

УДК 538.9

МЕТОДИКА ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ВАН-ДЕР-ВААЛЬСОВЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР

© 2024 г. А. Ф. Шевчук^{а, *}, М. Г. Прокудина^а, С. В. Егоров^а, Е. С. Тихонов^а

^аИнститут физики твердого тела РАН, Черноголовка, 142432 Россия

*e-mail: shevchun@issp.ac.ru

Поступила в редакцию 25.11.2023 г.

После доработки 09.01.2024 г.

Принята к публикации 09.01.2024 г.

В статье приведено пошаговое описание методики изготовления различных ван-дер-ваальсовых гетероструктур. Получены монослойные и малым количеством слоев объекты (чешуйки) из слоистых материалов, в частности из графита и гексагонального нитрида бора. Показана их сборка в системы с применением разных подходов в зависимости от необходимой структуры. Подробно описана процедура изготовления контактов к этим объектам с приведением параметров для плазмохимии и напыления металлов. Результаты измерения транспортных свойств образцов при различных температурах демонстрируют эффект поля, но ряд особенностей — сильное смещение по затвору точки нейтральности заряда, большое сопротивление вдали от точки нейтральности заряда, малая подвижность носителей заряда — свидетельствуют о низком качестве полученных образцов. Тем не менее, одна из изготовленных систем оказалась хорошего качества: максимальная подвижность оценена в $15000 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$, магнитопольные зависимости демонстрируют стандартную для качественного графена картину квантового эффекта Холла. Изображения исследованных систем, полученные с помощью электронного микроскопа, неожиданно выявили большое количество загрязнений на поверхности чешуек, с которыми мы связываем соответствующее качество наших образцов. Приведены предварительные результаты очистки чешуек химическими соединениями и температурной обработкой.

Ключевые слова: графен, нитрид бора, ван-дер-ваальсовые гетероструктуры, монослои, поверхность, подвижность, квантовый эффект Холла, послойная сборка, литография, омические контакты.

DOI: 10.31857/S1028096024060117, EDN: DUQYFD

ВВЕДЕНИЕ

Научно-технический прогресс и широкое распространение в лабораториях различного оборудования для работы с объектами микро- и нано- размеров (сканирующих туннельных и атомно-силовых микроскопов, электронных микроскопов и литографов, оптической масочной и безмасочной литографии, установок плазмохимии, различных методов напыления материалов) привели к открытию возможности создания монослоев материалов. Первым и широко изучаемым таким материалом является монослой графита — графен (Gn) [1]. Дальнейшим шагом было широкое изучение монослоев различных материалов, относящихся к классу слоистых кристаллов, иначе называемых ван-дер-ваальсовыми [2] из-за

характера межслоевой связи в них. Монослои и образцы ван-дер-ваальсовых кристаллов с малым числом слоев оказались очень интересными для обнаружения новых физических эффектов, так как появилась возможность изменения концентрации свободных электронов в некотором диапазоне внешним электрическим полем [3, 4]. Но также были обнаружены и диэлектрические, вплоть до монослоя, материалы, одним из которых оказался гексагональный нитрид бора (h-BN). Следующей плодотворной идеей оказалась идея сборки из таких слоев гетероструктур методом последовательного выкладывания их друг на друга. Оказалось, что выложенный на поверхность гексагонального нитрида бора графен обладает гораздо лучшими транспортными

свойствами, чем помещенный на SiO_2 : было обнаружено увеличение подвижности носителей заряда в десятки раз [8, 9]. Метод позволил получить новые системы не только с графеном [8, 9], но и с различными другими слоистыми материалами [6, 7]. Описанию технологии получения таких гетероструктур на основе графена и гексагонального нитрида бора, обсуждению обнаруженных важных деталей процесса изготовления образцов и возникших нерешенных вопросов, результатам изучения физических свойств таких образцов посвящена настоящая статья.

ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ЧЕШУЕК

В работе применена стандартная методика получения кусочков слоистых материалов на поверхности SiO_2 [12]. Стандартно используют подложки из SiO_2 размером 1×1 см, так как на подложках меньшего размера получается слишком малое для исследования количество чешуек с одним или двумя слоями материала. Подложки очищают в течение 10 мин с помощью ультразвука последовательно в ацетоне, пропаноле и воде. Для увеличения количества монослойных чешуек подложку на 10 мин помещают в кислородную плазму. В зависимости от дальнейшего метода изготовления контактов, подложка может быть новая или с заранее нанесенными координатными метками. Технология получения тонких чешуек предусматривает применение клейкой ленты. В настоящей работе использованы ленты двух типов: синего цвета Nitto spv224 со слабым клеящим составом и белого цвета 3M Magic scotch с липким клеящим составом. Далее, на клейкую ленту помещали слоистый материал и отшелушивали его тонкий слой, после чего 3–4 раза скотч склеивали-расклеивали для уменьшения толщины материала. Подготовленный таким образом скотч с материалом наклеивали на подложку, после этого подложку со скотчем на 2 мин помещали на горячую плитку при температуре $90\text{--}120^\circ\text{C}$. Через сутки резким движением скотч срывали с подложки, оставляя на поверхности кусочки материала разной толщины. Для поиска чешуек с малым количеством слоев материала использовали оптический микроскоп с двухсоткратным увеличением. В среднем на подложке 1×1 см получали около 5 чешуек размером 20×10 мкм с одним или двумя слоями. Довольно редким является получение чешуйки с характерным линейным размером 50 мкм, что резко контрастирует с опытом в [13, 14].

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ГРАФЕНА НА SiO_2 ДЛЯ КОНТАКТНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Для проведения измерений транспортных свойств графена на SiO_2 нами были изготовлены

образцы по описанной выше технологии. При использовании для изготовления контактов к графену оптической литографии поверхность покрывали слоем резиста AZ 5214 толщиной 1.2 мкм, после чего формировали окна под контакты. В работе использовали безмасочный литограф Heidelberg mMLA (мостик Холла 10 мкм) или масочный литограф Zeiss (мостик Холла 30 мкм). Поиск нужной чешуйки проводили оптически, однако видимость затруднена нанесенным слоем резиста. Поэтому важно заранее подготовить изображения подложки вблизи окрестности искомой частицы графена для ориентации на образце. В установке термического напыления наносили металлические контакты из Cr и Au толщиной, соответственно 2 и 20 нм. Часть образцов была изготовлена с использованием технологии электронного распыления металлов, так были изготовлены контакты из Ti и Al толщиной 2 и 30 нм соответственно. После этого с помощью ацетона удаляли фоторезист и излишки металла (операция lift-off). Для успешного процесса удаления в областях малого размера, т.е. непосредственно на чешуйке, где расстояние между контактами составляет ~ 1 мкм, предпочтительнее использовать негативную фотолитографию с теневым вывешиванием края фоторезиста. После изготовления контактов для формирования мостика Холла по вышеописанной технологии формировали маску из фоторезиста, и образец помещали на 4 мин в кислородную плазму, которая убирает даже толстые слои графита.

Заметим, что подход в обратном порядке — сначала формирование мостика Холла, а затем изготовление контактов — показал себя малорезультативным, так как на этапе проявки фоторезиста (1.5 мин в проявителе AZ 726 MIF и 1 мин в воде) чешуйка с нанесенной на нее маской срывалась со своего места, попадала в жидкость или смещалась по подложке.

При использовании электронной литографии предварительно, по фотографии графена с координатными метками, создавали электронную карту контактов. На поверхность наносили двойной слой резиста PMMA, и формирование контактных областей проводили в электронном литографе. В этом случае размер слоистой системы может быть значительно меньшим, чем при использовании оптической литографии, а также в техпроцессе не используют воду, что может быть важным для некоторых материалов.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ h-BN/GN/h-BN

Основная особенность клейких полимеров, которые используют для сборки слоистых ма-

териалов (стеков), связана со скоростью отрыва соединенных вместе полимера и чешуйки на поверхности SiO_2 — если полимер резко разъединить с поверхностью, то чешуйка поднимается на полимере; если же полимер медленно отсоединять от поверхности, то чешуйка остается на поверхности подложки. Не все материалы удастся поднять даже таким липким полимером, как карбонат полипропилена (ППК): исходя нашего опыта, графен не отрывается полимером от подложки SiO_2 .

По описанной выше технологии на подложке на SiO_2 были получены чешуйки диэлектрического гексагонального нитрида бора. В настоящей работе для создания слоистых образцов не нужен был монослой гексагонального нитрида бора, но мы использовали тонкие полупрозрачные чешуйки, так оказалось легче контролировать однородность толщины. Для переноса применяли композитную сборку, подготовленную следующим образом: после застывания капли полидиметилсилоксана (ПДМС) диаметром 3–5 мм на предметном стекле стекло помещали в кислородную плазму на 10 мин. Сразу после извлечения на ПДМС капали небольшим количеством ППК. При таком подходе капля ПДМС создает выпуклый рельеф, а ППК использован для лучшей адгезии материала к слоистому образцу.

Процедура сборки следующая [15]: подложку с перекладываемым объектом прижимали вакуумной присоской к держателю, температуру которого контролируемым образом можно менять в диапазоне от комнатной до 150°C . Под микроскопом с длиннофокусным объективом при увеличении от пятидесяти- до трехсоткратного держатель с выбранной чешуйкой нагревали до $70\text{--}80^\circ\text{C}$. Композитную сборку, предназначенную для переноса образца, крепили к координатному столику и размещали центральную часть капли над чешуйкой, после чего медленно опускали до контакта с подложкой. Полезно предварительно выяснить, где у капли самая нижняя точка, и подводить к чешуйке именно эту область. Затем композитную сборку резко поднимают, в результате чего чешуйка гексагонального нитрида бора оказывается на капле с ППК. На держатель помещают подложку с графеном, которую нагревают до $70\text{--}80^\circ\text{C}$, кусочек гексагонального нитрида бора на ППК прижимают к графену и каплю медленно отводят. Оставшуюся на подложке сборку из графена и гексагонального нитрида бора нагревают до $120\text{--}130^\circ\text{C}$ [14, 16], после охлаждения до 70°C к ней подводят каплю ППК и резко поднимают с поверхности SiO_2 . Теперь на держатель устанавливают подложку с гексагональным нитридом бора, на которую помещают собранные материалы —

после нагрева до 70°C образец медленно опускают на гексагональный нитрид бора, и медленно отводят каплю, оставляя собранный стек на подложке. При необходимости используют растворитель ППК — анизол.

Так как графен оказывается сверху закрыт слоем гексагонального нитрида бора, обычная технология изготовления контактов должна быть изменена: после открытия окон под контакты необходимо провести плазменное химическое травление в CHF_3 . Мы использовали установку Oxford 100, параметры травления: давление 30 мТорр; потоки CHF_3 20 $\text{см}^3/\text{мин}$ и O_2 10 $\text{см}^3/\text{мин}$; мощность 5 Вт анизотропной части излучения (RF Gen Platen) и 150 Вт изотропного излучения (ICP Gen Coil); время травления 1–3 мин. Скорость травления различных материалов в данном режиме составили 100, 5 и 30 нм/мин для гексагонального нитрида бора, SiO_2 и фоторезиста соответственно. Сразу после окончания травления проводили термическое напыление металлических контактов из Cr толщиной 2 нм и Au — 20 нм. Для формирования мостика Холла создавали маску из фоторезиста с последующим плазменным химическим травлением стека с контактами в CHF_3 .

Заметим, что такой порядок — сначала контакты, а потом формирование мостика Холла — в данном случае важен, потому что обработанный плазменным химическим травлением контур образца в этом случае получается чистым. Если сначала сформировать мостик Холла, а потом попытаться напылить контакты, первая проблема будет связана с дублированием фоторезиста после плазмохимической обработки, который не смывается ацетоном и покрывает образец (при необходимости, его можно удалить помещением в проявитель на сутки), а вторая — в соприкосновении края контакта с различными химическими веществами в процессе фотолитографии.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ h-BN/GN

Для изготовления образца с двумя слоями (полустека), в котором графен лежит на гексагональном нитриде бора, не удастся использовать чешуйки графена на поверхности SiO_2 и придется применять иную технологию получения графена [11]. Сначала слои графита утоняют с помощью скотча, как описано выше, а далее этот скотч приклеивают на лежащий на стекле плоский лист ПДМС размером 2×2 см, и резким движением срывают. С помощью микроскопа на поверхности ПДМС можно обнаружить частички

разной толщины, чешуйки с малым количеством слоев будут наименее контрастными. Для переноса слоев в держателе закрепляли подложку SiO_2 с тонкими чешуйками гексагонального нитрида бора, держатель и подложку нагревали до 70°C . Графен на поверхности ПДМС совмещали с нужной областью гексагонального нитрида бора и медленно опускали до соприкосновения с подложкой, после чего стекло с плоским листом ПДМС медленно поднимали, оставляя графен на гексагональном нитриде бора. Контакты к графену изготовлены по стандартной технологии оптической литографии, лучше по возможности использовать теневое вывешивание края фоторезиста. Далее формирование мостика Холла также проведено по стандартной технологии с применением кислородной плазмы.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

После изготовления контактов к чешуйке для характеристики качества получившейся слоистой системы проводили предварительные (на проб-станции) измерения двухконтактным методом зависимости сопротивления от напряжения на затворе. При удовлетворительном качестве образца к контактным площадкам подвели соединения и далее проводили измерения сопротивления между различными контактами по стандартной методике на постоянном токе и на низких частотах ~ 30 Гц по двух- и четырехконтактной схемам в интервале температур от 4.2 до 300 К. При необходимости внутри измерительной установки осуществляли отжиг образцов при температуре 150°C . У части образцов было проведено измерение сопротивления R_{xx} в R_{xy} при $T = 4.2$ К в магнитном поле с индукцией до 8 Тл.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТРАНСПОРТНЫХ СВОЙСТВ ОБРАЗЦОВ

На рис. 1 представлены типичные для качественного образца графена на поверхности SiO_2 с контактами Cr/Au результаты измерения четырехконтактным методом зависимости сопротивления от напряжения на затворе при температуре 77 К. Эти результаты получены без формирования мостика Холла на образце и сразу после изготовления. Видна явная зависимость сопротивления от напряжения на затворе с максимумом (точкой нейтральности заряда) при $V_g = 80$ В. Оцененная нами подвижность носителей заряда составила $\mu \sim 10^3 \text{ см}^2/(\text{В}\cdot\text{с})$. Также следует заметить, что при большом удалении напряжения на затворе от точки нейтральности заряда значение сопротивления

остается значительным. Если непосредственно в измерительной установке в вакууме нагревать образец до 150°C в течение 10 ч, то напряжение, соответствующее точке нейтральности заряда, уменьшается до 10 В при слабом изменении подвижности носителей заряда. Если же образец оставить на воздухе на сутки, то точка нейтральности заряда возвращается к 80 В.

На рис. 2 представлены результаты аналогичных измерений, типичные для качественного образца графена на поверхности SiO_2 с контактами Ti/Al. Эти результаты также получены без формирования мостика Холла на образце. Видно, что здесь точка нейтральности заряда в образце без отжига составляет $V_g \sim 10$ В; в остальном же — малой подвижностью и значительным сопротивлением вдали от точки нейтральности заряда — они аналогичны образцам с контактами Cr/Au.

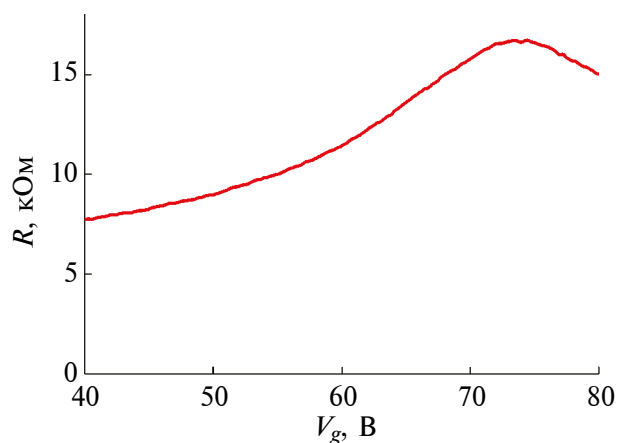


Рис. 1. Зависимость сопротивления от напряжения на затворе образца графена на поверхности SiO_2 с контактами Cr/Au при температуре 77 К.

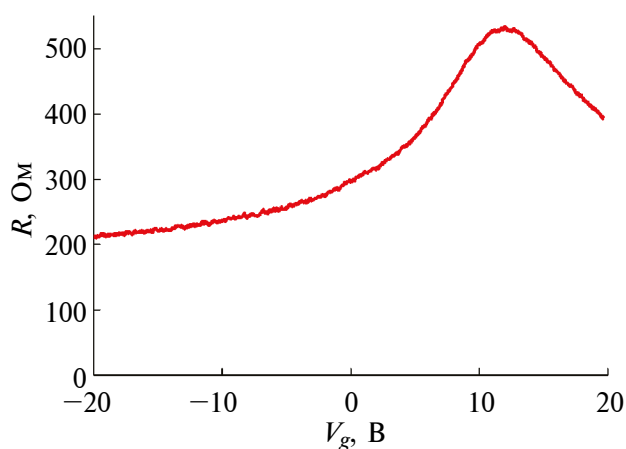


Рис. 2. Зависимость сопротивления от напряжения на затворе образца графена на поверхности SiO_2 с контактами Ti/Al при температуре 77 К.

Зависимость сопротивления от напряжения на затворе у образца стека h-BN/Gn/h-Bn представлена на рис. 3. У таких образцов точка нейтральности заряда оказалась $V_g \sim -10$ В, подвижность носителей заряда на порядок выше таковой в графеновых образцах на поверхности SiO_2 и составила $\mu \sim 10^4 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$, сопротивление вдали от точки нейтральности заряда значительно снижается. Подвижность носителей заряда оказалась на порядок ниже ожидаемой, также о плохом качестве образцов свидетельствуют графики зависимостей сопротивления от магнитного поля.

Чтобы улучшить качество образцов и понять, что приводит к низкой подвижности, нами были изготовлены образцы h-BN/Gn [17], в которых графен помещен на поверхность гексагонального нитрида бора, а контакты к графену можно делать по стандартной технологии без привлечения плазмохимической обработки. Такие образцы с тонким слоем графита демонстрируют зависимости сопротивления от напряжения на затворе, подобные изображенным на рис. 2.

Следует отметить, что в работе был получен образец h-BN/Gn, оптическое изображение которого приведено на рис. 4, который продемонстрировал хорошее качество по всем вышеперечисленным параметрам. Из рис. 5 видно, что после изготовления мостика Холла точка нейтральности заряда в этом образце оказалась $V_g \sim -10$ В, подвижность носителей заряда при $T = 4.2 \text{ К}$ $\mu \sim 15 \times 10^3 \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$, сопротивление вдали от точки нейтральности заряда значительно снижается. Измеренные до изготовления мостика Холла магнитополевые зависимости, изображенные на рис. 6, демонстрируют стандартную для качественного образца графена картину квантового эффекта Холла [18, 19].

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ

При изготовлении чешуек во время одного из этапов приходится наклеивать материал на скотч и далее переносить его на поверхность SiO_2 . Если после этой процедуры посмотреть на поверхность SiO_2 в оптический микроскоп, то хорошо видно большое число загрязнений, связанных с клеевым составом скотча [20]. На рис. 7 приведены полученные с помощью электронного микроскопа изображения чешуек гексагонального нитрида бора на подложке SiO_2 , изготовленные с применением разных клейких лент. На образцах отчетливо видны загрязнения разной формы: синий скотч оставляет вытянутые формирования

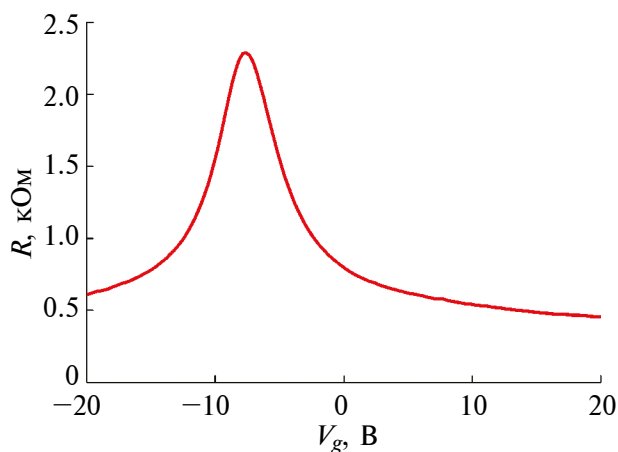


Рис. 3. Зависимость сопротивления, измеренного по двухконтактной схеме, от напряжения на затворе образца h-BN/Gn/h-BN при температуре 300 К.



Рис. 4. Оптическое изображение мостика Холла образца h-BN/Gn. Размер подложки составляет $1 \times 1 \text{ см}$.

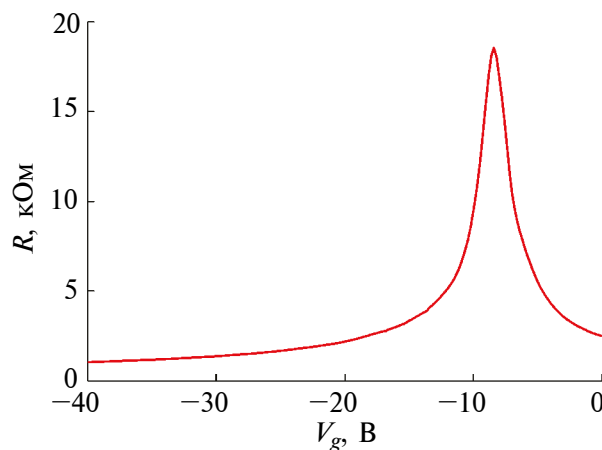


Рис. 5. Зависимость сопротивления от напряжения на затворе образца h-BN/Gn с мостиком Холла при температуре 5 К.

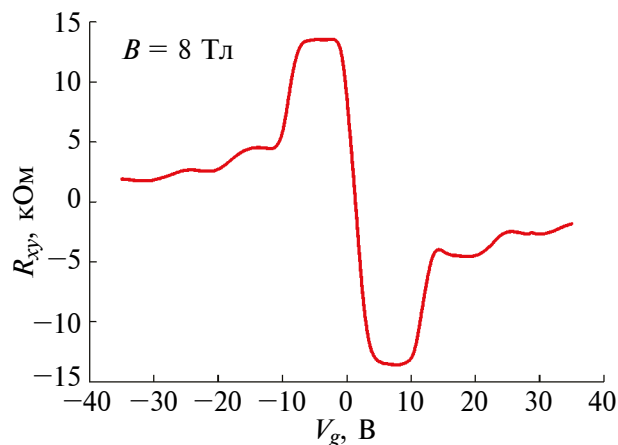


Рис. 6. Зависимость поперечного сопротивления R_{xy} от напряжения на затворе образца h-BN/Gn без мо-
стик Холла при температуре 5 К в магнитном поле 8 Тл.

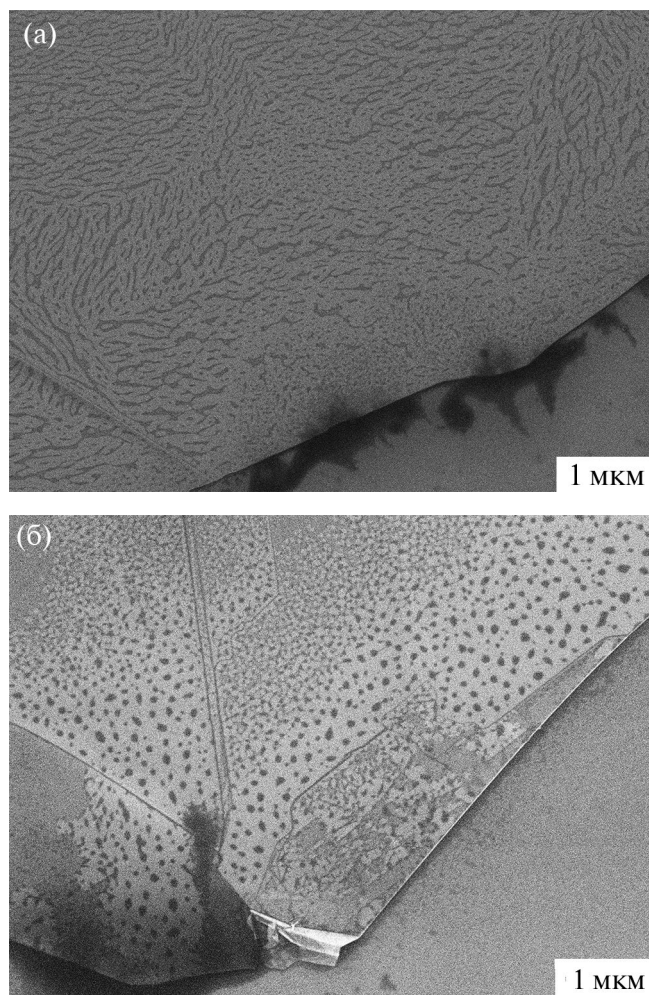


Рис. 7. Изображения поверхности чешуйки гексагонального нитрида бора с загрязнениями от клейкой ленты синего цвета Nitto spv224 (а) и ленты белого цвета 3M Magic scotch (б), полученные с помощью электронного микроскопа.

0.2 × 1 мкм, а белый — точки размером ~0.2 мкм. В обоих случаях края чешуек также покрыты толстым слоем загрязнений. Мы считаем, что это следы клеящего слоя скотча, переходящий после отрыва клейкой ленты от поверхностей чешуек и SiO₂.

Очистка этих загрязнений различными химическими растворителями: ацетоном, пропанолом, проявителем, перекисью водорода, хлороформом, толуолом, азотной кислотой, бензином и уайт-спиритом оказалась безуспешной. Похоже, что клейкий слой на скотче состоит из двух компонент — один легко растворяется, и через 10 мин в этих растворителях видны изменения загрязнений, но есть второй компонент — он остается и не смывается.

Положительный эффект продемонстрировал растворитель NMP при температуре 170°C в течение нескольких десятков часов, но и он не привел к полному растворению клеевого слоя с чешуек.

Нагрев в вакууме и инертной среде Ar + H₂ до 400°C не показал изменения у клеевых загрязнений. Нагрев в воздухе свыше 300°C приводит к заметному изменению загрязнений, но при эффективной для удаления загрязнений температуре более 350°C происходит изменение в изображении поверхности гексагонального нитрида бора: на образце появляются трещины.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Изготовление и измерение ван-дер-ваальсовых гетероструктур — интереснейшее направление современной физики. Прежде чем создавать системы из новых слоистых материалов, мы решили изучить и повторить методики создания таких образцов на примере графена и гексагонального нитрида бора. Метод, включающий использование полимеров ПДМС и ППК при сборке многослойных образцов, продемонстрировал свою эффективность для получения новых материалов. Авторы обнаружили недостаток у широко применяемого метода получения чешуек с малым числом слоев материала — загрязнения на поверхности, связанные с клейким составом скотча.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Фабрикация образцов выполнена при частичной поддержке РФ (проект 22-12-00342).

Конфликт интересов. Авторы настоящей работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Novoselov K.S., Geim A.K., Morozov S.V., Jiang D., Katsnelson M.I., Grigorieva I.V., Dubonos S.V., Firsov A.A. // *Nature*. 2005. V. 438. P. 197. <https://www.doi.org/10.1038/nature04233>.
2. Novoselov K.S., Mishchenko A., Carvalho A., Castro Neto A.H. // *Science*. 2016. V. 353. Iss. 6298. <https://www.doi.org/10.1126/science.aac9439>
3. Yankowitz M., Xue J., Cormode D., Sanchez-Yamagishi J.D., Watanabe K., Taniguchi T., Jarillo-Herrero P., Jacquod P., LeRoy B.J. // *Nature Phys.* 2012. V. 8. P. 382. <https://www.doi.org/10.1038/nphys2272>.
4. Shi G., Hanlunmyuang Y., Liu Z., Gong Y., Gao W., Li B., Kono J., Lou J., Vajtai R., Sharma P., Ajayan P.M. // *Nano Lett.* 2014. V. 14. P. 1739. <https://www.doi.org/10.1021/nl4037824>
5. Larentis S., Tolsma J. R., Fallahazad B., Dillen D.C., Kim K., MacDonald A.H., Tutuc E. // *Nano Lett.* 2014. V. 14. P. 2039. <https://www.doi.org/10.1021/nl500212s>
6. Черненко А.В., Бричкин А.С., Голышков Г.М., Шевчун А.Ф. // *Известия РАН. Сер. Физ.* 2023. Т. 87. № 2. С. 189. <https://www.doi.org/10.31857/S0367676522700351>
7. Черненко А.В., Бричкин А.С. // *Известия РАН. Сер. Физ.* 2021. Т. 85. № 2. С. 245. <https://www.doi.org/10.31857/S0367676521020071>
8. Gannett W., Regan W., Watanabe K., Taniguchi T., Crommie M. F., Zettl A. // *Appl. Phys. Lett.* 2011. V. 98. P. 242105. <https://www.doi.org/10.1063/1.3599708>
9. Kim E., Yu T., Song T. S., Yu B. // *Appl. Phys. Lett.* 2011. V. 98. P. 262103. <https://www.doi.org/10.1063/1.3604012>
10. Wang L., Chen Z., Dean C. R., Taniguchi T., Watanabe K., Brus L.E., Hone J. // *ACS Nano* 2012. V. 6. Iss. 10. P. 9314. <https://www.doi.org/10.1021/nn304004s>
11. Dean C.R., Young A.F., Cadden-Zimansky P., Wang L., Ren H., Watanabe K., Taniguchi T., Kim P., Hone J., Shepard K.L. // *Nature Phys.* 2011. V. 207. P. 693. <https://www.doi.org/10.1038/nphys2007>.
12. Новоселов К.С. // *УФН*. 2011. V. 181. P. 1299. <https://www.doi.org/10.3367/UFNr.0181.201112f.1299>
13. Xin N., Lourembam J., Kumaravadivel. P., Kazantsev A.E., Wu Z., Mullan C., Barrier J., Geim A.A., Grigorieva I.V., Mishchenko A., Principi A., Fal'ko V.I., Ponomarenko L.A., Geim A.K., Berdyugin A.I. // *Nature*. 2023. V. 616. P. 270. <https://www.doi.org/10.1038/s41586-023-05807-0>
14. Huang Y., Sutter E., Shi N.N., Zheng J., Yang T., Englund D., Gao H.-J., Sutter P. // *ACS Nano* 2015. V. 9. P. 10612. <https://www.doi.org/10.1021/acsnano.5b04258>
15. Wang L., Meric I., Huang P. Y., Gao Q., Gao Y., Tran H., Taniguchi T., Watanabe K., Campos L.M., Muller A.D., Guo J., Kim P., Hone J., Shepard K.L., Dean C.R. // *Science*. 2013. V. 342. Iss. 6158. P. 614. <https://www.doi.org/10.1126/science.1244358>
16. Pizzocchero F., Gammelgaard L., Jessen B.S., Caridad J.M., Wang L., Hone J., Bøggild B., Booth T.J. // *Nature Comm.* 2016. V. 7. P. 11894. <https://www.doi.org/10.1038/ncomms11894>
17. Dean C.R., Young A.F., Meric I., Lee C., Wang L., Sorgenfrei S., Watanabe K., Taniguchi T., Kim P., Shepard K.L., Hone J. // *Nature Nanotechnology*. 2010. V. 5. P. 722. <https://www.doi.org/10.1038/nnano.2010.172>
18. Geim A.K., Novoselov K.S. // *Nature Mater.* 2007. V. 6. P. 183. <https://www.doi.org/10.1038/nmat1849>
19. Castro Neto A. H., Guinea F., Peres N.M.R., Novoselov K.S., Geim A.K. // *Rev. Mod. Phys.* 2009. V. 81. P. 109. <https://www.doi.org/10.1103/RevModPhys.81.109>
20. Jain A., Bharadwaj P., Heeg S., Parzefall M., Taniguchi T., Watanabe K., Novotny L. // *Nanotechnology*. 2018. V. 29. P. 265203. <https://www.doi.org/10.1088/1361-6528/aabd90>

Procedure for Fabrication and Characterization of Van-der-Waals Heterostructures

A. F. Shevchun^{1,*}, M. G. Prokudina¹, S. V. Egorov¹, E. S. Tikhonov¹¹*Institute of Solid State Physics RAS, Chernogolovka, 142432 Russia*

*e-mail: shevchun@issp.ac.ru

In this work we provide a step-by-step description of the technique for manufacturing various van der Waals heterostructures. First, we discuss the procedure to obtain monolayer and few-layer flakes from layered materials, in particular from graphite and hexagonal boron nitride. Next, we consider different approaches to the assembly depending on the required final device. Further, we describe in detail the procedure for making ohmic contacts and give the parameters for plasma chemistry and metal deposition. We observe the field effect in transport measurements but a number of features – a strong shift of the charge neutral point from the zero-gate voltage, a large resistance away from the charge neutral point, and low mobility – indicate a problem with the quality of the resulting devices. Nevertheless, one of the fabricated devices demonstrates reasonable quality – the maximum mobility is estimated at $15000 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$, the magnetic field dependences demonstrate the quantum Hall effect, which is standard for high-quality graphene. Unexpectedly, scanning electron microscope images of the resulting devices reveal a large amount of contamination on the surface of the flakes, which may explain the corresponding quality of our devices. Preliminary results of flakes cleaning with chemical compounds and thermal treatment are given.

Keywords: graphene, boron nitride, Van-der-Waals heterostructures, boron nitride, monolayers, mobility, quantum Hall effect, layer-by-layer structure assembly, lithography, ohmic contact