, so hoch sein muß, daß das Verhältnis $R_{N,\text{aus}}/R_{N,\text{ein}} < 10$ ist und die Energielücke metallischer Tieftemperatursupraleiter $\Delta_0 \sim 1$ meV ist. Selbst weit entwickelte Experimente [103] zeigen nur $R_{N,\text{aus}}/R_{N,\text{ein}} \approx 2$. Diesem Spannungshub steht eine Steuerspannung $|U_{G,\text{aus}}| \sim 1$ V gegenüber, so daß die erreichbare Spannungsverstärkung

$$\frac{U_{D,\text{aus}} - U_{D,\text{ein}}}{|U_{G,\text{aus}} - U_{G,\text{ein}}|} = \frac{U_{D,\text{aus}}}{|U_{G,\text{aus}}|} \sim \frac{1}{100} \ll 1$$

ist.

Als Ausweg aus diesem Problem wurde vorgeschlagen [69, 53, 65, 67], Hochtemperatursupraleiter, die eine etwa 100 mal größere Energielücke als metallische Supraleiter haben, zu verwenden. Die Kombination keramischer Hochtemperatursupraleiter, kurz *HTS*, mit für Hybridbauelemente geeigneten Halbleitern (insbesondere InAs und entsprechenden Heterostrukturen) ist aber problematisch, da die keramischen Filme bei hohen Temperaturen

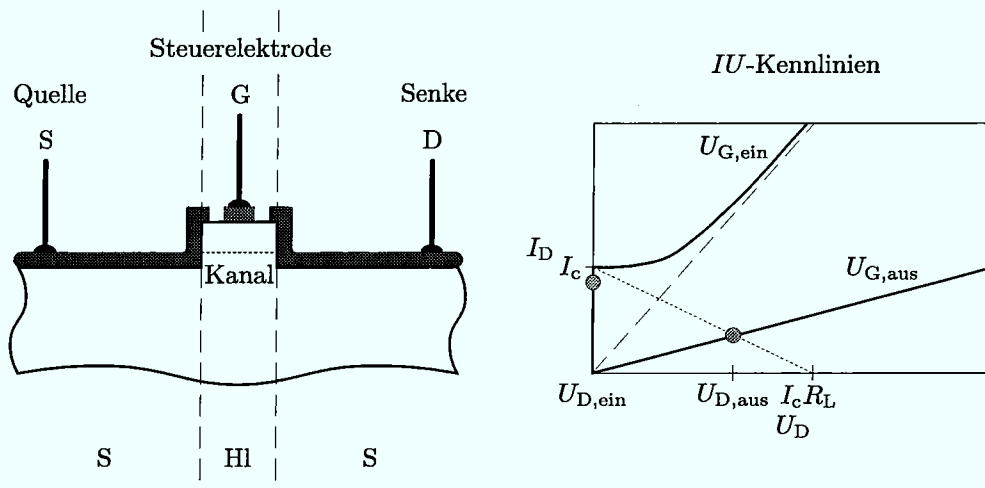


Abb. 1.1 Funktionsschema eines supraleitenden Feldeffekttransistors: Der Aufbau des Bauelements (links) entspricht bis auf die Wahl des Elektrodenmaterials für Quelle und Senke dem eines konventionellen, normalleitenden FETs, hier dem eines MODFETs mit SCHOTTKY-Steuerelektrode. Rechts sind die IU -Kennlinien für zwei verschiedene Steuerspannungen skizziert [69]. Mit absolut zunehmender Steuerspannung verschiebt sich der Zustand des SFETs in einem Schaltkreis (graue Punkte) entlang der Lastlinie (fein gestrichelt) zu kleineren Ausgangsströmen I_D und größeren Ausgangsspannungen U_D . Für beliebige Steuerspannungen U_G ist die Ausgangsspannung $U_D < I_c R_L$.

($T > 500\text{ °C}$) in Sauerstoffatmosphäre deponiert werden. Solche Einflüsse führen zur Zerstörung des Halbleiters zumindest an dessen Oberfläche durch Oxidation oder Zersetzung. Die bisherigen Versuche zur Kombination dieser beiden Materialklassen ermöglichen noch keine HTS/Hl/HTS-Kontakte: In [91] wurde InAs mit Molekularstrahlepitaxie auf TlCaBaCuO-Filmen gewachsen, wobei sich die Sprungtemperatur des HTSs kaum änderte, der Hl aber polykristallin mit einer Korngröße $\sim 30\text{ nm}$ war. In [92] wurden mit Laserablation YBaCuO-Filme auf GaAs hergestellt. Die Oberfläche des GaAs war mit einer AlGaAs- und einer GaAs-Schicht abgedeckt. Die GaAs-Deckschicht zersetzte sich während der HTS-Deposition, die AlGaAs-Schicht wandelte sich in Al_2O_3 um, es entstand also eine Isolatorbarriere zwischen HTS und Hl. Der HTS-Film hatte eine deutlich geringere Sprungtemperatur ($T_c \approx 20\text{ K}$) als von YBaCuO-Filmen auf MgO-Substraten her bekannt, im GaAs wurden deutliche Gitterdefekte beobachtet. In [47] wurden YBaCuO-Filme auf GaAs/AlAs-Übergittern durch Widerstands- und Elektronenstrahlverdampfen hergestellt. Dabei wurden im Vergleich zu [92] zwar eine etwa dreimal höhere Sprungtemperatur des HTSs aber auch „starke“ Gitterdefekte im Halbleiter bis zu $0,5\text{ }\mu\text{m}$ Tiefe beobachtet. Später [105] benutzt die gleiche Arbeitsgruppe eine MgO-Pufferschicht zwischen HTS und Hl, wodurch die Schädigung des Hls bei der YBaCuO-Deposition deutlich

reduziert wurde. Allerdings schließen die Entstehung nativer Oxidschichten oder die Notwendigkeit, kristallografisch günstige Oxidschichten als Puffer zu verwenden, eine Anwendbarkeit für HTS/HI/HTS-Kontakte aus.

Eine Lösung des Problems der geringen ($\ll 1$) Spannungsverstärkung supraleitender Transistoren könnte aber nicht nur in der Verwendung anderer Materialien, sondern auch in der Ausnutzung von Quanteneffekten liegen. So könnte etwa ein supraleitender Punktkontakt [43] als Dreipol-Bauelement dienen: Wenn der Punktkontakt elektrisch durch Steuerelektroden definiert wird, ändert sich seine Leitfähigkeit sprunghaft als Funktion der Steuerspannung, wobei die Höhe der Leitfähigkeitsstufen $\Delta G = 4e^2/h$ doppelt so groß wie bei einem normalleitenden Punktkontakt ist. Zur Anwendung als Dreipol-Bauelement müßte der Arbeitspunkt in einer Stufe liegen, die Spannung $U_{G,\text{aus}}$ müßte ein wenig geringer, die Spannung $U_{G,\text{ein}}$ ein wenig größer als die zu der Stufe gehörende Steuerspannung sein, wodurch theoretisch Spannungsverstärkung möglich wäre. Ein supraleitender Quanten-Punktkontakt wurde in [104] realisiert. Eine andere Möglichkeit wären Interferenzbauelemente, bei denen die Steuerspannung zur Abstimmung eines HI-Resonators zwischen zwei S-Elektroden dient [93] oder S/HI/S-Kontakte, in denen der kritische Strom durch einen zusätzlichen normalleitenden Strom im HI gesteuert wird [109].

S/HI/S-Kontakte sind aber auch ohne Steuerelektrode als reine Zweipol-Bauelemente von Interesse, weil sie im Gegensatz zu S/I/S-Kontakten eine wesentlich geringere Kapazität haben und entsprechend geringere Hysterese in den IU -Kennlinien zeigen [2]. Solche JOSEPHSON-Kontakte können wegen des fundamentalen Zusammenhangs zwischen der auftretenden Mikrowellenstrahlung und der anliegenden Spannung (siehe Abschnitt 2.1) z. B. als Spannungsnormal eingesetzt werden.

Voraussetzung für eine Anwendung von S/HI/S-Kontakten ist eine hohe Transparenz der S/HI-Grenzflächen und entsprechend ein großer kritischer Strom im HI. Dazu wird in dieser Arbeit die in Abschnitt 2.3 beschriebene $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur auf ihre Eignung als HI in S/HI/S-Kontakten mit Niobelektroden untersucht.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen, die zum Verständnis des Bauelementkonzepts und zur Diskussion der Meßergebnisse notwendig sind, kurz abgehandelt. Der Schwerpunkt der Arbeit liegt auf der Herstellung der Proben, die im nächsten Kapitel beschrieben wird.

In den ersten beiden Abschnitten werden Phänomene an schwach gekoppelten Supraleitern beschrieben, im dritten Abschnitt wird die Halbleiterheterostruktur, die als supraleitende Schwachstelle eingesetzt wurde, vorgestellt.

2.1 Josephson-Kontakte

In einem Supraleiter¹ überkompensiert unterhalb der *Sprungtemperatur* T_c die attraktive FRÖHLICH-Wechselwirkung, durch den Austausch virtueller Phononen, die abstoßende COULOMB-Wechselwirkung zwischen einzelnen Elektronen. Es bilden sich Paare von Elektronen mit jeweils entgegengesetztem Spin und betragsmäßig gleichem, entgegengesetztem Impuls, sogenannte COOPER-Paare. Der supraleitende Phasenübergang beim Abkühlen unter die kritische Temperatur T_c besteht in einer BOSE-Kondensation der COOPER-Paare. Die Paare verhalten sich mit ihrem ganzzahligen Gesamtspin wie Bosonen und besetzen alle den gleichen Grundzustand, wodurch sich die elektronische Energie des Supraleiters gegenüber dem normalleitenden Zustand, in dem die einzelnen Elektronen FERMI-verteilt sind, reduziert. Im allgemeinen kondensieren nicht alle Elektronen zu COOPER-Paaren. Die Anzahl der Paare bestimmt die Stärke der Supraleitung, den *kritischen Strom* I_c , bei dessen Überschreiten die Supraleitung zusammenbricht, der Ladungstransport resistiv wird. Prinzipiell reicht die Existenz eines einzigen COOPER-Paars zur Ausbildung einer supraleitenden Phase, für einen infinitesimalen kritischen

¹Die hier gegebene Beschreibung des supraleitenden Phasenübergangs gilt für „klassische“ Supraleiter wie reine Metalle. Es gibt auch supraleitende Phasenübergänge bei anderen Stoffen, wie Polymeren und Oxiden, die in diesem Bild nicht verstanden werden können.

Strom [11]. Da die Bildung von COOPER-Paaren durch Wechselwirkung der Elektronen mit dem Kristallgitter geschieht, ist auch verständlich, warum die Metalle mit besonders hoher spezifischer Leitfähigkeit wie Gold oder Kupfer keinen oder erst bei sehr tiefen Temperaturen einen supraleitenden Phasenübergang zeigen: Diese Wechselwirkung bestimmt (bei einem idealen Kristall ohne Störstellen ausschließlich) den spezifischen Widerstand des normalleitenden Zustands. Ist sie sehr schwach, so hat das Metall zwar einen sehr geringen spezifischen Widerstand, entsprechend gering ist aber auch die attraktive Wechselwirkung bei tiefen Temperaturen und reicht eventuell nicht aus, die repulsive COULOMB-Wechselwirkung überzukompensieren.

Ein Maß für die räumliche Ausdehnung eines COOPER-Paars ist die *Kohärenzlänge* $\xi \sim 100$ nm, über die Phasenkohärenz bei einem Paar in dem Sinne wie im DE BROGLIE-Wellenpaket bei einem Einzelelektron besteht. In einer Kugel mit dem Radius ξ befinden sich die Schwerpunkte von $\sim 10^9$ Paaren (die Dichte der Leitungselektronen in einem Festkörper ist $\sim 10^{23} \text{ cm}^{-3}$). Bei dieser großen Überlappung ist es energetisch günstig, wenn die Phasen der einzelnen Paarwellenfunktionen koppeln. So entsteht die *makroskopische Wellenfunktion* des supraleitenden Zustandes, die Phase der Wellenfunktion des Grundzustandes, d. h. der Gesamtheit aller COOPER-Paare, ist über makroskopische Längen ~ 1 mm erhalten. Wenn der Supraleiter nicht durch äußere Felder gestört wird, so ist diese Phase räumlich konstant, die einzelnen Paare haben keinen Nettoimpuls und ihre Einzelwellenfunktionen oszillieren synchron. Wird z. B. ein äußeres Magnetfeld angelegt, so fließt in einer Schicht von der Dicke der LONDONSchen Eindringtiefe $\lambda_L \sim 10$ nm an der Oberfläche des Supraleiters ein verlustfreier *Abschirmstrom*, der das äußere Feld gerade so kompensiert, daß das Volumen innerhalb dieser Schicht feldfrei bleibt. Die Supraleitung bricht zusammen, wenn das Magnetfeld so groß ist, daß der Abschirmstrom die kritische Stromstärke I_c erreicht; dieses Feld wird als *kritisches Magnetfeld* B_c bezeichnet. Der Suprastrom wird von COOPER-Paaren mit jeweils einem Nettoimpuls getragen, es gibt dann eine Phasendifferenz zwischen den Oszillationen der Einzelwellenfunktionen: Wenn in einem Supraleiter ein Suprastrom fließt, so ist dies äquivalent mit einem Gradienten der Phase der makroskopischen Wellenfunktion. Die Ortsabhängigkeit der Phase $\varphi(r)$ der supraleitenden Gesamtwellenfunktion beschreibt den relativen Suprastrom. Der absolute Wert hängt natürlich von der Anzahl der Paare ab. Für $I < I_c$ übernehmen ausschließlich COOPER-Paare den Ladungstransport, für $I \geq I_c$ sind auch Einzelelektronen daran beteiligt, so daß der Ladungstransport dann resistiv ist.

In einem ungestörten Supraleiter befinden sich bei $T = 0$ K alle Leitungselektronen als Paare im Grundzustand. Um Einzelelektronenzustände zu besetzen, müssen durch Energiezufuhr COOPER-Paare aufgebrochen wer-

den, wofür pro Paar die Mindestenergie $2\Delta_0$ erforderlich ist: Der Supraleiter hat eine *Energielücke* $\Delta_0 \sim 1$ meV zwischen dem Fermi-niveau, dem Grundzustand der Paare, und dem Anregungsspektrum der Einzelelektronen. Die Existenz dieser Energielücke hat zwei Ursachen. Zum einen haben die Paare eine Bindungsenergie, die zur Anregung von Einzelelektronen aufgebracht werden muß. Zum anderen geht durch die Anregung das entsprechende Impulspaar für die kondensierten Elektronen verloren, wodurch die Bindungsenergie der verbleibenden Paare reduziert wird. Dadurch steigt die Gesamtenergie des elektronischen Systems. Wenn auch stark ausgeprägt Supraleitung mit einer Energielücke im Anregungsspektrum der Einzelelektronen einhergeht, so ist die Existenz einer Energielücke jedoch keine Voraussetzung für Supraleitung. Es gibt auch Supraleitung (gemessen durch einen kritischen Strom) ohne die Existenz einer Anregungslücke (gemessen durch Infrarotabsorptions- oder Tunnelexperimente). Ein solcher energielückenloser Supraleiter läßt sich etwa durch die gezielte Verunreinigung eines supraleitenden Metalls mit magnetischen Störstellen realisieren [7, 11]. In der BCS-Näherung [41] hängt die Energielücke gemäß

$$\begin{aligned}\Delta_0(T = 0 \text{ K}) &= 1,76 kT_c \\ \Delta_0(T)|_{T \rightarrow T_c} &= 3,06 kT_c \sqrt{1 - \frac{T}{T_c}}\end{aligned}\quad (2.1)$$

von der Temperatur ab.

Die Einzelelektronenanregungen im supraleitenden Zustand werden als Quasiteilchen bezeichnet, weil sie, im Gegensatz zu einem Normalleiter, nicht eindeutig loch- bzw. elektronartig sind: Die Impulsbesetzungswahrscheinlichkeit der COOPER-Paare, die selbst für $T = 0$ K am Fermiimpuls p_F nicht wie bei einem Normalleiter von Eins auf Null springt, sondern eine Breite $\sim (2m/p_F)\Delta_0$ hat, so daß es auch besetzte Zustände $p > p_F$ und freie Zustände $p < p_F$ gibt. Dies liegt an der Streuung der Paare untereinander. Im supraleitenden Grundzustand wechseln die einzelnen Elektronen in den Paaren andauernd ihren Impuls, jedoch immer so, daß die beiden Elektronen eines COOPER-Paars entgegengesetzt gleiche Impulse haben. Wenn ein Quasiteilchen mit einem Impuls p in dieser Umgebung von p_F angeregt wird, so ist dieser Zustand sicher besetzt und der Zustand $-p$ sicher nicht besetzt. Die Quasiteilchen mit $|p| < p_F$ werden als *lochartig*, weil die Nichtbesetzungswahrscheinlichkeit für $-p$ um mehr als 0,5 gestiegen ist, die Quasiteilchen mit $|p| > p_F$ als *elektronartig* bezeichnet, weil die Besetzungswahrscheinlichkeit für p um mehr als 0,5 gestiegen ist. Entsprechend nennt man Teilchen mit $p \ll p_F$ Quasilöcher und solche mit $p \gg p_F$ Quasielektronen [4]. Die Energie

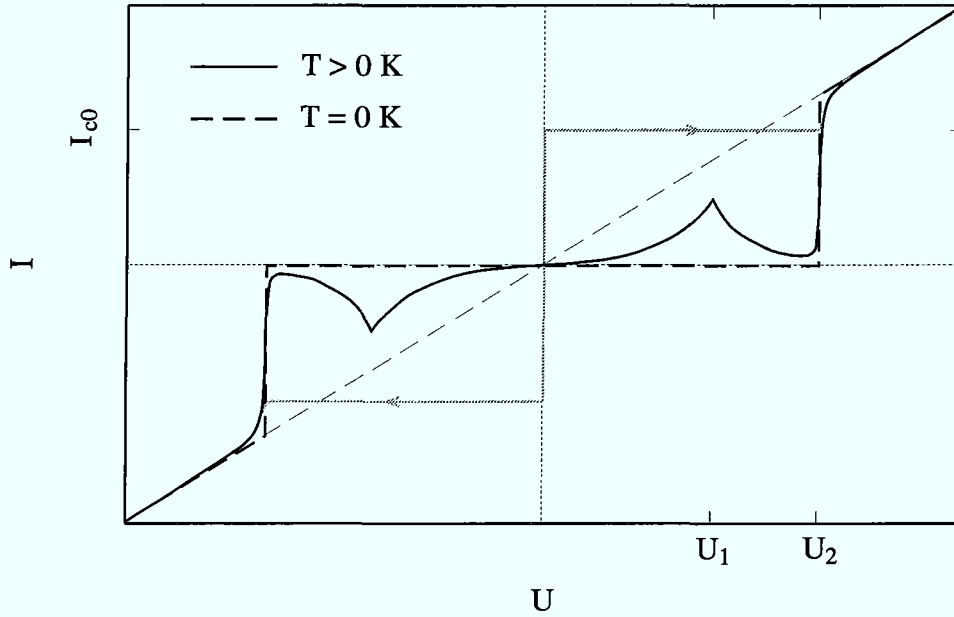


Abb. 2.1 Prinzipielle IU -Kennlinie eines $S_1/I/S_r$ -Tunnelkontaktes: Die beiden Supraleiter haben unterschiedliche Energielücken Δ_1 und Δ_r . Die gekennzeichneten Spannungen sind $U_1 = |\Delta_1 - \Delta_r|/e$ und $U_2 = \Delta_1 + \Delta_r/e$. Das Maximum bei $U = U_1$ tritt nur bei endlichen Temperaturen auf. Grau ist die Kennlinie für den Fall, daß die Barriere I COOPER-Paar-Tunneln gestattet, angedeutet.

eines Quasiteilchens ist

$$E = \sqrt{\epsilon^2(\underline{p}) + \Delta_0^2} \quad , \quad (2.2)$$

mit $\epsilon(p_F) = 0$ J.

Die Energielücke kann durch Tunnelexperimente bestimmt werden. Dazu wird an zwei Supraleitern S_1 und S_r , die durch eine dünne (~ 3 nm) Isolatorbarriere I voneinander getrennt sind, eine variable Spannung U angelegt. Die IU -Kennlinien haben die in Abbildung 2.1 skizzierte Form. Die Spannung sei so angelegt, daß S_1 gegenüber S_r energetisch um eU angehoben wird; S_1 wird deshalb im folgenden als Quelle, der andere Supraleiter als Senke bezeichnet. Für $T = 0$ K sind in der Quelle keine Quasiteilchen angeregt, zum Aufbrechen eines Paares wird die Energie $2\Delta_1$ benötigt. Zusätzlich müssen die Quasiteilchen beim Tunneln in die Senke soviel Energie mitbringen, daß sie dort freie Zustände besetzen können, also mindestens Δ_r . Die Mindestenergie pro Quasiteilchen zum Tunneln von der Quelle in die Senke ist also $\Delta_1 + \Delta_r$, der Tunnelstrom setzt entsprechend bei $U_2 = \Delta_1 + \Delta_r/e$ ein. Bei endlichen Temperaturen ($0 < T < T_c$) sind in der Quelle bereits Quasiteilchen angeregt und besetzten nach (2.2) Zustände mit $E \geq \Delta_1$. Sobald durch eine

angelegte Spannung eine Nettostromrichtung definiert wird, also bereits für infinitesimale Spannungen, tunneln Quasiteilchen von thermisch angeregten Zuständen in der Quelle in freie Zustände in der Senke. Das Maximum bei $U_1 = |\Delta_l - \Delta_r|/e$ kommt durch die bei $\epsilon = 0$ J singuläre Zustandsdichte der Supraleiter zustande: Es stehen besonders viele Zustände zur Verfügung, wenn die Spannung U so eingestellt ist, daß die Nullpunkte der Quasiteilchenspektren von Quelle und Senke gerade energetisch auf der gleichen Höhe sind, also $eU_1 = |\Delta_l - \Delta_r|$ ist. Der Tunnelstrom I hat deshalb bei U_1 eine logarithmische Singularität [2].

Wenn die Tunnelbarriere sehr dünn (~ 1 nm) ist, können nicht nur Quasiteilchen von S_l nach S_r tunneln, sondern auch COOPER-Paare. In der IU -Kennlinie mißt man dann (stromgetrieben) einen kritischen Strom, für dessen Maximalwert bei einem symmetrischen Tunnelkontakt ($\Delta_l = \Delta_r = \Delta_0$) in der BCS-Näherung

$$I_{c0} = \frac{\pi}{4} \frac{2\Delta_0}{e \cdot R_N}$$

gilt [2]. Dabei ist R_N der normalleitende Widerstand des Tunnelkontaktes für $U \gg U_2$, der in der Skizze durch die dünne, grob gestrichelte Linie dargestellt ist. Dieser Paar-Tunnelstrom wird JOSEPHSON-Gleichstrom [66] genannt, ein Tunnelkontakt, der unter bestimmten Meßbedingungen einen Suprastrom zeigt, wird als JOSEPHSON-Kontakt bezeichnet. Für den JOSEPHSON-Gleichstrom gilt

$$I_c = I_{c0} \sin(\Delta\varphi) \quad , \quad (2.3)$$

wobei $\Delta\varphi$ die Differenz der makroskopischen Phasen beider Supraleiter an der jeweiligen S/I-Grenzfläche ist. Der maximale kritische Strom I_{c0} zeigt dabei als Funktion des magnetischen Flusses durch den Kontakt Φ , und damit des äußeren Magnetfeldes, eine Art Beugungsmuster. Für einen rechteckigen JOSEPHSON-Kontakt mit homogener und isotroper Stromverteilung zeigt $I_{c0}(\Phi)$ das FRAUNHOFER-Beugungsmuster, wobei der Abstand zwischen den Nullstellen das *magnetischen Flußquant* $\Phi_0 = h/2e$ beträgt. Ein äußeres (senkrecht auf der Stromrichtung stehendes) Magnetfeld führt dazu, daß die Suprastromdichte im Tunnelkontakt nicht mehr konstant ist; bei entsprechend großen Feldern fließt der Strom an bestimmten Orten sogar – bezüglich der Stromquelle – in die Gegenrichtung. Die Nullstellen des kritischen Stroms treten dann bei den Magnetfeldern auf, bei denen die Nettostromdichte im Tunnelkontakt verschwindet. Bei den für diese Arbeit hergestellten Proben waren die supraleitenden Elektroden typischerweise $w = 100 \mu\text{m}$ breit mit einem Abstand $L = 0,5 \mu\text{m}$. Durch diese Fläche dringt bei einem äußeren Magnetfeld von $B = 0,05 \text{ mT}$ der Fluß Φ_0 . Bei der weiterentwickelten Probengeometrie (siehe Abschnitt 3.4) ist das entsprechende Feld $B = 1 \text{ mT}$.

Wenn dem JOSEPHSON-Kontakt nicht ein bestimmter Strom I aufgeprägt wird, sondern am Kontakt eine feste Vorspannung U anliegt, so bildet sich, solange $U < 2\Delta_0/e$ bleibt, der JOSEPHSON-Wechselstrom aus. Durch die Energieverschiebung zwischen beiden Supraleitern $\Delta E = eU$ oszilliert die Phasendifferenz $\Delta\varphi$. Der Suprastrom ist dann

$$I_c = I_{c0} \sin \left(\Delta\varphi + \frac{2eU}{\hbar} t \right) . \quad (2.4)$$

Die Frequenzen liegen im Mikrowellenbereich, es ist

$$\frac{\nu}{U} = \frac{2e}{\hbar} = 483,6 \text{ MHz } \mu\text{V}^{-1} .$$

JOSEPHSON-Kontakte eignen sich deshalb als Mikrowellenquellen. Andererseits wechselwirken eingestrahlte Mikrowellen mit dem JOSEPHSON-Wechselstrom, was zu Stromstufen bei bestimmten Spannungen

$$U_n = n \frac{\hbar\nu_{\text{ext}}}{2e} \quad (n = \pm 1, \pm 2, \dots) \quad (2.5)$$

führt, wobei ν_{ext} die Frequenz der eingestrahnten Mikrowellen ist. Die Höhe dieser SHAPIRO-Stufen [97] hängt von der eingestrahnten Mikrowellenleistung ab [56], insbesondere verschwindet der kritische Strom I_c ($U = 0$ V) bei bestimmten Mikrowellenleistungen und bildet sich wieder aus, wenn die Leistung reduziert oder erhöht wird. Allerdings nimmt die maximale Höhe der jeweiligen Stromstufen mit steigender Leistung ab.

Die JOSEPHSON-Effekte wurden an Tunnelkontakten (S/I/S-Kontakten) entdeckt. Sie treten jedoch allgemein bei *schwach gekoppelten* Supraleitern auf [2]. Solche supraleitenden Schwachstellen können durch einen anderen Supraleiter, eine Einschnürung im Supraleiter oder einen supraleitenden Punktkontakt (S/S'/S-Kontakt), durch ein normalleitendes Metall (S/N/S-Kontakt) und insbesondere durch einen Halbleiter (S/HI/S-Kontakt) zwischen den beiden Supraleitern realisiert werden. Schwach gekoppelte Supraleiter, die unter bestimmten Bedingungen einen Suprastrom in der Schwachstelle zeigen, werden deshalb auch als allgemeine JOSEPHSON-Strukturen [2] bezeichnet. Das ist die Rechtfertigung für den in [50] geprägten Begriff „Josephson-Feldeffekttransistor“ (kurz JoFET) für einen steuerbaren S/HI/S-Kontakt.

2.2 Andreev-Reflexion und Proximity-Effekt

Wenn die Schwachstelle zwischen zwei Supraleitern aus einem normalleitenden Material N (oder einem Supraleiter mit kleinerer Energielücke S') besteht, können COOPER-Paare nicht nur, wie bei den JOSEPHSON-Effekten

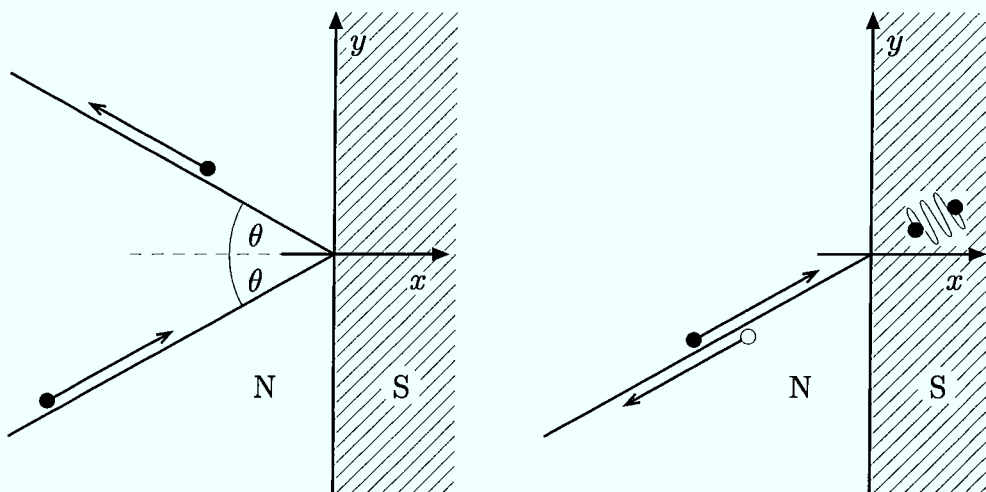


Abb. 2.2 Winkelerhaltende (links) und ANDREEV-Reflexion (rechts): Ein Elektron bewegt sich im Normalleiter N mit $E - E_F < \Delta$ ($x = +0$) auf die Grenzfläche zum Supraleiter S hin. Wenn eine Barriere zwischen N und S existiert, kann es gewöhnlich reflektiert werden (links). Je kleiner die Barriere ist, um so größer wird die Wahrscheinlichkeit, daß es statt dessen als Loch retroreflektiert wird (rechts).

bei isolierenden Barrieren, durch die Schwachstelle tunnelt, sondern in sie hinein diffundieren. Andererseits enthält ein Normalleiter im Gegensatz zu einem Isolator I bewegliche Einzelelektronen, die, je nach ihrer Energie, im Supraleiter keine freien Zustände finden. Dies sind die Ursachen für zwei gegenüber S/I/S-Kontakten zusätzliche Effekte an S/N/S-Strukturen.

2.2.1 Die Andreev-Reflexion

An einer N/S-Grenzfläche tritt neben der winkelerhaltenden Reflexion von Einzelteilchenanregungen (Elektronen oder Löchern), wie sie von Barrieren in einem Normalleiter her bekannt ist, die Retro- oder ANDREEV-Reflexion² [39] auf, die scheinbar mit einer Umwandlung einer Elektronanregung in eine Lochanregung und umgekehrt einhergeht.

In Abbildung 2.2 ist links die gewöhnliche, winkelerhaltende und rechts die ANDREEV-Reflexion eines Elektrons an einer N/S-Grenzfläche skizziert; im letzteren Fall folgt ein Loch dem zeitumgekehrten Weg des Elektrons. Wenn statt des Elektrons ein Loch auf die Grenzfläche trifft, so wird im Fall der ANDREEV-Reflexion scheinbar ein Elektron reflektiert. Die Ursache für die Retroreflexion liegt darin, daß im Supraleiter für Energien $E - E_F <$

²In der Literatur wird dieses Phänomen oft auch als ANDREEV-Streuung bezeichnet, die beiden Begriffe sind synonym.

$\Delta(x = +0)$, kleiner als die Energielücke des Supraleiters an der Grenzfläche, keine Quasiteilchenzustände existieren. Für den skizzierten Fall, daß ein Elektron im Normalleiter auf die Grenzfläche trifft, kann dieses nur in den Supraleiter eindringen, wenn seine Energie groß genug ist, daß es freie Zustände findet, oder indem es den COOPER-Paaren hinzugefügt wird; dafür muß es sich allerdings mit einem zweiten Elektron paaren. Das zweite Elektron stammt ebenfalls aus dem Leitungsband des Normalleiters. Durch die zusätzliche Entfernung des zweiten Elektrons bewegt sich ein Loch im Leitungsband des Normalleiters auf dem zeitumgekehrten Weg des einfallenden Elektrons und zwar nachdem das einfallende Elektron in den Supraleiter eingedrungen ist. Wenn alle am Ladungstransport im Normalleiter beteiligten Elektronen an der Grenzfläche ANDREEV-reflektiert werden, verdoppelt sich die Leitfähigkeit der Probe. So wie die Retroreflexion eines Elektrons sich durch das Hinzufügen eines COOPER-Paars erklären läßt, entspricht die Retroreflexion eines Lochs an der Grenzfläche der Vernichtung eines Paares im Supraleiter. Die Bewegung von Elektronen auf die Grenzfläche zu stellt einen Strom von N nach S dar, Löcherbewegung entsprechend einen Strom von S nach N, also eine Umkehrung der Stromrichtung. Die Retroreflexion eines Lochs ist äquivalent zum Zerfallen eines Paares an der Grenzfläche, wobei ein Elektron des ehemaligen COOPER-Paars mit dem Loch rekombiniert und das andere sich auf dem zeitumgekehrten Weg des Lochs im Normalleiter bewegt.

Für Vorspannungen $U < \Delta(x = +0)/e \stackrel{\text{def}}{=} \Delta$ kann (streng für $T = 0$ K) ein Suprastrom durch einen Supraleiter mit normalleitenden Zuleitungen nur durch ANDREEV-Reflexion, durch Hinzufügen bzw. Vernichten von COOPER-Paaren, an den Grenzflächen fließen. In der IU -Kennlinie eines S/N-Kontaktes erwartet man deshalb für $U < \Delta$ idealerweise die doppelte Steigung wie für $U \gg \Delta$. In einem realen S/N-Kontakt gibt es zwischen dem Supraleiter und dem Normalleiter immer eine Barriere durch eine Oxidschicht zwischen den Materialien, Gitterfehler, Randverarmung³ oder Fehlanpassung der Fermigeschwindigkeiten in beiden Materialien. Die Abhängigkeit der ANDREEV-Reflexionswahrscheinlichkeit A als Funktion der Vorspannung wird durch das BTK-Modell [44] und seine Modifikationen [74, 75, 81] beschrieben. Im Grenzfall verschwindender Barriere ist $A(U \leq \Delta/e) \equiv 1$ und geht für größere Spannungen wie $2/(1 + \sqrt{1 - \Delta^2/e^2 U^2}) - 1$ gegen Null. Je größer die Barriere wird, um so schneller geht einerseits A mit $U > \Delta/e$ gegen Null, andererseits nimmt A auch für $U < \Delta/e$ mit der Barrierenstärke ab, so daß für große Barrieren nur ein sehr scharfes Maximum von A bei $U = \Delta/e$ übrig

³Gemeint ist eine Reduktion der Ladungsträgerdichte, eventuell sogar ein vollständiges Fehlen von Ladungsträgern, am geometrischen Rand des Materials, wodurch ein schlechter elektrischer Kontakt zu anderen Materialien entsteht.

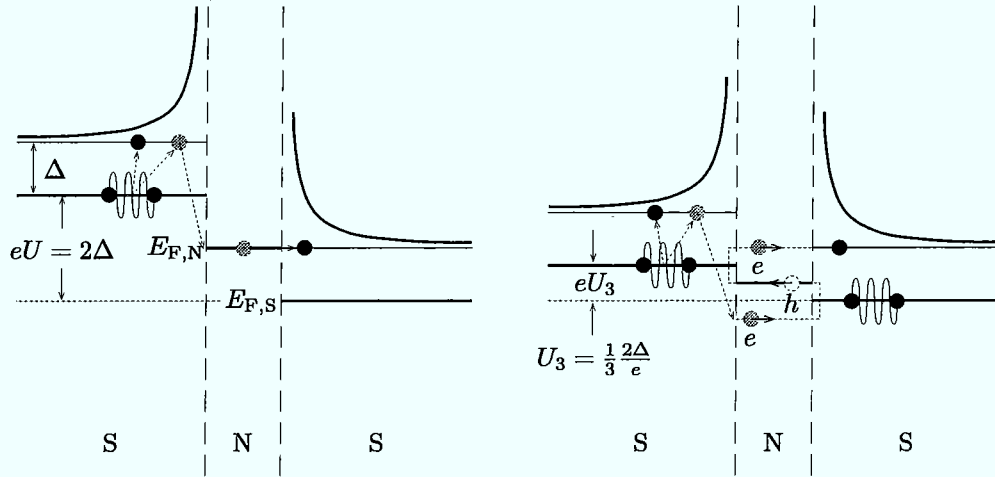


Abb. 2.3 Quasiteilchentransport durch einen S/N/S-Kontakt ($T = 0$ K): Für große Vorspannungen $U \geq 2\Delta/e$ (links) fließt ein normalleitender Quasiteilchenstrom von der linken supraleitenden Elektrode (Quelle) in die rechte supraleitende Elektrode (Senke): Die energetische Anhebung des Fermi-niveaus der Quelle gegenüber der Senke reicht aus, COOPER-Paare aufzubrechen, wobei eines der beiden in der Quelle entstandenen Quasiteilchen den Quasiteilchenzustand mit der höchsten Zustandsdichte und der niedrigst möglichen Energie in der Senke besetzt. Für kleine Vorspannungen $U < 2\Delta/e$ (rechts) ist ein Quasiteilchentransport durch multiple ANDREEV-Reflexion möglich: Im dargestellten Beispiel führen die beiden Retroreflexionen jeweils zu einem Energiegewinn von eU_3 , so daß das zweite Elektron im Normalleiter schließlich den niedrigst möglichen Quasiteilchenzustand in der Senke besetzen kann.

bleibt; das theoretische Maximum mit der doppelten Höhe des asymptotischen ($U \gg \Delta/e$) Werts der Leitfähigkeit ist in der Messung dann kaum noch zu erkennen.

Wenn sich zwei S/N-Kontakte so nahe beieinander befinden, wenn der Normalleiter zwischen den beiden supraleitenden Elektroden so schmal ist, daß die beiden S/N-Grenzflächen nicht mehr unabhängig voneinander sind, spricht man von einem S/N/S-Kontakt. Die Kopplung der beiden Grenzflächen führt dazu, daß Quasiteilchentransport auch für kleine Vorspannungen $U < 2\Delta/e$ möglich ist. In Abbildung 2.3 ist links der Fall großer Vorspannungen $U \geq 2\Delta/e$ skizziert. Die dick eingezeichneten Kurven stellen die bei $E - E_{F,S} = \Delta$ singuläre Zustandsdichte der beiden supraleitenden Elektroden dar. Die energetische Anhebung der linken supraleitenden Elektrode (Quelle) gegenüber der rechten supraleitenden Elektrode (Senke) reicht aus, COOPER-Paare aufzubrechen. Eines der beiden in der Quelle entstandenen Quasiteilchen fließt durch den Normalleiter in die Senke ab und besetzt dort den energetisch niedrigsten Quasiteilchenzustand. Bei S/I/S-Kontakten ist für diesen Vorspannungsbereich Quasiteilchentransport entsprechend durch

Tunneln durch die Barriere möglich. Für große Vorspannungen ist der S/N/S-Kontakt normalleitend mit R_N . Für kleine Vorspannungen ist ein Quasiteilchentransport durch ANDREEV-Mehrfachreflexion möglich. In Abbildung 2.3 ist rechts die Situation für $U_3 = 1/3 \cdot 2\Delta/e \stackrel{\text{def}}{=} 1/3 U_1$ skizziert. Die zum Aufbrechen eines Paares fehlende Energie $2/3 eU_1$ kommt durch zwei Retroreflexionen zustande: Das bei der ersten Retroreflexion entstandene Loch und das bei der zweiten entstandene Elektron gewinnen beim Durchlaufen des elektrischen Feldes jeweils die Energie $eU_3 = 1/3 eU_1$. Insgesamt wird auf diese Weise nicht nur ein Quasiteilchen, sondern auch ein COOPER-Paar von der Quelle zur Senke transportiert. Allgemein gilt, daß bei der Vorspannung

$$U_n = \frac{1}{n} \frac{2\Delta}{e} \quad (n = 1, 2, \dots) \quad (2.6)$$

ein Quasiteilchen von der Quelle zur Senke in den Zustand mit der niedrigst möglichen Energie und der höchsten Zustandsdichte transportiert wird, wobei $(n - 1)$ ANDREEV-Reflexionen stattfinden. Bei einer geraden Anzahl von Retroreflexionen wird der Senke ein Quasielektron hinzugefügt, bei einer ungeraden Anzahl wird dort ein Quasiloche entfernt. Wird, ausgehend von U_n mit $n > 1$, die Vorspannung erhöht, so besetzt das Quasiteilchen in der Senke einen energetisch höheren Zustand, bis beim Erreichen von U_{n-1} eine Retroreflexion weniger stattfindet. Durch das Zusammenspiel von resistivem Quasiteilchentransport und supraleitendem COOPER-Paartransfer mittels Retroreflexion sinkt der Widerstand des S/N/S-Kontaktes $R(U < 2\Delta/e) < R_N$ mit abnehmender Vorspannung und hat bei Spannungen U_n gemäß (2.6) lokale Extrema. Diese *harmonische Subenergielückenstruktur* in den Kennlinien eines S/N/S-Kontaktes wird in [52, 68, 88] durch die Konkurrenz zwischen normaler Streuung und Retroreflexion erklärt.

2.2.2 Der Proximity-Effekt

Der Proximity-Effekt ist eine Schwächung des Supraleiters an einer hinreichend transparenten Grenzfläche zu einem Normalleiter. Er wird durch die Diffusion von COOPER-Paaren in den Normalleiter hinein erklärt [7, 31, 55, 99].

Durch diese Diffusion von Paaren aus dem Supraleiter in den Normalleiter hinein ist die *Kondensationsamplitude* $F(r) = \langle \Psi_{k\uparrow}(r) \Psi_{-k\downarrow}(r) \rangle$ in der Nähe der S/N-Grenzflächen im Supraleiter geringer als der Volumenwert $F_0 = \Delta_0/V_0$, wobei V das attraktive, paarbildende Potential ist. Dafür ist im Normalleiter $F(r) > 0$, es gibt also eine endliche Dichte von COOPER-Paaren im Normalleiter. Im allgemeinen gibt es keine paarrende Wechselwirkung im Normalleiter, es ist $V(r) \equiv 0$ und auch $\Delta(r) \equiv 0$. Unter bestimmten

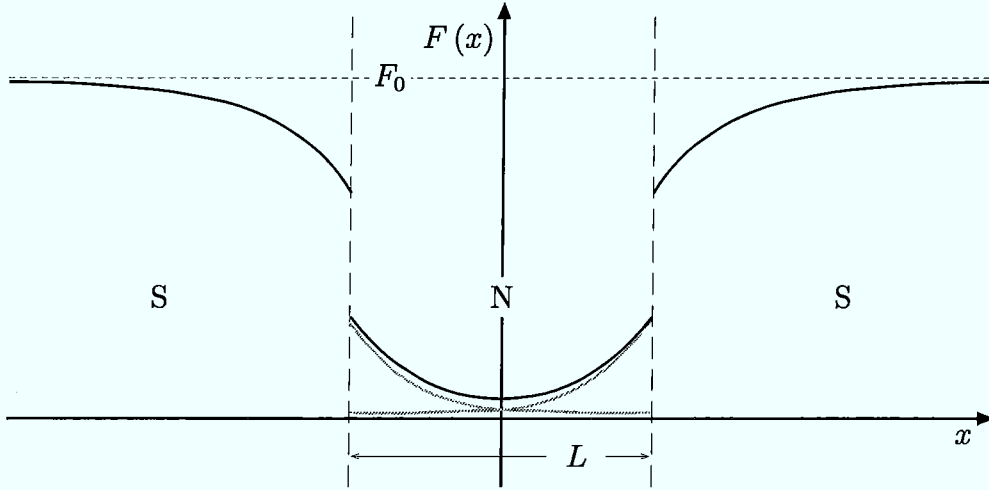


Abb. 2.4 Supraleitender Proximity-Effekt in einem S/N/S-Kontakt: COOPER-Paare aus den supraleitenden Elektroden diffundieren in den Normalleiter und führen dort zu einer endlichen Kondensationsamplitude $F(x)$. Die Höhe des Sprungs an den S/N-Grenzflächen wird durch den Grenzflächenwiderstand sowie die Leitfähigkeit und die Kohärenzlänge ξ_N des Normalleiters bestimmt. Die Kohärenzlänge ξ_N ist die charakteristische Länge des exponentiellen Abfalls der Kondensationsamplitude im Normalleiter.

Bedingungen [31] kann sich im Normalleiter eine Lücke im Anregungsspektrum für Einzelteilchen bilden. In Abbildung 2.4 ist der Proximity-Effekt in einem in y -Richtung translationsinvarianten S/N/S-Kontakt schematisch dargestellt; die Kondensationsamplitude F ist als Funktion der x -Koordinate, der mittleren Stromrichtung durch den S/N/S-Kontakt, skizziert. In der einfachsten Näherung [31] klingt die Kondensationsamplitude im Normalleiter exponentiell ab (für die beiden S/N-Grenzflächen jeweils durch eine graue Kurve angedeutet). Die charakteristische Länge ist dabei die Kohärenzlänge im Normalleiter ξ_N . Diese läßt sich für die beiden Grenzfälle, daß im Normalleiter viele Streuereignisse stattfinden, im sogenannten *dirty limit* $l_{el} \ll \xi_N$, oder daß wenige Streuereignisse stattfinden, im *clean limit* $l_{el} \gg \xi_N$, folgendermaßen für einen zweidimensionalen Normalleiter ausdrücken:

$$\xi_{Nd} = \left(\frac{1}{2\sqrt{2}} \frac{\hbar^3}{kT} \frac{\mu}{m^* e} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \sqrt{n} \quad \text{für } l_{el} \ll \xi_N \quad (2.7)$$

$$\xi_{Nc} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \frac{\hbar^2}{kT} \frac{1}{m^*} \cdot \sqrt{n} \quad \text{für } l_{el} \gg \xi_N \quad (2.8)$$

Dabei sind l_{el} die elastische freie Weglänge, m^* die effektive Masse, μ die Beweglichkeit und n die Ladungsträgerkonzentration im Normalleiter. Manchmal [103] findet man den Ausdruck für ξ_{Nd} ohne den Faktor $\sqrt{2}$ in (2.7).

Zu diesem Ergebnis kommt man, wenn man den Transport im Normalleiter als ballistisch betrachtet. Konsequenter ist es, den Transport im dirty limit als diffusiv anzusehen, was zu dem Faktor $\sqrt{2}$ führt. Um einen möglichst starken Proximity-Effekt, möglichst viele COOPER-Paare im Normalleiter, zu erreichen, müssen also die effektive Masse der Ladungsträger im Normalleiter m^* möglichst gering sowie die Ladungsträgerkonzentration n und die Beweglichkeit μ möglichst hoch sein.

Mit den typischen Werten für die verwendete Halbleiterheterostruktur $m^* = 0,037 m_0$, $\mu = 30 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ und $n = 5,5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ sind $\xi_{\text{Nd}} = 783 \text{ nm}$ und $\xi_{\text{Nc}} = 470 \text{ nm}$ im Vergleich zu $l_{\text{el}} \approx 3 \text{ }\mu\text{m}$, der S/N/S-Kontakt befindet sich also im clean limit. Wenn der Abstand zwischen den beiden supraleitenden Elektroden in der Größenordnung der Kohärenzlänge liegt, $L \sim \xi_{\text{Nc}}$, erwartet man einen deutlichen [55] Suprastrom aufgrund des Proximity-Effekts. In [69] wird für $L \leq \xi_{\text{Nc}}$

$$I_c = \frac{2\Delta}{eR_N} \quad \text{mit} \quad \Delta \stackrel{\text{def}}{=} \Delta \left(\pm \left(\frac{L}{2} + \varepsilon \right) \right)_{|\varepsilon \rightarrow +0} \quad (2.9)$$

und $L > \xi_{\text{Nc}}$

$$I_c = \frac{2\Delta}{eR_N} \cdot \frac{L}{\xi_{\text{Nc}}} \exp \left(1 - \frac{L}{\xi_{\text{Nc}}} \right) \quad (2.10)$$

angenommen, wobei statt (2.10) später [72]

$$I_c = \frac{\pi}{kT_c} \frac{\Delta^2}{eR_N} \cdot \frac{L}{\xi_{\text{Nc}}} \exp \left(-\frac{L}{\xi_{\text{Nc}}} \right) \quad (2.11)$$

benutzt und auch explizit auf einen zweidimensionalen Halbleiter angewendet [71] wird. Demnach wäre ein Suprastrom $I_c \sim 100 \text{ }\mu\text{A}$ zu erwarten: Bei den für diese Arbeit hergestellten Proben war der Elektrodenabstand $L \approx 400 \dots 700 \text{ nm}$, es ist also $L/\xi_{\text{Nc}} \sim 2$ oder kleiner. Für die niederohmigen Proben galt $\pi/R_N \sim 1 \text{ }\Omega^{-1}$. Es ist $\Delta/kT_c \sim 1,0 \text{ meV}/(k 8,0 \text{ K}) = 1,4$ und $\Delta/e \sim 1,0 \text{ mV}$, so daß mit diesen Werten aus (2.11) für den kritischen Strom $0,38 \text{ mA}$ folgt. Kritische Ströme in dieser Größenordnung wurden in verschiedenen Halbleitern [70, 78, 83, 84, 101, 102] gemessen, in [82] wird sogar $I_c \approx 2 \text{ mA}$ berichtet. Manche Autoren halten den Proximity-Effekt für nicht geeignet, solche hohen kritischen Ströme zu ermöglichen, weil der JOSEPHSON-Gleichstrom die induzierte Kondensationsamplitude zerstören sollte, und schlagen statt dessen multiple ANDREEV-Reflexion als Ursache für den JOSEPHSON-Gleichstrom vor [94]. Anschaulich kann man sich diese Situation anhand von Abbildung 2.3 so vorstellen, daß bei verschwindender Vorspannung $U = U_\infty = 0 \text{ V}$ sehr viele (im theoretischen Grenzfall $A = 1$ und $T = 0 \text{ K}$ unendlich viele) Retroreflexionen stattfinden, die entsprechend viele

COOPER-Paare von der Quelle zur Senke übertragen. Der resistive Transport des einen Quasiteilchens ist dann dagegen vernachlässigbar, es fließt ein endlicher Suprastrom von der Quelle zur Senke.

2.3 Die InGaAs/InP-Heterostruktur

Ein Halbleiter als schwache Verbindung zwischen zwei Supraleitern bietet gegenüber einem Metall den Vorteil, daß sich die induzierte Supraleitung durch eine Steuerelektrode beeinflussen läßt. Diese Beeinflussung besteht in einer Änderung der Ladungsträgerkonzentration durch den Feldeffekt der Steuerelektrode. Im Fall der benutzten Heterostruktur läßt sich durch eine negative Steuerspannung die Ladungsträgerkonzentration n , und damit die Stärke des Proximity-Effekts (2.8) ausgedrückt durch die Kohärenzlänge im Normalleiter ξ_N , bis auf Null reduzieren. Eine Erhöhung der Ladungsträgerkonzentration durch positive Steuerspannungen ist bei dieser Struktur kaum möglich, auf jeden Fall für Bauelementanwendungen nicht sinnvoll.

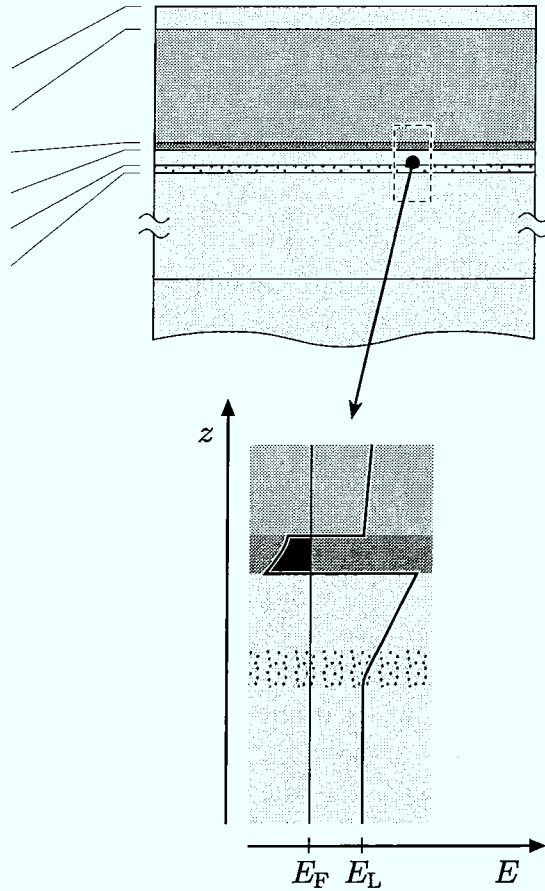
Die zur Herstellung der S/HI/S-Kontakte verwendeten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Schichten wurden mit *metallorganischer Gasphasenepitaxie*, kurz *MOVPE*⁴, gewachsen. Bei diesem Verfahren werden Gase, die die zum Aufbau des Halbleiters benötigten Elemente als Hydride oder organische Verbindungen enthalten, etwa Trimethylindium und Phosphin zum Wachsen von InP, gemischt mit einem Trägergas (H_2 oder N_2) in einem Reaktor so in ihre Bestandteile zerlegt, daß auf einer Einkristallplatte als Substrat kristallin das gewünschte Halbleitermaterial aufwächst. Die Einkristallplatten, kurz *Wafer*, werden als etwa 0,4 mm dicke Scheiben aus einem zylindrischen Einkristall, der in einem geeigneten Verfahren aus der Schmelze des jeweiligen Materials, hier InP, gezogen wird, herausgesägt.

Die verwendete Heterostruktur ist in Abbildung 2.5 dargestellt. Das InP-Substrat legt das Kristallgitter, hier das Zinkblende-Gitter (siehe Abschnitt 3.2), und die Gitterkonstante für den Epitaxieprozeß fest. Außerdem dient es der mechanischen Handhabbarkeit der gewachsenen Schicht mit einer Dicke von nur $\sim 0,5 \mu\text{m}$. Die z -Achse wird durch die Wachstumsrichtung, durch die Richtung des Normalenvektors der Substratoberfläche festgelegt. Auf das Substrat wird zunächst eine 350 nm dicke Pufferschicht aus InP gewachsen, die die Kristallqualität der nachfolgenden Schichten erhöht. Dann folgen die mit Schwefel dotierte, 10 nm dicke InP-Schicht, die die Elektronen für den Ladungstransport in der Heterostruktur liefert, und der durch eine 20 nm dicke Separationsschicht von der Dotierschicht getrennte Kanal, in dem der

⁴Metal-Organic Vapor Phase Epitaxy

Schichtaufbau:

30 nm InP	Barriere
150 nm $\text{In}_{0,53}\text{Ga}_{0,47}\text{As}$	Deckschicht
10 nm $\text{In}_{0,77}\text{Ga}_{0,23}\text{As}$	Kanal
20 nm InP	Separationsschicht
10 nm n-InP (S)	Dotierschicht
350 nm InP	Puffer
InP	Substrat



Typische Eigenschaften:

$$\begin{aligned}
 m^* &= 0,037 \cdot m_0 \\
 n &= 5,5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2} \\
 \mu &= 30 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1} \\
 &\text{bei } T = 1,5 \text{ K}
 \end{aligned}$$

Abb. 2.5 Die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur: Oben ist der Schichtaufbau maßstäblich skizziert. Der gespannte InGaAs-Kanal ist durch die Separationsschicht räumlich von den Donatoren getrennt, was die Beweglichkeit der Elektronen im Kanal erhöht. Die InP-Barrierschicht hatte in dieser Arbeit nur eine Testfunktion bei der Probenherstellung, eine effektive Barriere muß p^+ -dotiert sein. Unten ist der Leitungsbandverlauf in dieser Heterostruktur (vergrößert) dargestellt: Im Kanal bildet sich ein asymmetrischer Potentialtopf aus, an der Heterogrenzfläche entsteht so bei tiefen Temperaturen das 2DEG.

Ladungstransport bei tiefen Temperaturen ($T \sim 1 \text{ K}$) stattfindet. Die Separationsschicht reduziert die Störstellenstreuung der Elektronen beim Ladungstransport an den ionisierten Donatoren, ihre Dicke stellt das Optimum der Forderungen einer großen räumlichen Trennung der Donatoren von der stromtragenden Schicht und einer effektiven Versorgung dieser Schicht mit Ladungsträgern dar. Diese Reduktion der Störstellenstreuung führt zu der hohen Beweglichkeit der Elektronen im Kanal $\mu \sim 30 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$. Der 10 nm dicke Kanal besteht aus hochverspanntem $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ mit einem Indiumanteil von $x = 0,77$. Gitterangepaßtes, d. h. solches mit der gleichen Gitterkonstante wie InP, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ hat einen Indiumanteil von $x = 0,53$.

Die Erhöhung des Indiumanteils führt zu einer größeren Gitterkonstante, kleineren Bandlücke und damit auch kleineren effektiven Masse m^* , höheren Ladungsträgerkonzentration und geringeren Randverarmung. Mit steigender Ladungsträgerkonzentration und abnehmender effektiver Masse steigt auch die Beweglichkeit der Ladungsträger. Eine noch höhere Verspannung $x > 0,77$ führt zur Relaxation durch Ausbildung von Gitterfehlern, was die Beweglichkeit drastisch reduziert [59]. Auf dem Kanal befindet sich eine Deckschicht aus gitterangepaßtem InGaAs, die zur Ausbildung des im nächsten Absatz beschriebenen Leitungsbandverlaufs notwendig ist und den Kanal vor Oberflächeneinflüssen schützt. Die Deckschicht sollte möglichst dünn sein, um einen möglichst großen Feldeffekt von Steuerelektroden auf der Oberfläche der Heteroschicht zu gewährleisten. Die hier gewählte Dicke von 150 nm ist in diesem Sinne ungünstig groß, andererseits nehmen aber sowohl die Ladungsträgerkonzentration als auch die Beweglichkeit mit der Dicke der Deckschicht unter 100 nm deutlich ab. Die letzte gewachsene Schicht, die undotierte InP-Barrierschicht, hatte in dieser Heterostruktur nur eine Testfunktion bei der Probenherstellung, insbesondere beim naßchemischen Ätzen schmaler Strukturen. Sie soll später durch eine dotierte p^+ -InP-Schicht ersetzt werden und dann SCHOTTKY-Kontakte mit Steuerelektroden auf der Oberfläche ermöglichen.

Der Leitungsbandverlauf $E_L(z)$ in dieser Heterostruktur ist unten in Abbildung 2.5 relativ zum Fermi-niveau E_F skizziert. Im Kanal (dunkelgrau) bildet sich ein näherungsweise dreieckiger Potentialtopf, in dem sich die Elektronen aus der Dotierschicht sammeln. Zusätzliche Ladungsträger im Potentialtopf stammen aus der Hintergrunddotierung des InGaAs. Der Potentialtopf ist so schmal⁵, daß es zu einer Quantisierung der Elektronenenergie in z -Richtung kommt, während die Elektronen in der xy -Ebene im Kanal als frei betrachtet werden können. Die Elektronen im Potentialtopf werden deshalb als (quasi) *zweidimensionales Elektronengas*, kurz *2DEG*, bezeichnet. Ihre Energie läßt sich als

$$E(i, k_x, k_y) = \frac{\hbar^2 k_x^2}{2m^*} + \frac{\hbar^2 k_y^2}{2m^*} + E_i \quad (i = 0, 1, 2, \dots)$$

darstellen [13], wobei $m_x^* \approx m_y^* \stackrel{\text{def}}{=} m^*$ gesetzt wurde und E_i die Energieeigenwerte in z -Richtung sind. Die Energie der Elektronen im Kanal spaltet also in *Subbänder* mit Nullpunktsenergie $E(i, 0, 0) = E_i$ auf. Wenn die

⁵Um abzuschätzen, ob die Diskretisierung der Energieniveaus eines Teilchens meßbar ist, oder statt dessen ein Quasikontinuum vorliegt, muß man die räumliche Ausdehnung des Potentials, in dem sich das Teilchen befindet, mit dessen (nicht-relativistischer) DE BROGLIE-Wellenlänge $\lambda = 2\pi\hbar/(\hbar k_F) = \sqrt{2\pi/n}$ vergleichen. Mit dem für n angegebenen Wert ist $\lambda = 34$ nm.

Ladungsträgerkonzentration im Kanal nicht zu groß ist, wenn die Dotierschicht nicht zu hoch dotiert wurde, ist nur das erste Subband besetzt, weil bereits E_1 über der Fermienergie E_F liegt. Dies ist bei den typischen Werten $n = 5,0 \dots 6,0 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ der an unserem Institut hergestellten Schichten der Fall. Das Fermienergie liegt bei der typischen Ladungsträgerdichte $n = 5,5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$

$$E_F = \frac{1}{2} \frac{\hbar^2 k_F^2}{m^*} = \frac{1}{2} \frac{\hbar^2 2\pi n}{m^*} = 36 \text{ meV}$$

über dem Energieniveau des ersten Subbandes. Durch selbstkonsistente Berechnungen des Bandverlaufs [120, 116] erhält man die Energie des zweiten Subbands $E_1 \approx 40 \text{ meV}$ über dem Fermienergie. Die Tiefe des Potentialtopfes wird durch die Leitungsbanddiskontinuitäten gegeben und beträgt hier an der Grenzfläche zum gitterangepaßten InGaAs $\Delta E_L (\text{InGaAs}) = 135 \text{ meV}$ und an der Grenzfläche zum InP $\Delta E_L (\text{InP}) = 370 \text{ meV}$ [116].

Das 2DEG existiert in der hier beschriebenen Qualität nur bei tiefen Temperaturen ($T < 30 \text{ K}$), was aber für die Verwendung in S/HI/S-Kontakten keine Einschränkung darstellt, da diese ohnehin bei $T_c > T \sim 1 \text{ K}$ betrieben werden müssen.

3 Herstellung der Proben

In diesem Kapitel werden die experimentellen Grundlagen der Probenherstellung vorgestellt. Zunächst werden die verwendeten mikrolithografischen Verfahren beschrieben, wobei insbesondere auf die Auflösungsgrenze der UV-Lithografie eingegangen wird: Die für S/HI/S-Kontakte notwendige Strukturierung des Halbleiters in der Größenordnung der erreichbaren Auflösung erfordert eine genaue Optimierung der Lithografieparameter.

Danach werden die Ätzverfahren beschrieben, mittels derer die durch die Lithografie definierten Strukturen auf das Substrat übertragen werden, und die Verfahren zum Abscheiden von dünnen Metallfilmen dargestellt.

In den letzten beiden Abschnitten werden die Prozesse der Probenherstellung, die auf den genannten Verfahren beruhen, vorgestellt.

3.1 Lithografie

Die Strukturierung elektronischer Bauelemente mit einer Detailauflösung bis hinab in den Submikrometerbereich geschieht mittels mikrolithografischer Methoden. In dieser Arbeit wurden die mittlere UV-Lichtlithografie und die Elektronenstrahlolithografie eingesetzt.

Allgemein wird bei der Lithografie auf die Oberfläche der zu strukturierenden Probe ein dünner, etwa einen Mikrometer hoher Film aus einem licht- bzw. elektronenempfindlichen Lack, einem sogenannten *Resist* aufgebracht. Der Resist wurde hier mit einer Lackschleuder aufgebracht. Die Probe befindet sich dabei auf einem Drehteller, der Resist wird in flüssiger Form im Überschuß auf die Probenoberfläche getropft. Dann wird die Probe nach einem bestimmten Programm rotiert, wobei sich ein möglichst homogener Resistfilm bildet, dessen Höhe von der Rotationsgeschwindigkeit abhängt. Nach dem Belichten unter Verwendung einer Maske entstehen durch das Entwickeln im Resist Fenster, durch die die Probenoberfläche einer selektiven Behandlung zugänglich wird. Die Fenster werden entweder benutzt, um an den so definierten Stellen Probenmaterial durch Ätzverfahren abzutragen oder andere Materialien, insbesondere Metallfilme, aufzubringen. Im letzte-

ren Fall wird das überschüssige Material, das außerhalb der Fenster auf dem unbelichteten Resist liegt, im sogenannten *Lift-off* entfernt. Dazu wird die Probe in ein für den Resist geeignetes Lösungsmittel gelegt.

3.1.1 UV-Lithografie

Für die UV-Lithografie wurden die Resiste AZ 5214 und AZ 5206 der Firma Hoechst benutzt. Die Belichtung erfolgte an einem MA6 Belichter der Firma Karl Süss durch Kontaktbelichtung. Die verwendeten Masken bestehen aus chrombeschichtetem Quarzglas und werden selbst mittels Elektronenstrahlolithografie strukturiert. Das hat zwei Vorteile: Da die Auflösung bei der Elektronenstrahlolithografie höher ist als bei der UV-Lithografie, wird das Ergebnis der UV-Belichtung nicht durch die Maske limitiert; da der Elektronenstrahlschreiber durch ein Rechnerprogramm gesteuert wird, können die Masken für die UV-Lithografie mit einem CAD-Programm am Rechner entworfen werden und ohne Abbildungsverluste auf den Elektronenstrahlschreiber übertragen werden.

Bei der Kontaktbelichtung wird die Probe nach der Justage mit der belackten Oberseite in möglichst innigen mechanischen Kontakt mit der chrombeschichteten Unterseite der Maske gebracht. Während der Justage besteht ein Abstand von einigen 10 μm zwischen Probe und Maske, der eine Verschiebung und Rotation der Probe parallel zur Maske ermöglicht, ohne daß sich beide berühren. Diese Verschiebung und Winkelkorrektur ist notwendig, um das Muster der Maske auf eine bestimmte Stelle der Probe zu übertragen, also spätestens beim zweiten Belichtungsschritt unumgänglich, wenn die Probe bereits strukturiert ist. Die Kontaktbelichtung ist in der Anwendung flexibel und bietet theoretisch die beste Auflösung. Nachteilig ist die eventuelle Beschädigung der Maske und der Probe durch den mechanischen Kontakt.

Die Resiste der AZ 52xx-Serie basieren auf dem Novolak/Diazo-System [124]. Neben Farb- und Hilfsstoffen bestehen solche Resiste aus einem Phenolformaldehydharz niedrigen Molekulargewichts, dem sogenannten Novolak, und einem Inhibitor, der Diazonaphthachinon-Gruppen enthält. Das Phenolharz ist für die mechanische Qualität des Resists verantwortlich. Es ist in wässrigen Laugen löslich und hat den Vorteil, dabei nicht zu quellen, d. h. die durch die Belichtung im Lack definierte Struktur verändert sich beim Entwickeln in einer geeigneten wässrigen alkalischen Lösung nicht. Der Inhibitor verringert die Löslichkeit des Phenolharzes um typischerweise zwei Größenordnungen und ist selber hydrophob. Durch Belichtung wandelt sich das Diazonaphthachinon im Endeffekt in die hydrophile Inden-Karbonsäure um. Die Entstehung von Stickstoff bei dieser Umwandlung erhöht die Löslichkeit der belichteten Bereiche gegenüber dem reinen Phenolharz, indem der Resist dort

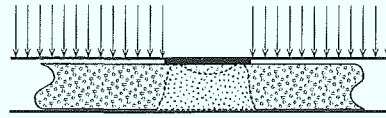
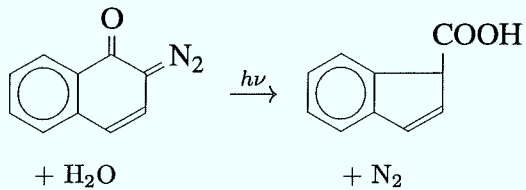
durch die Gasbläschen porös wird [10, 16]. Da sich auch der unbelichtete Resist, wenngleich deutlich langsamer, im Entwickler löst, muß der Entwicklungsvorgang sobald wie möglich abgebrochen werden, zumal es durch Beugung zu einer teilweisen Belichtung im geometrischen Schatten der Maske kommt (siehe die folgenden Absätze).

Die AZ 52xx Resiste ermöglichen einen *Umkehrprozeß*, eine negative Abbildung der Maske auf den Lack. Der Umkehrprozeß beruht auf einer Umwandlung der hydrophilen Inden-Karbonsäure in hydrophobes Inden oder Inden-Dimer. Diese Umwandlung geschieht nach der Belichtung während des Backens, des Erhitzens des Lacks auf 110 °C für einige Minuten, und wird durch einen alkalischen Katalysator ermöglicht, der bei der fotochemischen Umwandlung des Inhibitors an den belichteten Stellen entsteht [124]. Diese Reaktionen sind als Prinzipskizze in Abbildung 3.1 zusammengefaßt.

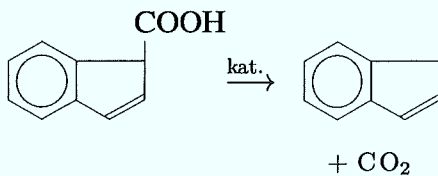
Der Umkehrprozeß ergibt überhängende, negative (bezogen auf den Winkel zwischen dem Normalenvektor der Substratoberfläche und der Lackflanke) Lackflanken, die günstig für Lift-off-Schritte sind: Die Schattenwirkung unterbricht den deponierten Film an den Lackflanken, der auf dem Substrat deponierte Film ist von dem überflüssigen, auf dem Lack abgeschiedenen Material getrennt. Mit positiven Lackflanken ist ein Lift-off meistens nicht möglich. Wenn er erzwungen wird, z. B. durch Einkopplung von Ultraschallwellen in das Lösungsmittel, ist das Ergebnis oft unbrauchbar, weil der deponierte Film nicht unbedingt an den Lackflanken abreißt. Außerdem ermöglicht der Umkehrprozeß das Belichten kleiner Fenster mit einer negativen Maske: Mit einer positiven Maske, die bis auf die gewünschten kleinen Fenster undurchsichtig ist, ist die Justage wesentlich schwieriger. Meistens wirken sich beide Vorteile gleichzeitig aus, wenn nämlich kleine Fenster für Lift-off-Schritte benötigt werden.

Negative Lackflanken lassen sich auch bei Verwendung einer positiven Maske erreichen, wenn die Probe nach dem Belichten einige Zeit in Chlorbenzol gelegt wird. Dieses organische Lösungsmittel diffundiert in den Fotoresist hinein und hat dort eine ähnliche Wirkung wie das beim Umkehrprozeß entstandene Inden: Die Löslichkeit im Entwickler wird reduziert. Dadurch öffnen sich die belichteten Fenster während der Entwicklung in der oberen, chlorbenzolphaltigen Lackschicht weniger breit als in der darunter liegenden Lackschicht; es ergeben sich negative Lackflanken. Je länger die Probe im Chlorbenzol bleibt, um so tiefer diffundiert dieses in den Lack hinein. Um negative Lackflanken zu erzielen, reichen 10 Minuten. Da Chlorbenzol AZ Fotoresiste nicht löst, kann es auch verwendet werden, um bereits entwickelte Lackmasken in nachfolgenden Prozeßschritten vor einer Lösung im Entwickler zu schützen. Dafür muß die Probe etwa eine halbe Stunde in Chlorbenzol liegen. So ist es möglich, zwei Resistfilme aufeinander zu verwenden und

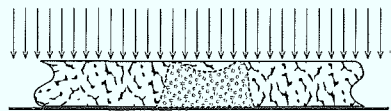
Belichtung



für Umkehrprozeß: Backen



Flutbelichtung



Nach dem Entwickeln



Lackprofil des Positivprozesses



Lackprofil des Umkehrprozesses

Abb. 3.1 Prinzipieller Reaktionsmechanismus der AZ 52xx Fotoresiste: Dargestellt sind die Reaktionen des Inhibitors bei der Belichtung und beim Backen für den Umkehrprozeß (dieser ergibt negative Lackflanken, siehe das Profil rechts unten). Entwickelt wird der Resist in einer wässrigen alkalischen Lösung; dabei löst sich das Phenolharz an den Stellen, an denen der Inhibitor als Karbonsäure vorliegt, um zwei Größenordnungen schneller als dort, wo der Inhibitor in einer hydrophoben Form vorliegt.

beide unabhängig voneinander zu strukturieren. Diese Möglichkeit wird im selbstjustierenden Prozeß, der in Abschnitt 3.4 vorgestellt wird, ausgenutzt.

Während bei der Silberhalogenid-Fotografie die Auflösung durch die Körnigkeit des verwendeten Filmmaterials begrenzt wird, ist in der Mikrolithografie die Auflösung der verwendeten Lacke weit größer als diejenige des abbildenden Systems. Bei der Kontaktbelichtung wird die Auflösung durch Beugung an der Maske beschränkt. Die kleinste Periode $2b$ eines Testmusters, die noch auf den Resist übertragen werden kann, beträgt [45]

$$2b = 3\sqrt{\lambda \cdot \frac{d}{2}} \quad , \quad (3.1)$$

wobei λ die Wellenlänge des verwendeten Lichts und d die Dicke des Resistfilms sind. Um eine hohe Auflösung zu erreichen, ist es also notwendig, möglichst dünne Resistfilme zu verwenden. Andererseits benötigt man eine Mindestdicke von etwa $0,5 \mu\text{m}$, damit der Resist als Ätzmaske mechanisch stabil genug ist und für Lift-off-Schritte ein ausreichender Höhenabstand zwischen dem auf dem Substrat bzw. auf dem Lack deponierten Material besteht. Der verwendete AZ 5206 Resist ergibt Lackfilme von $0,6 \mu\text{m}$ Dicke. Im MA6 Belichter wird eine Quecksilberdampf-Kurzbogenlampe HBO 350W verwendet, die eine hohe Intensität im Wellenlängenbereich von 365 bis 260 nm liefert; der Anteil kurzwelliger UV-Strahlung ist gering [125]. Das Licht dieser Lampe wird von einem Ellipsoidspiegel gebündelt und fällt im 45° -Winkel auf einen Kaltlichtspiegel, der den kurzwelligen Anteil ab 365 nm Richtung Maske umlenkt; der langwellige Anteil passiert den dichroitischen Spiegel und wird in einer Wärmesenke absorbiert. Die AZ 52xx Resiste sind im mittleren UV-Bereich von 300 bis 400 nm empfindlich. Mit der minimalen Wellenlänge $\lambda = 300 \text{ nm}$ und $d = 0,6 \mu\text{m}$ ergibt sich aus (3.1) als minimale Breite einer Linie, die noch auf den Resist übertragen werden kann $b = 0,45 \mu\text{m}$.

Das Beugungsmuster im Lack hängt vom Kohärenzgrad des verwendeten Lichts ab. Je kohärenter das Licht ist, um so steiler werden die Lackflanken, um so kleinere Strukturen können also abgebildet werden. Andererseits nehmen Interferenzeffekte mit dem Kohärenzgrad zu (siehe z. B. [46]). Insbesondere kommt es durch die Beugung des Lichts an der Maske zu einer Belichtung des Lacks im geometrischen Schatten der Maske. Abbildung 3.2 zeigt das Profil eines mit dem Positivprozeß hergestellten Lackstegs nach dem Entwickeln; auf der Maske hat der Steg eine Breite von $1,0 \mu\text{m}$. Man erkennt, wie die Belichtung im geometrischen Schatten zu einer Rinne auf der Oberseite des Lackstegs geführt hat. Bereits eine Abweichung von 5% von der optimalen Belichtungszeit führt hier dazu, daß der Lacksteg nach dem Entwickeln in der Mitte Löcher aufweist. Bei zu langer Belichtungsdauer ist

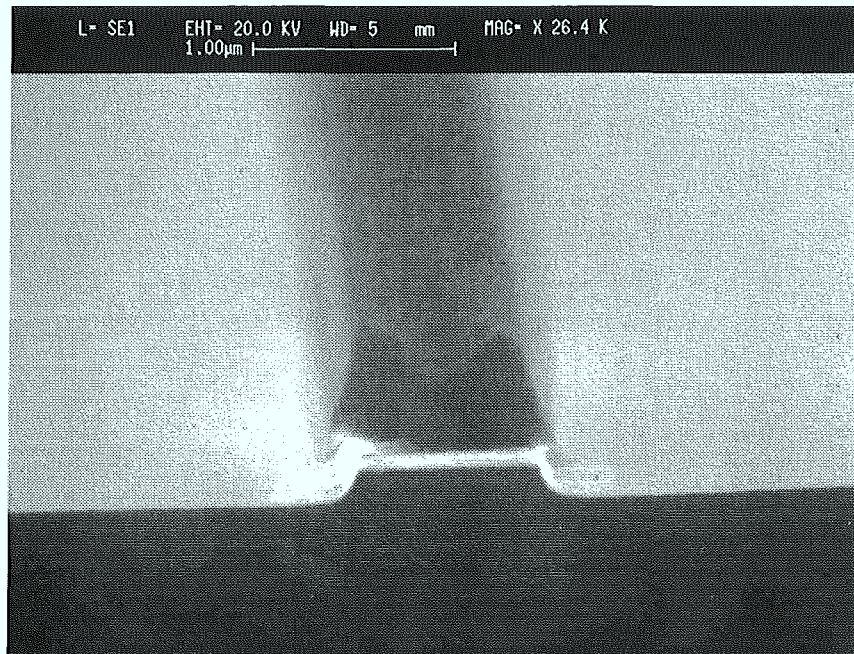


Abb. 3.2 Querschnitt durch einen Lacksteg aus AZ 5206 Resist, nach dem Entwickeln nicht weiter behandelt: Man beachte, daß es durch Beugung an der Maske zu einer Belichtung im geometrischen Schatten gekommen ist. Der Chromsteg auf der Maske hat eine Breite von $1,0 \mu\text{m}$.

dieser unerwünschte Effekt unmittelbar einzusehen. Bei zu kurzer Belichtung kommt er folgendermaßen zustande: Inhomogenitäten in der Lackfilmhöhe führen zu einem Keilfehler zwischen Maske und Probe und damit zu Interferenzmustern (NEWTONschen Ringen) im Lack. Damit reduziert sich die Belichtungs-dosis an manchen Stellen, an denen die Maske durchsichtig ist, auf ähnliche Werte wie im geometrischen Schatten unter dem Steg. Die notwendige Entwicklungsdauer verlängert sich also gegenüber dem idealen Fall ohne Interferenzmuster und reicht eventuell, Stellen in der Mitte des Lacksteges zu öffnen. Solche Inhomogenitäten in der Resistdicke lassen sich nie vollständig vermeiden; ich werde in Abschnitt 3.4 darauf eingehen.

Es soll das Beugungsmuster eines langen Steges konstanter Breite b berechnet werden. Die Optik im Belichter erzeugt paralleles Licht, auf die Maske fallen also ebene Wellen

$$\underline{E}(\rho, t) = \underline{E}_0 \sin(k\rho - \omega t) \quad ,$$

mit ρ als Abstand von einem festen Bezugspunkt. Die Situation ist in Abbildung 3.3 skizziert.

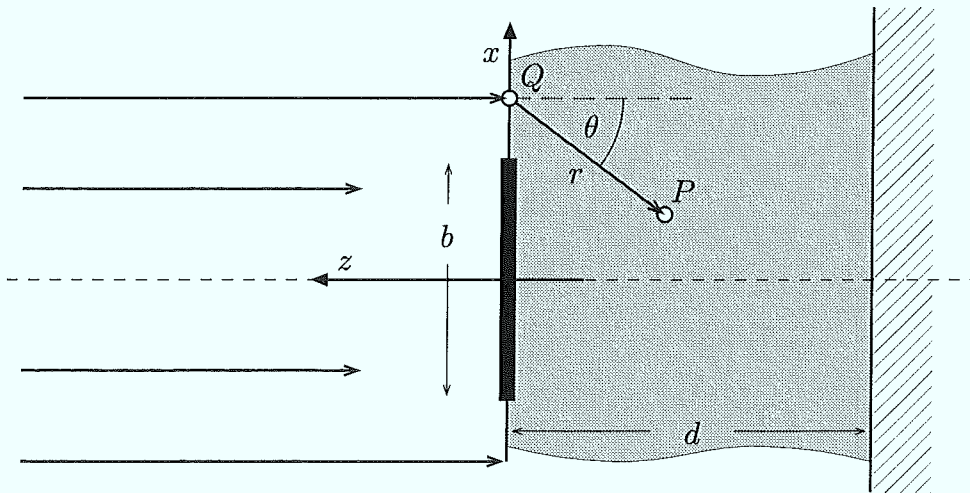


Abb. 3.3 Strahlengang für die Berechnung der Intensitätsverteilung im Lack: Der Chromsteg hat die konstante Breite $2b$ und wird für die Rechnung als in y -Richtung unendlich ausgedehnt angenommen.

Idealerweise ist die Maske homogen mit parallelem Licht konstanter Intensität ausgeleuchtet, so daß der Abstand von der Lichtquelle ρ irrelevant ist. Das Licht sei auf der Maske räumlich und zeitlich kohärent. Dann läßt sich das Beugungsmuster nach dem HUYGENS-FRESNELSchen Prinzip berechnen, indem die Maske als Quelle sekundärer Kugelwellen angenommen wird. Für maximale Interferenz müssen die $\underline{E}$ -Vektoren parallel sein; die Zeitabhängigkeit braucht nicht berücksichtigt zu werden, da das Intensitätsmuster eine Zeitmittelung einer sehr schnellen ($\omega \sim 10^{15}$ Hz) Oszillation darstellt. Die Absorption im Resist wird durch eine exponentielle Dämpfung der eindringenden Wellen nach dem LAMBERT-BEER-Gesetz (der Resist ist homogen und isotrop)

$$I(r) = I_0 e^{-\alpha r}$$

berücksichtigt mit r als Abstand von einer Quelle auf der Oberfläche des Resists am Punkt $Q(x_Q, 0)$. Der Brechungsindex des Resists wird nicht berücksichtigt. Am Punkt $P(x, z)$ überlagern sich also Kreiswellen (die Rechnung wird zweidimensional durchgeführt)

$$E(r) = \frac{E_0}{\sqrt{r}} e^{-\frac{\alpha}{2}r} \sin(kr)$$

mit

$$r = \sqrt{(x - x_Q)^2 + z^2} \quad .$$

Für kleine Winkel θ in Abbildung 3.3 läßt sich das Beugungsmuster näherungsweise mit Hilfe der FRESNEL-Integrale berechnen; für diese Näherung

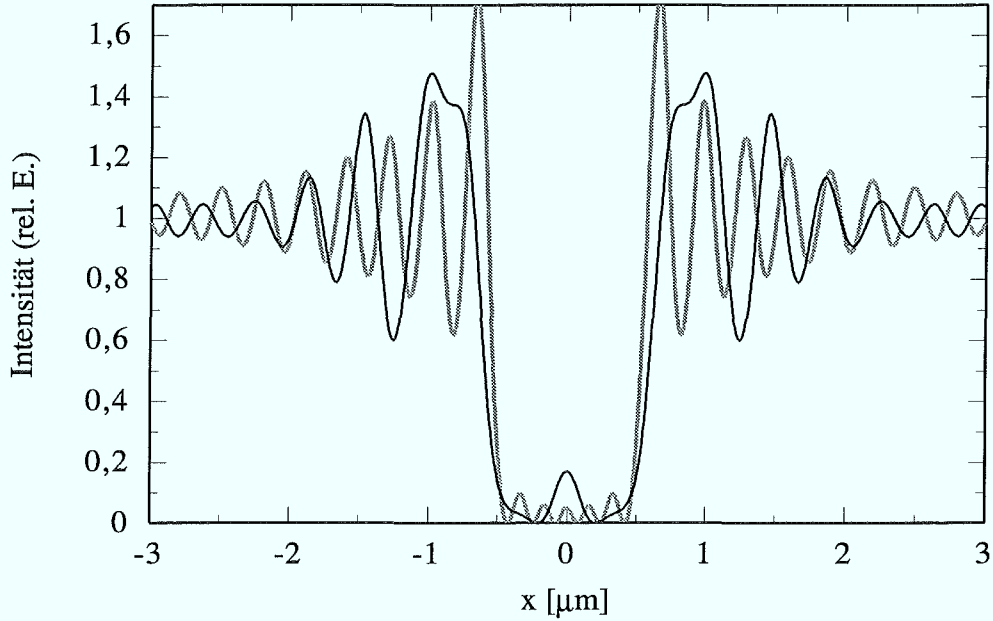


Abb. 3.4 Beugungsmuster eines $1,0 \mu\text{m}$ breiten Steges $0,1 \mu\text{m}$ unter der Resistoberfläche für $\lambda = 302 \text{ nm}$. Grau ist die relative Intensität des unmittelbar einfallenden Lichts dargestellt, schwarz diejenige des von der Probenoberfläche reflektierten Lichts.

wird der Abstands von der Quelle r in eine Potenzreihe entwickelt und es werden in der Amplitude höhere als lineare und in der Phase höhere als quadratische Terme vernachlässigt (siehe z. B. [8]). Hier liefert diese Näherung erst für Abstände von der Maske $z \geq 1,5 \mu\text{m}$ ähnliche Ergebnisse wie die exakte Rechnung, ist also nicht brauchbar. Die Intensität am Punkt P ist (nicht genähert)

$$I_P(x, z) \sim \left[\int_{-\infty}^{-b/2} \frac{1}{\sqrt{r}} e^{-\frac{\alpha}{2}r} \sin\left(k(r-z) + \frac{\pi}{2}\right) dx_Q + \int_{b/2}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{r}} e^{-\frac{\alpha}{2}r} \sin\left(k(r-z) + \frac{\pi}{2}\right) dx_Q \right]^2, \quad (3.2)$$

wobei die Phase so gewählt wurde, daß die Integranden bei $x_Q = x$ das absolute Maximum haben. Eigentlich müßte über alle Phasen gemittelt werden. Da sich die Integrale in (3.2) aber nur numerisch bestimmen lassen, wurde eine feste Phase für alle Punkte P gewählt, damit sich die Intensitäten an diesen Punkten miteinander vergleichen lassen. Durch diese spezielle Wahl wird die Intensität im geometrischen Schatten der Maske minimal im Ver-

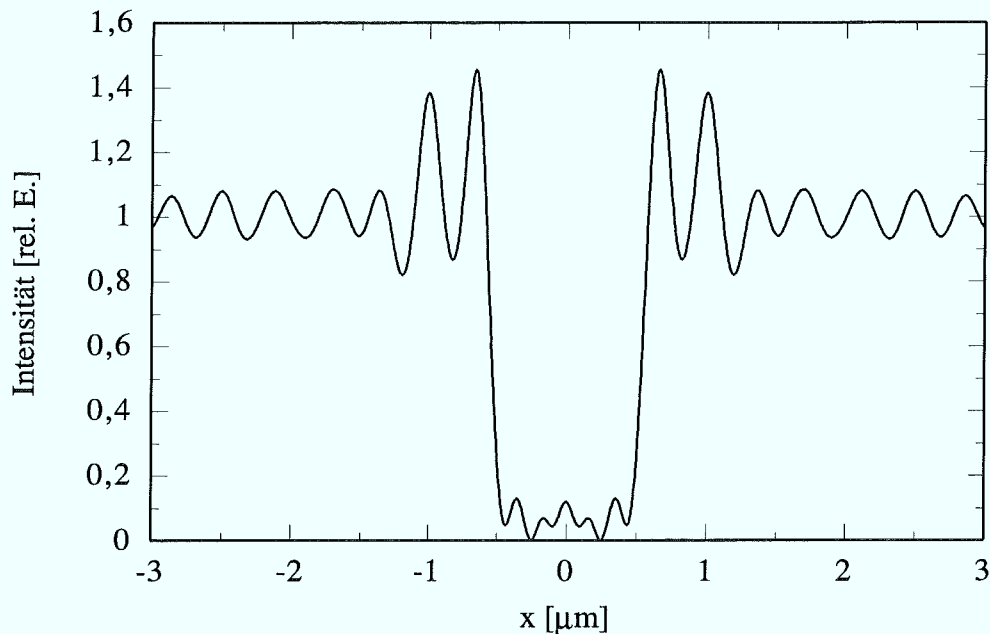


Abb. 3.5 Gemitteltetes Beugungsmuster (siehe Text) eines $1,0\ \mu\text{m}$ breiten Steges $0,1\ \mu\text{m}$ unter der Resistoberfläche.

gleich zu anderen Phasenlagen, die Berechnung liefert also die mindeste zu erwartende Belichtung unterhalb des Chromstegs.

Im Resist überlagern sich die Beugungsmuster verschiedener Wellenlängen. Es wurden die vier Wellenlängen im mittleren UV-Bereich gewählt, bei denen die spektrale Strahlstärke der Quecksilberdampf Lampe besonders hoch ist, nämlich die Quecksilberlinien $\lambda = 302\ \text{nm}$, $313\ \text{nm}$, $334\ \text{nm}$ und $365\ \text{nm}$. Die Absorptionskoeffizienten des AZ Resists für diese Wellenlängen lassen sich näherungsweise aus [124] entnehmen; dort ist die Transmission eines $1,45\ \mu\text{m}$ dicken Resistfilms als Funktion der Wellenlänge dargestellt. Folgende Werte für α wurden aus dem Diagramm als Mittelwerte für unbelichteten und belichteten Resist abgelesen:

λ	[nm]	302	313	334	365
$\alpha/2$	$[\mu\text{m}^{-1}]$	0,5	0,4	0,2	0,2
Wichtung [1]		1	2	1	3

Der Wichtungsfaktor berücksichtigt dabei die relative spektrale Strahlstärke der Quecksilberlinien.

Experimentell wird beobachtet, daß die Belichtung in der Mitte des geometrischen Schattens eines schmalen Chromstegs stärker ist als am Rand des

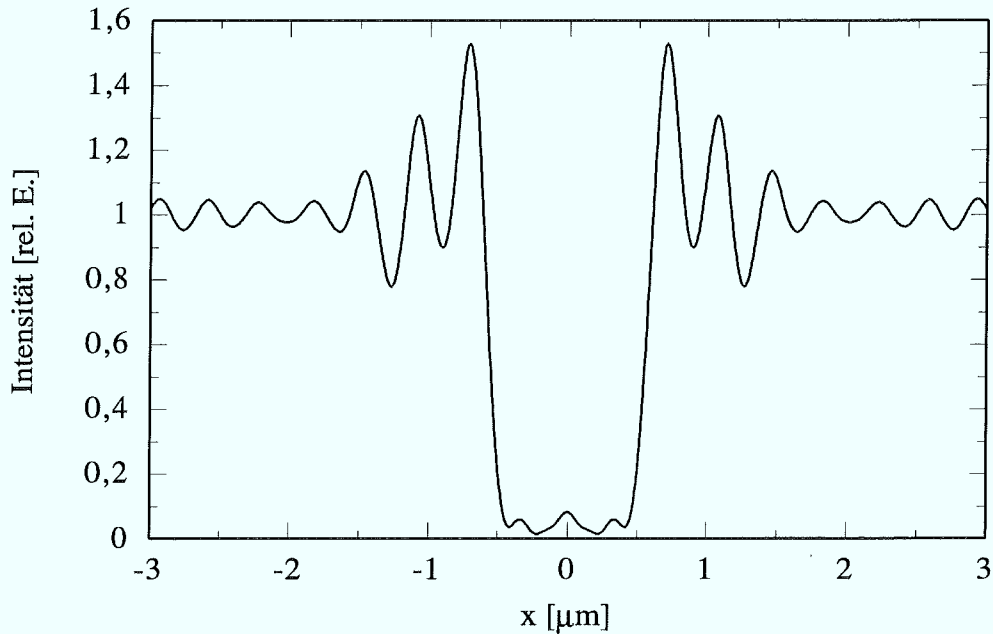


Abb. 3.6 Gemittelttes Beugungsmuster (siehe Text) eines $1,0\ \mu\text{m}$ breiten Steges $0,2\ \mu\text{m}$ unter der Resistoberfläche.

Schattens (siehe Abbildung 3.2). Solch ein Beugungsmuster erwartet man im Rahmen der FRESNEL-Beugung, also nicht unmittelbar unter dem Chromsteg, sondern in einiger Entfernung ($\sim 1,5\ \mu\text{m}$). In Abbildung 3.4 sind die Intensitätsmuster kurz unter der Resistoberfläche ($z = -0,1\ \mu\text{m}$) des direkt einfallenden und des von der Oberfläche der Probe reflektierten Lichts dargestellt. Die Intensität des direkt einfallenden Lichts oszilliert im Schatten mehrfach, wobei diese Oszillationen am Rand des Schattens größer sind als in dessen Mitte; das von der Probenoberfläche reflektierte Licht zeigt dagegen auf der gleichen Höhe z im Lack in der Mitte des Schattens ein einziges Maximum. Bei der Berechnung des gemittelten Intensitätsmusters wird eine Reflexion an der Probenoberfläche und eine Reflexion am Chromsteg berücksichtigt. Für $\lambda = 300 \dots 400\ \text{nm}$ beträgt das Reflexionsvermögen von InP $R \approx 0,4$ und unterscheidet sich in diesem Wellenlängenbereich kaum von denjenigen von InAs und GaAs [28]. Im selben Wellenlängenbereich beträgt das Reflexionsvermögen von Chrom $R \approx 0,5$ [27].

In Abbildung 3.5 ist das gemittelte Beugungsmuster des Chromstegs $0,1\ \mu\text{m}$ unter der Resistoberfläche dargestellt. Es entsteht durch Überlagerung der neun Muster des direkt einfallenden, von der Probe reflektierten und danach vom Chromsteg reflektierten Lichts für die jeweils drei oben genannten Wellenlängen. Abbildung 3.6 zeigt das gemittelte Beugungsmuster $0,2\ \mu\text{m}$ unter der Resistoberfläche, also in einer Tiefe, die der Rinne in Abbil-

dung 3.2 entspricht. Die Entstehung dieser Rinne wird durch die berechneten Beugungsmuster erklärt, denn sie zeigen, daß die Belichtung in der Mitte des geometrischen Schattens stärker ist als am Rand. Die genaue Form des Lackprofils kann durch die Beugungsmuster allerdings nicht verstanden werden, weil der Entwicklungsprozeß diffusionskontrolliert stattfindet und somit nicht unmittelbar dem Intensitätsverlauf bei der Belichtung folgt. Außerdem werden sich bei den hier angewendeten langen Entwicklungsdauern auch lokale Konzentrationsunterschiede im Entwickler dadurch bemerkbar machen, daß die Mitte des Lackstegs stärker entwickelt wird als der Rand, weil in der Mitte mehr unverbrauchter Entwickler zur Verfügung steht. Der Hersteller des Entwicklers empfiehlt, zur Vermeidung dieses Effekts den Entwickler durch Umrühren o. ä. ständig zu durchmischen [124]. Eine optische Kontrolle des Entwicklungsvorgangs ist allerdings nur bei ruhendem Entwickler möglich. Sie war hier für die Probenherstellung hilfreicher als die Vermeidung von Konzentrationsunterschieden im Entwickler. Insgesamt sind also eine Verrundung der berechneten Beugungsmuster und eine relativ stärkere Entwicklung in der Mitte des geometrischen Schattens der Maske zu erwarten.

In diesem Abschnitt wurde gezeigt, daß es bei der UV-Lithografie zu einer signifikanten Belichtung im geometrischen Schatten der Maske kommt, wenn die Breite der Strukturen auf der Maske in der Größenordnung der erreichbaren Auflösung (bei der mittleren UV-Lithografie und Kontaktbelichtung $\sim 0,5 \mu\text{m}$) liegt. Die Belichtungszeit muß dann auf etwa 5% genau optimiert werden.

3.1.2 Elektronenstrahlolithografie

Für die Elektronenstrahlolithografie wurden die Resiste AR-P 641.04, 651.04 und 661.06 der Firma Allresist benutzt. Sie enthalten Polymethylmethacrylat (PMMA) mit entsprechendem Polymerisationsgrad als Positivresist, d. h. die belichteten Stellen ergeben nach dem Entwickeln Fenster im Lack. Der Elektronenstrahl (Elektronenenergien typischerweise 20 keV) spaltet während der Belichtung die Nebenkette vor oder hinter der Carbonylgruppe von der Hauptkette ab. In einer Sekundärreaktion trennt sich dann die Hauptkette an diesen Stellen [16]. Auf diese Weise reduziert die Belichtung den Polymerisationsgrad des Resists. Die Entwicklung geschieht in einem organischen Lösungsmittel, wobei die Lösungsgeschwindigkeit mit abnehmendem Polymerisationsgrad stark zunimmt. Durch die Entwicklungsdauer läßt sich die Größe der Fenster in gewissen Grenzen variieren, im Gegensatz zur UV-Lithografie, bei der sich eher der gesamte Lackfilm (ab)löst, bevor sich die Größe der Fenster signifikant ändert.

Für Lift-off-Schritte lassen sich negative Lackflanken (wie beim Umkehrprozeß mit Fotoresisten) erreichen, indem man einen *Zweischichtlack* verwendet. Für den ersten Lackfilm auf der Probenoberfläche wird dabei ein geringerer Polymerisationsgrad als für den zweiten, darauf liegenden Film gewählt. Hier wurde die Schichtfolge 200k/496k (jeweils Molmassen in kg/kmol) benutzt. Beim Entwickeln löst sich der erste Lackfilm dann schneller, wodurch der zweite Film einen Überhang bildet.

Für Ätzschritte sollte ein möglichst stabiler Lack mit hohem Polymerisationsgrad gewählt werden. Hier wurde 600k-Resist benutzt. Selbst dieser eignet sich nur bedingt als Ätzmaske, da PMMA mechanisch nicht sehr belastbar ist.

Ein Elektronenstrahlschreiber ist im Prinzip ein rechnergesteuertes Rasterelektronenmikroskop. Die Maske ist hierbei eine Datei, in der die zu schreibende Struktur in Form einfacher Polygone vorliegt. Jedem Polygon ist dabei eine bestimmte Dosis zugeordnet. Der Rechner steuert das Elektronenmikroskop beim Rastern der Oberfläche so, daß die Verweildauer des Elektronenstrahls bei konstanter Intensität in jeder Rasterzelle die gewünschte Dosis ergibt. Besonders leistungsfähige Geräte passen dabei den Strahldurchmesser der Polygongröße an.

Obwohl es keine Beugungseffekte bei der Elektronenstrahlolithografie gibt, ist die erreichbare Auflösung mit etwa 50 Nanometern deutlich geringer als aufgrund der Wellenlänge (die Energie von 20 keV entspricht einer Wellenlänge von 0,06 nm) zu erwarten. Dies liegt an der Streuung der Elektronen im Resist, der Rückstreuung von Elektronen an der Probenoberfläche und der Emission von Sekundärelektronen aus der Probe in den Resist. Dadurch kommt es zu einer Überbelichtung insbesondere der Ecken einer geschriebenen Struktur, dem sogenannten *Proximity-Effekt*. Insbesondere wird durch den Proximity-Effekt die Belichtung einer negativen Struktur, hier das Schreiben zweier eng benachbarter, großer Fenster statt eines langen, schmalen Steges, erschwert. Als Belichtungskorrektur muß die Dosis der Fenster zu den Ecken hin reduziert werden. Trotzdem war die Kombination von UV- und Elektronenstrahlolithografie, bei der solche eng benachbarten, großen Fenster benötigt werden, nicht erfolgreich. Nach mehreren Versuchen wurde schließlich die gesamte Struktur positiv ausschließlich elektronenstrahlgeschrieben.

Die Proben wurden zunächst an einem SEM 525 M Rasterelektronenmikroskop der Firma PHILIPS belichtet. Die Justagegenauigkeit dieses Mikroskops war allerdings für den in Abschnitt 3.5 beschriebenen Prozeß nicht hoch genug. Außerdem war es mit diesem Gerät nicht möglich, die gesamte Struktur mit einer Kantenlänge von einem Millimeter in der notwendigen Detailauflösung zu schreiben. Deshalb wurden die Proben schließlich am wesentlich leistungsfähigeren PHILIPS EBPG 5 HR Elektronenstrahlschreiber

belichtet, der durch Umschalten des Strahldurchmessers auch beim Belichten großer Proben (wie Masken für die UV-Lithografie mit 10 cm Kantenlänge) eine Detailauflösung und eine Justagegenauigkeit von jeweils 50 nm erreicht.

3.2 Ätzverfahren

Um in einer Halbleiterheterostruktur eine elektrisch leitende Geometrie zu definieren, wird das Probenmaterial außerhalb dieser gewünschten Struktur durch Ätzverfahren bis unter die leitende Schicht (das 2DEG) abgetragen. Die Struktur wird dabei durch eine Lack- oder Metallmaske, die gegenüber dem Ätzverfahren mechanisch und chemisch stabil ist, auf der Halbleiteroberfläche bestimmt. Diese Ätzmaske wird mittels der im letzten Abschnitt beschriebenen mikrolithografischen Methoden hergestellt.

Ein Ätzschritt kann auch alternativ zu einem Lift-off-Schritt erfolgen, um auf dem Substrat deponierte dünne Schichten zu strukturieren. In diesem Fall wird die Lackmaske nicht vor der Deposition auf die Probe gebracht, sondern das Substrat wird zunächst vollständig beschichtet, dann wird die Ätzmaske aufgebracht und die deponierte dünne Schicht anschließend an den offenen Stellen der Maske wieder entfernt. Dafür muß ein Ätzverfahren gewählt werden, das sowohl für die Lackmaske als auch für das Substrat eine geringe Abtragsrate aufweist.

Der Ätzschritt kann in einer Flüssigkeit erfolgen. Als Ätzlösung wird meistens eine wässrige Lösung von Oxidationsmitteln und oxidlösenden Bestandteilen verwendet. Manche Oxidationsmittel, insbesondere Säuren, lösen das Substratmaterial vollständig auf und sind so ohne Zusatzstoffe verwendbar (z. B. Salzsäure zum Ätzen von InP). Dieses *naßchemische Ätzen* ist mit geringem experimentellen Aufwand durchführbar und ermöglicht hohe, selektive Ätzraten. Außerdem läßt sich die Geometrie der Ätzflanken durch die Zusammensetzung der Ätzlösung stark variieren. Nachteilig ist die vergleichsweise geringe Reproduzierbarkeit des Ätzprofils, insbesondere die schlechte Kontrolle der Äztiefe.

Alternativ zum naßchemischen Ätzen werden Trockenätzverfahren verwendet. Hierbei wird die Probe nicht in eine Ätzlösung getaucht, sondern in eine Vakuumkammer eingeschleust und dort mit Ionen beschossen. Die Ionenenergien betragen dabei wenige 100 eV, sind also hoch genug, um chemische Bindungen in der Probenoberfläche aufzubrechen und Teilchen durch Impulsübertrag von der Probe zu entfernen. Sie sind andererseits so niedrig, daß die Ionen praktisch nicht in der Probe implantiert werden. Werden inerte Ionen (z. B. Ar^+) für das Ätzverfahren verwendet, so gibt es nur die physikalische Komponente des Impulsübertrags. Beim *Reaktiven Ionenätzen*,

kurz *RIE*¹, kommen Ionen zum Einsatz, die auch eine chemische Reaktion mit der Probe eingehen. Der Vorteil des RIE liegt in der hohen Reproduzierbarkeit des Ätzprofils und der besseren Kontrolle der Ätztiefe. Allerdings sind die Ätzraten deutlich geringer als beim naßchemischen Ätzen und die Variationsmöglichkeiten des Ätzprofils stark eingeschränkt.

3.2.1 Naßchemisches Ätzen

Um bei S/II/S-Kontakten eine gute Kopplung zwischen den beiden supra-leitenden Elektroden zu erreichen, soll die Breite des 2DEG zwischen den Elektroden $L < 1 \mu\text{m}$ sein. Viele bewährte Ätzlösungen² erzeugen Flanken mit einem Winkel $\sim 45^\circ$, sogenannte *Mesa-Flanken*. Solch ein Ätzverhalten ist für die Herstellung schmaler Stege nicht geeignet, da bei einer üblichen Ätztiefe von 250 nm die Breite des Kanals L etwa $0,5 \mu\text{m}$ größer ausfällt als durch die Ätzmaske definiert. Stattdessen wird ein Rezept benötigt, das senkrechte oder besser noch negative Ätzflanken, sogenannte *inverse Mesa-Flanken*, erzeugt. Wünschenswert ist auch eine kontrollierbare *Unterätzung* des Halbleiters. Darunter versteht man einen lateralen Abtrag von Probenmaterial unter der Ätzmaske; das Unterätzen führt also zu einem Ätzprofil, das schmaler ist als die Ätzmaske. Dabei ist wichtig, daß die laterale Ätzrate nicht deutlich größer ist als diejenige senkrecht zur Probenoberfläche, da sonst das Probenmaterial unter dem schmalen Steg der Ätzmaske komplett entfernt und die Probe damit zerstört wird. In diesem Sinne geeignete Ätzlösungen erzeugen in einer Raumrichtung Mesa-Flanken und in der dazu senkrechten Raumrichtung senkrechte oder negative Ätzflanken.

Um das Ätzprofil und die Raumrichtungsabhängigkeit des Ätzverhaltens beschreiben zu können, werden im folgenden die für die verwendeten III-V-Halbleiter wichtigen kristallografischen Grundlagen erörtert. Die Verbindungshalbleiter InP, InAs, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ und GaAs kristallisieren im *Zinkblende-Gitter*, das man sich als Kombination zweier gegeneinander verschobener kubisch flächenzentrierter Gitter vorstellen kann, wobei die Atome aus der III. Gruppe des Periodensystems das eine kubisch flächenzentrierte Gitter, im folgenden als A-Gitter bezeichnet, und die Gruppe V-Atome das andere, das B-Gitter, aufbauen. Das Zinkblende-Gitter entspricht einem Diamantgitter, bei dem die Gitterplätze alternierend von A- und B-Atomen besetzt sind, ein A-Atom ist kovalent an vier B-Atome gebunden und umgekehrt. Der Kristall ist gemischt ionogen-kovalent, weil die B-Atome in der

¹Reactive Ion Etching

²Als Beispiel sei hier das in unserer Arbeitsgruppe beliebte [113] Rezept [37]

1 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: 2 HBr : 2 H_3PO_4 genannt.

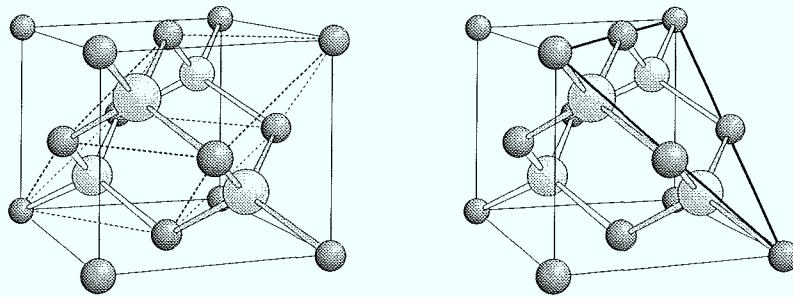


Abb. 3.7 Kubische Elementarzelle des Zinkblende Gitters: Die A-Atome sind grau, die B-Atome schwarz dargestellt. Im Beispiel InP besetzen die In-Atome die A-Gitterplätze und die P-Atome die B-Gitterplätze. Die primitive Elementarzelle enthält nur zwei Atome, von jeder Sorte eins, und ist links gestrichelt in die größere kubische Zelle, die acht Atome enthält, einbeschrieben. Rechts ist die $(1\bar{1}1)_B$ -Netzebene dargestellt. Das Koordinatensystem ist entlang den Würfelkanten folgendermaßen ausgerichtet: Die x -Achse zeigt von vorne nach rechts hinten, die y -Achse von vorne nach links hinten und die z -Achse von unten nach oben.

Bilanz ein Elektron an die A-Atome abgeben, wodurch die energetisch günstige, von den Elementen der IV. Gruppe her bekannte, tetraedrische Bindung ermöglicht wird. Das Zinkblende-Gitter hat eine niedrigere Symmetrie als das Diamantgitter, ihm fehlt das Symmetriezentrum. Diese beiden Charakteristika, ionogener Anteil in der Kristallbindung und geringere Symmetrie, sind die Ursache für die gegenüber den Gruppe IV-Halbleitern vorteilhaften elektronischen Eigenschaften (zu Kristallstruktur und physikalischen Eigenschaften der III-V-Halbleiter siehe z. B. [1], [9] und [35]). In Abbildung 3.7 ist die kubische Elementarzelle des Zinkblende-Gitters dargestellt. Die primitive Elementarzelle ist rhomboedrisch und enthält zwei Atome; sie kann in die kubische Zelle einbeschrieben werden, indem man die Spitzen des Rhomboeders entlang einer Raumdiagonalen in die Kubusecken und die verbleibenden sechs stumpfen Ecken des Rhomboeders in die flächenzentrierten Atome des Kubus legt.

Da das gewünschte Ätzverhalten nur in einer Raumrichtung auftritt, ist es für die Probenpräparation notwendig, die Kristallorientierung zu kennen. Im folgenden werden die Symbole eingeführt, mit denen Ebenen und Raumrichtungen in einem (dreiachsigen) Kristall bezeichnet werden.

(...) Mit runden Klammern wird eine Schar paralleler Netzebenen bezeichnet. Diese MILLER-Indizes sind die kleinsten ganzen Zahlen h , k , l im Verhältnis $1/a : 1/b : 1/c$, wobei die Schnittpunkte der Netzebenen dieser Schar mit den Koordinatenachsen bei $a e_x$, $b e_y$ und $c e_z$ liegen. Negative Indizes werden durch einen Querstrich über der Zahl dargestellt.

{...} Mit MILLER-Indizes in geschweiften Klammern wird bei einem Kristall hoher Symmetrie die Menge der Netzebenen bezeichnet, die sich durch

Symmetrieoperationen miteinander identifizieren lassen.

[...] Mit den *Zonen-Indizes* in eckigen Klammern wird der Vektor einer Raumrichtung angegeben. Die Achsen des Koordinatensystems sind [100], [010] und [001]. Eine Zone ist die Menge aller Ebenen, die parallel zur Zonenachse sind.

⟨...⟩ Mit Zonen-Indizes in spitzen Klammern wird die Menge aller Zonenachsen bezeichnet, die sich durch Symmetrieoperationen miteinander identifizieren lassen.

In Abbildung 3.7 ist rechts die $(1\bar{1}1)_B$ -Netzebene dargestellt. Im Zinkblende-Gitter werden die $\{111\}$ -Netzebenen entweder ausschließlich durch A- oder B-Atome besetzt. Während die Atome in der $(1\bar{1}1)_B$ -Netzebene dreifach gebunden sind, sind die $(1\bar{1}1)_A$ -Atome nur einfach gebunden; eine $(1\bar{1}1)$ -Kristalloberfläche wird also aus B-Atomen bestehen. Es gibt deshalb im Zinkblende-Gitter zwei $\{111\}_A$ -Facetten, nämlich die $(111)_A$ - und $(\bar{1}\bar{1}1)_A$ -Ebenen, und zwei $\{111\}_B$ -Facetten, die $(1\bar{1}1)_B$ - und $(\bar{1}11)_B$ -Ebenen. Diese sind in Abbildung 3.8 am Beispiel des InP-Kristalls grau bzw. schwarz hervorgehoben.

Für die in dieser Arbeit benutzten InP-Wafer gilt folgende Konvention: Die Scheiben sind etwa 0,35 mm hoch, die Rückseite ist rau, die Oberseite spiegelnd poliert. Die polierte Oberfläche der Wafer ist bis auf einen Fehler von $\pm 0,5^\circ$ die (001)-Ebene. Die Kristallorientierung wird durch eine lange Kante, die Orientierungskante, und eine kurze, die Identifizierungskante, angegeben: Die Ebenen an diesen Kanten stehen senkrecht auf der Waferoberfläche und sind $(\bar{1}\bar{1}0)$ - bzw. $(\bar{1}10)$ -Netzebenen. In diesen Ebenen liegen die chemischen Bindungen des InP; sie sind in Abbildung 3.8 rechts unten skizziert.

Wenn der Wafer in kleinere Stücke zerteilt werden soll, wird die Oberfläche mit einem Diamant-Waferritzer entsprechend den gewünschten Teilstücken parallel zu den Waferkanten geritzt. Dieser Vorgang wird durch ein Mikroskop beobachtet und läßt sich durch Übersetzungen auf 1/100 mm genau ausführen. So ist es möglich, einzelne Bauelemente mit einer Kantenlänge von 1 mm aus einem Waferstück herauszulösen. Nach dem Ritzen wird der Wafer umgedreht und vorsichtig auf die strukturierte Oberfläche gelegt; mit einem dünnen Stab wird dann entlang der Ritze sanfter Druck auf die Unterseite ausgeübt, bis der Wafer in die so definierten Stücke zerbricht. InP ist so zerbrechlich, daß es auch ohne vorheriges Anritzen mit einem Skalpell gespalten werden kann. Das Skalpell muß senkrecht auf die Waferkanten angesetzt werden. Wenn der Druck auf die Kanten langsam erhöht wird, springt der Wafer entlang der $\langle\bar{1}\bar{1}0\rangle$ - und $\langle\bar{1}10\rangle$ -Richtungen.

Wenn zur Probenherstellung kein entsprechend großes Waferstück zur Verfügung steht, so daß die Kristallorientierung nicht an den Waferkanten ab-

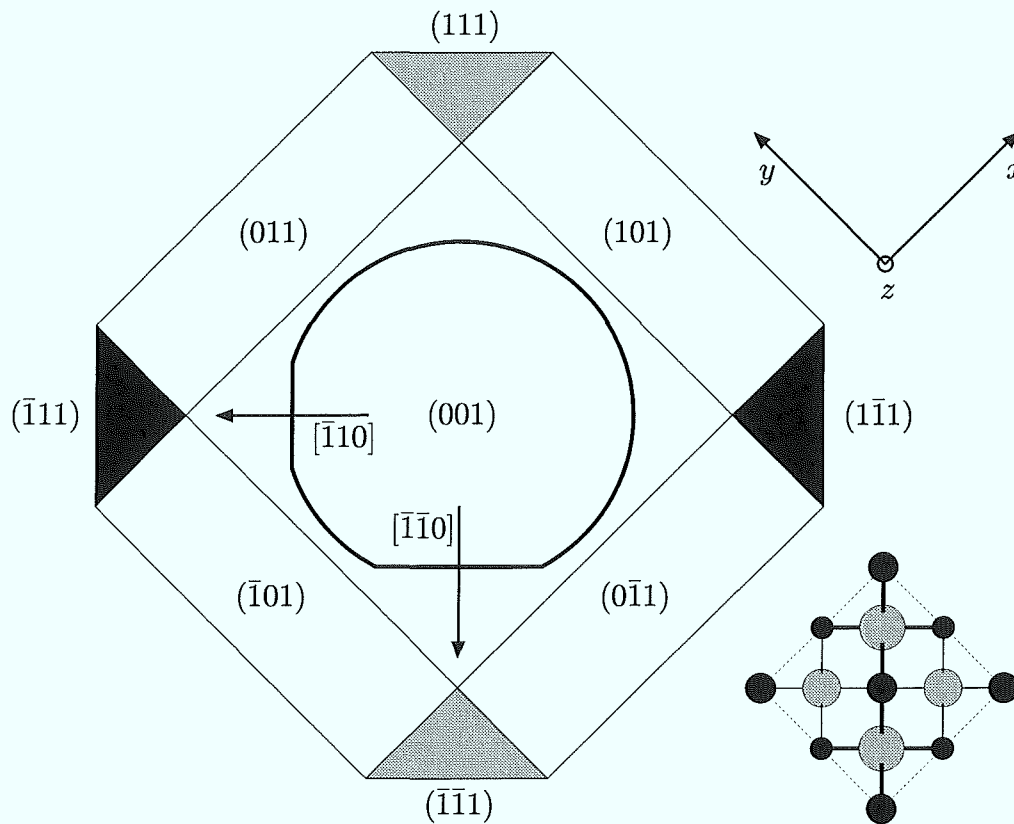
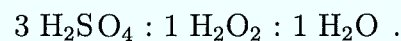


Abb. 3.8 Europäische, Japanische und Crysta Comm Konvention für die in dieser Arbeit benutzten InP-Wafer: Die polierte Oberfläche ist die (001)-Ebene. Die Orientierung wird durch zwei Kanten definiert; die primäre oder Orientierungskante hat eine Länge von 13...17 mm, die sekundäre oder Identifizierungskante ist 6...10 mm lang. Die Oberfläche an der Orientierungskante ist die $(\bar{1}\bar{1}0)$ -Ebene, diejenige an der Identifizierungskante die $(\bar{1}\bar{1}0)$ -Ebene. Mit den beiden Pfeilen sind die zugehörigen Kristallrichtungen markiert; die chemischen Bindungen liegen in den $\{1\bar{1}0\}$ - und $\{\bar{1}10\}$ -Ebenen, so daß der Kristall beim Spalten entlang dieser Richtungen springt. Die amerikanische SEMI Konvention hat $(1\bar{1}0)$ primäre und (110) sekundäre Kanten. Der dünn gezeichnete Rahmen um den Wafer stellt die Aufsicht auf Netzebenen dar, die mit der Waferoberfläche 45°- (weiß) bzw. 55°-Winkel (grau, schwarz) bilden. Grau sind die $\{111\}_A$ In-Facetten, schwarz die $\{111\}_B$ P-Facetten, die das Ätzverhalten von InP entscheidend beeinflussen, hervorgehoben.

gelesen werden kann, ist die Identifizierung der $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ - und $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtungen auch mit Hilfe eines Ätzschritts möglich [86]. Eine geeignete Ätzlösung ist z. B.



Man bricht vom Waferstück unbekannter Orientierung ein kleines Teststück so ab, daß dessen Lage relativ zum Waferstück eindeutig ist. Dieses Teststück

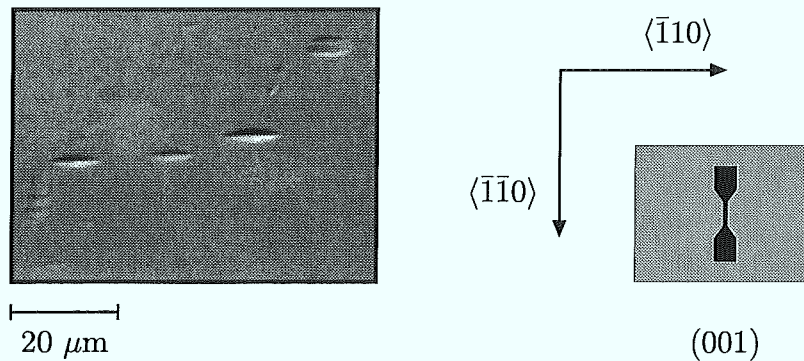


Abb. 3.9 Lanzettförmige Ätzgruben in einer $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur: Mit Hilfe dieser charakteristischen Gruben läßt sich die Kristallorientierung mit geringem Aufwand bestimmen. Rechts sind die Kristallrichtungen der abgespaltenen Waferstücke und die Orientierung der Maske relativ zu den Waferstücken angegeben. In dieser Orientierung erfolgt Unterätzung unter dem Steg der Ätzmaske.

wird dann einige Minuten in der (nach der Zubereitung noch heißen) Schwefelsäure-Wasserstoffperoxid-Lösung geätzt. An Gitterfehlern bilden sich dabei lanzettförmige Gruben, deren große Achse in $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung liegt. In Abbildung 3.9 ist ein Beispiel für solche charakteristischen Ätzgruben dargestellt.

Als erster Schritt der Probenherstellung wurden größere Waferstücke (halbe oder viertel Wafer, wie sie von der Epitaxiegruppe gewachsen wurden) in $8 \times 6 \text{ mm}^2$ große Teile gespalten, wobei die längere Kante dieser Teilstücke jeweils parallel zur Orientierungskante der Wafer war, wie in Abbildung 3.9 gezeigt.

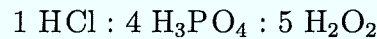
Die ersten Ätzversuche wurden mit selektiven Ätzlösungen unternommen; dabei wurden die InP- und die InGaAs-Schichten in verschiedenen Lösungen, die eine hohe Selektivität³ für das jeweilige Material haben, geätzt. Es war nicht möglich, auf diese Weise schmale Stege ($b \leq 2 \text{ µm}$) in die Heterostruktur zu ätzen, weil die Unterätzung insbesondere der InP-Barrierschicht zu groß war. Es wurden deshalb nicht-selektive Ätzlösungen⁴ ausprobiert, die (in einer Kristallrichtung) senkrechte oder inverse Flanken liefern. Die folgenden beiden nicht-selektiven Rezepte erwiesen sich als geeignet.

³Als Selektivität bezeichnet man das Verhältnis der Ätzrate einer Ätzlösung für ein bestimmtes Material, das im Ätzschritt abgetragen werden soll, zu der Ätzrate dieser Lösung für ein anderes Material auf der gleichen Probe, das möglichst nicht angegriffen werden soll.

⁴Zusammenfassungen gebräuchlicher selektiver und nicht-selektiver Lösungen zum naß-chemischen Ätzen von InGaAs und InP findet man z. B. in [12] und in den Artikeln [36], [38] und [100].

Salzsäure-Phosphorsäure-Wasserstoffperoxid

Die Salzsäure-Phosphorsäure-Wasserstoffperoxid-Lösung

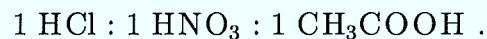


erzeugt inverse Mesa-Flanken, $\{3\bar{3}2\}$ -Flächen, wie in Abbildung 3.10 dargestellt. Diese Flächen können auf mikroskopischer Skala (innerhalb einer kubischen Elementarzelle) nicht als freie Oberflächen entstehen; sie werden durch Stufen aus $\{1\bar{1}\bar{1}\}$ - und $\{1\bar{1}1\}$ -Ebenen gebildet [51]. Mit diesem Rezept läßt sich durch die inversen Mesa-Flanken eine Breite des leitenden Kanals L deutlich geringer als die entsprechende Breite b auf der Chrommaske erzielen. Hier war $b = 2,0 \text{ } \mu\text{m}$, der Lacksteg war $1,8 \text{ } \mu\text{m}$ breit und $L = 1,3 \text{ } \mu\text{m}$. Allerdings hat diese Ätzlösung auch Nachteile: Die Kombination von Phosphorsäure und Wasserstoffperoxid greift AZ Fotoresist an; der Lack kann weitgehend dagegen geschützt werden, indem er nach dem Entwickeln auf einer Heizplatte 15 min bei $150 \text{ }^\circ\text{C}$ gehärtet wird. Dabei schmilzt das ursprünglich eher rechteckige Profil des Lackstegs kreissegmentförmig zusammen, wie auf dem Foto zu erkennen. Trotz dieser Härtung ist der Lack aber nicht vollständig resistent gegen die Ätzlösung, so daß die in der Abbildung zu erkennende Unterätzung schwer kontrollierbar ist. Außerdem muß die Probe während des Ätzvorgangs sehr ruhig gehalten werden⁵, da es sonst durch das Wasserstoffperoxid zu einer starken Blasenbildung kommt, was zu sehr rauen geätzten Oberflächen führt. Die Ätzrate für die verwendeten Heterostrukturen beträgt für die frisch zubereitete Lösung bei Raumtemperatur

$$\frac{\partial z}{\partial t} = 6,2 \text{ nm s}^{-1} \quad .$$

Königswasser-Essigsäure

Das zweite benutzte Rezept war



Diese Kombination greift ebenfalls ungehärteten AZ Resist an und hat eine große laterale Ätzrate für InP, wodurch die oben liegende Barrierenschicht stark unterätzt wird. Reines Königswasser ergibt in $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ senkrechte $\{1\bar{1}0\}$ -Ätzflanken [38], hat aber eine zu hohe Ätzrate von 110 nm s^{-1}

⁵Ganze Wafer werden üblicherweise mechanisch fixiert in einer Halterung in die Ätzlösung getaucht. Bei kleinen Proben ist das ruhig Halten nicht trivial, weil sie mit Hilfe einer Pinzette eingetaucht werden und während des Ätzens nicht aus der Hand gelegt werden können.

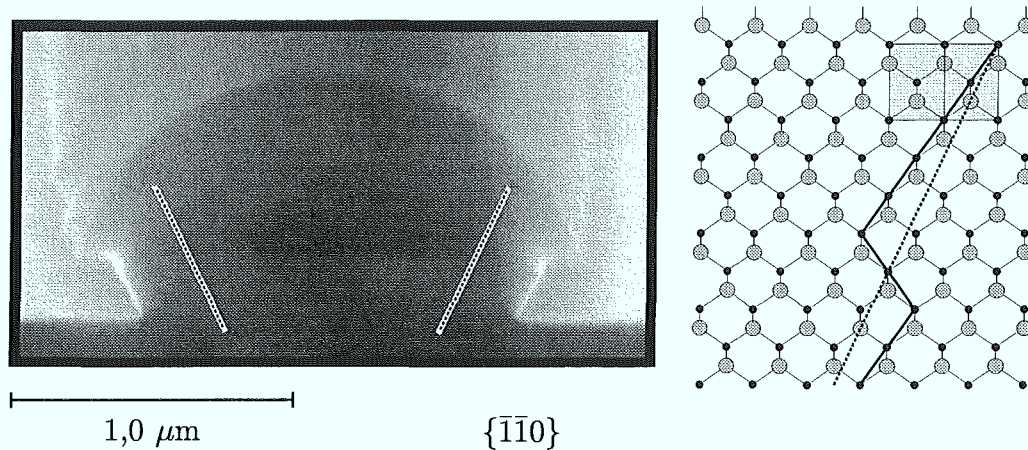


Abb. 3.10 Ätzlösung 1 HCl : 4 H_3PO_4 : 5 H_2O_2 : Die elektronenmikroskopische Aufnahme zeigt das Ätzprofil einer $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur in einer $\{\bar{1}\bar{1}0\}$ -Ebene. Rechts ist dargestellt, wie die $\{3\bar{3}2\}_A$ -Oberflächen durch Stufen aus $\{1\bar{1}\bar{1}\}$ - und $\{1\bar{1}1\}$ -Ebenen entstehen. Oben rechts in der Skizze ist eine Elementarzelle hellgrau hinterlegt.

und muß deshalb verdünnt werden. Eine Verdünnung mit Wasser führt zu ungeeigneten, flachen Ätzflanken. Eine Verdünnung mit Essigsäure erhält die steilen Flanken, führt aber zu der Aggressivität gegenüber ungehärtetem AZ Resist. Bei einem Mischungsverhältnis gleicher Teile der drei Säuren war das Unterätzen am besten zu kontrollieren. An Testproben mit SiO_2 -Ätzmasken waren die Ätzflanken im InP senkrecht und zeigten im $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ gegenüber der Probenoberfläche den typischen 125° -Winkel von $\{1\bar{1}\bar{1}\}_A$ -Facetten. Insgesamt war das Ätzverhalten jedoch meistens kristallografisch nicht eindeutig, was auf die starke Unterätzung der obersten InP-Schicht zurückzuführen ist; die Abhängigkeit des Ätzprofils vom Grad der Unterätzung wird z. B. in [14] untersucht. Ein typisches Ätzprofil in der $\{\bar{1}\bar{1}0\}$ -Ebene ist in Abbildung 3.11 zu sehen. Hier ist auch der für diese Raumrichtung charakteristische sanfte Anstieg des Ätzprofils zu den Flanken hin zu erkennen. In der dazu senkrechten $\langle\bar{1}10\rangle$ -Richtung fällt das Ätzprofil zu den Flanken hin ab, was sich bei DEKTAK-Messungen als deutlicher Einbruch in der Ätztiefe unmittelbar an einer geätzten Struktur äußert. Die frisch zubereitete Lösung ist zunächst farblos klar und zeigt innerhalb von etwa 10 Minuten einen Farbumschlag nach dunkelorange, der mit einer Blasenbildung einhergeht. Während dieser Zeit nimmt die Ätzrate deutlich zu. Die Proben wurden jeweils in der 10 Minuten alten, dunkelorange Lösung geätzt. Die Ätzrate beträgt dann bei Raumtemperatur

$$\frac{\partial z}{\partial t} = 26 \text{ nm s}^{-1} \quad .$$

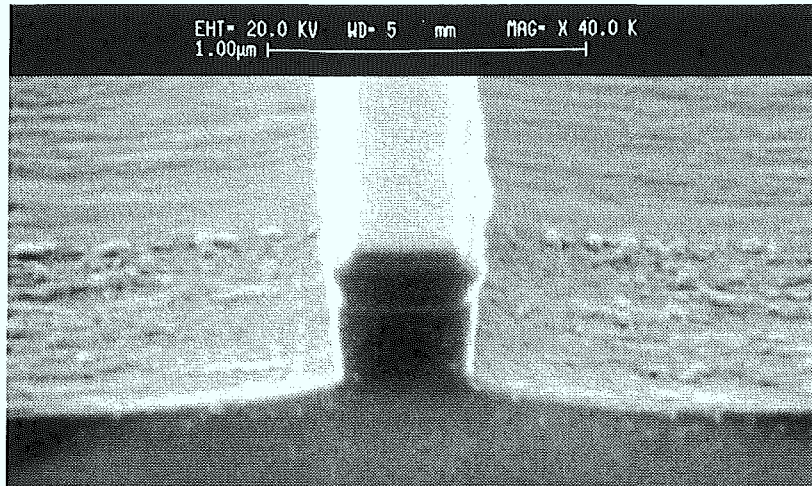


Abb. 3.11 Ätzlösung 1 HCl : 1 HNO₃ : 1 CH₃COOH: Unter idealen Bedingungen entstehen im InP {1 $\bar{1}$ 0}- und im In_xGa_{1-x}As {1 $\bar{1}$ $\bar{1}$ }_A-Oberflächen. Durch die starke Unterätzung des InP war das Ätzprofil kristallografisch meistens nicht eindeutig (vergleiche auch mit dem Profil in Abbildung 3.15).

Beide genannten Rezepte erzeugen in $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Richtung Mesa-Flanken, indem sie die oben beschriebenen {111}_A-Facetten freilegen. Diese Flanken bilden einen Winkel von 55° mit der (001)-Oberfläche. Für beide Rezepte kann der Ätzvorgang durch einen Hydrolysemechanismus verstanden werden: Die B-Atome reagieren dabei mit den H₃O⁺-Ionen zu Phosphin (PH₃) bzw. Arsin, die verbleibenden A-Atome reagieren zu Salzen wie Indiumchlorid [14]. An rauen Bruchkanten konnte bei Verwendung der Königswasser-Essigsäure-Lösung die Bildung braunoranger Kristalle, die sich nur schwer in Wasser lösen lassen, beobachtet werden. Von Trockenätzverfahren ist bekannt, daß sich speziell Phosphor wesentlich leichter aus dem Kristallverband entfernen läßt als die zugehörigen A-Atome. Es bilden sich dabei nichtstöchiometrische Oberflächen mit einem Überschuß an A-Atomen. Es könnte sein, daß auch beim naßchemischen Ätzen eine unvollständige Reaktion der A-Atome auftritt, daß also In etwa nicht als InCl₃ in Lösung geht, sondern als InCl an der geätzten Oberfläche vorliegt (zu den Eigenschaften der Indiumchloride siehe [24]). Weil B-Atome sich leichter aus dem Kristallverband herauslösen lassen, entstehen beim rein chemischen Ätzen auch bevorzugt die beschriebenen A-Oberflächen [63].

3.2.2 Reaktives Ionenätzen

Beim Reaktiven Ionenätzen wird Probenmaterial durch beschleunigte chemisch wirksame Ionen abgetragen. Die Probe befindet sich dabei in einer Vakuumkammer, in der ein geringer Druck des Prozeßgases durch geregel-

ten Zufluß bei laufenden Pumpen aufrecht erhalten wird, auf der mit Hochfrequenzstrom gespeisten Katode. Diese Probenelektrode kann durch eine Temperaturregelung auf eine für den jeweiligen Prozeß optimale Temperatur gebracht werden; meistens ist eine Kühlung sinnvoll. Über der Probe befindet sich parallel zur Katode die geerdete Gegenelektrode. Durch das Hochfrequenzfeld wird ein Plasma zwischen den Elektroden gezündet. Die Elektronen sind wesentlich beweglicher als die Ionen und verlassen das Plasma in einer charakteristischen Zeit, in der sich die Ionen praktisch nicht bewegen. In der einen Halbwelle der angelegten Hochfrequenzspannung fließen sie in die Gegenelektrode ab; da diese geerdet ist, baut sich dabei kein Potential auf. In der anderen Halbwelle bauen sie auf der Probenelektrode ein negatives Potential auf. Die so entstehende Spannung zwischen den Elektroden oszilliert so schnell, daß sie den trägen Ionen wie eine Gleichspannung erscheint. Sie hängt von der Plasmadichte, also dem Druck des Prozeßgases, und der eingekoppelten Hochfrequenzleistung ab. Für die Hochfrequenzspannung gilt nur die Bedingung, daß sie hoch genug sein muß, um das Plasma zu zünden. Die Gleichspannung beschleunigt die positiven Ionen auf die Probe. Bei niedrigem Gasdruck und hoher Beschleunigungsspannung treffen nahezu alle Ionen senkrecht auf die Probenoberfläche, das Ätzverhalten ist dann stark anisotrop (die Ätzrate in Einfallsrichtung der Ionen ist wesentlich höher als diejenige in die dazu senkrechten Raumrichtungen). Mit zunehmendem Gasdruck und bei niedrigen Beschleunigungsspannungen treffen auch Ionen mit geringem Impuls schräg auf die Probenoberfläche, und die chemische Komponente gewinnt an Bedeutung, wodurch sich bei manchen Rezepten auch ein isotropes Ätzverhalten, also die Ausbildung von Mesa-Flanken, erreichen läßt. Ein Überblick über Trockenätzverfahren wird z. B. in [6] gegeben.

Die Halbleiterheterostrukturen wurden in einem CH_4/H_2 -Plasma geätzt [112]. Bei diesem Ätzvorgang laufen die chemischen Reaktionen, die bei der Epitaxie die Heterostruktur aufbauen, rückwärts ab, es entstehen die Gase, die in der MOVPE als Edukte benutzt werden [95]. Dieser RIE-Prozeß ist prinzipiell auch eine plasmaunterstützte chemische Gasphasendeposition, kurz *PECVD*⁶, es entstehen also zwangsläufig Polymere während des Ätzens. Diese lagern sich an den Ätzflanken ab, passivieren deren Oberflächen und führen so zu einem exakt rechteckigen Ätzprofil. Die Polymere müssen, nachdem die gewünschte Äztiefe erreicht worden ist, in einem nachfolgenden RIE-Schritt mit einem O_2 -Plasma entfernt werden.

Beim Trockenätzen von InP mit diesem Rezept ist bekannt, daß es zu einer starken Anreicherung von In zur Oberfläche hin kommt [60, 108]. Dabei kann sich sogar metallisches Indium auf der Oberfläche bilden. Typischer-

⁶Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition

weise kommt es am Anfang dieses Ätzvorgangs ($t < 5$ min) zur Bildung von In-Tröpfchen auf InP, während bei längerer Ätzdauer ($t > 10$ min) keine Tröpfchen beobachtet werden. In unserer Arbeitsgruppe wurden Kurzschlüsse an RIE-geätzten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Proben beobachtet, die sich in diesem Zusammenhang durch die Bildung leitfähiger Indiumoxide auf der Oberfläche verstehen lassen. Je nach Indiumüberschuß kann Indiumoxid ein entartet dotierter Halbleiter sein [40, 111]. Diese Kurzschlüsse ließen sich vermeiden, wenn die Proben nach dem RIE-Schritt in verdünnte Flußsäure getaucht wurde, also alle Oxide von der Oberfläche entfernt wurden. Die Bildung von Indiumtröpfchen auf geätzten InP-Oberflächen ist beim Ar^+ -Ätzen besonders deutlich zu beobachten [48, 89, 106, 107].

Der Prozeßdruck beim CH_4/H_2 -Prozeß war $p = 0,018 \cdot 10^2$ Pa, das Gleichspannungspotential, das sich auf der Probenelektrode ausbildet, betrug (bei $P = 200$ W) $U = -570$ V. Damit waren die Ätzraten

$$\begin{aligned}\frac{\partial z}{\partial t}(\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}) &= 0,18 \text{ nm s}^{-1} \quad \text{und} \\ \frac{\partial z}{\partial t}(\text{InP}) &= 0,33 \text{ nm s}^{-1} \quad .\end{aligned}$$

Beim Prozeß mit Elektronenstrahlolithografie (Abschnitt 3.5) muß der in einem Lift-off-Schritt vorstrukturierte Nb-Film durch einen Ätzschritt auf dem Halbleitersteg durchtrennt werden. Dies geschah in der RIE-Kammer mit einem SF_6 -Plasma. Die Prozeßparameter waren dabei $p = 0,02 \cdot 10^2$ Pa und (bei $P = 50$ W) $U = -200$ V. Die Ätzrate war

$$\frac{\partial z}{\partial t}(\text{Nb}) = 1 \text{ nm s}^{-1} \quad .$$

Für die Ätzmaske wurde PMMA 600k-Resist benutzt. Wie bereits im Abschnitt über Elektronenstrahlolithografie erwähnt, muß hier die Maskenerosion beachtet werden, da PMMA mechanisch nur gering belastbar ist. Bei einer Schichtdicke von rund 200 nm darf die Ätzdauer drei Minuten nicht überschreiten, weil sonst die Ätzmaske durch die physikalische Komponente des Ionenätzens vollständig entfernt wird.

3.3 Metallisierungen

Dünne Metallfilme hoher Qualität können entweder durch Katodenzerstäuben oder Verdampfen, hierbei wiederum durch Widerstands- oder Elektronenstrahlverdampfen, hergestellt werden (siehe [6] über die Herstellung dünner Filme mittels Verdampfungsquellen und [17] über deren Herstellung mittels Zerstäuben).

Beim Katodenzerstäuben (kurz auch *Sputtern* genannt) wird in einer Vakuumkammer ein *Target* durch energiereiche Ionen zerstäubt. Das Targetmaterial wächst dabei bei geeigneter Prozeßführung als homogener Film auf dem Substrat auf. Meistens wird ein inertes Prozeßgas (hier Ar) verwendet; dabei ist auf größtmögliche Reinheit des Prozeßgases zu achten, um Verunreinigungen im deponierten Film zu vermeiden: Der Vordruck vor Einlassen des Prozeßgases liegt je nach Kammer im Bereich $10^{-7} \dots 10^{-9} \cdot 10^2$ Pa, der Betriebsdruck nach Einlassen des Prozeßgases in der Größenordnung $10^{-3} \cdot 10^2$ Pa, so daß der Anteil an Verunreinigungen im Prozeßgas $< 10^{-5}$ sein sollte, um die Qualität des Vorvakuums nicht zu verschlechtern. Durch die Wahl des Prozeßgases ist es möglich, die chemische Zusammensetzung des deponierten Films zu beeinflussen. So können etwa NbN-Filme erzeugt werden, wenn statt, wie in dieser Arbeit geschehen, reinem Ar als Prozeßgas ein Gemisch von Ar und N₂ verwendet wird.

Eine Sputterkammer ist prinzipiell genauso aufgebaut, wie die oben beschriebene RIE-Kammer, allerdings ist hier die Probenelektrode die geerdete Anode und die gekühlte Katode enthält das Targetmaterial, das abgetragen und auf dem Substrat deponiert werden soll. Bei metallischen, also elektrisch leitfähigen, Targets kann das einfache *DC-Sputtern* angewendet werden. Dabei wird eine Hochspannung zwischen Proben- und Targetelektrode angelegt, die eine Glimmentladung im Prozeßgas aufrecht erhält und die Ionen auf das Target beschleunigt. Zum Zünden der Entladung sind primäre Ionen notwendig, die durch die natürliche Radioaktivität entstehen. Oft muß das Zünden durch einen Druckstoß mit dem Prozeßgas forciert werden. Bei isolierenden Targets muß das *RF-Sputter*-Verfahren verwendet werden. Hierbei wird das Plasma durch eine Hochfrequenzspannung gezündet, wobei der oben für das Reaktive Ionenätzen beschriebene Vorgang abläuft, nur daß hier nicht Probenmaterial, sondern Targetmaterial abgetragen wird. Beim Katodenzerstäuben können im Vergleich zu den anderen Beschichtungsverfahren die größten Targets verwendet werden, was den Vorteil hat, daß man großflächige Substrate beschichten kann und das Target hier seltener wechseln, also auch seltener das Vakuum brechen muß. Zerstäubte Filme haften im allgemeinen besser auf dem Substrat als verdampfte, weil die Teilchen beim Sputtern eine vergleichsweise hohe kinetische Energie in Einfallsrichtung auf das Substrat mitbringen.

Beim Widerstandsverdampfen wird die JOULEsche Wärme eines elektrischen Widerstandsheizers genutzt, um Targetmaterial zu verdampfen. Das ist eine einfache und effektive Methode, sie eignet sich allerdings nur für niedrig schmelzende Targetmaterialien und kleine Targetgrößen. Bei hochschmelzenden Targetmaterialien, oder wenn größere Targets benötigt werden, werden Elektronenstrahlverdampfer eingesetzt. Dabei wird ein energie-

reicher Elektronenstrahl durch eine regelbare Elektronenoptik auf das Target, das sich in einem wassergekühlten Kupfertiegel befindet, fokussiert. Die Strahlleistungen liegen typischerweise im Bereich 5...20 kW, die Beschleunigungsspannung im Bereich 5...10 kV, so daß der Energieverlust durch die Erzeugung von Röntgenstrahlung vernachlässigbar ist. Je nach Targetmaterial geht aber ein erheblicher Anteil der auftreffenden Strahlleistung durch Elektronenrückstreuung und Wärmeleitung im Target verloren. Das Elektronenstrahlverdampfen ist, insbesondere durch die Stromversorgung für die Elektronenkanone, das aufwendigste der hier vorgestellten Beschichtungsverfahren und stellt im Gegensatz zu den anderen Verfahren eine Punktquelle dar, wodurch es sich nicht für größere Substratflächen eignet. Es ermöglicht jedoch die Herstellung extrem reiner Filme und ist konkurrenzlos flexibel, da sich die verschiedensten Targetmaterialien mit sehr einfach und genau regelbaren Beschichtungsraten aus einem weiten Bereich abscheiden lassen.

Die abgeschiedene Schichtdicke wird während der Deposition indirekt mit einem Schwingquarz gemessen. Dazu wird zunächst die Eigenfrequenz des Quarzplättchens vor der Deposition gemessen. Das abgetragene Targetmaterial wird nicht nur auf dem Substrat, sondern auch, mit einer anderen Rate, auf den Kammerwänden und auf dem Quarzdetektor deponiert. Durch die zunehmende Dicke des Quarzplättchens ändert sich dessen Eigenfrequenz. Mit Kenntnis der spezifischen Masse und der spezifischen akustischen Impedanz des Targetmaterials läßt sich aus dieser Frequenzänderung die abgeschiedene Schichtdicke berechnen. Die benutzten Aufdampfanlagen sind mit INFICON IC 6000-Geräten der Firma Leybold, die auf diese Weise in kurzen Zeitabständen die Schichtdicke messen und damit die Verdampfungsrate regeln, ausgestattet. Das Verhältnis der Depositionsraten auf dem Quarzdetektor und auf dem Substrat wird als *Tooling-Faktor* bezeichnet und ist durch die Geometrie der Kammer bestimmt. Beim Katodenzerstäuben wird die Schichtdicke des deponierten Films über die Dauer des Prozesses gesteuert, eine Regelung der Abtragsrate während der Deposition wie bei den Verdampfungsverfahren ist hier nicht möglich.

Die für diese Arbeit benötigten Metallfilme wurden bis auf zwei Ausnahmen durch Elektronenstrahlverdampfen hergestellt: Das für ohmsche Kontakte notwendige Au/18 wt% Ge-Eutektikum wurde widerstandsverdampft; für die supraleitenden Elektroden wurde Nb sowohl DC-zerstäubt als auch elektronenstrahlverdampft. Das Aufstäuben geschah in zwei verschiedenen Anlagen, die im nächsten Abschnitt beschrieben werden. In der Hochvakuumanlage kann das Nb sowohl aufgestäubt als auch aufgedampft werden.

Nb ist als Material für die supraleitenden Elektroden besonders geeignet:

- Es kann in hoher Qualität auf $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostrukturen aufgedampft werden, ohne den Halbleiter zu schädigen. Das ist z. B. mit

keramischen Hochtemperatursupraleitern nicht möglich. Nb diffundiert nicht in den Halbleiter ein und ermöglicht so eine räumlich gut definierte Grenzfläche zwischen Supraleiter und Halbleiter.

- Es ist chemisch ausreichend stabil, oxidiert so langsam, daß sich die Eigenschaften auch ungeschützter Proben mehrere Wochen lang nicht verändern. Filme aus Pb-Legierungen z. B. oxidieren innerhalb weniger Tage vollständig. Die Oxidation von Nb-Filmen wurde in [58] untersucht.
- Es hat eine (für Metalle) hohe Sprungtemperatur $T_c = 9,2$ K und große Energielücke $\Delta_0 = 1,55$ meV. (Diese Angaben sind häufig verwendete Mittelwerte. Je nach Herstellungsbedingungen der Nb-Filme werden Werte für T_c und Δ_0 angegeben, die sich von den genannten um mehr als 10% unterscheiden, siehe [22, 23, 32] und für Datensammlungen und Literaturüberblicke [26, 29].)
- Es ist thermisch stabil auf $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$, platzt beim Abkühlen von Raumtemperatur auf $T \sim 1$ K und wieder Aufwärmen nicht ab; dieses Problem besteht insbesondere mit Pb-Legierungen. Nb kristallisiert kubisch-raumzentriert mit einer Gitterkonstante $a = 0,330$ nm bei Raumtemperatur, InP hat $a = 0,58687$ nm, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ $a = 0,60583 - 0,4050x$ nm [19]. Da Metalle duktil sind, stellt die Gitterfehlانpassung hier kein Problem dar. Wichtig ist allerdings, daß sich die thermischen Ausdehnungskoeffizienten nicht zu sehr unterscheiden. In der folgenden Tabelle sind die linearen Ausdehnungskoeffizienten $\alpha = (1/l) \cdot (dl/dT)$ für den Halbleiter, Nb und zwei alternative supraleitende Metalle als Funktion der Temperatur zusammengefaßt [21, 25, 33].

	T_c [K]	$\alpha(T \text{ [K]}) [10^{-6} \text{ K}^{-1}]$				
		10	20	30	70	300
InP	—	0,20	−0,23	−0,48	−0,16	4,56
Nb	9,2	0,044	0,220	0,640	3,70	7,02
Pb	7,2	3,02	11,37	17,10	23,92	29
Al	1,2	0,035	0,241	1,0	7,46	23,4

Das kritische äußere Magnetfeld der für diese Arbeit hergestellten 100 nm dicken Nb-Filme ist in Abbildung 3.12 als Funktion der Temperatur aufgetragen. Die eingezeichneten Werte sind an temperaturabhängigen Meßkurven des Vierpunktwidestandes als Funktion des äußeren Magnetfeldes

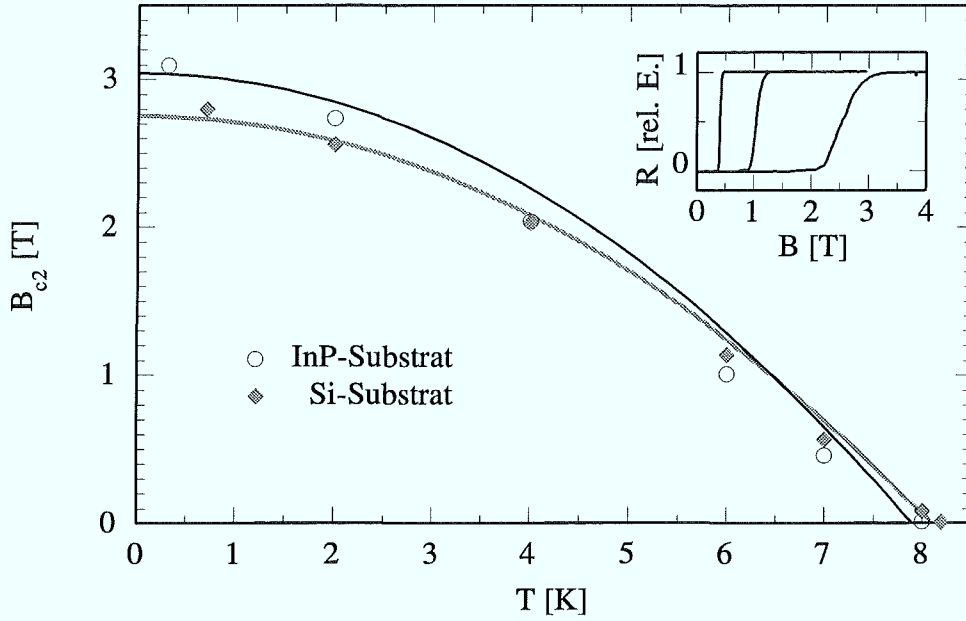


Abb. 3.12 Kritisches äußeres Magnetfeld B_{c2} 100 nm dicker Nb-Filme: Die eingezeichneten Punkte sind temperaturabhängigen Messungen des Vierpunktwidestandes als Funktion des angelegten Magnetfeldes (Einschub) entnommen. Die Kurven geben den BCS-Zusammenhang wieder. Das Nb wurde elektronenstrahlverdampft.

abgelesen. Beispiele solcher Meßkurven sind im Einschub dargestellt. Das Magnetfeld stand bei allen Messungen in dieser Arbeit senkrecht auf der Probenoberfläche. Die offenen Kreise stellen Messungen an Nb-Filmen auf InP-Substraten, die grauen Rauten solche an auf Si deponierten Filmen dar. Die Substrate wurden vor der Deposition mit Ar^+ -Ionen gereinigt. Die Si-Oberfläche ändert sich dabei morphologisch nicht, der deponierte Nb-Film ist, wie in Abbildung 3.13 zu erkennen, entsprechend glatt; die geringe Rauigkeit ist bereits auf dem unbehandelten Substrat zu erkennen. Auf der InP-Oberfläche entstehen In-Tröpfchen (siehe Abbildung 3.17). Im nächsten Kapitel vorgestellte Messungen zeigen, daß es in Nb-Filmen auf Ar^+ -gereinigten InP-Oberflächen Josephson-Kontakte gibt, daß die In-Tröpfchen also zu supraleitenden Schwachstellen im Nb führen. Dies paßt zu der in Abbildung 3.12 erkennbaren Tendenz: Der Nb-Film auf dem InP-Substrat enthält mehr Störstellen, hat ein höheres kritisches Feld und eine niedrigere Sprungtemperatur. Die Kurven geben den Zusammenhang aus der BCS-Theorie [7]

$$H_c(T) = H_c(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c(0)} \right)^2 \right] \quad (3.3)$$

wieder. Das abgelesene kritische Magnetfeld entspricht dem zweiten kriti-



Abb. 3.13 Nb-Film auf Si-Substrat: Der Metallfilm wurde unter identischen Bedingungen deponiert wie der in Abbildung 3.18 gezeigte, ist aber auffallend glatter.

schen Feld H_{c2} des Typ II-Supraleiters Nb. Bei diesem Feld wird der Stromtransport resistiv. Da der Widerstand als Funktion des äußeren Magnetfeldes nicht sprunghaft, sondern je nach Meßstrom und Temperatur mehr oder weniger stark verschmiert einsetzt, wurde jeweils der Wert für $B_{c2}(T)$ gewählt, bei dem der Widerstand 50% des normalleitenden Werts erreicht [11, 90].

3.4 Der selbstjustierende Prozeß

Der selbstjustierende Prozeß ermöglicht die Herstellung von S/HI/S-Kontakten mit einem Abstand zwischen den supraleitenden Elektroden $L < 1 \mu\text{m}$ ausschließlich mittels UV-Lithografie und naßchemischem Ätzen, also vergleichsweise geringem Aufwand. Allerdings gibt es hierbei keine Justagemarken für Elektronenstrahlithografie-Schritte, so daß die mit diesem Prozeß hergestellten S/HI/S-Kontakte nicht mit Submikrometer-Steuerelektroden versehen werden können.

1 Vor der Strukturierung des Halbleiters werden im ersten Schritt ohmsche Kontakte hergestellt. Üblicherweise erfolgt dieser Schritt als letzter. Da dabei jedoch eine Temperung der Proben notwendig ist, wurde er hier vorgezogen, um einen schädlichen Einfluß auf die S/HI-Grenzflächen aus-

zuschließen. Zur Herstellung der ohmschen Kontakte sind folgende Schritte notwendig: Im ersten UV-Lithografie-Schritt werden in einem Umkehrprozeß quadratische Fenster mit $100\text{ }\mu\text{m}$ Kantenlänge in AZ 5214 Fotoresist hergestellt. Die Belichtungsdauer beträgt $7,0\text{ s}$ mit $6,0\text{ mW cm}^{-2}$, das Backen für den Umkehrprozeß erfolgt 90 s bei $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, die Flutbelichtung 20 s , das Entwickeln 90 s in $1\text{ AZ }312\text{ MIF} : 1,5\text{ H}_2\text{O}$. Die Halbleiteroberfläche wird in der Aufdampfkammer mit Ar^+ -Ionen 10 s lang gereinigt; die Beschleunigungsspannung beträgt dabei $U = 500\text{ V}$, der Ionenstrom $I = 5\text{ mA}$. Danach wird die Metallfilmfolge

5 nm Ni / 90 nm Au/18 wt% Ge / 25 nm Ni / 100 nm Au

aufgedampft. Der Lift-off erfolgt in Aceton. In einem anschließenden Tempereschritt in einem *RTA-Ofen*⁷ wird das Ge in Niederdruck- N_2 -Atmosphäre bei $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ $5:15\text{ min}$ lang einlegiert, wobei das Eutektikum aus dem Halbleiter herausgelöstes Ga aufnimmt. Diese Metallfilmfolge stellt ein vereinfachtes Rezept der in unserer Arbeitsgruppe früher benutzten getrennten ohmschen Kontakte und Bondflächen dar, wozu zwei Lithografie- und Aufdampf-Schritte erforderlich waren [121].

Die folgenden Prozeßschritte sind in Abbildung 3.14 schematisch zusammengefaßt.

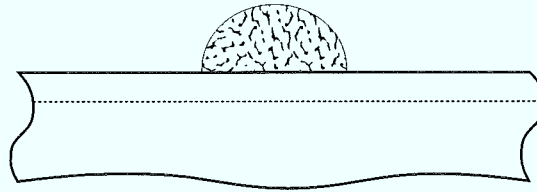
2 Im zweiten UV-Lithografie-Schritt wird die Ätzmaske hergestellt. Da diese Belichtung am Rande der erreichbaren optischen Auflösung erfolgt, sind eine optimale Homogenität und Haftung des Lackfilms auf dem Substrat erforderlich. Wie bereits im Abschnitt über Lithografie beschrieben, muß die Maske bei der Belichtung möglichst parallel zur Probenoberfläche sein, um Interferenzmuster im Lack zu vermeiden. Diese Anforderung muß um so genauer erfüllt sein, je monochromatischer das verwendete UV-Licht ist. Zunächst werden von den Proben in Aceton und anschließend in Propanol organische Verunreinigungen entfernt. Die gute Lackhaftung ist bei schmalen Strukturen Voraussetzung für ein kontrollierbares Ätzverhalten. Dazu wird vor der Belackung das native Oxid auf der Halbleiteroberfläche entfernt, indem die Probe 3 min lang in 10%ige Flußsäure getaucht wird. Die Flußsäure wird nicht mit DI-Wasser⁸ abgespült, sondern mit Reinraum-Stickstoff⁹ trockengeblasen und dann 10 min auf einer Heizplatte bei $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausgeheizt. Dann wird unmittelbar AZ 5206 Resist mit 6000 min^{-1} aufgeschleudert. Der Lack wird $2:30\text{ min}$ bei $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ auf einer Heizplatte getrocknet.

⁷Rapid Thermal Annealing

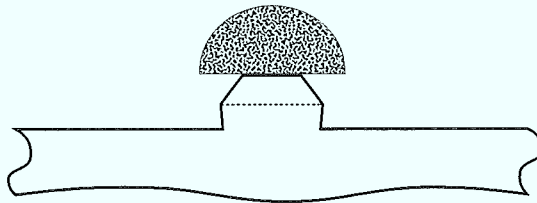
⁸deionisiertes, mikroporengefiltertes Reistwasser

⁹trockener N_2 , aus Flüssigstickstofftanks verdampft und mikroporengefiltert: Die Mikroporenfilter halten Teilchen mit einem Durchmesser $> 0,2\text{ }\mu\text{m}$ zurück. In der gleichen Qualität werden die Resiste gefiltert.

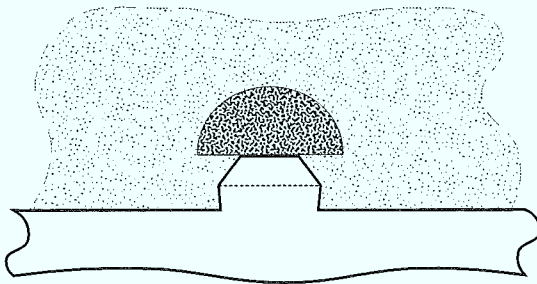
2. UV-Lithografie
 AZ 5206 Fotoresist
 thermisch gehärtet als Ätzmaske



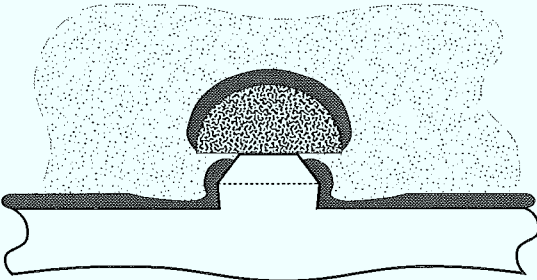
$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ ätzen
 in 1 HCl : 1 HNO_3 : 1 CH_3COOH
 Fotoresist chemisch härten



3. UV-Lithografie
 AZ 5214 Fotoresist
 Maske für Nb-Deposition



Reinigen der geätzten Oberfläche
 Ar^+ -Ätzen $U = 300 \text{ V}$, $I = 2 \mu\text{A}$
 Nb aufdampfen



Lift-off
 in N-Methyl-2-pyrrolidon

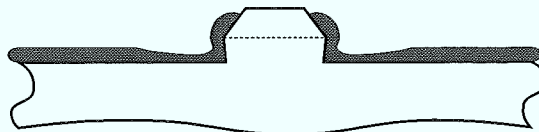


Abb. 3.14 Die wesentlichen Schritte des selbstjustierenden Prozesses: Die Lage des 2DEG im Halbleiter ist gestrichelt angedeutet.

Beim Aufschleudern des Lackes bildet sich am Rand der Probe ein dicker, ungleichförmiger Lackwulst, der bei der folgenden Randentlackung entfernt wird. Dazu werden erst die Rückseite der Probe, hier kleben Lackreste vom Aufschleudern, die bei der Belichtung zu einem Keilfehler zwischen Probe und Maske führen, 90 s lang ohne Maske und dann die Vorderseite zweimal 50 s durch eine Abdeckmaske belichtet. Die verchromten Flächen auf dieser Maske sind Quadrate mit 10 mm Kantenlänge, decken also die Fläche der Proben von $6 \times 8 \text{ mm}^2$ vollständig ab. Die Belichtung für die Randentlackung erfolgt so justiert, daß jeweils ein solches Quadrat etwa 1 mm nach innen von zwei diagonal gegenüberliegenden Ecken der Probe verschoben ist, wodurch der gesamte Rand der Proben belichtet wird. Für jede einzelne Belichtung muß dabei ein neues, unbenutztes Quadrat gewählt werden, weil nach der Kontaktbelichtung Lackreste an den benutzten Stellen der Maske kleben. Die Masken müssen deshalb auch regelmäßig mit Aceton und Propanol oder, bei hartnäckigen Verunreinigungen, in Schwefelsäure-Wasserstoffperoxid-Lösung gereinigt werden. Nach 90 s Entwickeln und 60 s Trocknen bei 90°C hat man so einen möglichst homogenen Resistfilm hergestellt. Kristallfehler und Splitter vom Spalten des Wafers auf der Oberfläche der Proben oder Staubkörnchen im Lack lassen sich nie vollständig vermeiden und führen zu Unebenheiten im Resistfilm und damit zu dem beschriebenen Keilfehler. Dieser Fehler muß klein genug sein, um die Ätzmaske aus AZ Resist erfolgreich entwickeln zu können.

Die Belichtung der Ätzmaske erfolgt justiert zu den bereits vorhandenen ohmschen Kontakten entlang der $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Kristallrichtung. Es wurde der für kleine Proben (maximal 10 mm Kantenlänge) optimierte Probenstisch am neuen MA 6 Belichter mit dem Programm „vacuum contact“, das einen optimalen Keilfehlerausgleich durchführt, verwendet. Die optimierte Belichtungsdauer betrug 3,7 s. Die Entwicklungsdauer schwankte je nach Keilfehler während der Belichtung zwischen 1:30 und 3:00 min. Der Entwicklungsvorgang kann mehrfach unterbrochen und kontrolliert werden, indem man die Proben in DI-Wasser spült, trockenbläst und unter einem Lichtmikroskop betrachtet. Dabei ist darauf zu achten, daß ein geeignetes Farbfilter verwendet wird, um den Resist nicht weiter zu belichten. Wenn die Entwicklung erfolgreich verlaufen ist, wird der Resist 15 min bei 150°C gebacken, wodurch sich die Haftung auf der Probenoberfläche verbessert und die Löslichkeit in den in AZ Fotoresisten enthaltenen Lösungsmitteln drastisch reduziert. Dadurch wird es möglich, in einem anschließenden Schritt einen zweiten AZ Resistfilm aufzuschleudern, ohne die Ätzmaske zu zerstören. War die Entwicklung nicht erfolgreich, wird der Resist in Aceton entfernt und der Schritt 2 wiederholt.

3 Alle im folgenden vorgestellten naßchemisch geätzten Proben wurden in der 10 min alten 1 HCl : 1 HNO₃ : 1 CH₃COOH-Lösung 10 s lang geätzt,

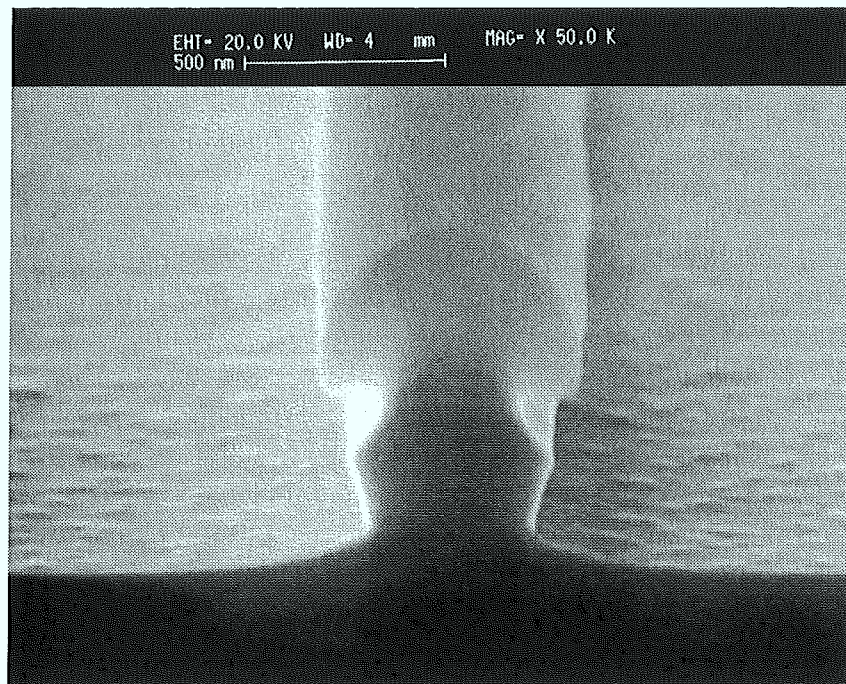


Abb. 3.15 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur geätzt in 1 HCl : 1 HNO_3 : 1 CH_3COOH : Man vergleiche den gehärteten AZ 5206 Fotoresist auf dem Halbleitersteg mit dem ungehärteten Lack in Abbildung 3.2.

dann in DI-Wasser gespült und anschließend 2 min bei 90 °C getrocknet. Um den Lack der Ätzmaske vor der später folgenden Entwicklung des zweiten Lackfilms zu schützen, wird die Probe 30 min in Chlorbenzol gelegt und anschließend wieder 2 min bei 90 °C getrocknet. Abbildung 3.15 zeigt einen Querschnitt durch eine Probe nach diesem Schritt. Man vergleiche das Profil des Lackstegs mit demjenigen in Abbildung 3.2: Der Resist ist durch das Erhitzen auf 150 °C rundgeschmolzen und haftet deutlich besser auf der Halbleiteroberfläche.

4 Der zweite Resistfilm aus AZ 5214 wird mit 4000 min^{-1} aufgeschleudert und 5 min bei 90 °C getrocknet. Eine Randentlackung ist für diesen dritten UV-Lithografie-Schritt nicht notwendig, da die zu belichtende Struktur sehr grob ist. Das Fenster für die Nb-Deposition wird 7,0 s lang belichtet. Ein Umkehrprozeß würde hier die Justage des Fensters erleichtern und die für den später folgenden Lift-off notwendigen negativen Lackflanken liefern, greift aber leider die erste Lackschicht an. Die überhängenden Lackflanken werden also erzielt, indem die Probe nach der Belichtung 10 min lang in Chlorbenzol gelegt wird. Die Entwicklungsdauer beträgt danach etwa 2 min. Die beiden überlappenden Lackmasken sind in Abbildung 3.16 zu erkennen, dunkelgrau der AZ 5206 Resist als Ätzmaske, mittelgrau der dickere AZ 5214 Resist mit

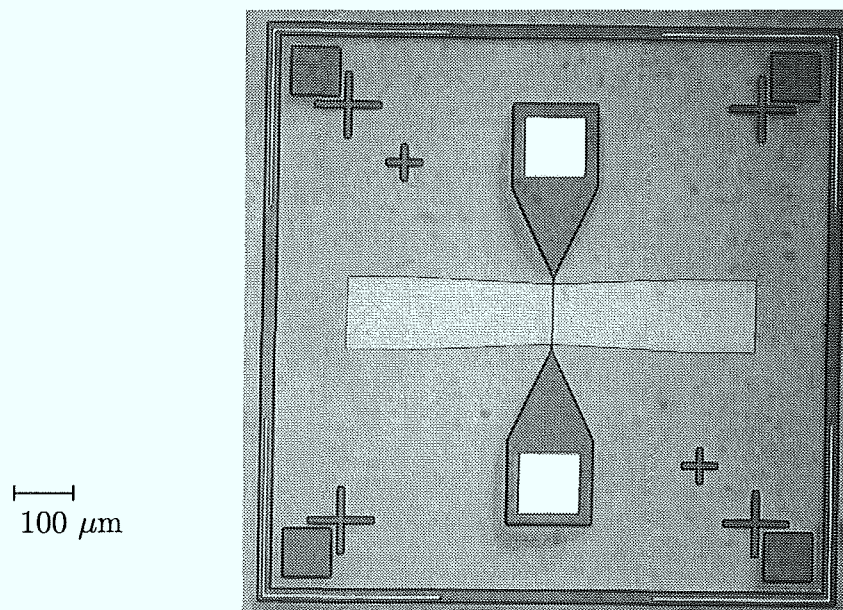


Abb. 3.16 Fenster für die Nb-Deposition: Dunkelgrau ist der dünnere AZ 5206 Resist auf dem geätzten Halbleiter, hellgrau der AZ 5214 Fotoresist nach dem Entwickeln zu erkennen. Durch das geöffnete Fenster sieht man den Halbleiter. Die hellen Quadrate auf dem strukturierten Halbleiter sind einlegierte ohmsche Kontakte.

dem Fenster, durch das hellgrau die geätzte Halbleiteroberfläche zu sehen ist. Diese Probengeometrie wird im folgenden als die einfachere (im Vergleich mit Abbildung 3.19) „Knochen“-Geometrie bezeichnet.

5 Bei den ersten hergestellten Proben wurden die Nb-Elektroden in einer einfachen Vakuumkammer, einer Leybold Z400S, mit einem Vordruck $\sim 10^{-7} \cdot 10^2$ Pa DC-aufgestäubt. Der Hauptnachteil dieser Kammer ist die ungünstige Reinigung der Halbleiteroberfläche vor der Nb-Deposition mit einem Ar-Plasma: Der Impuls der Ar-Ionen steht hauptsächlich senkrecht auf der Probenoberfläche, zeigt hauptsächlich in Richtung des elektrischen Feldes. Wenn auch durch Stöße der Ionen untereinander Impulskomponenten in der xy -Ebene entstehen, so wird doch die Probenoberfläche wesentlich effektiver gereinigt als die durch den überhängenden Resist abgeschatteten Ätzflanken. Außerdem sind die Energie und der Strom der Ionen nur bedingt kontrollierbar, weil auch mehrfach ionisierte Teilchen entstehen und das Plasma erst ab einem Mindestdruck und einer Mindesthochfrequenzleistung brennt. In Abbildung 3.17 ist der Einfluß dieser Reinigung auf eine durch RIE strukturierte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur zu sehen. Die Probe war dabei bis auf das Fenster für die Nb-Deposition durch AZ Fotoresist geschützt. Die Reinigung erfolgte mit den Standard-Parametern für diese Anlage, 90 s lang bei einem Ar-Druck von $p = 0,004 \cdot 10^2$ Pa und einer Hoch-

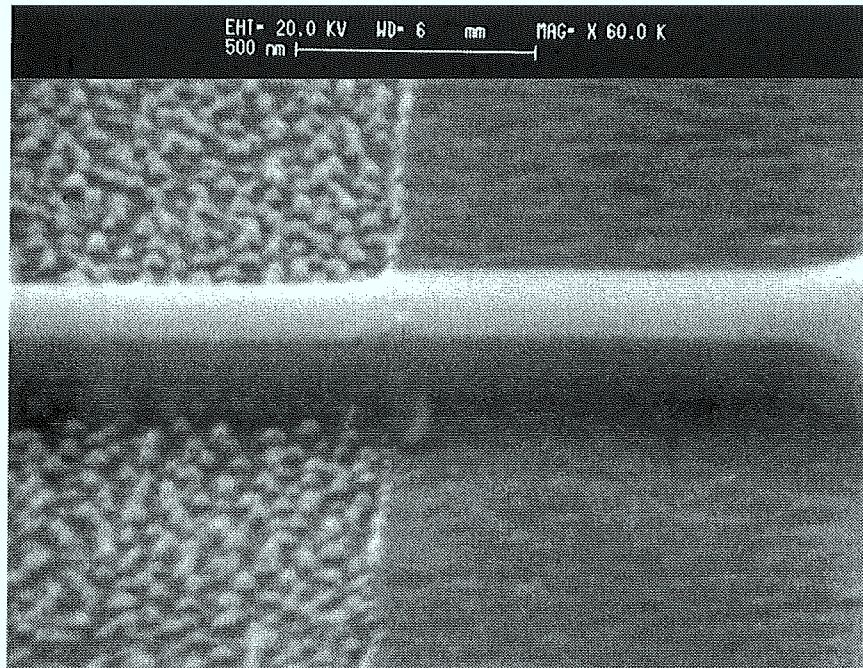


Abb. 3.17 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur nach der Ar^+ -Reinigung: Die Reinigung erfolgte 90 s lang in einem Ar-Plasma bei $p = 0,004 \cdot 10^2$ Pa und einer resultierenden Gleichspannung von $U = -800$ V. In der rechten Bildhälfte war die Probe durch eine Ätzmaske aus AZ Fotoresist geschützt. Auf der InP-Oberfläche entstehen In-Tröpfchen.

frequenzleistung mit resultierender Gleichspannung $U = -800$ V. Die oben liegende InGaAs-Schicht wird dabei zwar abgetragen, zeigt aber keine morphologische Änderung. Auf der im RIE-Schritt freigelegten InP-Oberfläche entstehen durch die Reinigung deutlich erkennbare In-Tröpfchen.

Dieser Effekt war, auch bei wesentlich längeren Reinigungsdauern, deutlich geringer, wenn die Hochfrequenzleistung soweit reduziert wurde, daß das Plasma gerade noch nicht erlosch. Die resultierende Gleichspannung betrug dann $U = -300$ V. In der Literatur (siehe Abschnitt 3.2) wird über die schonende Reinigungswirkung dieser geringen Beschleunigungsspannung berichtet. Dennoch hatten alle in dieser Anlage hergestellten Proben schlechte S/HI-Grenzflächen mit einem hohen ohmschen Widerstand. Da die in [122] hergestellten Proben sich erfolgreich, mit dem Ergebnis guter Grenzflächenwiderstände, auf diese Weise reinigen ließen, muß dies an der schlechten Reinigungswirkung des Plasmas auf senkrechte und überhängende Ätzflanken liegen. Die Proben werden in dieser Anlage einfach auf die Probenelektrode gelegt und lassen sich dort nicht drehen. Um die Reinigung und die anschließende Benetzung mit Nb der Ätzflanken zu verbessern, wurde ein neuer Probenhalter, der die Proben in einem 60° -Winkel zur Elektrodenoberfläche

aufnimmt, konstruiert. Hierbei muß die Probe nach der Beschichtung der einen S/HI-Grenzfläche ausgeschleust, umgedreht und wieder eingeschleust werden. Leider führte dieses Verfahren zu keiner wesentlichen Verbesserung der Grenzflächenqualität.

Die folgenden Proben wurden in einer aufwendigen Hochvakuumanlage, einem Leybold SAT 6 System (Anlagen-Nr. 320.22.2377), mit elektronenstrahlverdampftem Nb beschichtet. Diese Anlage besteht aus einer zentralen Kammer mit bis zu sechs angeflanschten Satelliten, die sich durch Plattenventile vom zentralen Vakuum abkoppeln lassen. In der zentralen Kammer kann ein Manipulator, mit dem sich die Probenhalter mit montierten Proben in die einzelnen Satelliten laden lassen, rotiert werden. Drei der Flansche der zentralen Kammer wurden als Fenster benutzt. An die anderen drei waren eine Beschickungskammer, eine Zerstäubungskammer und eine Elektronenstrahlverdampfungskammer angeschlossen. Der Basisdruck in der Zerstäubungskammer ist $\sim 10^{-9} \cdot 10^2$ Pa, in der Verdampfungskammer $\sim 10^{-10} \cdot 10^2$ Pa. Diese Anlage bietet zwei wesentliche Vorteile gegenüber der oben beschriebenen einfachen Zerstäubungskammer: Erstens ermöglichen die Aufnahmen für die Probenhalter eine beliebige Ausrichtung der Probe innerhalb der Kammern, insbesondere eine Rotation um die Achse des Halbleiterstegs. Zweitens steht in der Zerstäubungskammer eine Ar^+ -Elektronenstoßquelle zur Verfügung, die eine möglichst schonende aber gründliche Reinigung der Probenoberfläche gestattet. In dieser Quelle werden die Ionen durch einen Elektronenstrahl geringer Intensität, der senkrecht zur Austrittsrichtung auf den Ar-Gasstrom trifft, erzeugt. Diese Konstruktion ist für Reinigungszwecke vorteilhaft, weil sich im Gegensatz zu Gasentladungsquellen, oder der Reinigung in einem Plasma, kleine Ionenströme erzeugen lassen und sich die Energie der Ionen besser durch die angelegte Beschleunigungsspannung kontrollieren läßt. Eine Gasentladung brennt erst ab einer relativ hohen Ionendichte, führt also zwangsläufig zu relativ hohen Ionenströmen. Außerdem erhalten die Ionen dabei statistisch eine Impulskomponente in Austrittsrichtung und sind teilweise mehrfach ionisiert, wodurch ihre Energieverteilung wesentlich unschärfer ist und auch Ionen schädlich hoher Energie auf die Probenoberfläche treffen.

Die Reinigung erfolgte mit der Beschleunigungsspannung $U = 300$ V und einem Ionenstrom auf dem Probenhalter $I = 2 \mu\text{A}$ jeweils drei Stunden lang pro Ätzflanke. Der Ar-Druck in der Zerstäubungskammer betrug dabei $p = 5 \cdot 10^{-5} \cdot 10^2$ Pa. Mit diesen Parametern wurden auf Testproben 15 nm Au abgetragen. Verglichen mit den Parametern für die Reinigung der Halbleiteroberfläche vor dem Aufdampfen der Metallfilmfolge für die ohmschen Kontakte (siehe Schritt 1) müßte die Reinigung mit der Elektronenstoßquelle sieben Stunden pro Seite dauern. Die beiden Seiten des Halbleiterstegs

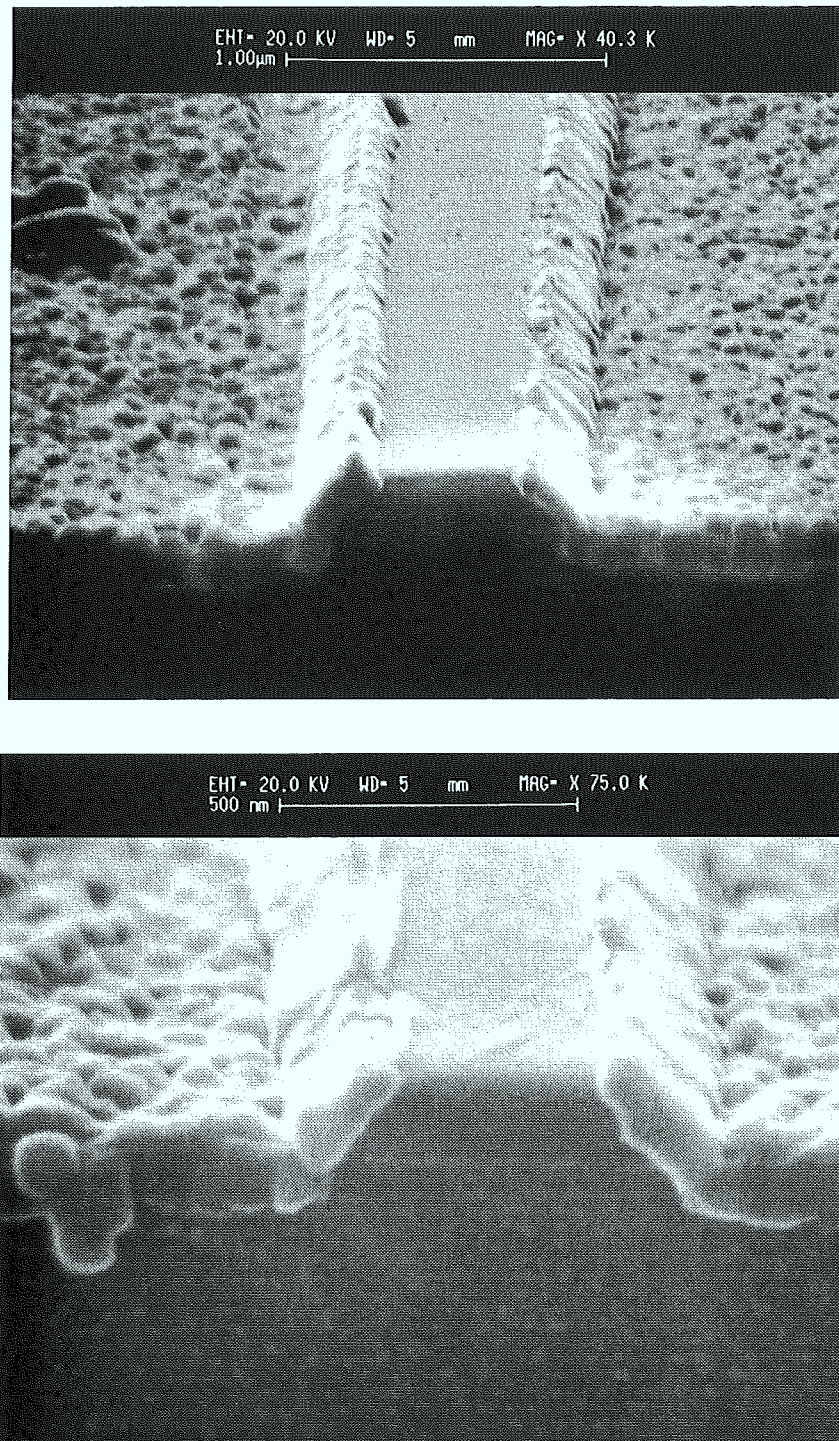


Abb. 3.18 Fertiger S/HI/S-Kontakt: Im Querschnitt ist die Heterogrenzfläche, und damit die Lage des 2DEG, als helle Linie 190 nm unter der Oberfläche des Halbleiters zu erkennen. Man beachte die körnige Struktur der beiden Nb-Elektroden.

wurden alternierend in einem Winkel von 60° zur Richtung des Ionenstrahls gereinigt, wobei die Probe zunächst im Abstand von einer halben Stunde und dann, während der letzten Stunde der Reinigung, im Abstand von 10 min gewendet wurde. Unmittelbar im Anschluß daran wurde die Probe in die Aufdampfkammer geschleust, in der 100 nm Nb mit einer Rate von $0,4 \text{ nm s}^{-1}$ unter kontinuierlichem Schwenken der Probe um die Achse des Halbleiterstegs aufgedampft wurden. Dieses Schwenken ist notwendig, weil der Nb-Dampf eine geringe Winkeldivergenz ($\sim 5^\circ$) hat und eine deutliche Schattenwirkung zeigt.

6 Der Lift-off ist nicht mehr in Aceton möglich, weil der Resist der Ätzmaske dafür zu stark erhitzt worden ist. Statt dessen wird N-Methyl-2-pyrrolidon, ein hochsiedendes ($T_S = 205^\circ \text{C}$) organisches Lösungsmittel, verwendet. Die Proben werden mehrere Stunden in das auf 150°C erhitzte Lösungsmittel gelegt und anschließend in Aceton und Propanol gereinigt. Das Eintauchen in Aceton muß behutsam geschehen, damit die Probe nicht durch die abrupte Abkühlung springt. Der Lift-off kann beschleunigt werden, indem das Gefäß mit Lösungsmittel und Probe in einem Ultraschallbad in Vibration versetzt wird. Dabei darf man allerdings nur wenig Leistung einkoppeln, um die Probe nicht zu zerstören. Ein fertiger S/HI/S-Kontakt ist in Abbildung 3.18 zu sehen. Um den Kontrast der Bruchflächen für die REM-Fotos zu erhöhen, wurden diese 4 min lang in einem CH_4/H_2 -Plasma geätzt, wodurch man die Heterogrenzfläche und damit die Lage des 2DEG im Halbleiter erkennen kann. Ohne diese Behandlung ist auf den Fotos kein Helligkeitsunterschied der Materialien Nb, InP und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ zu erkennen. Auf dem unteren Foto sieht man In-Tröpfchen auf dem InP, die beim RIE-Schritt entstanden sind. Wie in Abschnitt 3.2 erwähnt, ist dies typisch für kurze Ätzdauern und wird bei längerem Ätzen nicht beobachtet (vergleiche mit Abbildung 3.17 rechte Bildhälfte).

Die fertig präparierten Proben werden wie in Abschnitt 3.2 beschrieben geritzt und gebrochen. Die vereinzelt Bauelemente werden unter einem Mikroskop selektiert und in *Chipträger* eingeklebt. Diese Chipträger ermöglichen eine makroskopische elektrische Kontaktierung der mikroskopischen Proben durch Einsetzen in geeignete Fassungen oder durch Anlöten von dünnen Drähten. Innerhalb des Chipträgers wird die elektrische Verbindung zu den Proben durch *Bonden* hergestellt. Dabei wird ein Al-Draht¹⁰

¹⁰Dieser Draht besteht aus einer AlSi-Legierung, die relativ schnell korrodiert. Dadurch wird der Draht im Laufe der Zeit spröde und ist etwa ein halbes Jahr verwendbar. Da der Supraleiter aber im Laufe einiger Monate merklich oxidiert, stellt die Alterung der Al-Bonds hier kein Problem dar. Im Gegensatz zum langzeitstabilen Au-Draht bietet der Al-Draht den Vorteil, durch den „Schmirgeleffekt“ des natürlichen Oxids auf seiner Oberfläche auf allen üblichen Metallen bonden zu können.

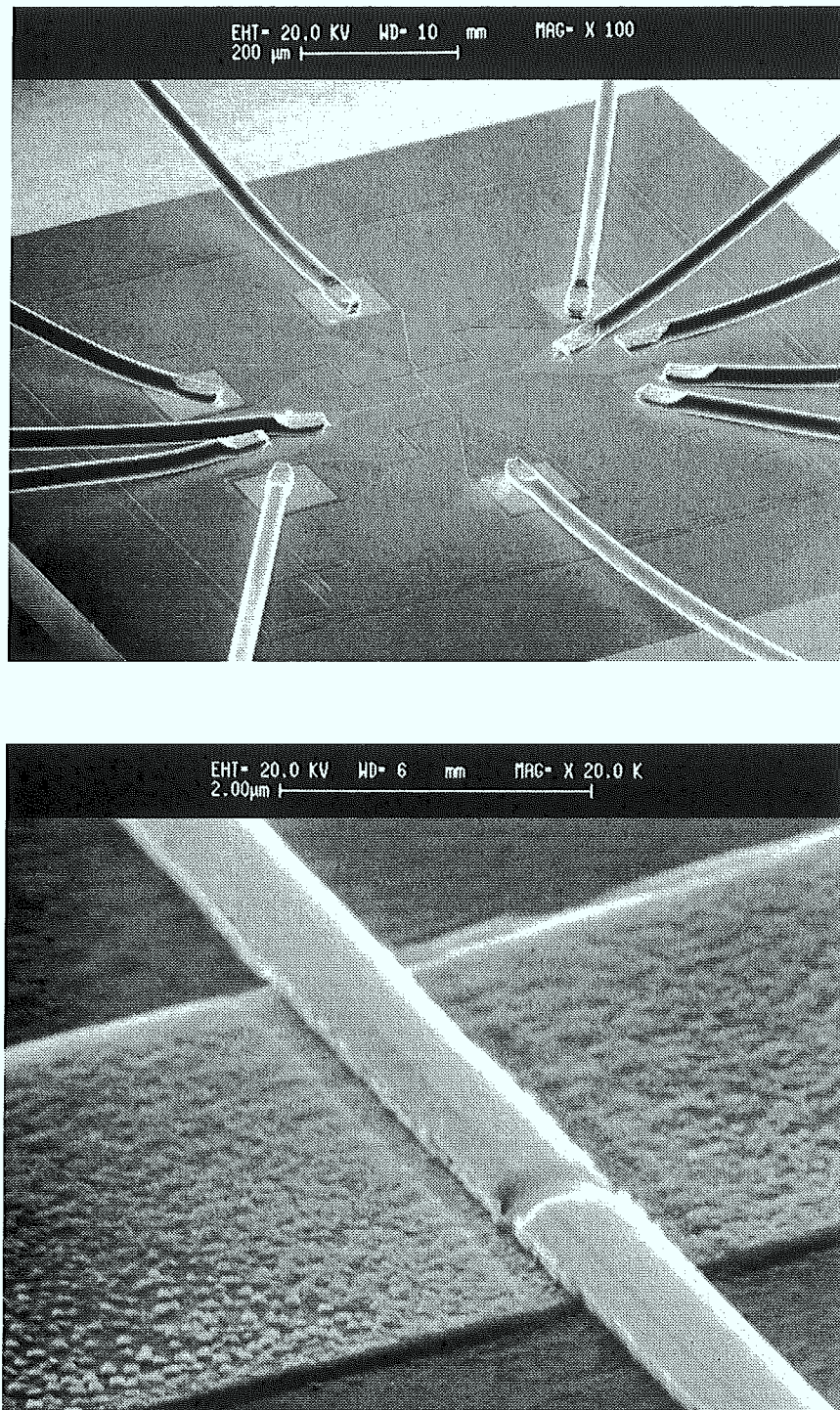


Abb. 3.19 Weiterentwickelte (siehe Text) Probengeometrie: Die auffällige Stelle auf dem unteren Foto ist ein supraleitender Kurzschluß.

von 25 μm Durchmesser durch eine Ultraschallvibration zunächst auf Kontaktflächen im Chipträger und danach auf metallisierten Flächen auf der Probe aufgeschweißt. Ein Foto von einem Chipträger mit eingeklebter und gebondeter Probe ist in [115, 116] zu sehen. In Abbildung 3.19 sieht man eine gebondete Probe, die mit dem weiterentwickelten Maskensatz hergestellt wurde. Dieser enthält zusätzliche ohmsche Kontakte auf dem Halbleiter, wodurch Vierpunktmessungen am Halbleitersteg möglich sind. Außerdem wurde die Breite des Supraleiters in der Nähe der S/HI-Grenzflächen auf 5 μm reduziert, um die magnetfeldbündelnde Wirkung der schmalen Öffnung im Supraleiter zu minimieren. Die Tieftemperaturmeßplätze unserer Arbeitsgruppe sind für Magnetotransport an Halbleiterproben bei hohen Magnetfeldern (bis 16 T) konstruiert. Der Probenraum ist nicht magnetisch abgeschirmt, eventuell gibt es durch die zeitweise anliegenden hohen Felder eine permanente Magnetisierung. Da ein Suprastrom in einem Normalleiter sehr empfindlich auf äußere Magnetfelder reagiert, sollte die Fokussierung des Magnetfeldes auf den Halbleiter möglichst gering sein. In [57] wird diese Bündelung bei Nb-Mikrobrücken untersucht. Mit dem Abstand L zwischen den supraleitenden Elektroden und der Breite der Elektroden w ist für $w \gg L$ das mittlere Feld zwischen den Elektroden

$$\bar{H} = \left(2\frac{w}{L}\right)^{\frac{2}{3}} H_0 \quad , \quad (3.4)$$

wobei H_0 das äußere Magnetfeld ist. Die weiterentwickelte Probengeometrie verkleinert demnach durch die Reduktion von $w = 100 \mu\text{m}$ auf 5 μm die Verstärkung des äußeren Feldes um den Faktor 7,4.

In Abbildung 3.19 sind auf dem oberen Foto elf Bondverbindungen zu erkennen, fünf zu einlegierten ohmschen Kontakten auf dem Halbleiter und sechs unmittelbar auf dem Supraleiter. Ein weiterer Vorteil von Nb gegenüber Pb-Legierungen ist, daß es hart genug ist um mit Al-Draht unmittelbar darauf bonden zu können, also keine zusätzlichen Metallisierungen für Bondflächen notwendig sind. Jeweils zwei Bonds am Ende der supraleitenden Elektroden ermöglichen Vierpunktmessungen des S/HI/S-Kontaktes. Die zusätzlichen beiden Bonds befinden sich auf dem abgesetzten Quadrat von 100 μm Kantenlänge, das durch einen 5 μm breiten Streifen mit dem Ende einer Elektrode verbunden ist. So können die supraleitenden Eigenschaften der Elektroden durch Vierpunktmessung bestimmt werden. Auf dem unteren Foto sieht man eine Vergrößerung des S/HI/S-Kontaktes. Auf dem Halbleitersteg erkennt man die Unterätzung der obersten InP-Schicht. Die Schattenwirkung beim Aufdampfen des Nb hat zu geringeren Filmdicken unmittelbar am Halbleitersteg geführt.

3.5 Der Prozeß mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie

Der Prozeß mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie ist zwar aufwendiger und langwieriger als der selbstjustierende Prozeß, dafür bietet er aber die Voraussetzung, den S/HL/S-Kontakt in weiteren Prozeßschritten mit Submikrometer-Steuerelektroden zu versehen.

1 Zuerst werden in einem UV-Lithografie-Schritt Justagemarken für die Elektronenstrahlolithografie belichtet. Um möglichst exakt quadratische Marken zu erzielen, wird dieser Schritt in der im letzten Abschnitt unter 2 beschriebenen, optimierten Weise mit AZ 5206 Fotoresist durchgeführt. Die Metallisierung erfolgt mit

5 nm Cr / 100 nm Au .

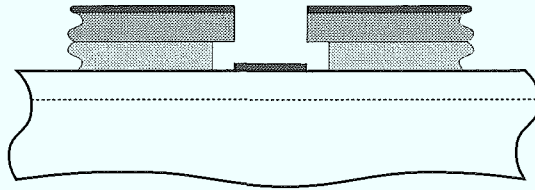
Die Justagemarken sind in Abbildung 3.21 oben als vier helle Quadrate von jeweils 25 μm Kantenlänge in den Ecken der Probe zu erkennen. Die im nächsten Schritt erzeugte Ti-Ätzmaske deckt die Marken ab, damit deren Qualität beim anschließenden Ätzschritt nicht leidet. Deshalb sind die Justagemarken auf dem Foto von den größeren grauen Quadraten umgeben.

Die wesentlichen Prozeßschritte sind in Abbildung 3.20 schematisch zusammengefaßt.

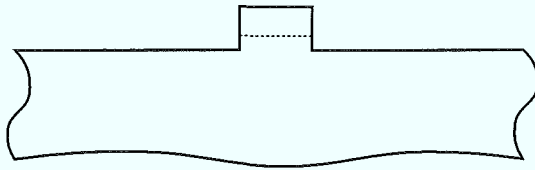
2 Im ersten Elektronenstrahlolithografie-Schritt wird die Ätzmaske definiert. Es wurde der Zweischicht-Resist PMMA 220k/496k, der nach dem Entwickeln überhängende Lackflanken ergibt, verwendet. Jede einzelne Lage PMMA-Resist wird mit 6000 min^{-1} aufgeschleudert und anschließend 90 min in einem Ofen bei 180 °C getrocknet. Die Schichtdicke pro Lage beträgt 200 nm. Die Belichtungsdosis war $550 \mu\text{C cm}^{-2}$. Die Entwicklung erfolgte in AR 600-55, zunächst pauschal 8 s lang. Danach wurde jeweils 2 s weiterentwickelt, in Propanol gestoppt und der Fortschritt des Entwicklungsprozesses unter dem Mikroskop kontrolliert. Die gesamte Entwicklungsdauer lag meistens bei 14 s. Danach wurden 40 nm Ti aufgedampft. Der Lift-off erfolgte in Aceton. Alle mit Elektronenstrahlolithografie hergestellten Proben hatten die „Knochen“-Geometrie, wie in Abbildung 3.21 oben zu sehen.

3 Die Ti-Ätzmaske wird mit einem CH_4/H_2 -Plasma in der RIE-Kammer auf den Halbleiter übertragen und anschließend in 10%iger Flußsäure entfernt. Die RIE-Ätzdauer richtet sich nach dem Aufbau der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Heterostruktur und betrug typischerweise 18 Minuten. Die Breite des Halbleiterstegs läßt sich mit diesem Prozeß sehr genau kontrollieren, sie war $L = 400 \text{ nm}$. Es ist durchaus möglich [114], schmalere Strukturen in den Halbleiter zu ätzen. Die Breite L wurde hier groß genug gewählt, um weitere

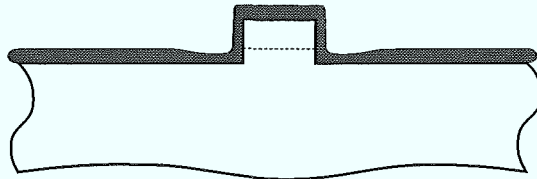
1. Elektronenstrahlolithografie
Zweischicht-Resist PMMA 200k/496k
Ti als Ätzmaske



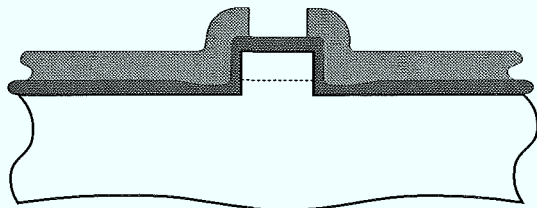
$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ ätzen
RIE CH_4/H_2 -Prozeß
Ti-Ätzmaske entfernen



Reinigen der geätzten Oberfläche
 Ar^+ -Ätzen $U = 300 \text{ V}$, $I = 2 \mu\text{A}$
Nb aufdampfen (dabei
AZ 5214 Fotoresists als Maske)



2. Elektronenstrahlolithografie
Resist PMMA 600k



Nb ätzen
RIE SF_6 -Prozeß
PMMA-Ätzmaske entfernen

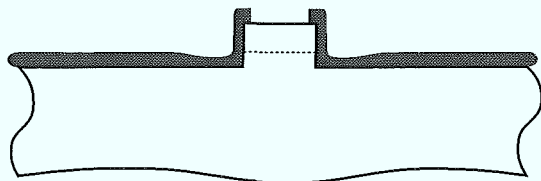


Abb. 3.20 Die wesentlichen Schritte des Prozesses mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie: Die Lage des 2DEG im Halbleiter ist gestrichelt angedeutet.

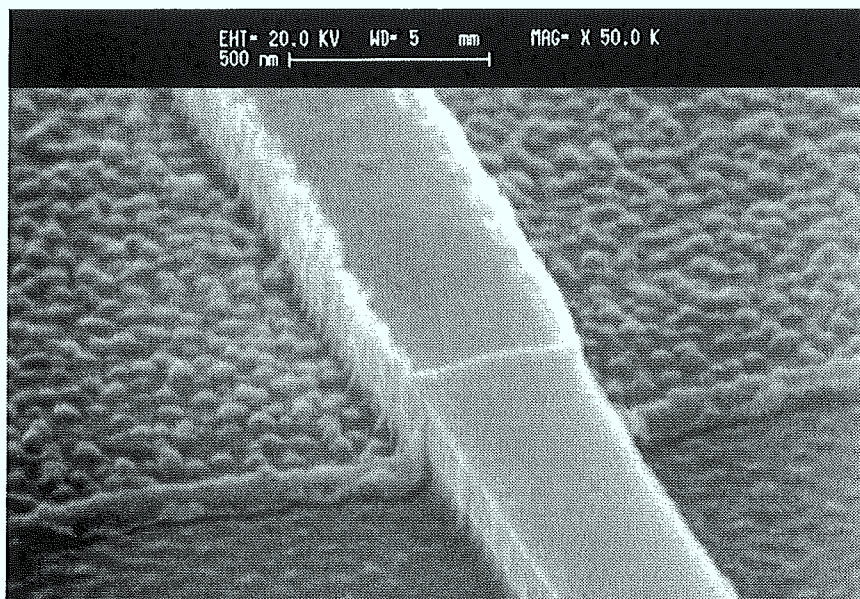
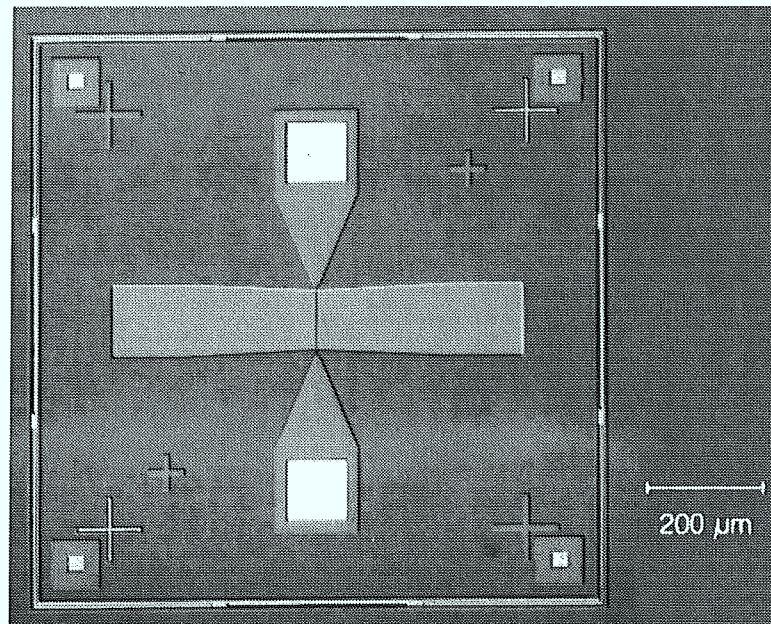


Abb. 3.21 Fertiger S/HL/S-Kontakt: Die vier kleinen, hellen Quadrate auf dem Übersichtsfoto (oben) sind die Justagemarken. Auf dem Detailfoto erkennt man die Heterogrenzfläche am Helligkeitsunterschied zwischen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ und InP . Das Ar^+ -Reinigen vor der Nb-Deposition hat erkennbar Material vom Halbleitersteg abgetragen.

Prozeßschritte auf dem Halbleitersteg durchführen zu können. Insbesondere ist die Probengeometrie darauf ausgelegt, statt der ohmschen Kontakte Steuerelektroden auf den Halbleitersteg aufzubringen und so einen steuerbaren supraleitenden Punktkontakt herzustellen. In der Zwischenzeit wurde solch ein Punktkontakt in einer InGaAs/InAlAs-Heterostruktur mit vergrabenem InAs-Kanal (2DEG) realisiert [104].

Mit diesem Schritt werden auch der Rahmen um die Probe und kreuzförmige Justagemarken für UV-Lithografie-Schritte erzeugt.

4 Mit dem zweiten UV-Lithografie-Schritt werden ohmsche Kontakte auf dem Halbleiter hergestellt, wie für den selbstjustierenden Prozeß beschrieben.

5 Im dritten UV-Lithografie-Schritt wird das Fenster für die Nb-Deposition in AZ 5214 Fotoresist definiert.

6 Der Supraleiter wird wie im letzten Abschnitt beschrieben aufgedampft, nachdem die Probenoberfläche Ar^+ -gereinigt wurde.

7 Um zwei elektrisch getrennte supraleitende Elektroden zu erhalten, muß das Nb auf dem Halbleitersteg durchtrennt werden. Dazu wird im zweiten Elektronenstrahlithografie-Schritt in PMMA 600k-Resist zentriert auf dem Halbleitersteg ein Fenster schmaler als dessen Breite L definiert. Belichtungs- und Entwicklungsparameter waren die gleichen wie in Schritt 2. Es hat sich nicht als sinnvoll erwiesen, hierfür einen Mehrschichtlack zu verwenden. Auch wenn dieser widerstandsfähiger gegen den anschließenden RIE-Schritt ist, so ist doch die Kontrolle der Fensterbreite beim Entwickeln wesentlich schwieriger.

8 Der Nb-Film wird im abschließenden RIE-Schritt auf dem Halbleitersteg mit einem SF_6 -Plasma unterbrochen. Die Ätzdauer betrug zwei Minuten. Die PMMA-Ätzmaske wurde in Aceton entfernt.

In Abbildung 3.21 ist unten ein Detailfoto eines so hergestellten S/HI/S-Kontaktes zu sehen. Man erkennt die Lage des 2DEG am Helligkeitsunterschied zwischen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ und InP. Das Ar^+ -Reinigen vor der Nb-Deposition hat deutlich Material vom Halbleitersteg abgetragen. Im unteren Teil des Halbleiterstegs, unterhalb des S/HI/S-Kontaktes, sieht man den geringen Einfluß des SF_6 -Plasmas auf den Halbleiter: Er ist dort, wo sich das 300 nm breite Fenster zum Durchtrennen des Supraleiters befand, minimal abgetragen und etwas glatter. In weiteren Prozeßschritten können jetzt Steuerelektroden zentriert auf den Halbleitersteg aufgebracht werden. Dies setzt allerdings eine Halbleiterheterostruktur mit einer funktionstüchtigen SCHOTTKY-Barriere voraus. Die InP-Barrierschicht in der hier verwendeten Heterostruktur erfüllt diese Forderung nicht. Sie diente nur der Erforschung des Ätzverhaltens verschiedener Rezepte und muß später durch p^+ -InP ersetzt werden. Hier konnte deshalb nur eine Metall/Isolator-Steuerelektrode, wie in Abbildung 3.22 zu sehen, eingesetzt werden. Zu ihrer Herstellung sind

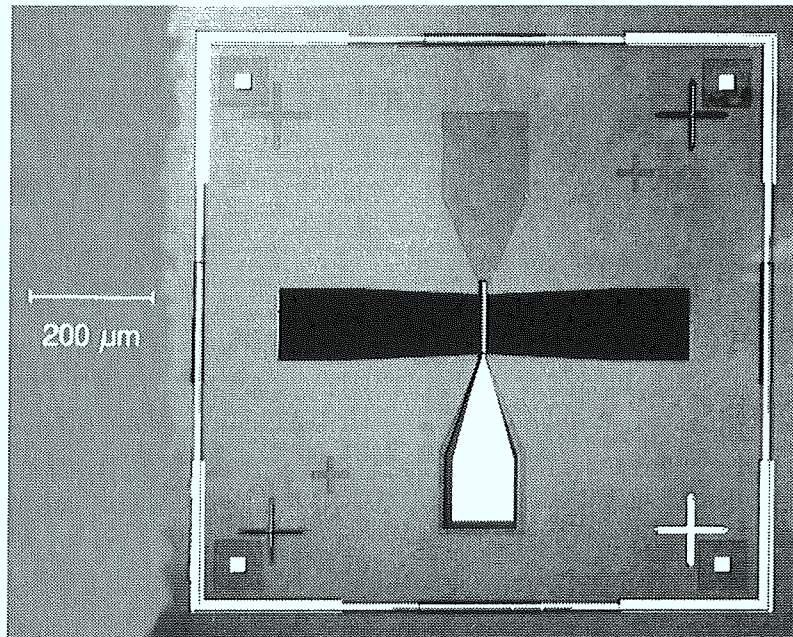


Abb. 3.22 S/HI/S-Kontakt mit Metall/Isolator-Steuerelektrode: Statt der in Abbildung 3.21 zu sehenden ohmschen Kontakte wurde hier auf dem unteren Anschluß des Halbleiterstegs zunächst SiO_2 als Isolator und darauf die Steuerelektrode aus Cr/Au aufgedampft. In der Literatur wird solch ein Bauelement als MOS-JoFET (Metal Oxide Semiconductor-Josephson Field Effect Transistor) oder SMISFET (Superconducting Metal Insulator Semiconductor Field Effect Transistor) bezeichnet.

zwei UV-Lithografie-Schritte mit Umkehrprozeß notwendig: Im ersten wird das Fenster für den Isolator (auf dem Foto dunkelgrau), im zweiten das etwas kleinere Fenster für das Metall (auf dem Foto hell) zentriert auf dem ersten erzeugt. Als Isolator wurde eine 150 nm dicke Schicht aus SiO_2 , als Elektrodenmaterial 5 nm Cr / 100 nm Au verwendet. Alle drei Materialien wurden elektronenstrahlverdampft. Der Supraleiter erscheint auf diesem Foto schwarz. Dieses Bauelement wurde zuerst in [50] vorgeschlagen, allerdings nicht mit einem vergrabenen 2DEG als halbleitendem Kanal, sondern mit InAs- und InSb-Substraten, die auf der Oberfläche eine Anreicherungsschicht (Oberflächen-2DEG) bilden, und mit einem p - n -Übergang; dort wurde dafür der Begriff MOS-JoFET (Metal Oxide Semiconductor-JOSEPHSON Field Effect Transistor) geprägt. Auf p -InAs wurde dieser Vorschlag in [101] realisiert. Die gleiche Arbeitsgruppe berichtet später [103] über einen MOS-JoFET mit einem vergrabenen InAs-2DEG (siehe auch die Literaturangaben in 2.2.2 und 4.3.2).

Die Proben zeigten einen Leckstrom vom 2DEG in die Steuerelektrode von einigen μA . Wahrscheinlich wurden beim Bonden auf dem unteren, brei-

ten Teil der Halbleiterstruktur die Isolation unter den Bondflächen beschädigt und der Widerstand zwischen Steuerelektrode und 2DEG auf etwa $1\text{ M}\Omega$ reduziert. Da der Leckstrom in der Größenordnung charakteristischer Ströme der Proben lag, kam die gemessene steuernde Wirkung wohl eher durch den Leckstrom als durch den Feldeffekt der Steuerelektrode zustande.

4 Messungen und Ergebnisse

In diesem Kapitel wird erklärt, wie die Messungen an den Proben durchgeführt wurden. Dazu werden das Meßprinzip und die Ausstattung der Meßplätze beschrieben. Im Anschluß daran werden einige typische Messungen vorgestellt und diskutiert.

4.1 Die Tieftemperaturmeßplätze

Die Messung der Proben erfolgte bei Temperaturen zwischen 30 mK und 10 K. Temperaturen deutlich unter 4,2 K, der Siedetemperatur von ^4He , lassen sich mit aufwendigen Kühlmaschinen, sogenannten *Kryostaten*, erzeugen und gegen die Probe als Wärmequelle aufrecht erhalten, wenn diese Wärmequelle nicht zu stark ist. Dies muß bei elektrischen Transportmessungen berücksichtigt werden; unterhalb von 0,5 K muß die JOULEsche Wärmeleistung durch die elektrische Messung der Probe $\sim 1 \mu\text{W}$ sein. Für den Temperaturbereich 0,3...10 K stehen im Institut ein ^3He -Verdampfungskryostat, für den Temperaturbereich 0,03...1,2 K ein $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischkryostat zur Verfügung. Das Funktionsprinzip dieser Kryostaten wird weiter unten erklärt.

In Abbildung 4.1 ist der prinzipielle Aufbau unserer Tieftemperaturmeßplätze skizziert, ein Foto findet man in [115]. Die Kryostaten befinden sich als Einsatz in einem ^4He -Hauptbad. Dieses ist durch ein poliertes Metallgefäß und ein Hochvakuum (das äußere Vakuum) thermisch von der Umgebung auf Raumtemperatur isoliert. Das Vakuum unterdrückt dabei die Wärmeleitung, die polierte Metalloberfläche die Wärmestrahlung. Die Kryostaten geben die von der Probe aufgenommene Wärme an das Hauptbad ab, das dadurch teilweise verdampft. Das abdampfende ^4He wird zur Wiederverflüssigungsanlage geleitet. Das Hauptbad wird in regelmäßigen Abständen aus externen Kannten mit flüssigem ^4He versorgt. Der Probenraum in den Kryostaten ist durch das innere Vakuum thermisch vom Hauptbad isoliert. Die Kryostaten sind mit supraleitenden Magneten ausgestattet, die im Probenraum ein homogenes Magnetfeld senkrecht zur Probenoberfläche bis 8 T beim ^3He -Verdampfer und bis 16 T beim $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischer erzeugen. Die Proben werden mit Hilfe

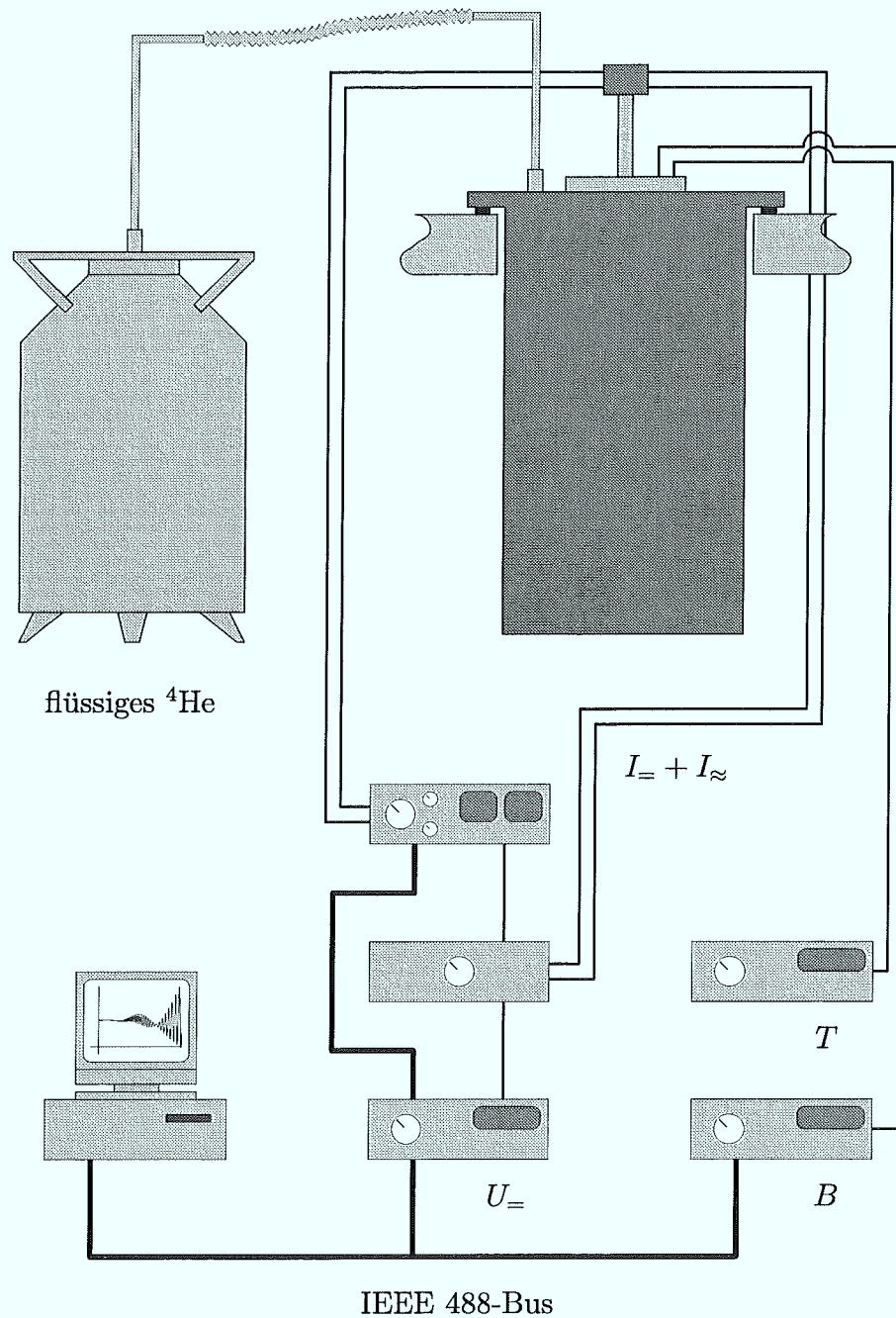


Abb. 4.1 Prinzipieller Aufbau der Tieftemperatur-Meßplätze: Der Kryostat befindet sich in einem ^4He -Bad, das regelmäßig nachgefüllt wird. Gemessen wird der Vierpunktwiderstand der Probe als Funktion des äußeren Magnetfeldes B , der Temperatur T und des aufgeprägten Gleichstroms I_+ in Lock-in-Technik. Die Meßwerte werden über den IEEE 488-Bus ausgelesen.

eines Probenstabs in den Probenraum geschleust. Der Probenstab besteht aus einer Stange, die in einem Rohr geführt ist. Das Rohr ist am vorderen Ende offen und mit einem Flansch versehen, mit dem der Probenstab vakuumdicht auf den Kryostaten aufgesetzt werden kann. Ein seitlich angebrachter Flansch ermöglicht das Abpumpen dieses Rohrs. An seinem hinteren Ende hat das Rohr eine vakuumdichte Durchführung für die Transferstange in Form einer beidseitig gedichteten, abpumpbaren Kammer mit einem Volumen von etwa 50 ml. Am vorderen Ende der Stange befindet sich der Probenhalter, der beim ^3He -Verdampfer mit einer Fassung ausgestattet ist, in die die Chipträger einfach eingesetzt werden können; in den Probenhalter des $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischers müssen die Chipträger eingelötet werden. Die elektrischen Verbindungen zum Probenhalter sind am hinteren Ende der Stange vakuumdicht nach außen geführt. Diese elektrischen Anschlüsse sind in der Skizze durch das kleine dunkelgraue Kästchen ganz oben auf dem Kryostaten angedeutet. Zum Einschleusen einer Probe wird der Probenstab mit eingebauter Probe auf den Kryostaten aufgef lanscht und abgepumpt. Danach wird der Probenstab durch ein eingebautes Ventil von der Pumpe isoliert, das Plattenventil oben am Kryostaten geöffnet und die Probe langsam abgesenkt, indem die Transferstange in den Kryostaten hineingeschoben wird, wobei an der Durchführungskammer gepumpt wird, damit nicht durch Bewegungen der Transferstange Laborluft in den Kryostaten gelangt. Dieser Vorgang dauert mindestens eine Stunde, um zu gewährleisten, daß der Probenraum nicht verschmutzt wird und daß der Probenhalter seine Wärme an den Kryostaten abgeben kann, ehe er den Probenraum erreicht, weil sonst sehr viel ^4He verdampft und es lange dauert, bis der Probenraum wieder seine Basistemperatur (die tiefstmögliche Temperatur) erreicht. Ein umfassender Überblick über Tieftemperaturtechnologie wird in [5] gegeben, zu Kühlmethoden und Temperaturmessung unter einem Kelvin siehe auch [3, 15, 18].

Die Temperatur im Probenraum wird mit Widerstandsthermometern gemessen. Der Probenraum kann elektrisch geheizt werden und mit einer Temperaturregelung auf einer konstanten Temperatur gehalten werden. Das Magnetnetzteil ist über einen IEEE 488-Bus an den Meßrechner angeschlossen, der über diesen Bus diverse Strom- und Spannungsquellen und Meßinstrumente steuern und auslesen kann. Gemessen wird der dynamische Widerstand der Proben als Funktion der Temperatur T , des äußeren Magnetfeldes B und des aufgeprägten Gleichstroms $I_{\text{=}}$. Die Messung erfolgt in Lock-in-Technik. Das Oszillatorsignal des Lock-in-Verstärkers $U_{\approx} = U_{\approx 0} \sin(\omega t)$ wird parallelgeschaltet mit der Gleichspannung $U_{\text{=}}$ der rechnergesteuerten Spannungsquelle auf die Stromquelle gegeben, die am Ausgang einen Strom $I = I_{\text{=}} + I_{\approx}$ liefert, der direkt proportional zum Eingangssignal $U_{\text{=}} + U_{\approx}$ ist und dessen einstellbare Amplitude maximal 1 mA beträgt. Wenn die Amplitude

des Oszillatorsignals vernachlässigbar ist, d. h. in der Praxis $U_{\approx} < 10^{-2} U_{=}$ gilt, so beeinflusst der aufgeprägte Gleichstrom $I_{=}$ den Widerstand der Proben in normalleitenden Bereichen durch die Überschußenergie der Elektronen über dem Fermi-niveau und in supraleitenden Bereichen durch Überschreiten des kritischen Stroms, während der Meßstrom $I_{\approx}$ die vom Lock-in detektierte Oszillation erzeugt, ohne den Widerstand zu verändern. Der Lock-in-Verstärker mißt dabei nicht den absoluten Widerstand der Probe $U(I)/I_{\approx 0}$, sondern die Änderung der abfallenden Spannung mit dem Strom durch die Probe dU/dI , den *differentiellen Widerstand*. Dies sieht man an der TAYLOR-Reihenentwicklung des Spannungsabfalls $U(I_{=} + I_{\approx})$: Bis zur zweiten Ordnung entwickelt um den Schwerpunkt der Oszillation ist

$$U(I) = U(I_{=}) + \frac{dU}{dI}|_{I_{=}} I_{\approx 0} \sin(\omega t) + \frac{1}{4} \frac{d^2U}{dI^2}|_{I_{=}} I_{\approx 0}^2 [1 + \sin(2\omega t)] + \dots \quad (4.1)$$

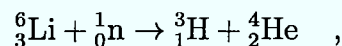
Da der Lock-in nur ein schmales Frequenzfenster um die Oszillatorfrequenz ω detektiert und die Amplitude der gemessenen Oszillation ausgibt, ist das Meßergebnis nach Division durch den Meßstrom $I_{\approx 0}$ der differentielle Widerstand als Funktion des aufgeprägten Gleichstroms $dU/dI|_{I_{=}}$. Die Oszillatorfrequenz sollte dabei den Frequenzen von Störsignalen (z. B. der Netzfrequenz und ihren Oberschwingungen) möglichst unähnlich gewählt werden und muß gering genug sein, in der Probe keine elektrische Veränderung (wie die Anregung elektronischer Übergänge) zu erzeugen. Hier wurde mit $\omega = 183$ Hz gemessen.

4.1.1 Der ^3He -Verdampfungskryostat

Beim ^3He -Verdampfer wird die Verdampfungswärme des flüssigen ^3He zum Abkühlen des Probenraums genutzt. Durch Verdampfen von flüssigem ^4He läßt sich ein Gefäß minimal auf 0,7 K abkühlen. Die typische Temperatur für ein mit ^4He gefülltes, abgepumptes Gefäß, die mit relativ geringem technischen Aufwand erreichbar ist, beträgt 1,2 K. Die Kryostaten enthalten sogenannte „1 K-Töpfe“, die aus dem Hauptbad über ein Nadelventil gefüllt und von außen abgepumpt werden. Sie dienen zur Verflüssigung des Arbeitsgases, in diesem Fall ^3He mit der Siedetemperatur $T_s = 3,19$ K. Das leichte Heliumisotop ist als Arbeitsgas aus folgenden Gründen besser geeignet als gewöhnliches ^4He und ermöglicht die Minimaltemperatur 0,28 K durch Abpumpen über der Flüssigkeit: Der Dampfdruck von ^3He ist wesentlich größer als derjenige von ^4He , bei $T = 0,3$ K um sieben Größenordnungen. ^4He besteht für $T < 2,17$ K aus einem Gemisch einer suprafluiden (He II) und einer normalflüssigen Phase (He I). Da das leichte Isotop keinen ganzzahligen

Kernspin hat, also ein Fermion ist, kann es im Gegensatz zu ^4He nicht einfach BOSE-kondensieren. Bei sehr tiefen Temperaturen ($T < 2,5 \text{ mK}$) führt die schwache attraktive VAN DER WAALS-Wechselwirkung zwischen den ^3He -Atomen allerdings zu einer Paarung und damit zu einer suprafluiden Phase (dies geschieht analog zur Bildung von COOPER-Paaren beim supraleitenden Phasenübergang). Im für elektrische Transportmessungen relevanten Temperaturbereich ist ^3He also nicht suprafluid. Die suprafluide Phase führt durch die vollständige Benetzung der Gefäßwände zu einem drastischen Abfall der Kälteleistung, weil sie sich auch gegen die Gravitation zu einer Wärmequelle hin bewegt (sogenanntes *Filmkriechen*), dort normalflüssig wird und mit der aufgenommenen Wärme in den Probenraum zurückfließt (normalflüssige Phasen fließen von einer Wärmequelle weg) oder zurückfällt. Selbst wenn das Helium nach dem Kontakt mit der Wärmequelle nicht in den Probenraum zurückgelangt, steigt dessen Temperatur. Die suprafluide Phase hat nämlich keine innere Energie. Wenn sie sich aus einem Gemisch mit der normalflüssigen Phase entfernt, steigt die spezifische innere Energie des verbleibenden Gemisches und damit dessen Temperatur.

Für den Betrieb eines ^3He -Verdampfungskryostaten benötigt man typischerweise 10 Normalliter (das sind 23 ml Flüssigkeit) ^3He , dessen natürliche Isotopenhäufigkeit $1,4 \cdot 10^{-6}$ beträgt, wobei Helium nur zu $5,2 \cdot 10^{-6}$ in der Atmosphäre vorkommt. Das kommerziell erhältliche ^3He stammt aus kern-technischen Anlagen, in denen Tritium ($^3\text{H}_2$) durch die Kernreaktion



erbrütet wird. Aus dem Tritium entsteht mit 12,3 Jahren Halbwertszeit durch β^- -Zerfall ^3He . Die Trennung des Heliums vom Tritium erfolgt durch Diffusion. Entsprechend wertvoll ist dieses Arbeitsgas (in [5] wird ein Preis von 500,- DM pro Normalliter genannt), und da Helium durch kleinste Poren diffundiert, muß ein hoher Dichtungsaufwand betrieben werden, um möglichst nichts davon zu verlieren.

Unser ^3He -Kryostat ist ein intermittierend arbeitender Einsatz der Firma OXFORD (Projekt-Nr. 35 548). Das ^3He wird bei Raumtemperatur in einen 15 l großen Vorratsbehälter, der über einen Wellschlauch mit dem Einsatz verbunden ist, gefüllt. Im Einsatz wird das gasförmige ^3He in einem 1 K-Topf kondensiert und tropft von dort in den Probenraum. Wenn das Heliumgas vollständig kondensiert ist, beginnt man damit, den Dampf über der Flüssigkeit abzupumpen und damit den Probenraum unter 3 K abzukühlen. Hier wird eine *Adsorptionspumpe* eingesetzt, weil ihr Saugvermögen eine Größenordnung besser als das externer, mechanischer Pumpen ist. Die Adsorptionspumpe befindet sich im Einsatz, also im inneren Vakuum, über dem 1 K-Topf

und ist nach unten mit dem Probenraum und nach außen mit dem Vorratsbehälter verbunden. Sie kann elektrisch geheizt und über ein Nadelventil mit Helium aus dem Hauptbad gekühlt werden; dazu wird eine weitere externe Pumpe benötigt, die das an der Adsorptionspumpe aufgewärmte Heliumgas möglichst schnell entfernt. Die Adsorptionspumpe enthält porösen Kohlenstoff, der das gasförmige ^3He für $T < 10\text{ K}$ adsorbiert und damit sehr effektiv den Druck über der Flüssigkeit erniedrigt (Funktionsprinzip der *Kryopumpe*). Wird die Adsorptionspumpe auf etwa 40 K erwärmt, gibt sie das aufgenommene ^3He wieder ab. Der Probenhalter ist mit einer elektrischen Heizung ausgestattet; die Temperatur im Probenraum und die Temperatur der Adsorptionspumpe werden jeweils durch OXFORD ITC 4-Geräte geregelt. Wenn das ^3He aus dem Probenraum vollständig verdampft ist, müssen die Adsorptionspumpe ausgeheizt und das Helium im 1 K -Topf wiederverflüssigt werden. Die typische Standzeit bei Basistemperatur ($0,3\text{ K}$) beträgt 30 min .

4.1.2 Der $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischkryostat

Unser Mischkryostat ist ein kontinuierlich arbeitender OXFORD 400 TLM (Projekt-Nr. 33 577). In Mischkryostaten wird die Mischungsenthalpie, die beim Lösen von normalflüssigem ^3He in suprafluidem ^4He auftritt, zum Abkühlen des Probenraums genutzt. Die Mischungsenthalpie kommt dadurch zustande, daß bei gegebener Temperatur die molare spezifische Wärmekapazität des Isotopengemisches größer als die des reinen ^3He ist. Die Abkühlung tritt durch Anreichern der Mischphase mit ^3He ein. Die Kälteleistung von Mischkryostaten ist für Temperaturen unter $0,35\text{ K}$ größer als diejenige von Verdampfungskryostaten, die mit fallender Temperatur exponentiell¹ gegen Null geht, und verschwindet unter 40 mK wie T^2 . Durch Ausnutzung der Mischungsenthalpie lassen sich mit ^3He also tiefere Temperaturen als durch Ausnutzen der Verdampfungswärme erzielen; in unserem Fall beträgt die Basistemperatur 25 mK .

Eine besondere Eigenschaft des Heliumisotopengemisches² ermöglicht den kontinuierlichen Betrieb von Mischkryostaten, also eine beliebige Standzeit bei Basistemperatur. Unterhalb von $T_{tc} = 0,86\text{ K}$ zerfällt das Gemisch in zwei Phasen, eine ^3He -arme Phase und eine konzentrierte Phase, die praktisch ausschließlich aus ^3He besteht und wegen ihrer geringeren Dichte auf der verdünnten Phase ruht. Der ^3He -Anteil in der verdünnten Phase nimmt

¹Der Dampfdruck über einer Flüssigkeit nimmt gemäß der CLAUSIUS-CLAPEYRON-Gleichung exponentiell mit der Temperatur ab. Da die Kälteleistung durch den abgepumpten Teilchenfluß bestimmt wird, geht auch sie mit sinkender Temperatur exponentiell gegen Null.

²siehe dazu das Phasendiagramm des $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Gemisches in der zitierten Literatur

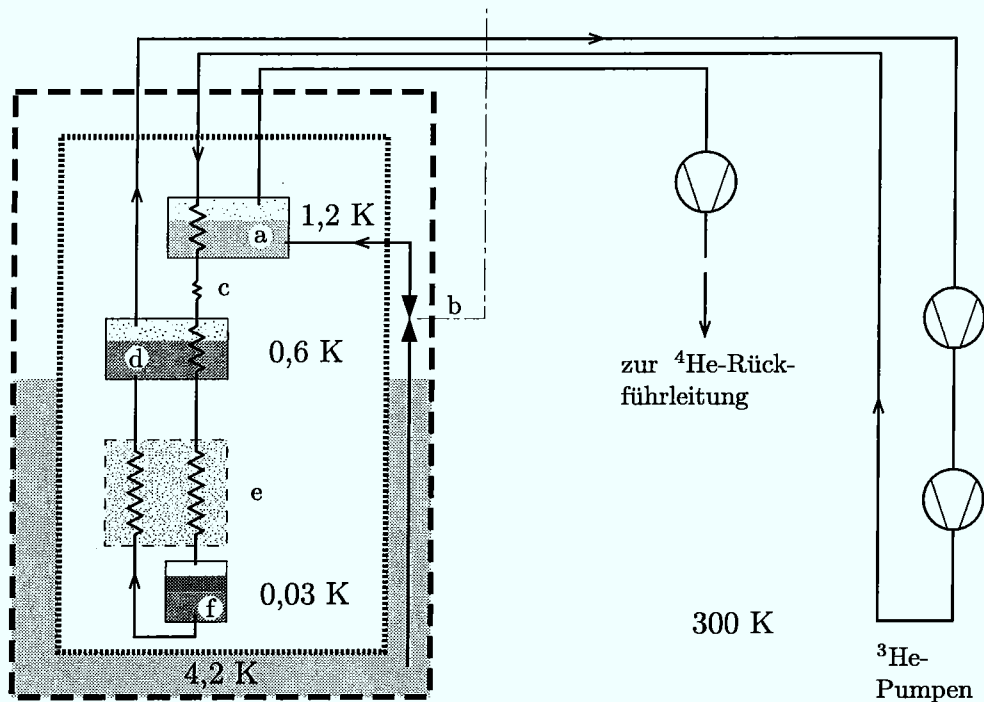


Abb. 4.2 Strömungsschema eines $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischkryostaten: Im inneren Vakuum (fein gestrichelt) sind die wesentlichen Bestandteile des Mischkryostaten skizziert: Der 1 K-Topf (a) dient als Kondensor für das ^3He . Er wird durch ein von außen bedienbares Nadelventil (b) aus dem Hauptbad (grob gestrichelt) mit ^4He (hellgrau) befüllt und extern abgepumpt. In der Destillationskammer (d) wird nahezu ausschließlich ^3He (dunkelgrau) abgepumpt, wodurch ein osmotischer Druckgradient von der Mischkammer (f) zur Destillationskammer entsteht, durch den kontinuierlich ^3He die Phasengrenze von der konzentrierten in die verdünnte Phase (mittelgrau) überschreitet. Die dabei auftretende Mischungsenthalpie führt zur Abkühlung des Probenraums. Der supraleitende Magnet und die Einrichtungen zum Ein- und Ausschleusen der Proben sind nicht dargestellt.

mit der Temperatur ab, beträgt aber auch am Temperaturnullpunkt noch 6,4 %. Man kann nun die konzentrierte Phase als Quasiflüssigkeit und die verdünnte Phase als Quasigas betrachten; das suprafluide ^4He wird in diesem Zusammenhang manchmal als Quasivakuum bezeichnet. Analog zur Erniedrigung des Dampfdrucks über einer Flüssigkeit kann der osmotische Druck unter der Quasiflüssigkeit reduziert werden, indem selektiv ^3He aus der verdünnten Phase entfernt wird. Dadurch wird die Quasiverdampfung des ^3He begünstigt. Ein kontinuierliches Entfernen von ^3He aus der verdünnten Phase und Hinzufügen zur konzentrierten Phase wird folgendermaßen realisiert: In der Prinzipskizze Abbildung 4.2 ist unten die Mischkammer (f) mit den beiden getrennten Phasen dargestellt; der (nicht dargestellte) Probenraum ist als schlanke zylindrische Verlängerung der Mischkammer ausgeführt. Aus der verdünnten Phase wird in der Destillationsstufe (d) bei

$T = 0,6$ K wegen dessen wesentlich höheren Dampfdrucks nahezu ausschließlich ^3He verdampft. Auf diese Weise entsteht ein osmotischer Druckgradient zwischen Misch- und Destillationskammer, durch den sich kontinuierlich ^3He aus der konzentrierten Phase in der verdünnten Phase löst. Das ^3He -Gas wird von externen Pumpen aus der Destillationskammer abgepumpt, beim Wiedereintritt in den Kryostaten im 1 K-Topf (a) kondensiert und anschließend in der Destillationskammer und im Wärmeübertrager (e) auf die Temperatur der konzentrierten Phase in der Mischkammer, in der sich der Kreislauf schließt, abgekühlt. Dieser möglichst vollständige Temperatúrausgleich ist technologisch schwierig zu realisieren und bestimmt wesentlich die minimal erreichbare Temperatur. Solange der Kreislauf läuft, ist die Temperatur im Probenraum niedriger als in der konzentrierten Phase. Die Kapillare (c) zwischen 1 K-Topf und Destillationskammer baut den für eine effektive Wiederverflüssigung des ^3He -Gases notwendigen Druck im Kondensor auf.

In der Prinzipskizze sind weder der supraleitende Magnet noch die Einrichtungen zum Ein- und Ausschleusen der Proben dargestellt. Auch ist die außerhalb des Kryostaten installierte Technik wesentlich aufwendiger als aus der Skizze zu erkennen. Um Kontaminationen des Heliumgemisches, die insbesondere leicht die Kapillare (c) verstopfen können, durch mit der Probe eingeschleuste Restgase herauszufiltern, sind (nicht eingezeichnete) Kühlfallen installiert: Die erste Kühlfalle befindet sich außerhalb des Kryostaten hinter den ^3He -Pumpen und ist mit flüssigem Stickstoff gefüllt. Sie bindet Luftfeuchtigkeit, Stickstoff, Sauerstoff, Kohlendioxid und eventuelle Ölrreste, die der Tröpfchenfilter hinter den Pumpen nicht festgehalten hat. Alle anderen Restgase werden in der Helium-Kühlfalle vor dem 1 K-Topf im Kryostaten festgehalten. Wenn die Kapazität der Kühlfallen erschöpft ist, was sich durch Druckanstieg des Gemisches an entsprechenden Stellen im Kreislauf äußert, müssen diese ausgebaut, ausgeheizt und abgepumpt werden.

4.2 SdH- und QHE-Messungen an den Halbleiterdrähten

Infrarotabsorptionsmessungen [87] an im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Halbleiterdrähten³ begründeten den Verdacht [123], die Leitfähigkeit der Drähte mit einer Breite $L < 2,0 \mu\text{m}$ wäre durch den Ätzprozeß derart degene-

³Die Proben hatten die im letzten Kapitel vorgestellte „Knochen“-Geometrie, ein schmaler Steg (Draht) über dreieckige Zuleitungen mit quadratischen Reservoiren von $140 \mu\text{m}$ Kantenlänge verbunden, wie sie in Abbildung 3.16 und Abbildung 3.21 zu sehen ist. Sie wurden für diesen Zweck weder mit ohmschen Kontakten noch mit supraleitenden Elektroden versehen. Es wurden Drähte mit Breiten L zwischen $0,1$ und $2,0 \mu\text{m}$ hergestellt.

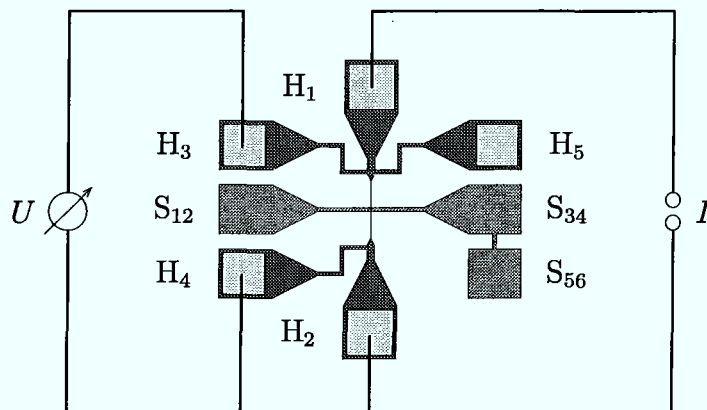


Abb. 4.3 Weiterentwickelte Probengeometrie mit elektrischen Anschlüssen: Die eingezeichnete Beschaltung entspricht der Meßanordnung für die Messung der Shubnikov-de Haas-Oszillationen.

riert, daß die Elektronen dort kein 2DEG mehr bildeten. Um die Qualität des 2DEG in den geätzten Halbleiterdrähten zu überprüfen, wurden SHUBNIKOV-DE HAAS- und Quanten-HALL-Effekt-Messungen an diesen Proben durchgeführt [118] und mit Messungen an Hallbarren (der für SdH- und QHE-Messungen idealen Probengeometrie [116]) verglichen. Diese Drähte hatten die weiterentwickelte Probengeometrie, wie sie auf der REM-Aufnahme Abbildung 3.19 zu sehen und in Abbildung 4.3 skizziert ist.

Die fünf mit H_i bezeichneten Kontakte sind einlegierte ohmsche Kontakte (hellgraue Quadrate) auf dem Halbleiter (dunkelgraue Struktur). Die sechs Kontakte auf dem Supraleiter (mittelgrau) sind mit S_i bezeichnet. Da der Supraleiter eine Äquipotentialfläche darstellt, sind für Vierpunktmessungen hier keine räumlich getrennten Zuleitungen für den Strom und die Spannungsabgriffe notwendig. Statt dessen kann mehrfach an geeigneten Stellen (mit Aluminiumdraht) auf dem Niob gebondet werden. Der Strom durch den Halbleiterdraht wird von H_1 nach H_2 aufgeprägt. Zur SdH-Messung wird der Spannungsabfall von H_3 nach H_4 als Funktion des äußeren Magnetfeldes aufgezeichnet. Für die QHE-Messung wird die Hallspannung zwischen den Kontakten H_3 und H_5 abgegriffen. Die Messung erfolgt in Lock-in-Technik, die Oszillatorfrequenz wird mit $\omega = 17,3$ Hz so niedrig gewählt, daß einerseits noch eine rauscharme Messung möglich ist, andererseits aber die Magnetotransportmessungen quasi mit einem Gleichstrom durchgeführt werden. Die Oszillatorspannung wird ohne zusätzliche Gleichspannung auf die oben vorgestellte Stromquelle gegeben, die Elektronen erhalten beim Magnetotransport also kaum Überschußenergie⁴, die Messung erfolgt praktisch

⁴Bei den Messungen an Hallbarren betragen die Amplitude des Meßstroms typischer-

am Fermi-niveau. Der gemessene Spannungsabfall wird durch die Amplitude des Wechselstroms geteilt und ergibt so den SdH-Widerstand R_{xx} bzw. den QHE-Widerstand R_{xy} als Funktion des Magnetfeldes B .

In Abbildung 4.4 sind oben die SdH- und QHE-Messungen an einem Halbleiterdraht und unten zum Vergleich die analogen Messungen an einem aus dem gleichen Wafer hergestellten Hallbarren abgebildet. In der SdH-Messung am Draht fällt der negative Magnetowiderstand, die Abnahme des longitudinalen Widerstandes mit ansteigendem Magnetfeld, für kleine Felder $B < 1$ T auf. Dieser Effekt tritt bei schmalen Strukturen auf, nämlich wenn die Breite eines zweidimensional leitfähigen Bereiches, hier die Stegbreite L , in der Größenordnung der elastischen freien Weglänge l_{el} liegt, weil dann die Streuung der Elektronen am Rand ähnlich wahrscheinlich ist wie die Streuung im Volumen des leitenden Bereichs [49]. Je nach Qualität des Randes unterscheidet man zwischen diffuser und spiegelnder *Begrenzungsstreuung*. Bei der diffusen Begrenzungsstreuung steigt der longitudinale Widerstand zunächst mit dem Magnetfeld an, weil durch die gekrümmten Trajektorien bei einem rauen Rand die Wahrscheinlichkeit für Rückstreuung steigt, und nimmt dann mit zunehmendem Feld ab, weil die Rückstreuung unterdrückt wird, wenn der Zyklotrondurchmesser $2r_c$ kleiner als die Drahtbreite L ist und die Elektronen sich an einer Seite „entlanghangeln“ ohne zur gegenüberliegenden Seite gestreut zu werden. Die diffuse Begrenzungsstreuung hat dann, für große ($2r_c < L$) Magnetfelder, den gleichen Effekt auf die Leitfähigkeit wie die spiegelnde Begrenzungsstreuung von Anfang ($B \geq 0$) an: Da mit steigendem Magnetfeld die Elektronentrajektorien immer näher am Rand entlang verlaufen⁵, kommt es entsprechend seltener zu Streuereignissen mit Störstellen im Volumen zwischen den Rändern. Es gibt noch weitere Leitfähigkeitskorrekturen neben der Begrenzungsstreuung, die hier aber nicht von Bedeutung sind. Eine ausführliche Diskussion dieses Themas wird in [114] gegeben. Die Messung zeigt, schwach ausgeprägt, ein Maximum im Magnetowiderstand, das Charakteristikum der diffusiven Begrenzungsstreuung, bei $B = 0,12$ T. Der diffusive Anteil an der Begrenzungsstreuung in dieser Probe kann von der Mitte des Drahtes herrühren; dort wurde der Draht vor der Nb-Deposition Ar^+ -gereinigt, wobei mikroskopische Rauigkeiten an der Heterogrenzfläche und Gitterdefekte entstehen können. Aktuelle Messungen in unserer Arbeitsgruppe zeigen, daß geätzte Drähte spiegelnde Begrenzungsstreuung zeigen,

weise 100 nA und der Widerstand entlang des Strompfades 100 Ω , die Überschußenergie also 0,01 meV.

⁵Diese klassische Vorstellung von Elektronenbahnen findet ihre quantenmechanische Rechtfertigung darin, daß die Energieeigenwerte eines Elektrons in einem Magnetfeld und harmonischen elektrischen Potential senkrecht zur Transportrichtung die eines zum Rand hin verschobenen harmonischen Oszillators sind.

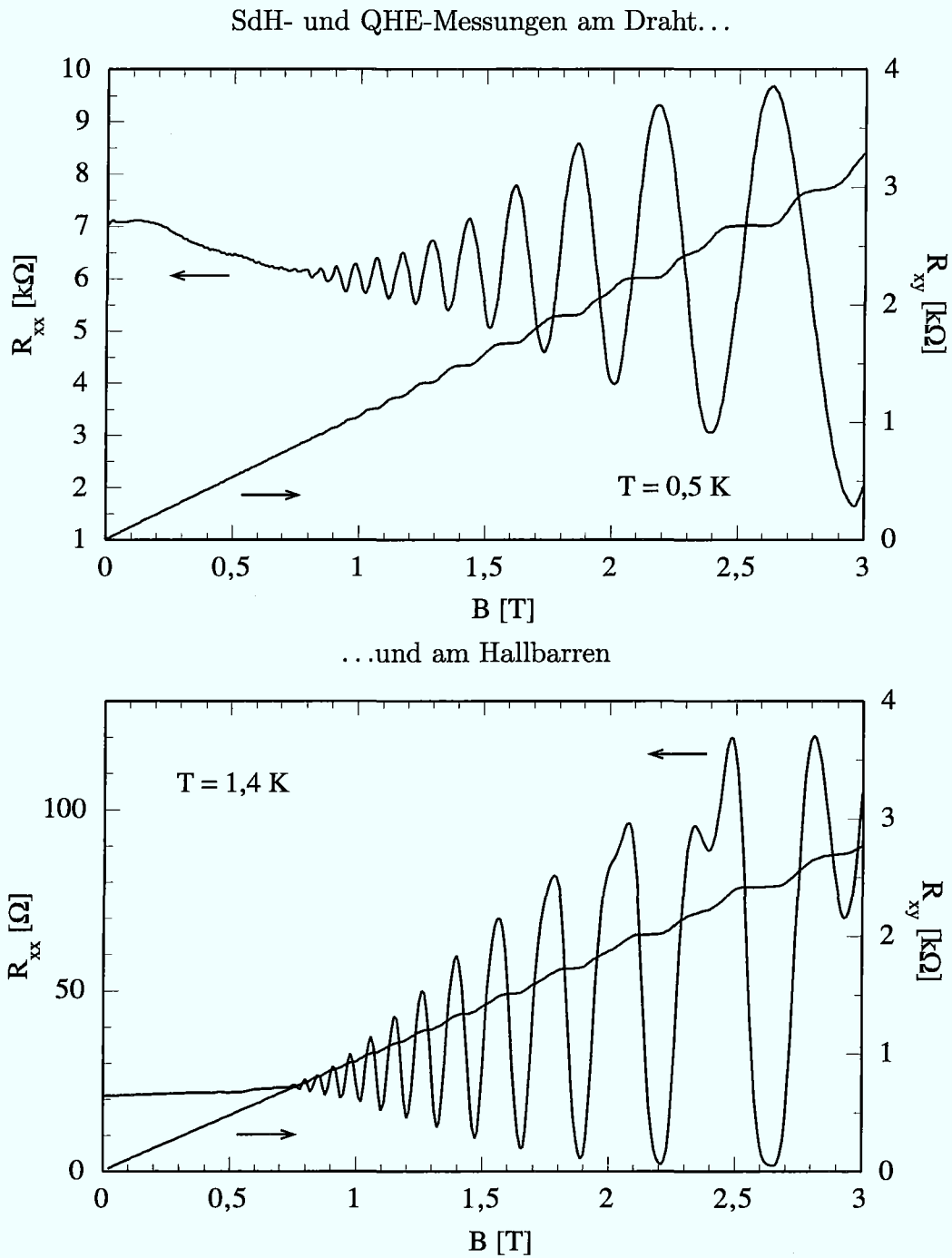


Abb. 4.4 Shubnikov-de Haas (linke Ordinate) und Quanten-Hall-Messungen (rechte Ordinate) MOVPE1212I4A3 (oberes Diagramm): Die Probe wurde mit dem selbstjustierenden Prozeß hergestellt und mit $w = 5 \mu\text{m}$ breiten supraleitenden Elektroden versehen. Das untere Diagramm zeigt zum Vergleich die analogen Messungen an einem aus dem gleichen Wafer hergestellten Hallbarren.

die durch Ar^+ -Reinigung der Ätzflanken in diffusive Begrenzungsstreuung übergeht [117].

Die SdH-Oszillationen sind periodisch in $1/B$, die Frequenz ist direkt proportional zur Ladungsträgerdichte n . Durch Inversion der Magnetfeldachse und FOURIER-Transformation läßt sich also mit einem geeigneten Programm [118] aus der SdH-Messung die Ladungsträgerdichte n_{SdH} bestimmen. Alternativ dazu folgt die Ladungsträgerdichte aus der Steigung der HALL-Geraden gemäß

$$n_{\text{Hall}} = \frac{r_{\text{Hall}}}{e} \cdot \frac{dB}{dR_{xy}}, \quad (4.2)$$

wobei e die Elementarladung ist und der HALL-Faktor r_{Hall} für ein 2DEG als Eins angenommen werden kann [118]. Die Beweglichkeit μ der Ladungsträger folgt nach dem DRUDE-Modell aus dem longitudinalen Widerstand:

$$\mu = \frac{1}{ne} \cdot \frac{l_x}{l_y R_{xx}(B=0)}. \quad (4.3)$$

Dabei sind l_y die Breite des stromtragenden Bereiches, an dem die Spannung abgegriffen wird, und l_x der Abstand zwischen diesen Spannungsabgriffen. Die Auswertung der SdH-Oszillationen ergibt für den Draht $n_{\text{SdH}} = 6,0 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ und für den Hallbarren $n_{\text{SdH}} = 6,12 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$, also eine geringe Reduktion der Ladungsträgerkonzentration durch das Ätzen der schmalen Struktur. Aus der HALL-Messung folgt mit (4.2) für den Draht $n_{\text{Hall}} = 5,9 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ und für den Hallbarren $n_{\text{Hall}} = 6,6 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Diese Diskrepanz zwischen n_{SdH} und n_{Hall} beim Hallbarren kommt wahrscheinlich durch eine ungünstige Probenherstellung zustande. Bei dieser Probe wurden die ohmschen Kontakte zuerst hergestellt und anschließend die Hallbarrenstruktur geätzt. Eigentlich sollten die ohmschen Kontakte im letzten Schritt hergestellt werden und die geätzte Struktur überlappen, damit die Kontakte bei großen Magnetfeldern nicht „abschnüren“ (damit nicht Elektronentrajektorien am Rand außerhalb der aktiven Kontaktfläche vorbeilaufen und so die detektierte Spannung zu gering wird). Die Probe zeigte bei großen Magnetfeldern ($B > 6 \text{ T}$) deutlich nicht-ideales Verhalten. Die zu geringe detektierte Spannung geht in n_{SdH} nicht ein, hier ist nur der Abstand der Maxima, nicht aber deren Amplitude von Bedeutung. Ist die gemessene Hallspannung aber zu gering (werden nicht alle Elektronentrajektorien detektiert), so wird n_{Hall} zu groß.

Die am Hallbarren gemessene Beweglichkeit ist $\mu = 37 \text{ m}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$. Wegen der beschränkten Gültigkeit des DRUDE-Modells für schmale Strukturen ist eine entsprechende Auswertung für den Draht nicht unbedingt möglich. Allerdings gibt es bei $B = 0$ noch keinen Einfluß der Begrenzungsstreuung und ist

die Breite des Stegs L hier so groß, daß die anderen Leitfähigkeitskorrekturen (Interferenzeffekte) genauso unbedeutend sind wie beim Hallbarren. Zumindest eine Abschätzung der Beweglichkeit ist also mit $R_{xx} = 7 \text{ k}\Omega$ möglich. Mit $n = 6,0 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$, $l_x = 126 \text{ }\mu\text{m}$ und $l_y = 0,6 \text{ }\mu\text{m}$ (auf der weiterentwickelten Maske ist der Chromsteg $0,8 \text{ }\mu\text{m}$ breit) folgt dann aus (4.3) $\mu \approx 31 \text{ m}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$. Auch bei der Beweglichkeit ist also ein Qualitätsverlust gegenüber dem „ungestörten“ 2DEG im Hallbarren zu verzeichnen, allerdings handelt es sich bei den Ladungsträgern immer noch um ein hochbewegliches 2DEG, das deutlich ausgeprägte SdH-Oszillationen und QHE-Stufen zeigt. Die geringere Ladungsträgerdichte und Beweglichkeit der Elektronen im Draht gegenüber dem Hallbarren äußert sich in den SdH-Oszillationen durch vergleichsweise breitere und weiter voneinander entfernte Maxima; entsprechend ist die ZEEMAN-Aufspaltung⁶ auch nur in der SdH-Messung am Hallbarren zu erkennen. Bei den Messungen am Hallbarren entsprechen die Lage und die Aufspaltung der SdH-Maxima der Lage und der Aufspaltung der QHE-Stufen als Funktion des Magnetfeldes. Diese Übereinstimmung ist bei den Messungen am Draht nicht vorhanden. Dies liegt daran, daß die QHE-Messung am Übergang zwischen dem Volumenmaterial und dem Draht durchgeführt wird. Die Spannungskontakte H_3 und H_5 befinden sich zwar näher am Draht als in Abbildung 4.3 skizziert, dennoch baut sich die detektierte Hallspannung eher im „ungestörten“ 2DEG auf und geht der Ar^+ -gereinigte Abschnitt des Drahtes nicht in diese Messung ein. Die ZEEMAN-Aufspaltung ist also in der QHE-Messung am Draht erkennbar, in der SdH-Messung aber nicht. Mit Elektronenstrahlolithografie lassen sich Spannungskontakte unmittelbar an einem Draht realisieren. Dies ist mit UV-Lithografie nicht möglich: Die Beugung des Licht an großen ($\geq 10^\circ$) Winkeln auf der Maske führt zu einer Belichtung im geometrischen Schatten schmaler ($\leq 1 \text{ }\mu\text{m}$) Strukturen, die durch Anpassen der Entwicklungsdauer nicht mehr kompensiert werden kann.

An den SdH-Messungen erkennt man auch, daß es in dieser Halbleiterheteroschicht keinen *Bypass*, keine unerwünschte (dreidimensionale) Leitfähigkeit außerhalb des 2DEG, gibt und daß nur ein zweidimensionales Subband besetzt ist (siehe [118] für eine ausführliche Diskussion der SdH-Oszillationen).

Es ist also möglich, mit den beschriebenen Präparationstechniken einen schmalen Steg im 2DEG zu definieren, ohne dessen Qualität wesentlich zu beeinträchtigen. Allerdings kann es, insbesondere durch Ar^+ -Ätzen, zu einer lateralen Verarmung der Ladungsträger von etwa 30 nm [80] am Rand des Drahtes kommen.

⁶Das Magnetfeld hebt die Spinrentartung auf und führt zu einer Ungleichbesetzung der beiden Spineinstellungen. Deshalb treten in den SdH-Oszillationen Doppelmaxima auf, deren Separation mit dem Magnetfeld zunimmt.

4.3 Differentielle Kennlinien

In diesem Abschnitt werden differentielle Kennlinien ausgewählter Proben gezeigt und diskutiert. Gemessen wurde der differentielle Widerstand dU/dI als Funktion des aufgeprägten Gleichstroms in Abhängigkeit von der Temperatur im Probenraum T und dem angelegten, äußeren Magnetfeld B , das senkrecht auf der Probenoberfläche steht. Mit der Achsenbeschriftung I in den Diagrammen ist der aufgeprägte Gleichstrom gemeint, mit der Achsenbeschriftung U der Spannungsabfall über die Probe, der sich durch Integration des differentiellen Widerstandes nach dem Gleichstrom ergibt. Auf der Spannungsskala erscheinen zwar Strukturen in den Kennlinien verzerrt, sie ermöglicht aber einen Vergleich mit der Energieskala supraleitender Übergänge. Die Meßanordnung ist in Abbildung 4.5 skizziert: Auf den beiden supraleitenden Elektroden werden außen jeweils ein Stromkontakt (S_1 und S_4) und innen jeweils ein Spannungskontakt (S_2 und S_3) angebracht. Im Gegensatz zum Halbleiter ist so eine Vierpunktmessung möglich, weil der Supraleiter eine Äquipotentialfläche darstellt.

Die Bezeichnung der einzelnen Messungen hat folgende Bedeutung: Die erste Zahl gibt die Epitaxienummer an, der folgende Buchstabe das von diesem halben bzw. viertel Wafer abgespaltene Waferstück, die zweite Zahl das einzelne Bauelement auf diesem Waferstück, der zweite Buchstabe, das wievielte Mal die Probe in einen Kryostaten eingeschleust wurde, und die letzte Zahl die Meßreihe. So bedeutet z. B.

MOVPE4711 D 3 B 7

die siebente Meßreihe an der Probe MOVPE4711D3 nach dem zweiten Einschleusen; die Probe ist das dritte Bauelement auf dem vierten Waferstück, das abgespalten wurde vom mittels MOVPE hergestellten (viertel oder halben) Wafer mit der Epitaxienummer 4711. Sofern es nicht anders erwähnt ist, hatten die Proben die einfache „Knochen“-Geometrie mit der Elektrodenbreite $w = 100 \mu\text{m}$.

Die Zuordnung der einzelnen Kurven in einem Diagramm zu den Angaben in der Legende besteht, soweit wie möglich, in der Reihenfolge der Ordinatenwerte für einen geeigneten Abszissenwert, z. B. $U = 0$ in Abbildung 4.6.

4.3.1 Nb aus der einfachen Vakuumkammer

Wie im letzten Kapitel beschrieben, hatten die Proben, auf die das Nb in der Leybold Z400S Vakuumkammer aufgestäubt wurde, hohe S/HI-Grenzflächenwiderstände. Kennlinien der Probe mit dem deutlichsten Einfluß der supraleitenden Elektroden auf den differentiellen Widerstand aus dieser Fertigungs-

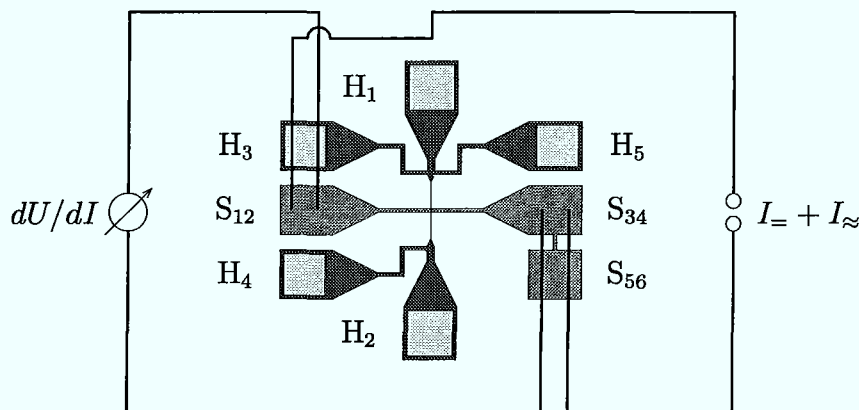


Abb. 4.5 Weiterentwickelte Probengeometrie mit elektrischen Anschlüssen: Die eingezeichnete Beschaltung entspricht der Meßanordnung für die S/HI/S-Messung. Das Prinzip der Messung des differentiellen Widerstandes dU/dI mit dem Lock-in-Verstärker wurde am Anfang des Abschnitts 4.1 erklärt.

serie sind in Abbildung 4.6 dargestellt. Wie bei allen mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie hergestellten Proben ist der Abstand zwischen den supraleitenden Elektroden im 2DEG $L = 0,4 \mu\text{m}$. Bei den meisten Kennlinien dieser Meßserie wurde jeweils nur der positive oder negative Ast aufgenommen. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden die Kennlinien dann durch Spiegelung vervollständigt; die gespiegelten Äste sind in den beiden Diagrammen grau gedruckt.

An der ($T = 0,3 \text{ K}$, $B = 0 \text{ T}$)-Kurve erkennt man bei verschwindender Vorspannung U eine Widerstandsreduktion von 10% gegenüber dem normalleitenden Bereich ($|U| > 1,5 \text{ mV}$). Dieser supraleitende Einfluß ist schwach im Vergleich zu den anderen Messungen, er ist bereits bei $T = 1,0 \text{ K}$ kaum noch zu erkennen. Bei der Basistemperatur des Kryostaten läßt sich der Leitfähigkeitsgewinn durch ein äußeres Magnetfeld reduzieren. Um ihn vollständig zu unterdrücken, ist ein für JOSEPHSON-Kontakte⁷ sehr großes Feld von $B = 2 \text{ T}$ notwendig. Der Leitfähigkeitsgewinn kommt hier also durch ANDREEV-Reflexion an den beiden S/HI-Grenzflächen zustande. Die ANDREEV-Reflexionswahrscheinlichkeit hängt nur mittelbar, über die Schwächung der supraleitenden Eigenschaften der Elektroden und die Änderung der Zustandsdichte im Halbleiter, vom Magnetfeld ab. Also unterdrückt

⁷In der strengen Definition besteht ein JOSEPHSON-Kontakt aus zwei Supraleitern, die durch eine dünne Isolatorbarriere voneinander getrennt sind (S/I/S-Kontakt). In dieser Arbeit werden nicht ausschließlich Tunnelkontakte, sondern allgemein schwach gekoppelte Supraleiter (also auch S/N/S- und S/S'/S-Kontakte) als JOSEPHSON-Kontakte bezeichnet, da die JOSEPHSON-Effekte nicht nur bei Tunnelkontakten auftreten [2, 4].

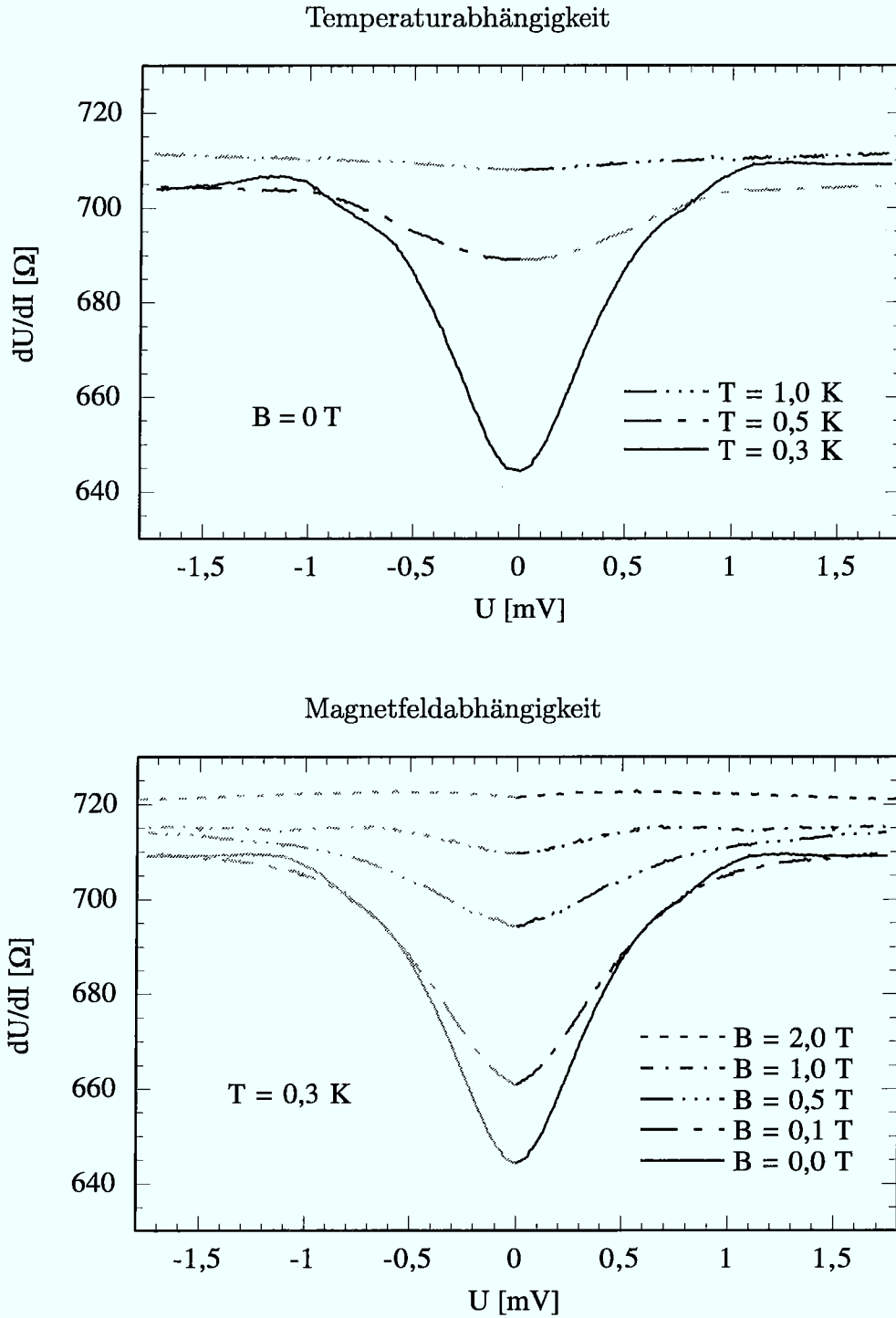


Abb. 4.6 S/HI/S-Kennlinien MOVPE1418A1B3...8 ($L = 0,4 \mu\text{m}$): Die Probe wurde mit mehrfach justierter Elektronenstrahlithografie hergestellt, das Nb in der einfachen Leybold Z400S Vakuumkammer aufgestäubt.

erst ein Magnetfeld in der Größenordnung des kritischen Feldes der supraleitenden Elektroden vollständig den Einfluß der ANDREEV-Reflexion. Der Leitfähigkeitsgewinn ist weit vom idealen Faktor Zwei entfernt, die Transmissivität der S/HI-Grenzfläche ist also vergleichsweise schlecht. Entsprechend hoch ist auch der normalleitende S/HI/S-Widerstand von $\sim 700 \Omega$. Ähnliche temperaturabhängige Kennlinien wurden an Ti/Sn-Kontakten auf GaAs/AlGaAs-Heterostrukturen gemessen [77].

4.3.2 Nb aus der Hochvakuumaufdampfanlage

Die Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage ist, wie in Abschnitt 3.3 beschrieben, mit einer Ar-Elektronenstoßquelle und drehbaren Probenaufnahmen ausgerüstet, was eine sehr gut kontrollierbare Reinigung der Probenoberfläche ermöglicht. Diejenigen Proben, auf die der Nb-Film in dieser Anlage aufgebracht worden war, zeigten alle deutlich geringere normalleitende Widerstände als die Proben aus der einfachen Vakuumkammer, teilweise lag der normalleitende Widerstand unter 3Ω .

Die Messungen an diesen Proben zeigten meistens unregelmäßige, stark ausgeprägte Strukturen, die auf der Spannungsskala auch außerhalb $2\Delta_0/e$ lagen. Diese scharfen Maxima lassen sich am schlüssigsten durch JOSEPHSON-Kontakte in den supraleitenden Elektroden erkennen, d. h. diese Strukturen treten auch ohne S/HI-Grenzflächen auf. Im nächsten Abschnitt werde ich Messungen vorstellen, die die Existenz von JOSEPHSON-Kontakten in den Nb-Elektroden beweisen. Durch das Auftreten mehrerer resistiver Übergänge in den Elektroden ist die Spannungsachse nur noch äquivalent zu einer Gesamtenergieachse⁸, so daß die jenseits $U = 2\Delta_0/e$ auftretenden Strukturen durch supraleitende Übergänge bei $E \leq 2\Delta_0$ zustande kommen können.

Abbildung 4.7 zeigt Messungen an einer mit dem selbstjustierenden Prozeß⁹ hergestellten Probe, in denen sich die resistiven Übergänge in den Elektroden viel deutlicher äußern als die S/HI-Grenzflächen. Der steile Sprung bei $|U| \approx 0,2 \text{ mV}$ ist untypisch für einen S/HI/S-Kontakt. Er kann durch einen S/S'-Kontakt unmittelbar vor der S/HI-Grenzfläche zustandekommen; die Schwachstelle zwischen diesen beiden Supraleitern könnte durch den Knick

⁸Idealerweise findet der Spannungsabfall in einem S/2DEG/S-Kontakt ausschließlich an den S/HI-Grenzflächen statt, so daß die Spannung äquivalent zur Überschußenergie der Elektronen über dem Fermi-niveau an den Grenzflächen ist. Dann erwartet man in den Kennlinien Strukturen bis zur doppelten Energielücke des Supraleiters an den Grenzflächen $2\Delta (\pm L/2)$ und darüberhinaus ohmsches Verhalten.

⁹Die hier vorgestellten Proben MOVPE1212... wurden sämtlich mit dem selbstjustierenden Prozeß, die Proben MOVPE1418... sämtlich mit mehrfach justierter Elektronenstrahlolithografie hergestellt

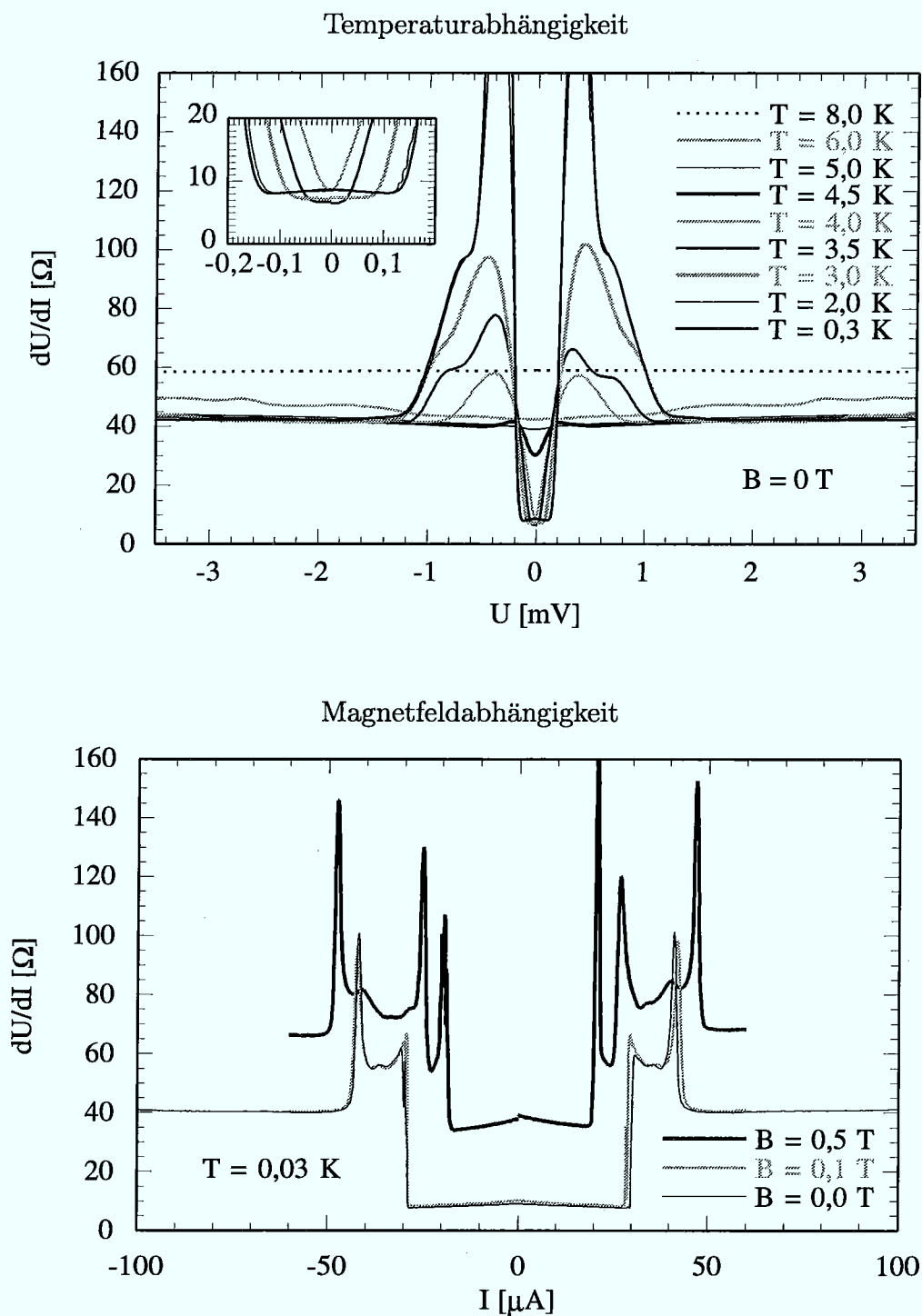


Abb. 4.7 S/In/S-Kennlinien MOVPE1212F5A1,5,6,B1..4 ($L = 0,8 \mu\text{m}$): Die Probe wurde mit dem selbstjustierenden Prozeß hergestellt, das Nb in der Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage aufgedampft.

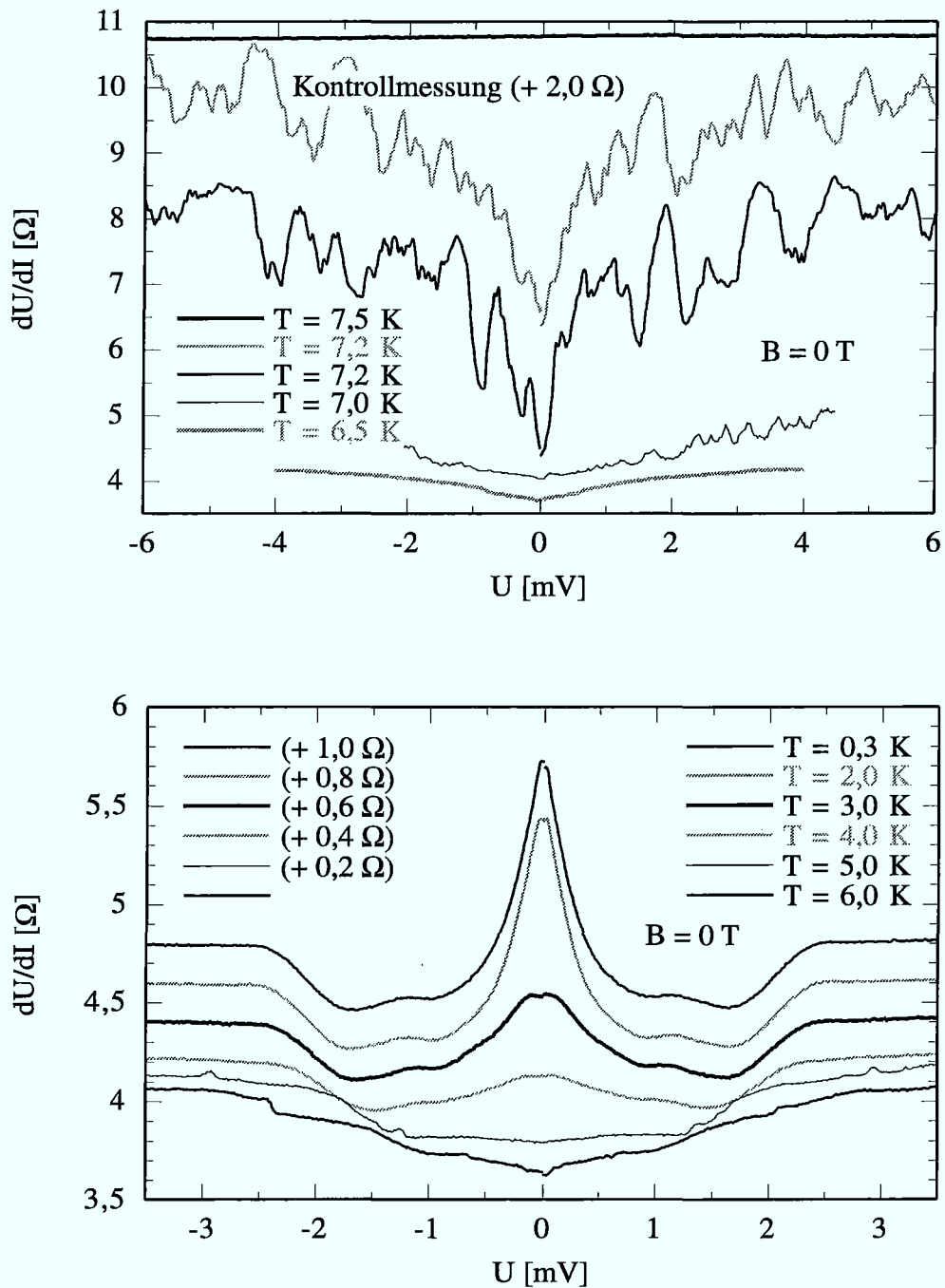


Abb. 4.8 S/HI/S-Kennlinien MOVPE1212F1C1..4,6 ($L = 0,8 \mu\text{m}$): Die Probe wurde mit dem selbstjustierenden Prozeß hergestellt, das Nb in der Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage aufgedampft. Das obere Diagramm zeigt die Kennlinien in der Nähe der kritischen Temperatur der supraleitenden Elektroden. Im unteren Diagramm sind die Kurven für niedrigere Temperaturen gegenüber der 6,0 K-Kurve um die in Klammern angegebenen Werte auf der Ordinate verschoben.

im Nb-Film am Fuß des Halbleiterstegs entstanden sein (siehe dazu Abbildung 3.18). Erst bei höheren Temperaturen ($T = 5 \dots 6$ K) zeigen die Kennlinien qualitativ den gleichen Verlauf wie diejenigen in Abbildung 4.6. Es ist anzunehmen, daß die Probe bei niedrigen Temperaturen einen S/S'/Hl/S'/S- und bei höheren Temperaturen einen S/N/Hl/N/S-Kontakt darstellt. Die Leitfähigkeitserhöhung, die in den Kennlinien bei höheren Temperaturen zu erkennen ist, kommt dann durch ANDREEV-Reflexion an den S/N-Grenzflächen zustande. Im Einschub des oberen Diagramms ist ein Ausschnitt der Kennlinien für niedrige Temperaturen ($T \leq 4,0$ K) dargestellt. Hier zeigt sich ein Phänomen, das bei den Proben mit normalleitenden Widerständen $\sim 5 \Omega$ sehr deutlich hervortrat: Der differentielle Widerstand für verschwindende Vorspannung U nimmt bei niedrigen Temperaturen mit steigender Temperatur ab (vergleiche Abbildung 4.8 unten). Da diese beiden Proben (MOVPE1212F5 und MOVPE1212F1) von demselben Waferstück stammen, also so identisch wie möglich hergestellt wurden, kann man annehmen, daß die Transparenz der Nb/Hl-Grenzfläche bei beiden Proben ähnlich ist. S/Hl/S-Kennlinien wie bei der MOVPE1212F1 sind dann bei der MOVPE1212F5 durch die S/S'-Charakteristik, die deutliche größere Widerstandsänderungen zeigt, verdeckt und zeigen sich nur ansatzweise, solange das Nb innerhalb der Knickstelle noch supraleitend (S') ist (Einschub). Die magnetfeldabhängigen Kennlinien wurden bei der tiefsten Temperatur $T = 0,03$ K aufgenommen. Mit steigendem Magnetfeld nimmt der kritische Strom (der Strom, bei dem der Sprung im Widerstand stattfindet, $30 \mu\text{A}$ für $B = 0$ T) des S/S'-Kontaktes ab. Bei $B = 0,5$ T tritt ein weiteres Maximum in der Kennlinie auf, in den supraleitenden Elektroden ist also ein weiterer JOSEPHSON-Kontakt entstanden. Das ist zu erwarten, wenn die supraleitenden Eigenschaften im Nb-Film inhomogen sind: Stellen mit schwächer ausgeprägter Supraleitung werden bei einem niedrigeren kritischen Magnetfeld normalleitend als ihre Umgebung, so daß S/N/S-Kontakte entstehen.

In Abbildung 4.8 sind Kennlinien einer Probe von demselben Waferstück (MOVPE1212F) zu sehen, bei denen die resistiven Übergänge in den Nb-Elektroden erst in der Nähe der kritischen Temperatur (oberes Diagramm $T = 7,0 \dots 7,5$ K) zu sehen sind. Das zentrale Maximum bei tiefen Temperaturen (unteres Diagramm) wurde bei allen niederohmigen Proben beobachtet. Es zeigt eine deutliche Temperaturabhängigkeit, die dazu führt, daß der Widerstand bei verschwindender Vorspannung mit steigender Temperatur (zunächst) abnimmt. Die Temperaturabhängigkeit ist konsistent mit der Abhängigkeit von der Überschußenergie: Die charakteristische Energie, bei der diese Widerstandserhöhung verschwindet, entspricht 1 mV bzw. 10 K. Das Maximum läßt sich durch ein äußeres Magnetfeld nicht unterdrücken, bei manchen Proben trat es mit steigendem Feld sogar deutlicher hervor.

Dieses zentrale Maximum kommt also durch eine Isolatorbarriere zwischen Supraleiter und Halbleiter zustande, die Flanken haben entsprechend auf der Spannungsachse eine exponentielle Form. Die Höhe [44] und die Breite der Barriere [75] bestimmen die ANDREEV-Reflexionswahrscheinlichkeit. Prinzipiell ist ANDREEV-Reflexion (durch Tunneln) auch bei Vorhandensein einer Isolatorbarriere zwischen Supraleiter und Halbleiter möglich, ihre Wahrscheinlichkeit nimmt jedoch mit der Höhe und der Breite der Barriere ab. Wenn die energetische Höhe der Barriere in der gleichen Größenordnung wie die supraleitende Energielücke (~ 1 meV) liegt, äußert sich die Barriere in einem spitzen Maximum im Zentrum der Kennlinien, so daß die Minima für tiefe Temperaturen bei endlichen Spannungen (hier für $T \leq 3,0$ K bei $U = 1,65$ mV) liegen. Die Kennlinien in Abbildung 4.6 zeigen kein zentrales Maximum. Daraus ist allerdings nicht zu schließen, daß die Barriere bei dieser Probe besonders klein sei. Sie ist im Gegenteil besonders hoch, der normalleitende Widerstand ist ja gut hundertmal größer als bei der Probe MOVPE1212F1. Deshalb ist auch das Maximum hundertmal breiter, im dargestellten Spannungsbereich also nahezu konstant, so daß die Barriere sich dort nur durch einen (nahezu) konstanten Untergrund und nicht durch ein spitzes Maximum in der Mitte der Kennlinien äußert.

Bei der Probe MOVPE1418D1 war der Abstand zwischen den supraleitenden Elektroden $L = 0,4 \mu\text{m}$ halb so groß wie bei der Probe MOVPE1212F1. Die Kennlinie für die tiefste Temperatur in Abbildung 4.9 zeigt einen scharfen Einbruch im zentralen Maximum mit einer Breite von $\Delta U = 60 \mu\text{V}$, der bei $T = 2,0$ K verschwunden ist. Dieser Einbruch im Widerstand kann nicht durch unabhängige ANDREEV-Reflexion an den beiden S/HI-Grenzflächen erklärt werden, da die ANDREEV-Reflexionswahrscheinlichkeit an einer Grenzfläche als Funktion der Überschußenergie bei endlicher Barriere ihr Maximum bei der supraleitenden Energielücke und nicht bei 0 eV hat. Er muß durch kohärente ANDREEV-Reflexion an beiden Grenzflächen zustandekommen und stellt in diesem Sinne einen „Vorläufer“ von Supraleitung im 2DEG dar. Ähnliche Kennlinien wurden an S/HI/S-Kontakten mit Si [61, 62], InAs [110], GaAs/AlGaAs-Heterostrukturen [79] und einem vergrabenen InAs-2DEG [85] als Halbleiter gemessen. Wenn die ANDREEV-Reflexionen an beiden Grenzflächen miteinander korreliert sind, sollten die differentiellen Kennlinien die harmonische Subenergielückenstruktur aufweisen. Manche Autoren [62, 79, 85] bemühen sich um eine Zuordnung gemessener Strukturen zu den Werten $2\Delta(L/2)/n$, wobei dies nicht so überzeugend gelingt wie bei anderen Experimenten [64, 73, 96], die allerdings keine Weiterentwicklung der Proben zu Dreipolbauelementen vorsehen. Eine solche Zuordnung kann bei den hier gemessenen Kennlinien nicht vertreten werden, weil in ihnen für die jeweilige Probe charakteristische Strukturen durch die JOSEPHSON-Kontak-

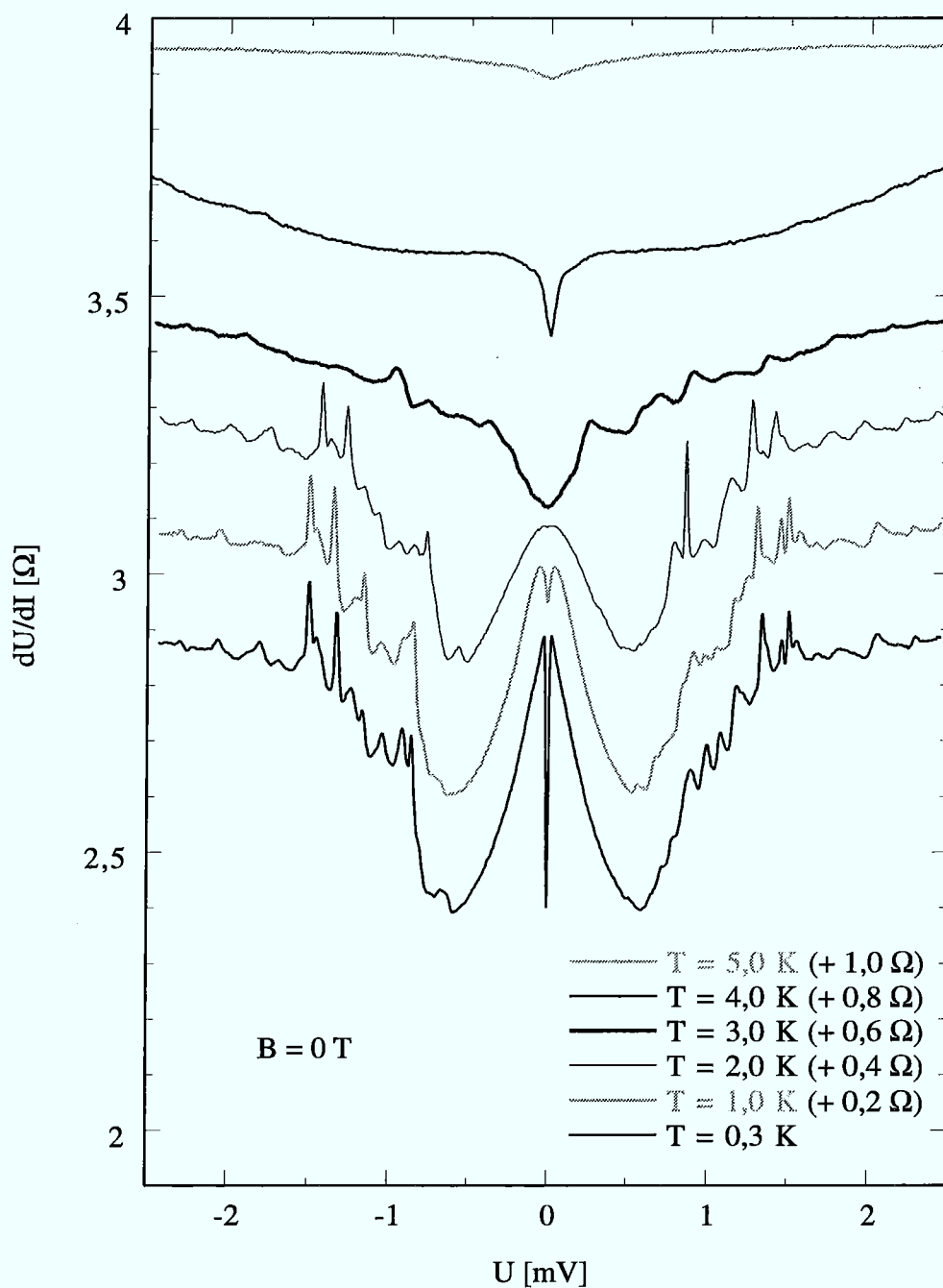


Abb. 4.9 S/HI/S-Kennlinien MOVPE1418D1B2,4,6...9 ($L = 0,4 \, \mu\text{m}$): Die Probe wurde mit mehrfach justierter Elektronenstrahlithografie hergestellt, das Nb in der Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage aufgedampft. Die Kurven für höhere Temperaturen sind gegenüber der 0,3 K-Kurve um die in Klammern angegebenen Werte auf der Ordinate verschoben.

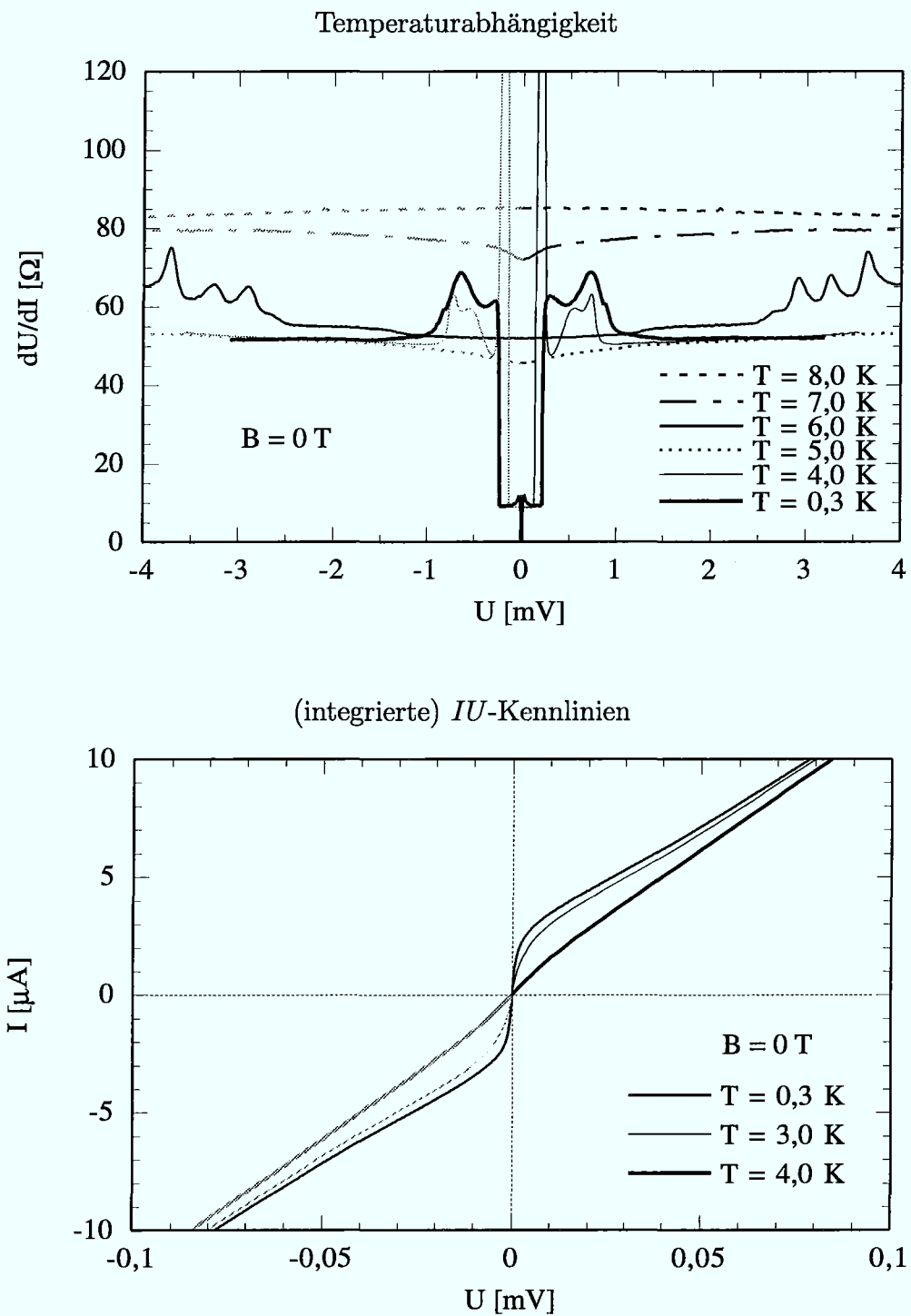


Abb. 4.10 S/HI/S-Kennlinien MOVPE1212B1A1,2,B1..3 ($L = 0,32 \mu m$): Die Probe wurde mit dem selbstjustierenden Prozeß hergestellt, das Nb in der Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage aufgestäubt.

te in den supraleitenden Elektroden auftreten, deren Amplitude größer ist und die an anderen Stellen auf der Spannungsachse liegen, als man für die Subenergielückenstruktur erwartet. Vor allem treten mehr Maxima im differentiellen Widerstand auf, als durch multiple ANDREEV-Reflexion erklärt werden können.

Kennlinien der Probe mit der schmalsten realisierten Stegbreite $L = 0,32 \mu\text{m}$ sind in Abbildung 4.10 dargestellt. Teilweise sind die Kennlinien durch Spiegelung vervollständigt worden; die gespiegelten Äste sind grau eingezeichnet. Ähnlich wie bei der Probe MOVPE1212F5 findet hier bei $|U| = 220 \mu\text{V}$ ein sehr steiler Sprung im differentiellen Widerstand statt, in der dort eingeführten Notation ist der S'-Film (der schwache Supraleiter innerhalb der Knickstelle) für absolut größere Spannungen normalleitend. Innerhalb dieses Sprungs sieht man für $T \leq 3,0 \text{ K}$ das zentrale Maximum mit einem $40 \mu\text{V}$ breiten Einbruch, der bis auf $dU/dI = 0 \Omega$ hinabreicht. Die geringere Breite des Einbruchs im Vergleich zu den Kennlinien in Abbildung 4.9 paßt zu der Annahme eines schwachen Supraleiters S' an der S/HI-Grenzfläche. Da die Nb-Elektroden hier aber näher beieinander liegen, ist die Phasenkohärenz zwischen den ANDREEV-Reflexionen an beiden S/HI-Grenzflächen größer und ermöglicht einen schwachen Suprastrom. Unter allen hergestellten Proben war dies der einzige funktionstüchtige S/HI/S-JOSEPHSON-Kontakt. Der Einbruch ließ sich durch ein äußeres Magnetfeld von 10 mT vollständig unterdrücken. Im unteren Diagramm sind die IU -Kennlinien für tiefe Temperaturen, die durch Integration der gemessenen differentiellen Kennlinien entstanden sind, abgebildet. Die Verrundung des kritischen Stroms $I_c \approx 2 \mu\text{A}$ bei $T = 0,3 \text{ K}$ kommt wahrscheinlich durch Hochfrequenzeinstrahlung in den Kryostaten zustande (zur Verrundung der IU -Kennlinien eines stark gedämpften JOSEPHSON-Kontaktes durch Rauschen siehe [4]). Unsere Kryostaten sind für Messungen an schwach gekoppelten Supraleitern nur bedingt geeignet, weil der Probenraum weder magnetisch noch gegen Hochfrequenzeinstrahlung abgeschirmt ist. Manche Proben wurden zusätzlich in einem abgeschirmten Probenstab bei $T = 4,2 \text{ K}$ gemessen. An diesem Meßplatz der Supraleiterabteilung unseres Instituts wird der Probenstab einfach in eine ^4He -Kanne abgesenkt. Die dort gemessenen Kennlinien entsprachen denjenigen, die in unseren Kryostaten bei $T = 1 \dots 2 \text{ K}$ aufgenommen wurden. Das spricht für eine Unterdrückung supraleitender Effekte durch Restmagnetfelder¹⁰ oder Hochfrequenzeinstrahlung in unseren Kryostaten, womit sich auch erklären ließe, warum die gemessenen kritischen

¹⁰Zwar bestehen die Kryostaten aus nominell nicht-magnetischen Materialien. Durch die hohen Magnetfelder ($B \sim 10 \text{ T}$), die für Magnetotransportmessungen an Halbleiterbauelementen verwendet werden, wird Edelstahl aber magnetisiert.

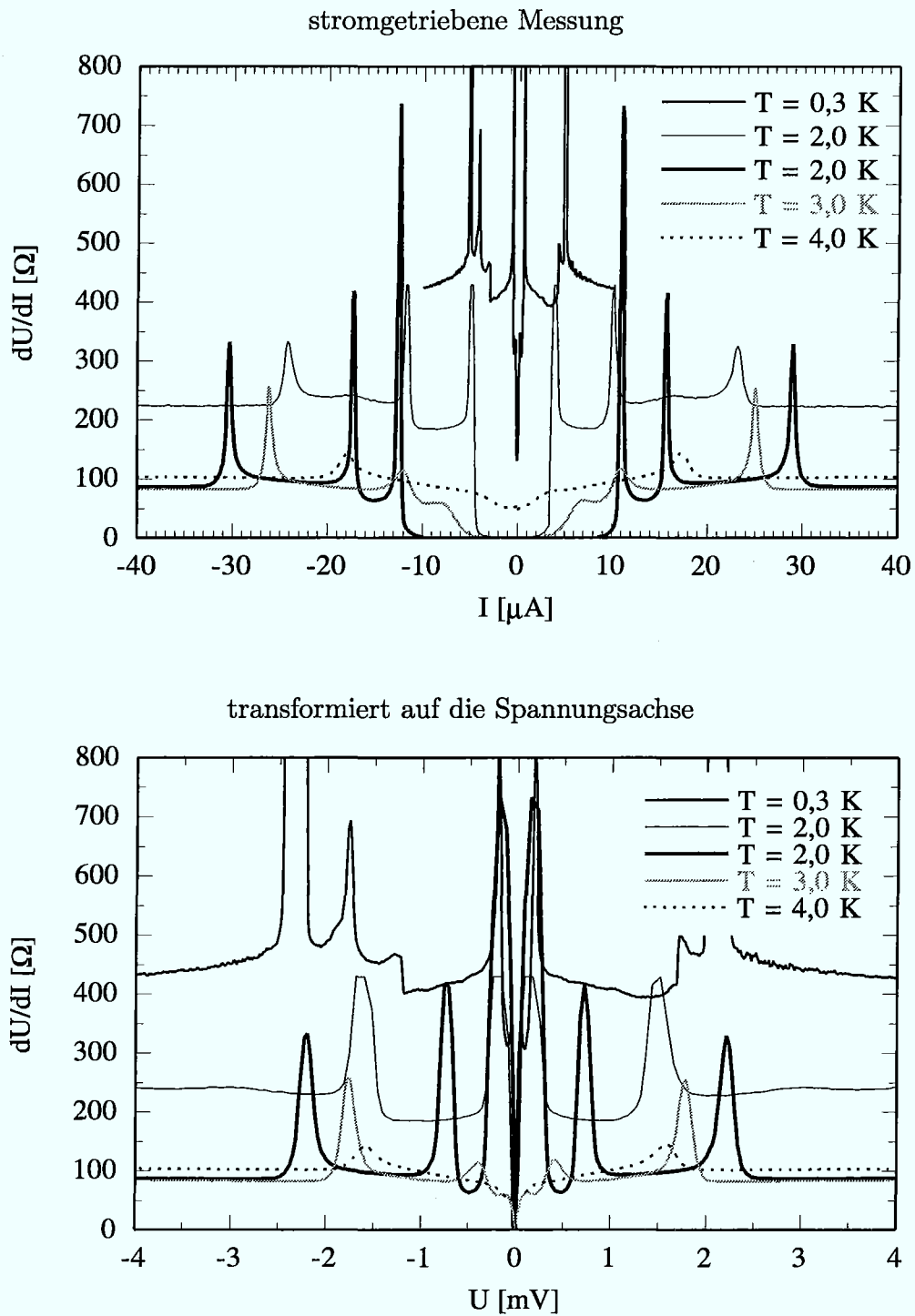


Abb. 4.11 S/HI/S-Kennlinien MOVPE1212I1B1,3,7 (Abbildung 3.19): Die Probe wurde mit dem selbstjustierenden Prozeß und dem weiterentwickelten Maskensatz hergestellt, das Nb in der Leybold SAT 6 Hochvakuumanlage aufgedampft.

Temperaturen T_c ($B = 0$ T) der Nb-Filme (Abbildung 3.12) etwa 1 K geringer sind, als sie an vergleichbaren Filmen in abgeschirmten Probenhaltern bestimmt werden.

In [54] und [82] werden differentielle Kennlinien vorgestellt, die ausgeprägte Strukturen für $U > 2\Delta(L/2)/e$ aufweisen. Die in [54] abgebildeten Kennlinien sind in ihrer Temperatur- und Magnetfeldabhängigkeit vielen Messungen an Proben, die für die vorliegende Arbeit hergestellt wurden, sehr ähnlich. Die zitierten Autoren schlagen ebenfalls JOSEPHSON-Kontakte in den supraleitenden Elektroden, die dort aus einlegierten Sn/Pd-Filmen bestehen, als Erklärung für die unerwarteten und bei möglichst identisch hergestellten Proben charakteristisch verschiedenen Strukturen im differentiellen Widerstand vor.

In Abschnitt 3.4 wurde die weiterentwickelte Probengeometrie am Beispiel der Probe MOVPE1212I1 vorgestellt (Abbildung 3.19). Die Kennlinie bei $T = 0,3$ K entsprach zunächst derjenigen in Abbildung 4.9. Nach mehreren Messungen zeigte die Probe jedoch einen zunehmenden Suprastrom bis zu $10 \mu\text{A}$ bei $T = 2,0$ K. In Abbildung 4.12 sind im oberen Diagramm die stromgetriebenen Messungen und im unteren Diagramm die auf die Spannungsachse transformierten Kennlinien dieser Probe gezeigt. Auf der REM-Aufnahme fällt in der unteren Hälfte des S/HI/S-Kontaktes eine Vertiefung im Halbleitersteg auf. Wahrscheinlich hatte die Ätzmaske hier durch ein Staubkörnchen im Lack an dieser Stelle eine Lücke. Beim Aufdampfen des Nb-Films ist dann in dieser Lücke eine Brücke zwischen beiden Elektroden entstanden. Daß der supraleitende Kontakt zwischen den Elektroden und dieser Brücke im Verlauf der Messungen besser wurde, läßt sich mit einer Zerstörung einer elektrischen Barriere durch den aufgeprägten Strom erklären.

4.3.3 Josephson-Kontakte in den Nb-Elektroden

Die bei Annahme eines idealen S/HI/S-Kontaktes unerwarteten Strukturen in den differentiellen Kennlinien wurden durch JOSEPHSON-Kontakte innerhalb der supraleitenden Elektroden erklärt. Im allgemeinen ist ein Nb-Film, der mit dem hier betriebenen Aufwand abgeschieden wird, polykristallin mit homogenen und isotropen supraleitenden Eigenschaften. Die Entstehung von supraleitenden Schwachstellen bei der Deposition muß also spezifisch für das InP-Substrat mit seinen Indiumtröpfchen auf der Oberfläche sein. In SEM-Aufnahmen präsentierten sich die Nb-Filme auffallend rauh. Teilweise konnten helle Tröpfchen auf der Filmoberfläche beobachtet werden (siehe Abbildung 3.19 links unten). Diese Tröpfchen könnten aus In bestehen, das während der Nb-Deposition flüssig wird ($T_s = 157$ °C im Vergleich zu Nb mit $T_s = 2468$ °C) und zur Oberfläche aufsteigt: Bei Schmelztemperatur

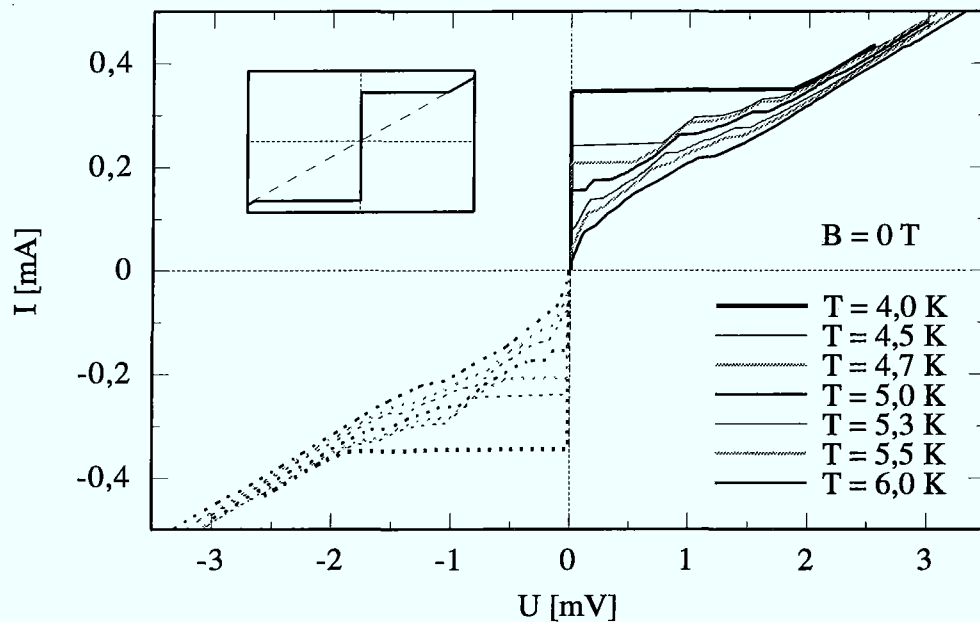


Abb. 4.12 IU -Kennlinien einer Nb-Elektrode weit entfernt von der S/HI-Grenzfläche (MOVPE1212B3A1..4): Bereits an der 4,0 K-Kurve erkennt man einen Überschußstrom. Die Kurven für höhere Temperaturen weisen mehrere, teilweise verrundete Knicke auf. Insgesamt spricht dies für JOSEPHSON-Kontakte im Nb-Film. Im Einschub ist die IU -Kennlinie einer anderen Nb-Elektrode bei $T = 1,0$ K, die keinen Überschußstrom zeigt, dargestellt.

ist die Dichte von In $\rho = 7,02 \cdot 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ [20], die Dichte von Nb ist bei Raumtemperatur $\rho = 8,59 \cdot 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ und selbst am Schmelzpunkt noch deutlich größer als diejenige von In. In ist schlecht in Nb löslich [34], ein In/Nb-Eutektikum enthält geringe Mengen InNb_3 , für das Sprungtemperaturen $T_c = 4,0 \dots 9,6$ K angegeben werden [30]. Es ist also anzunehmen, daß die JOSEPHSON-Kontakte durch Indiuminseln ($T_c = 3,4$ K), eventuell mit InNb_3 -Einschlüssen, im Nb-Film gebildet werden. Insbesondere könnte sich am Übergang von der indiumreichen zur indiumarmen Oberfläche am Fuß des Halbleiterstegs der Knick im Nb-Film (siehe Abbildung 3.18 unten, linke S/HI-Grenzfläche) als JOSEPHSON-Kontakt ausbilden.

Wenn die Entstehung der unerwünschten JOSEPHSON-Kontakte in den supraleitenden Elektroden dadurch auch nicht abschließend erklärt ist, so ließ sich ihre Existenz dennoch eindeutig nachweisen. In Abbildung 4.12 sind direkt (nicht mit Lock-in-Verstärker) gemessene IU -Kennlinien einer Nb-Elektrode dargestellt. Die Vierpunktmessung erfolgte weit entfernt von der S/HI-Grenzfläche. Der Einschub zeigt ein Beispiel für die ideale IU -Kennlinie eines supraleitenden Films: Charakteristisch sind der verschwindende Span-

nungsabfall bis zum Erreichen des kritischen Stroms I_c , dann ein Sprung auf $U = I_c R_N$ und danach ohmsches Verhalten mit dem normalleitenden Widerstand R_N , wobei die Extrapolation der ohmschen Geraden durch den Ursprung geht. Abweichend von diesem idealen Verhalten zeigen die temperaturabhängigen Kennlinien zwei Merkmale schwach gekoppelter Supraleiter, verrundete resistive Übergänge und Überschußstrom. Als *Überschußstrom* bezeichnet man den Schnittpunkt einer extrapolierten, für $U > 2\Delta_0/e$ ohmschen, Geraden in der IU -Kennlinie mit der Stromachse, wenn dieser im ersten Quadranten positiv ist. Der Überschußstrom bedeutet also eine positive Parallelverschiebung des normalleitenden, mit R_N ohmschen, Bereichs der Kennlinie auf der Stromachse. Ein homogener Supraleiter kann, bei konstanter Temperatur, einen bestimmten Strom entweder verlustfrei durch COOPER-Paare oder mit einem konstanten Widerstand R_N durch Einzel-elektronen transportieren. Entsprechend ist die Leitfähigkeit (die Steigung der IU -Kennlinie) entweder unendlich oder konstant wie die eines homogenen normalleitenden Metalls. Der normalleitende Bereich setzt ohne Parallelverschiebung bei $(U = I_c R_N, I_c)$ ein. Ein Überschußstrom entsteht durch ANDREEV-Reflexion an einer supraleitenden Inhomogenität. Dabei gibt es zwischen dem supraleitenden und dem normalleitenden Bereich statt des Sprungs einen Übergangsbereich mit gegenüber dem normalleitenden Zustand erhöhter Leitfähigkeit. Die Parallelverschiebung entsteht, weil der Widerstand nach Überschreiten des kritischen Stroms zunächst, je nach Anzahl der ANDREEV-Reflexionen, deutlich kleiner als R_N ist, die unendliche Steigung des supraleitenden Bereichs also nicht sprunghaft, sondern stetig auf den normalleitenden Wert fällt (vergleiche dazu den Einschub in Abbildung 4.12 mit den IU -Kennlinien in Abbildung 4.10 unten).

Die Annahme eines Netzwerks von JOSEPHSON-Kontakten in den supraleitenden Elektroden wurde durch eine zweite Meßserie bestätigt. Abbildung 4.13 zeigt direkt gemessene IU -Kennlinien der Probe MOVPE1212F5 unter Mikrowellenbestrahlung. Es wurden die charakteristischen Eigenschaften der SHAPIRO-Stufen beobachtet: Der Abstand der Stufen hängt von der eingestrahlten Frequenz ab (die Abbildung zeigt nur Messungen, die mit der höchsten verwendeten Frequenz $\nu = 15,0$ GHz durchgeführt wurden). Bei konstanter Frequenz hängen die Höhe der einzelnen Stufen auf der Stromachse und insbesondere auch der kritische Strom von der eingestrahlten Leistung ab. Der theoretische Abstand der Stufen auf der Spannungsachse ist nach (2.5) $31 \mu\text{V}$. Die Stufen in der Messung sind zwar stark verrundet, eine qualitative Übereinstimmung ist aber vorhanden (die drei Pfeile im Diagramm markieren die ersten drei Spannungswerte $n \cdot 31 \mu\text{V}$). Die Verrundung der Stufen kommt zustande, wenn mehrere JOSEPHSON-Kontakte

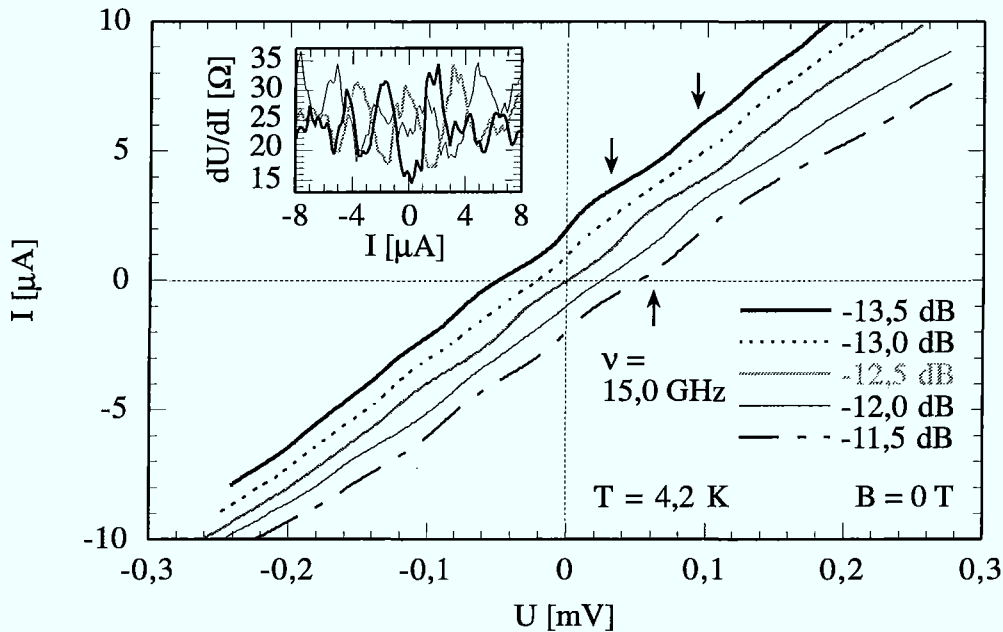


Abb. 4.13 IU -Kennlinien der Probe MOVPE1212F5 unter Mikrowellenbestrahlung (gemessen von einer supraleitenden Elektrode zur anderen MOVPE1212F5C1...15): Die Proben befanden sich magnetisch abgeschirmt in flüssigem Helium, also bei $T = 4,2$ K. Die Frequenz der Mikrowellenstrahlung war $\nu = 15$ GHz. Die jeweils um $1 \mu\text{A}$ auf der Ordinate gegeneinander verschobenen Kennlinien zeigen stark verrundete SHAPIRO-Stufen, die in der Ableitung (Einschub) deutlicher zu erkennen sind.

nicht gekoppelt zu den IU -Kennlinien beitragen (zur Phasenkopplung von JOSEPHSON-Kontakt-Netzwerken siehe z. B. [119, 76]). Die Abhängigkeit der Stufenhöhe von der eingestrahlten Leistung ist besser in der Ableitung der IU -Kennlinien im Einschub zu erkennen. Der Strom wurde im Einschub auf der Abszisse aufgetragen. Der ohmsche Untergrund von etwa 15Ω kommt durch den Widerstand des Halbleiterstegs zwischen beiden Nb-Elektroden zustande.

In diesem Kapitel wurden Messungen an den S/HI/S-Kontakten vorgestellt. Ein Suprastrom durch das 2DEG konnte erst bei dem Elektrodenabstand $L = 0,32 \mu\text{m}$ beobachtet werden. Trotz sorgfältiger und möglichst schonender Reinigung der Halbleiterätzflanken vor der Nb-Deposition blieb auch bei den niederstohmigen Proben eine elektrische Barriere zwischen Supraleiter und Halbleiter bestehen, die zu einem zentralen spitzen Maximum in den differentiellen Kennlinien führt; eventuell besteht diese Barriere in einer Randverarmung des 2DEG. Die unerwarteten, stark ausgeprägten Strukturen in diesen Kennlinien, die auf der Spannungsachse keiner allgemeinen Gesetzmäßigkeit genügen, wurden durch JOSEPHSON-Kontakte in den Nb-

Elektroden erklärt. Die Bildung dieser supraleitenden Schwachstellen ist spezifisch für das InP-Substrat, auf dem durch Trockenätzverfahren Indiumtröpfchen entstehen.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung

Wenn zwei Supraleiter (S) durch eine dünne ($< 1 \mu\text{m}$) normalleitende (N) Schicht voneinander getrennt sind, kann in N ein Suprastrom fließen. Solcherart schwach gekoppelte Supraleiter werden als S/N/S-Kontakte bezeichnet. Von besonderem Interesse sind dabei S/HI/S-Kontakte, bei denen die normalleitende Zwischenschicht durch einen Halbleiter gebildet wird, weil in Halbleitern im Gegensatz zu Metallen die Ladungsträgerkonzentration durch das elektrische Feld einer Steuerelektrode beeinflusst werden kann. Damit ergibt sich die Möglichkeit, die Stärke eines Suprastroms zu steuern und zwischen normalleitendem und supraleitendem Zustand durch Änderung der Steuerungspannung hin und her zu schalten.

S/HI/S-Kontakte können eventuell wesentliche Verbesserungen bestimmter Bauelemente ermöglichen. Als Zweipol-Bauelemente haben sie gegenüber konventionellen JOSEPHSON-Kontakten mit Isolatorbarriere (S/I/S-Kontakten) den Vorteil wesentlich geringerer Kapazität und entsprechend deutlich reduzierter Hysterese in den IU -Kennlinien, was eine Kompensationsschaltung überflüssig macht. Als Dreipol-Bauelement läßt das ursprüngliche Konzept eines supraleitenden Feldeffekttransistors noch keine Anwendungstauglichkeit als Digitaltransistor erkennen (siehe die Diskussion in der Einleitung). S/HI/S-Kontakte könnten aber in Quantentransistoren eingesetzt werden. Bei einem supraleitenden, steuerbaren Punktkontakt etwa sind die Leitfähigkeitsstufen doppelt so hoch wie bei einem normalleitenden Punktkontakt. Bei Interferenzbauelementen ist gegenüber normalleitenden Quanteninterferenztransistoren eine geringere Abhängigkeit der Kennlinien von der individuellen Störstellenkonfiguration im Halbleiter zu erwarten, weil ein Suprastrom unabhängig von Streuereignissen ist, die zum sogenannten „Fingerabdruck“ normalleitender Quanteninterferenzbauelemente führen.

Voraussetzung für eine Anwendung von S/HI/S-Kontakten ist eine starke Kopplung der supraleitenden Elektroden. In dieser Arbeit wurde speziell das

Halbleitersystem $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ mit Niobelektroden daraufhin untersucht. Die Proben wurden entweder mit Elektronenstrahlolithografie oder mit einem selbstjustierenden Prozeß, für den nur mittlere UV-Lithografie benötigt wird, hergestellt. In der zitierten Literatur finden sich viele Berichte über mit Elektronenstrahlolithografie hergestellte S/HI/S-Kontakte. Uns ist jedoch keine andere Arbeit bekannt, in der rein laterale Kontakte zu einem vergrabenen Kanal mit Elektrodenabständen $L < 0,5 \mu\text{m}$ ausschließlich mit UV-Lithografie realisiert wurden.

In der Messung der Proben zeigte sich eine deutlich geringere Kopplung der supraleitenden Elektroden als aufgrund der relativ großen Energielücke des Niobs und der Eigenschaften der Elektronen im Halbleiterkanal zu erwarten. Als wesentliches Problem bei der Deposition von Nb auf InP-Substraten stellte sich die Bildung von Indiumtröpfchen auf trocken geätzten oder Ar^+ -gereinigten InP-Oberflächen heraus. Durch diese Tröpfchen entstehen in den Niobelektroden supraleitende Schwachstellen, die zu einer geringeren Energielücke an den S/HI-Grenzflächen und damit einer schwächeren, im HI induzierten Supraleitung und zu unerwünschten Sprüngen in den IU -Kennlinien führen. Außerdem kommt es eventuell zu einer Randverarmung des Halbleiters (einer Reduktion der Ladungsträgerdichte am Rand geätzter Strukturen) insbesondere durch die Ar^+ -Reinigung vor der Nb-Deposition.

Ausblick

Der Einfluß der Ar^+ -Reinigung auf den Rand geätzter Halbleiterdrähte muß gezielt untersucht werden. Die bisherigen Erfahrungen mit $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ an unserem Institut sprechen zwar gegen eine Randverarmung, allerdings waren diese Experimente nicht in der Lage, eine Verarmungsrandschicht $\sim 10 \text{ nm}$ zu erkennen.

In Zukunft sollten zwei Wege verfolgt werden, um das Problem der In-Tröpfchen zu lösen: Statt Nb kann eine PbInAu-Legierung als Elektrodenmaterial untersucht werden. Die supraleitenden Eigenschaften dieser Legierung sind in einem weiten Bereich unabhängig vom Indiumanteil; es ist zu erwarten, daß die In-Tröpfchen sich während der Deposition in der Legierung lösen und keine Schwachstellen bilden. Die Nachteile dieser Legierung sind neben der geringeren Energielücke vor allem die geringere thermische und chemische Stabilität. Das allgemein favorisierte Elektrodenmaterial Niob könnte weiter verwendet werden, wenn es uns gelänge, eine Halbleiterheterostruktur zu wachsen, in der sich unter dem Kanal ein Material befindet, das auf Trockenätzprozesse nicht mit einer stöchiometrischen Änderung reagiert. Um den lateralen elektrischen Kontakt zwischen den Elektroden und dem Kanal zu verbessern, wäre es optimal, wenn der Kanal in dieser weiterentwickelten Heterostruktur einen höheren In-Anteil ($x > 0,77$) hätte.

Literaturverzeichnis

- [1] S. Adachi, *Physical Properties of III-V Semiconductor Compounds — InP, InAs, GaAs, GaP, InGaAs and InGaAsP* (John Wiley & Sons, New York, 1992)
- [2] A. Barone, G. Paternò, *Physics and Applications of the Josephson Effect* (John Wiley & Sons, New York, 1982)
- [3] D. S. Betts, *Refrigeration and Thermometry below One Kelvin* (Chatto & Windus, London, 1976)
- [4] T. van Duzer, C. W. Turner, *Principles of Superconductive Devices and Circuits* (Elsevier North Holland, New York, 1981)
- [5] H. Frey, R. A. Haefer, *Tieftemperaturtechnologie* (VDI-Verlag, Düsseldorf, 1981)
- [6] H. Frey, G. Kienel (Hrsg.), *Dünnschichttechnologie* (VDI Verlag, Düsseldorf, 1987)
- [7] P. G. de Gennes, *Superconductivity of Metals and Alloys* (W. A. Benjamin, New York, 1966)
- [8] E. Hecht, *Optics* (Addison-Wesley, Reading, 1987)
- [9] C. Hilsum, A. C. Rose-Innes, *Semiconducting III-V Compounds* (Pergamon Press, Oxford, 1961)
- [10] M. S. Htoo, *Microelectronic Polymers* (Marcel Dekker, New York, 1989)
- [11] V. Z. Kresin, St. A. Wolf, *Fundamentals of Superconductivity* (Plenum Press, New York, 1990)
- [12] H. Löwe, P. Keppel, D. Zach, *Halbleiterätzverfahren* (Akademie-Verlag, Berlin, 1990)

- [13] H. Lüth, *Surfaces and Interfaces of Solid Materials* (Springer-Verlag, Berlin, 1995)
- [14] P. H. L. Notten, J. E. A. M. van den Meerakker, J. J. Kelly, *Etching of III-V Semiconductors — An Electrochemical Approach* (Elsevier, Oxford, 1991)
- [15] F. Pobell, *Matter and Methods at Low Temperatures* (Springer-Verlag, Berlin, 1992)
- [16] A. Reiser, *Photoreactive Polymers — The Science and Technology of Resists* (John Wiley & Sons, New York, 1989)
- [17] K. Wasa, Sh. Hayakawa, *Handbook of Sputter Deposition Technology* (Noyes Publications, Park Ridge, 1992)
- [18] G. K. White, *Experimental Techniques in Low-Temperature Physics* (Clarendon Press, Oxford, 1979)
- [19] P. Bhattacharya (Hrsg.), *Properties of Lattice-Matched and Strained Indium Gallium Arsenide*, EMIS datareviews series No. 8 (INSPEC, London, 1993)
- [20] E. A. Brandes (Hrsg.), *Smithells Metals Reference Book* (Butterworths, London, 1983)
- [21] J. Brice (Hrsg.), *Properties of Indium Phosphide*, EMIS datareviews series No. 6 (INSPEC, London, 1991)
- [22] W. Buckel, W. Weber (Hrsg.), *Superconductivity in d- and f-Band Metals*, Conferende Proceedings 1982 (Kernforschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 1982)
- [23] S. Foner, B. B. Schwartz (Hrsg.), *Superconductor Materials Science — Metallurgy, Fabrication, and Application*, NATO advanced study institutes series B 68 (Plenum Press, New York, 1981)
- [24] Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, System-Nummer 37 (Verlag Chemie, Berlin, 1936)
- [25] Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, System-Nummer 47 Teil B1 (Verlag Chemie, Weinheim, 1972)
- [26] Gmelins Handbuch der Anorganischen Chemie, System-Nummer 49 Teil a (Verlag Chemie, Weinheim, 1969)

-
- [27] Landolt-Börnstein, II. Band 8. Teil (Springer-Verlag, Berlin, 1962)
 - [28] Landolt-Börnstein, *Neue Serie* Gruppe III Band 17 Teilband a (Springer-Verlag, Berlin, 1982)
 - [29] Landolt-Börnstein, *New Series* Group III Volume 21 Subvolume b1 (Springer-Verlag, Berlin, 1993)
 - [30] Landolt-Börnstein, *New Series* Group III Volume 21 Subvolume b2 (Springer-Verlag, Berlin, 1993)
 - [31] R. D. Parks (Hrsg.), *Superconductivity*, Volume 2 (Marcel Dekker, New York, 1969), Kapitel 17
 - [32] H. Suhl, M. B. Maple (Hrsg.), *Superconductivity in d- and f-Band Metals*, Conferende Proceedings 1979 (Academic Press, New York, 1980)
 - [33] Y. S. Touloukian (Hrsg.), R. K. Kirby, R. E. Taylor, P. D. Desai, *Thermal Expansion — Metallic Elements and Alloys*, Thermophysical Properties of Matter Volume 12 (IFI/Plenum, New York, 1975)
 - [34] C. E. T. White, H. Okamoto (Hrsg.), *Phase Diagrams of Indium Alloys and Their Engineering Applications* (ASM International, Materials Park, 1992)
 - [35] R. K. Willardson, A. C. Beer (Hrsg.), *Indium Phosphide: Crystal Growth and Characterization*, Semiconductors and Semimetals Volume 31 (Academic Press, Boston, 1990)
 - [36] S. Adachi, H. Kawaguchi, J. Electrochem. Soc. **128**(6), 1342 (1981)
 - [37] S. Adachi, J. Electrochem. Soc. **129**(3), 609 (1982)
 - [38] S. Adachi, Y. Noguchi, H. Kawaguchi, J. Electrochem. Soc. **129**(5), 1053 (1982)
 - [39] A. F. Andreev, Sov. Phys. JETP **19**(5), 1228 (1964)
A. F. Andreev, Sov. Phys. JETP **20**(6), 1490 (1965)
A. F. Andreev, Sov. Phys. JETP **22**(2), 455 (1966)
A. F. Andreev, Sov. Phys. JETP **24**(5), 1019 (1967)
 - [40] J. M. Baker, J. H. Magerlein, J. Appl. Phys. **54**(5), 2556 (1983)
 - [41] J. Bardeen, L. N. Cooper, J. R. Schrieffer, Phys. Rev. **108**, 1175 (1957)
und die Darstellungen der BCS-Theorie in den zitierten Lehrbüchern

- [42] Th. Becker, M. Mück, Ch. Heiden, *Physica B* **204**, 183 (1995)
- [43] C. W. J. Beenakker, *Phys. Rev. B* **46**(19), 12841 (1992)
- [44] G. E. Blonder, M. Tinkham, T. M. Klapwijk, *Phys. Rev. B* **25**(7), 4515 (1982)
- [45] M. J. Bowden, *J. Electrochem. Soc.* **128**(5), 195C (1981)
- [46] J. H. Bruning, *J. Vac. Sci. Technol.* **17**(5), 1147 (1980)
- [47] L. D. Chang, M. Z. Tseng, L. A. Samoska, J. J. O'Shea, Y. J. Li, E. J. Caine, E. L. Hu, P. M. Petroff, H. Kroemer, *J. Appl. Phys.* **70**(9), 5108 (1991)
- [48] N. G. Chew, A. G. Cullis, *Appl. Phys. Lett.* **44**(1), 142 (1984)
- [49] K. K. Choi, D. C. Tsui, S. C. Palmateer, *Phys. Rev. B* **33**(12), 8216 (1986)
- [50] T. D. Clark, R. J. Prance, A. D. C. Grassie, *J. Appl. Phys.* **51**(5), 2736 (1980)
- [51] D. N. MacFadyen, *J. Electrochem. Soc.* **130**(9), 1934 (1983)
- [52] K. Flensberg, J. Bindeslev Hansen, M. Octavio, *Phys. Rev. B* **38**(13), 8707 (1988)
- [53] D. J. Frank, *Cryogenics* **30**, 996 (1990)
- [54] J. R. Gao, J. P. Heida, B. J. van Wees, T. M. Klapwijk, G. Borghs, C. T. Foxon, *Surf. Sci.* **305**, 470 (1994)
- [55] P. G. de Gennes, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 225 (1964)
- [56] C. C. Grimes, S. Shapiro, *Phys. Rev.* **169**, 397 (1968)
- [57] J. Gu, W. Cha, K. Gamo, S. Namba, *J. Appl. Phys.* **50**(10), 6437 (1979)
- [58] J. Halbritter, *Appl. Phys. A* **43**, 1 (1987)
- [59] H. Hardtdegen, R. Meyer, H. Løken-Larsen, J. Appenzeller, Th. Schäpers, H. Lüth, *J. Crystal Growth* **116**, 521 (1992)
H. Hardtdegen, R. Meyer, M. Hollfelder, Th. Schäpers, J. Appenzeller, H. Løken-Larsen, Th. Klocke, Ch. Dieker, B. Lengeler, H. Lüth, *J. Appl. Phys.* **73**(9), 4489 (1993)

-
- [60] T.R. Hayes, U.K. Chakrabarti, F.A. Baiocchi, A.B. Emerson, H.S. Luftman, W.C. Dautremont-Smith, *J. Appl. Phys.* **68**(2), 785 (1990)
- [61] D.R. Heslinga, W.M. van Huffelen, T.M. Klapwijk, S.J.M. Bakker, E.W.J.M. van der Drift, *Cryogenics* **30**, 1009 (1990)
- [62] G.R. Hilbrandie, S.J.M. Bakker, E.W.J.M. van der Drift, B.A.C. Rousseeuw, T.M. Klapwijk, S. Radelaar, *Microelectron. Engin.* **23**, 445 (1994)
- [63] St. J. Hoekje, G.B. Hoflund, *Thin Solid Films* **197**, 367 (1991)
- [64] W.M. van Huffelen, T.M. Klapwijk, L. de Lange, *Phys. Rev. B* **45**(1), 535 (1992)
- [65] J.F. Jiang, J. Pei, Y.S. Tang, X. Yu, H.M. Jiang, G.F. Zang, S. Wang, *Cryogenics* **30**, 1129 (1990)
- [66] B.D. Josephson, *Phys. Lett.* **1**, 251 (1962)
B.D. Josephson, *Rev. Mod. Phys.* **36**, 216 (1964)
B.D. Josephson, *Adv. Phys.* **14**, 419 (1965)
- [67] W.S. Khokle, R.P. Gupta, *Indian J. Radio Space Phys.* **19**, 309 (1990)
- [68] T.M. Klapwijk, G.E. Blonder, M. Tinkham, *Physica B* **109 & 110**, 1657 (1982)
- [69] A.W. Kleinsasser, T.N. Jackson, *IEEE Trans. Magnetics* **25**(2), 1274 (1989)
- [70] A.W. Kleinsasser, T.N. Jackson, D. McInturff, F. Rammo, G.D. Pettit, J.M. Woodall, *Appl. Phys. Lett.* **55**(18), 1909 (1989)
- [71] A.W. Kleinsasser, T.N. Jackson, *Phys. Rev. B* **42**(13), 8716 (1990)
- [72] A.W. Kleinsasser, *IEEE Trans. Magnetics* **27**(2), 2589 (1991)
- [73] M. Kuhlmann, U. Zimmermann, D.A. Dikin, S. Abens, K. Keck, V.M. Dmitriev, *Physica C* **235–240**, 1903 (1994)
M. Kuhlmann, U. Zimmermann, D.A. Dikin, S. Abens, K. Keck, V.M. Dmitriev, *Z. Phys. B* **96**, 13 (1994)
- [74] M. Kupka, *J. Phys.: Condens. Matter* **2**, 10599 (1990)
- [75] M. Kupka, *Physica C* **221**, 346 (1994)

- [76] S. G. Lachenmann, T. Doderer, R. P. Huebener, *Phys. Rev. B* **53**(21), 14541 (1996)
- [77] K.-M. H. Lenssen, M. Matters, C. J. P. M. Harmans, J. E. Mooij, M. R. Leys, W. van der Vleuten, J. H. Wolter, *Appl. Phys. Lett.* **63**(15), 2079 (1993)
- [78] T. Maemoto, H. Dobashi, S. Izumiya, K. Yoh, M. Inoue, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33**(I12B), 7204 (1994)
- [79] A. M. Marsh, D. A. Williams, H. Ahmed, *Physica B* **203**, 307 (1994)
- [80] A. Menschig, A. Forchel, B. Roos, R. Germann, K. Pressel, W. Heuring, D. Grützmacher, *Appl. Phys. Lett.* **57**(17), 1757 (1990)
- [81] K. Neurohr, A. A. Golubov, Th. Klocke, J. Kaufmann, Th. Schäpers, J. Appenzeller, D. Uhlisch, A. V. Ustinov, M. Hollfelder, H. Lüth, A. I. Braginski, *Phys. Rev. B*, zur Veröffentlichung eingereicht
- [82] Ch. Nguyen, J. Werking, H. Kroemer, E. L. Hu, *Appl. Phys. Lett.* **57**(1), 87 (1990)
- [83] T. Nishino, M. Miyake, Y. Harada, U. Kawabe, *IEEE Electron Dev. Lett.* **6**(6), 297 (1985)
T. Nishino, E. Yamada, U. Kawabe, *Phys. Rev. B* **33**(3), 2042 (1986)
- [84] T. Nishino, M. Hatano, H. Hasegawa, F. Murai, T. Kure, A. Hiraiwa, K. Yagi, U. Kawabe, *IEEE Electron Dev. Lett.* **10**(2), 61 (1989)
M. Hatano, F. Murai, T. Nishino, H. Hasegawa, T. Kure, U. Kawabe, *J. Vac. Sci. Technol. B* **7**(6), 1333 (1989)
- [85] J. Nitta, T. Akazaki, H. Takayanagi, *Phys. Rev. B* **49**(5), 3659 (1994)
- [86] G. Nolze, V. Geist, G. Wagner, P. Paufler, K. Jurkschat, *Z. Kristallogr.* **193**, 111 (1990)
- [87] K. Oettinger, B. K. Meyer, H. Hardtdegen, J. Kaufmann, *Verhandl. DPG (VI)* **30**, HL 24.3, HL 33.19 (1995)
- [88] M. Octavio, M. Tinkham, G. E. Blonder, T. M. Klapwijk, *Phys. Rev. B* **27**(11), 6739 (1983)
- [89] S. J. Pearton, U. K. Chakrabarti, A. P. Perley, K. S. Jones, *J. Appl. Phys.* **68**(6), 2760 (1990)

-
- [90] J. H. Quateman, Phys. Rev. B **34**(3), 1948 (1986)
 - [91] M. R. Rao, E. J. Tarsa, H. Kroemer, A. C. Gossard, E. L. Hu, P. M. Petroff, W. L. Olson, M. M. Eddy, Appl. Phys. Lett. **56**(5), 490 (1990)
 - [92] M. R. Rao, E. J. Tarsa, L. A. Samoska, J. H. English, A. C. Gossard, H. Kroemer, P. M. Petroff, E. L. Hu, Appl. Phys. Lett. **56**(19), 1905 (1990)
 - [93] G. E. Rittenhouse, J. M. Graybeal, Phys. Rev. B **49**(2), 1182 (1994)
 - [94] U. Schüssler, R. Kümmel, Phys. Rev. B **47**(5), 2754 (1993)
 - [95] A. Semu, P. Silverberg, Semicond. Sci. Technol. **6**, 287 (1991)
 - [96] A. Serfaty, J. Aponte, M. Octavio, J. Low Temp. Phys. **63**(1/2), 23 (1986)
 - [97] S. Shapiro, Phys. Rev. Lett. **11**, 80 (1963)
 - [98] A. H. Silver, A. B. Chase, M. McColl, M. F. Millea, AIP Conference Proceedings **44**, 364 (American Institute of Physics, New York, 1978)
 - [99] W. Silvert, J. Low Temp. Phys. **20**(5/6), 439 (1974)
 - [100] A. Stano, J. Electrochem. Soc. **134**(2), 448 (1987)
 - [101] H. Takayanagi, Ts. Kawakami, Phys. Rev. Lett. **54**(22), 2449 (1985)
 - [102] H. Takayanagi, T. Akazaki, J. Nitta, Semicond. Sci. Technol. **8**, S431 (1993)
 - [103] H. Takayanagi, J. Bindslev Hansen, J. Nitta, Physica B **203**, 291 (1994)
H. Takayanagi, T. Akazaki, J. Nitta, T. Enoki, Jpn. J. Appl. Phys. **34**(12B), 1391 (1995)
H. Takayanagi, J. Bindslev Hansen, J. Nitta, Phys. Rev. Lett. **74**(1), 162, 166 (1995)
H. Takayanagi, T. Akazaki, Sol. State Commun. **96**(11), 815 (1995)
 - [104] H. Takayanagi, T. Akazaki, J. Nitta, Phys. Rev. Lett. **75**(19), 3533 (1995)
H. Takayanagi, T. Akazaki, Phys. Rev. B **52**(12), 8633 (1995)
H. Takayanagi, T. Akazaki, Jpn. J. Appl. Phys. **34**(18B), 4552 (1995)
 - [105] M. Z. Tseng, C. Nguyen, E. Tarsa, L. D. Chang, E. L. Hu, H. Kroemer, Appl. Phys. Lett. **61**(5), 601 (1992)

- [106] S. Valeri, M. Lolli, G. Ottaviani, *Vacuum* **41**(1–3), 643 (1990)
- [107] S. Valeri, M. Lolli, *Surf. Interf. Anal.* **16**, 59 (1990)
- [108] S. Valeri, A. di Bona, E. Engeli, S. Bordiga, A. Piccirillo, *Thin Solid Films* **197**, 179 (1991)
- [109] A. F. Volkov, *Phys. Rev. Lett.* **74**(23), 4730 (1995)
- [110] B. J. van Wees, A. Dimoulas, J. P. Heida, T. M. Klapwijk, W. van der Graaf, G. Borghs, *Physica B* **203**, 285 (1994)
- [111] R. L. Weiher, R. P. Ley, *J. Appl. Phys.* **37**(1), 299 (1966)
- [112] J. Werking, J. Schramm, Ch. Nguyen, E. L. Hu, H. Kroemer, *Appl. Phys. Lett.* **58**(18), 2003 (1991)
- [113] J. Appenzeller, Diplomarbeit RWTH Aachen 1991, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-2508**
- [114] J. Appenzeller, Dissertation RWTH Aachen 1995, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-3080**
- [115] G. G. Engels, Diplomarbeit RWTH Aachen 1992
- [116] G. G. Engels, Dissertation RWTH Aachen 1996, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-3247**
- [117] A. Kaluza, Messungen an $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ -Drähten mit und ohne Ar^+ -Reinigung, Diplomarbeit RWTH Aachen in Vorbereitung
- [118] Th. Klocke, Diplomarbeit RWTH Aachen 1992, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-2723**
- [119] S. G. Lachenmann, Dissertation Eberhard-Karls-Universität Tübingen 1995
- [120] A. Leuther, Dissertation RWTH Aachen 1996, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-3229**
- [121] F. Müller, Dissertation RWTH Aachen 1992, Berichte des Forschungszentrums Jülich (KFA) **Jül-2711**
- [122] K. Neurohr, Diplomarbeit RWTH Aachen 1995

- [123] K. Oettinger, persönliche Mitteilungen

- [124] Datenblätter zu den AZ Fotoresisten und AZ Entwicklern,
Hoechst AG, Geschäftsbereich Informationstechnik, Wiesbaden, 1987

- [125] Datenblatt zur Quecksilberdampf-Kurzbogenlampe HBO 350W,
OSRAM GmbH, München

Danksagung

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr. H. Lüth für die Möglichkeit, diese Arbeit am Institut für Schicht- und Ionentechnik anfertigen zu können, und die menschlich angenehme Atmosphäre an seinem Institut und Herrn Prof. Dr. B. Lengeler für die Vergabe des Themas und die Übernahme des Korreferats.

Ich danke Herrn Dr. Th. Schäpers für die Betreuung und die kritische Durchsicht der Arbeit sowie aufmunternde Worte, Herrn Dr. J. Appenzeller für aufschlußreiche Diskussionen über mesoskopischen Ladungstransport und die gemeinsamen ersten Schritte im Reinraum und am Elektronenstrahl-schreiber.

Den Herren Diplom-Physikern G. Engels, Th. Klocke, K. Neurohr und D. Uhlisch danke ich für die freundschaftliche Zusammenarbeit und die in jeder Hinsicht ergiebigen Gespräche, ohne die manche Nachtschicht wohl schwer zu ertragen gewesen wäre.

Herrn Dr. A. Ustinov und Frau Dr. S. Lachenmann danke ich für die Hilfe und den Enthusiasmus bei den abgeschirmten Messungen bestimmter Proben und den anschließenden Diskussionen über die Meßergebnisse.

Herr Dr. G. Crecelius war voller Geduld und Hilfsbereitschaft, vielen Dank für den Einsatz an der Hochvakuumaufdampfanlage.

Herr Diplom-Ingenieur H.-P. Bochem und Herr Dr. M. Grimm haben ihr Bestes am Rasterelektronenmikroskop gegeben, vielen Dank für die hervorragenden Aufnahmen.

Herrn Diplom-Physiker M. Hollfelder danke ich für die Herstellung der MOVPE-Schichten.

Dem „guten Geist“ unseres Magnetlabors, Herrn G. Müllejans, danke ich für seine tatkräftige Unterstützung bei den Tieftemperaturmessungen.

Frau M. Nonn danke ich für die Herstellung der UV-Lithografiemasken, Herrn Dr. A. van der Hart für die Elektronenstrahlbelichtungen, dem Reinraum-Team, Herrn Diplom-Ingenieur F. Ringelmann, Herrn Diplom-Ingenieur F.-J. Schröteler, Herrn Diplom-Ingenieur A. Steffen, Frau A. Pracht und Herrn J. Zillikens, für seine stete Unterstützung.

Desweiteren danke ich allen Mitarbeitern des Forschungszentrums Jülich, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, und allen Menschen, die mir während ihrer Entstehung seelisch geholfen haben.

Jül-3276
September 1996
ISSN 0944-2952