

# Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal.

Jean-Philippe Manceau

#### ▶ To cite this version:

Jean-Philippe Manceau. Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal.. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2008. Français. NNT: . tel-00281081

### HAL Id: tel-00281081 https://theses.hal.science/tel-00281081

Submitted on 20 May 2008

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés. Université Joseph Fourier

#### Thèse pour obtenir le grade de DOCTEUR DE L'UJF

Spécialité : « Micro et Nanoélectronique » préparée au laboratoire du CNRS le G2ELab

dans le cadre de l'Ecole Doctorale « Electronique, Electrotechnique, Automatique, Télécommunication, Signal»

> Présentée et soutenue publiquement par Jean-Philippe MANCEAU

## Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal

Directeur de thèse : Pierre ATTEN

#### JURY:

M. Pierre MURET	Président
M. Mario MAGLIONE	Rapporteur
M. Christophe MULLER	Rapporteur
M. Jinbo BAI	Examinateur
M. Alain SYLVESTRE	Examinateur
Mlle. Sylvie BRUYERE	Examinateur
M. Patrice GONON	Invité

### Sommaire Général

SOMMAIRE GENERAL	1
INTRODUCTION GENERALE	5
CHAPITRE I - CADRE DE L'ETUDE	9
I.1 Les utilisations courantes d'une capacité dans un circuit électronique	12
I.2 Intérêt des capacités intégrées en microélectronique	14
<ul> <li>I.3 Architectures des capacités étudiées <ol> <li>I.3.1 Capacités intégrées dans le « Front-End »</li> <li>I.3.1.1 Les capacités MOS (Métal-Oxyde-Semi-conducteur)</li> <li>I.3.1.2 Les capacités MIM (Métal-Isolant-Métal)</li> <li>I.3.2 Capacités planaires intégrées dans le « Back-End »</li> <li>I.3.3 Capacités trois dimensions intégrées dans le « Back-End »</li> <li>I.3.3.1 Les capacités trois dimensions intégrées dans le niveau d'un via</li> <li>I.3.3.2 Les capacités trois dimensions intégrées dans plusieurs niveaux d'interconnexion</li> </ol> </li> <li>I.4 Présentation des diélectriques étudiés <ol> <li>I.4.1 Diélectriques amorphes</li> <li>I.4.2 Diélectriques ferroélectriques</li> <li>I.4.3 Méthodes de dépôt des diélectriques et électrodes</li> </ol> </li> <li>I.5 Propriétés électriques d'une capacité <ol> <li>I.5.1 Notion de polarisation, susceptibilité et permittivité [Jons83]</li> <li>I.5.2 Les non-linéarités en tension</li> <li>I.5.2.1 Les faibles non-linéarités en tension</li> <li>I.5.2.2 Les fortes non-linéarités en tension</li> <li>I.5.3.1 Conduction limitée par les interfaces</li> <li>I.5.3.2 Conduction limitée par le volume</li> </ol> </li> </ul>	<ul> <li>16</li> <li>16</li> <li>16</li> <li>17</li> <li>18</li> <li>20</li> <li>20</li> <li>20</li> <li>22</li> <li>24</li> <li>24</li> <li>24</li> <li>24</li> <li>24</li> <li>24</li> <li>26</li> <li>28</li> <li>32</li> <li>32</li> <li>33</li> <li>34</li> <li>35</li> <li>36</li> </ul>
I.5.4 La fiabilité des diélectriques	37 39
CHAPITRE II - DESCRIPTION DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE ET DE CES METHODES DE CARACTERISATION	41
<ul> <li>II.1 Mesures fréquentielles</li> <li>II.1.1 Variation de la permittivité et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence</li> <li>II.1.2 Loi de Kramers-Kronig</li> <li>II.1.3 Relaxations du type Debye</li> <li>II.1.4 Distribution des temps de relaxation</li> <li>II.1.4.1 Relation de Cole-Cole</li> <li>II.1.4.2 Relation de Davidson-Cole</li> </ul>	<b>44</b> 44 45 46 46 46

II.1.4.2 Relation de Davidson-Cole II.1.4.3 Relation de Havriliak-Negami

II.1.4.4 Comparaison des quatre modèles présentés avec le modèle de Debye
II.1.4.5 Effet de la température sur le temps de relaxation τ
II.1.5 Origines de la relaxation diélectrique
II.1.5.1 Contribution de la transition par saut dans le comportement fréquentiel
II.1.5.2 Contribution des effets d'interface dans le comportement fréquentiel

II.1.6 Méthodes de caractérisation des variations de permittivité en fonction de la fréquence II.1.6.1 Introduction	54 54
II.1.6.2 LCR-Meter	54
a) Principe de la mesure d'un LCR-Meter	54
b) Gamme de mesure d'un LCR-Meter	56
C) Calibration d'un LCR-Meter II 1 6 3 Spectroscope diélectrique	38 60
II.1.6.4 Analyseur de réseau	62
II.1.6.5 Comparaison des domaines fréquentiels mesurables.	63
II.1.7 Justification de la gamme d'étude fréquentielle	64
II.2 Mesure du courant en fonction du temps	66
II.2.1 Introduction II.2.2 Description des différents types de souvent renegument une conseité	66
II.2.2 Description des différents types de courant parcourant une capacité II.2.2 1 Courant de charge de la capacité : zone (1)	00 66
II 2 2 2 Courant de relaya tion : zone (2)	67
II.2.2.3 Le courant de fuite : zone (3)	68
II.2.2.4 Instabilités de courant : zone (4)	68
II.2.2.5 Le piégeage de charge et le claquage : zone (5)	68
II.2.2.6 Etude de l'effet du phénomène de relaxation diélectrique sur la mesure de courant en fonction	de
la tension appliquée sur une capacité MIM	69
II.2.3 Méthodes de caractérisation des courants traversant une capacité	72
$H = 2.3 \times 1 \text{ a HP} 4156$	12 72
II.2.3.2 Le IIF4130 II.2.4 Variante aux mesures de courant en fonction du temps ou de la tension. Les courants thermo-	12
stimulés	74
II.2.4.1 La TSC	74
II.2.4.1 La TSDC	75
II.2.4.3 Résultats obtenus	76
II.2.4.4 Appareils de mesure utilisés pour la TSC et la TSDC	76
II.3 Mesure de l'effet mémoire	78
II.3.1 Introduction	78
II.3.2 Description de la séquence de mesure	78
II.3.3 Caractéristiques du circuit de mesure de l'effet mémoire	79
II.3.3.1 Schéma de principe	79
II.3.3.2 Realisation du circuit II.3.3.3 Amélioration de la précision du circuit	80
II 3 3 4 Gestion des mesures	84
II.3.3.3 Amélioration de la séquence de mesure	85
II.3.4 Conclusion sur le circuit de mesure de l'effet mémoire	85
II.4 Conclusion	86
CHAPITRE III - MISE EN EVIDENCE DU PHENOMENE DE RELAXATION	~-
DIELECTRIQUE	87
III.1 Fonctionnement « flat loss » dans des diélectriques amorphes:	<b>90</b>
III.1.1 Comparaison de plusieurs diélectriques	90
III.1.2 Endes de la dependance des « natioss » avec le procede de depot. III 1 2 1 Dégradation du diélectrique due à la densification des électrodes TiN	92 93
III.1.2.2 Contamination du diélectrique et effet sur la relaxation diélectrique	94
III.1.2.3 Conclusion sur le fonctionnement « flat loss »	95
III.2 Polarisation d'électrode	97
III.2.1 Exemple du diélectrique $Ta_2O_5$	97
III.2.1.1 Effet de la température de dépôt	98
III.2.1.2 EITET de la methode de depot : MOCVD et PEALD	99

III.2.2 Autres diélectriques	100
III.2.2.1 L alumine (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) III.2.2.2 L'oxyde d'hafnium (HfO <sub>2</sub> )	100
$11.2.2.2 E $ oxyde a harman ( $110_2$ )	102
III.3 Etude du PZT en terme de relaxation diélectrique	103
III.3.1 Variations de permittivité en fonction de la fréquence et de la température.	103
III.3.2 Variation de la permittivité et des pertes en fonction du champ alternatif	104
III.3.3 Conclusion sur le diélectrique PZT	106
III.4 Conclusion	107
CHAPITRE IV - MODELISATION SPICE DES PHENOMENES DE	
RELAXATION DIELECTRIQUE	109
IV.1 Description du modèle de Dow	112
IV.2 Modèle de Dow amélioré	114
IV.2.1 Choix du nombre de pôles par décade	114
IV 3 Description du circuit utilisé pour l'extraction du modèle	118
IV.3.1 Définition de la gamme temporelle et fréquentielle du circuit de mesure de l'effet mémoire	118
IV.3.2 Positionnement de notre circuit par rapport à la littérature	119
IV.4 Exemple d'extraction: Application à une MIM Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 5fF/um <sup>2</sup>	120
IV.4.1 Extraction des a <sub>i</sub>	120
IV.4.2 Validation du modèle.	122
IV 4.3 Définition des coins de la technologie	123
IV.4.5 Definition des coms de la técnilologie.	-
IV.5 Conclusion	125
IV.4.5 Definition des coms de la technologie. IV.5 Conclusion CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATIO	125 N
IV.4.5 Definition des coms de la technologie. IV.5 Conclusion CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATIO DIELECTRIOUE DANS LE TA205	125 DN 127
IV.4.5 Definition des coms de la technologie. IV.5 Conclusion CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATIO DIELECTRIQUE DANS LE TA <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	125 DN 127
IV.4.5 Definition des coms de la técnilologie. IV.5 Conclusion CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATIO DIELECTRIQUE DANS LE TA <sub>2</sub> O <sub>5</sub> V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».	125 DN 127 130
<ul> <li>IV.4.5 Definition des coms de la técnhologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION</li> <li>DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance ».</li> </ul>	125 DN 127 130 130
<ul> <li>IV.4.5 Definition des coms de la técnhologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaieseur.</li> </ul>	125 DN 127 130 130 130 130
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conts de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> </ul>	125 DN 127 130 130 130 132 133
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conts de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 132 133 134
<ul> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA205</li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> </ul>	125 DN 127 130 130 130 130 132 133 134 136
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conts de la téchnologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 132 133 134 136 139
<ul> <li>IV.4.3 Definition des coms de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 132 133 134 136 139 139
<ul> <li>IV.4.3 Definition des conts de la técnilologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.1 I Modèle empirique</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 132 133 134 136 139 140
<ul> <li>IV.4.3 Definition des conts de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 132 133 134 136 139 140 141
<ul> <li>IV.4.5 Definition des coms de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de la température</li> <li>V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 132 133 134 136 139 139 140 141 143
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conis de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.3.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.4.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 132 133 134 136 139 140 141 143 144
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conts de la téchnologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.2.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.</li> <li>V.3 Mesure des instabilités de courant avec un capacimètre</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 132 133 134 136 139 140 141 143 144 144
<ul> <li>IV.4.5 Definition des coms de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATIONELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de t avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.2.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.</li> <li>V.3 Mesure des instabilités de courant avec un capacimètre</li> <li>V.4 Mesures TSDC</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 132 133 134 136 139 139 140 141 143 144 144 150
<ul> <li>IV.4.3 Definition des conts de la technologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de τ avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.2.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.</li> <li>V.3 Mesure des instabilités de courant avec un capacimètre</li> <li>V.4.1 Description de la séquence de mesure</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 132 133 134 136 139 140 141 143 144 144 150 150
<ul> <li>IV.4.5 Definition des conis de la téchnologie.</li> <li>IV.5 Conclusion</li> <li>CHAPITRE V - ETUDE DE L'ORIGINE DU PHENOMENE DE RELAXATION DIELECTRIQUE DANS LE TA<sub>2</sub>O<sub>5</sub></li> <li>V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».</li> <li>V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »</li> <li>V.1.2 Effet de la température</li> <li>V.1.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« space-charge-limited current »)</li> <li>V.1.3.1 Dépendance de t avec la tension de stress</li> <li>V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance</li> <li>V2 Mesures par spectroscopie diélectrique</li> <li>V.2.1 Effet de la température</li> <li>V.2.2 Effet de l'épaisseur</li> <li>V.2.3 Utilisation du moèle de Maxwell-Wagner</li> <li>V.2.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.</li> <li>V.3 Mesures TSDC</li> <li>V.4.1 Description de la séquence de mesure</li> <li>V.4.2 Discussion des résultats obtenus</li> </ul>	125 N 127 130 130 130 130 130 132 133 134 136 139 140 141 143 144 144 150 150

V	.5	Conclusion
---	----	------------

CHAPITRE VI - SUPPRESSION DES INSTABILITES DE COURANT	153
VI.1 Première solution proposée : le dépôt de stacks	156
VI.1.1 Les stacks à base de $Ta_2O_5$ et $Al_2O_3$	156
VI.1.1.1 Description des dépôts	156
VI.1.1.2 Mesure de stabilité de courant	158
VI.1.1.3 Mesure de spectroscopie diélectrique basse fréquence	159
VI.1.2 Les stacks à base de $Ta_2O_5$ et HfO <sub>2</sub>	163
VI.1.2.1 Description des dépôts	163
VI.1.2.2 Mesure de stabilité de courant	164
VI.1.2.3 Mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence	165
VI.1.3 Conclusion sur les stacks diélectriques	166
VI.2 Deuxième solution proposée : le dépôt du diélectrique ZrO <sub>2</sub> pur	167
VI.2.1 Mesures de stabilité de courant	167
VI.2.2 Mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence	168
VI.2.3 Effet du recuit sur les propriétés électriques du ZrO <sub>2</sub>	169
VI.2.4 Conclusion sur le diélectrique ZrO <sub>2</sub>	170
VI.3 Conclusion	171
CONCLUSION GENERALE	173

#### BIBLIOGRAPHIE

177

## Introduction Générale

La diminution des dimensions minimales des grilles de transistor MOS est depuis plusieurs dizaines d'années l'un des principaux buts des fabricants de puce microélectronique. Cette diminution a plusieurs avantages : la réduction de la surface de silicium utile à une fonction et/ou l'augmentation des fonctions intégrables dans un circuit microélectronique. De concert avec l'augmentation de densité des transistors, afin de permettre d'intégrer de plus en plus de fonctions et aussi d'obtenir des performances bien supérieures, l'intégration de composants passifs directement dans la puce est aussi depuis quelques années un des objectifs des fabricants de puce microélectronique.

Parmi ces composants passifs, les capacités Métal-Isolant-Métal (MIM) sont certainement les plus utilisées. Le paramètre principal de ce type de composant est sa capacité par unité de surface appelée la densité. Par exemple, citons les capacités MIM « standard » qui ont comme diélectrique de l'oxyde ou du nitrure de silicium et qui permettent d'obtenir des densités comprises entre 1 et 2 fF/ $\mu$ m<sup>2</sup>.

Afin d'augmenter cette densité plusieurs solutions sont possibles:

- Introduire des diélectriques de plus fortes permittivités
- Développer de nouvelles architectures de capacités tridimensionnelles

De nos jours la nécessité d'obtenir des densités élevées (>10fF/ $\mu$ m<sup>2</sup>), tend à obliger les fabricants de puce à développer l'intégration d'un diélectrique de forte permittivité du type High- $\kappa$  dans une architecture tridimensionnelle.

Néanmoins, remplacer un diélectrique par un autre présentant une permittivité plus élevée n'est généralement pas anodin. En effet, de nouveaux phénomènes jusque là potentiellement négligeables risque de ne plus l'être. C'est en particulier le cas du phénomène de relaxation diélectrique, qui a été reporté comme pouvant, dans certains diélectriques High- $\kappa$ , perturber le fonctionnement de circuit analogique.

L'objectif de ce travail est donc de caractériser, modéliser, comprendre et minimiser la relaxation diélectrique de plusieurs diélectriques déposés dans un environnement microélectronique.

Ce manuscrit est composé de six chapitres.

Le premier chapitre (*Cadre de l'étude*) commence par présenter les nombreuses utilisations d'une capacité dans un circuit électronique. Une fois les intérêts d'introduire directement dans des circuits microélectroniques discutés, plusieurs architectures de capacités planaires ou tridimensionnelles seront introduites. Les différentes techniques de dépôt des diélectriques utiles à l'élaboration des composants étudiés dans ce manuscrit seront rapidement présentées. Nous finirons ce chapitre en décrivant les différentes performances électriques mesurées sur une capacité. Cela nous permettra d'introduire un certains nombre de concepts nécessaires à la compréhension de ce manuscrit en particulier les concepts de polarisation, susceptibilité et permittivité d'un diélectrique.

Le deuxième chapitre décrit le *phénomène de relaxation diélectrique et ses méthodes de caractérisation*. Trois moyens de caractériser ce phénomène sont détaillés, la

mesure de variation de la permittivité et des pertes en fonction de la fréquence, la mesure des courants de relaxation en fonction du temps et la mesure de l'effet mémoire. Nous décrirons le principe des mesures et les précautions à prendre ainsi qu'une analyse de la littérature de ces différents mécanismes.

Le troisième chapitre (*Mise en évidence du phénomène de relaxation diélectrique*) présente différents cas pratiques de relaxation diélectrique étudiés pendant la thèse illustrés grâce à des mesures de capacités et pertes diélectriques en fonction de la fréquence. En particulier, des dépendances des phénomènes « flat loss » et polarisation d'interface seront étudiées au travers de plusieurs diélectriques amorphes ou cristallins. Cette observation du phénomène de relaxation diélectrique mènera à identifier un certain nombre de criticités, qui doivent dans certains cas être prises en compte dans le modèle électrique de la capacité.

Pour cela, le quatrième chapitre (*Modélisation SPICE des phénomènes de relaxation diélectrique*) est consacré à la présentation du modèle empirique introduit afin de décrire le plus fidèlement le comportement en terme de relaxation diélectrique d'une capacité. Nous verrons tout d'abord le modèle de Dow et les modifications que nous lui avons apporté. Puis nous présenterons un exemple d'extraction du modèle effectué sur une capacité MIM de 5fF/µm<sup>2</sup> grâce au circuit de mesure de l'effet mémoire présenté au chapitre II.

Le cinquième chapitre (*Etude de l'origine du phénomène de relaxation diélectrique dans le*  $Ta_2O_5$ ) s'intéresse tout particulièrement au diélectrique Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et aux mécanismes physiques à l'origine de la relaxation diélectrique. Tout d'abord, nous présenterons des résultats de mesures de stabilité de courant en fonction du temps. L'étude permettra de mettre en évidence l'origine de ces larges instabilités de courant. Dans un second et dernier temps grâce à des mesures de spectroscopie diélectrique et de courant thermostimulés nous identifierons définitivement l'origine de ces défauts.

Le sixième et dernier chapitre (*Suppression des instabilités de courant*) présente le travail réalisé sur des capacités à base de  $Ta_2O_5$  afin de supprimer les défauts observés et donc leur manifestation décrites dans le chapitre V. Pour cela des empilements de plusieurs diélectriques différents (« stacks ») et l'introduction d'un « nouveau » diélectrique en remplacement du  $Ta_2O_5$  seul, vont être présentés en terme de relaxation diélectrique. Les performances électriques générales de ces capacités seront aussi étudiées afin d'identifier si ces composants permettent d'atteindre de meilleures performances que celle d'une capacité à base de  $Ta_2O_5$  pure. En effet, nous ne pouvons pas nous permettre d'améliorer les performances d'une capacité en termes de relaxation diélectrique sans observer be effets induits par ces modifications sur les autres paramètres électriques qui sont tout aussi (voir parfois plus) importants que la relaxation diélectrique.

### CHAPITRE I - Cadre de l'étude

Ce chapitre va permettre d'introduire les capacités MIM (Métal-Isolant-Métal) intégrées en microélectronique dont nous étudierons par la suite certaines propriétés.

Tout d'abord, nous illustrerons les différentes utilisations possibles d'un condensateur dans un circuit électronique analogique ou numérique. Dans un deuxième temps, les nombreux intérêts de disposer de capacités directement intégrées dans une puce microélectronique seront discutés. Puis, nous présenterons les différentes façons d'intégrer ces capacités aussi bien dans la zone du «Front-End » que dans la zone du «Back-End ». Cela nous permettra de reporter différentes architectures de capacités MIM, aussi bien dans des géométries planaires que tridimensionnelles.

La présentation des diélectriques et des électrodes étudiés dans ce manuscrit, nous permettra de définir deux grandes familles de diélectriques : les diélectriques amorphes et les diélectriques cristallins. Les modes de dépôt utilisés en microélectronique pour ces différentes couches seront aussi répertoriés.

Puis nous présenterons les principales caractéristiques électriques d'une capacité MIM : sa permittivité, les non-linéarités en tension, les mécanismes de conduction et la fiabilité des diélectriques.

## I.1 Les utilisations courantes d'une capacité dans un circuit électronique

Les condensateurs sont très largement utilisés en électronique. Cette partie se propose de décrire leurs utilisations les plus répandues :

#### Découplage :

Un condensateur de découplage fait office de source de courant présentant une faible impédance ou de réservoir d'énergie. Il est généralement placé au plus proche du dispositif électrique pour répondre rapidement aux appels de courant de celui-ci. Son rôle est de réduire les variations de la tension d'alimentation causées par ces appels de courant. En effet, ces variations de tension d'alimentation, si elles ne sont pas supprimées, peuvent induire des problèmes de fonctionnement du circuit et/ou du bruit.

#### Filtrage :

Les condensateurs de filtrage (ou de lissage) ont pour rôle de lisser la tension à leurs bornes. Une des utilisations typiques du condensateur de filtrage est en sortie d'un circuit de redressement double alternance : la capacité va alors permettre de lisser les variations semi-sinusoïdales de la tension. La figure 1.1 illustre cette application.



Figure 1.1 Redresseur double alternance avec et sans capacité C<sub>0</sub>.

#### Liaison :

Les condensateurs de liaison permettent de bloquer la composante continue d'un signal tout en laissant passer sa composante alternative. Ou plus généralement, ils permettent de relier deux points d'un circuit ayant des potentiels continus différents. La figure 1.2 permet d'illustrer cette application.



Figure 1.2 : Illustration de l'utilisation d'un condensateur de liaison

Dans cet exemple, la tension continue du générateur  $V_1$  est bloquée par le condensateur de liaison. On retrouve donc la tension  $V_1$  aux bornes de la capacité. Le récepteur présente alors une tension continue nulle. Les capacités de liaison sont très largement utilisées dans les amplificateurs.

#### Mémoire :

Le condensateur peut jouer ici un rôle de stockage de l'information sous la forme d'une charge électrique. La capacité doit pouvoir garder la charge pendant un certain temps : elle doit donc avoir de faibles fuites. On peut citer l'exemple de la capacité utilisée dans les convertisseurs analogique / numérique pour figer la tension analogique à convertir. Un autre exemple est celui des mémoires DRAM, où l'information contenue dans la capacité est binaire (capacité chargée ou déchargée).

#### Accord :

Le condensateur peut-être utilisé afin de générer en association avec un circuit un temps ou une fréquence précise. On peut par exemple diter le cas de l'accord de la fréquence de résonance d'un circuit oscillant (du type LC) ou bien de la génération d'une constante de temps générée par une bascule. Dans ce cas, la valeur du condensateur doit pouvoir être paramétrée précisément.

#### Stockage d'énergie :

Le condensateur peut aussi être utilisé comme un générateur de tension constante pendant un temps relativement long (par exemple pour les applications ayant une alimentation inconstante comme par exemple les cartes à puce sans contact) ou pour délivrer une puissance importante pendant un temps court (par exemple l'utilisation de supercapacités ou condensateurs électrolytiques qui sortent du domaine de la microélectronique, dans les nouveaux véhicules hybrides).

#### I.2 Intérêt des capacités intégrées en microélectronique

Toutes ces fonctions peuvent être assurées par des capacités discrètes, mais on assiste depuis quelques années à une tendance de plus en plus importante à intégrer ces composants directement dans la puce.

Cette tendance à intégrer un maximum de composants, en particulier les capacités MIM, dans la puce elle-même est appelée SoC qui est l'acronyme de «System on Chip » (Le système sur puce). Elle est désormais une nécessité pour tous les fabricants de semiconducteurs, afin d'atteindre un niveau d'intégration maximum.

Les capacités intégrées directement dans un circuit microélectronique ont en effet un avantage très intéressant par rapport aux condensateurs placés à l'extérieur de la puce sur le circuit imprimé : en étant placées au plus prés des autres composants du circuit (composants actifs dans le «Front-End » et passifs dans le «Back-End »), du point de vue des performances électriques, le circuit réalisé avec des capacités MIM aura des performances électriques accrues :

- Réduction de la résistance et de l'inductance parasite du fait de la diminution de la longueur des pistes électriques entre la puce et le condensateur. Suppression aussi des soudures et des fils d'or reliant la puce aux pattes de son boitier. Cela permet de limiter principalement le temps de réponse du condensateur.
- > Suppression du bruit ramené par l'environnement extérieur.

Il existe d'autres gains cette fois-ci pour la réalisation de la puce :

- Limitation des entrées / sorties de la puce et donc suppression d'un certain nombre de protection des entrées / sorties, comme par exemple les diodes de protection anti-ESD (ElectroStatic Discharges : Décharges électrostatiques).
- Diminution de la taille de la puce (moins de plots d'entrées/sorties)

Pour finir, la suppression de composants externes et la réduction potentielle de la taille du boitier de la puce permet aussi la réduction de la taille du circuit imprimé et donc du produit fini.

Les figures 1.3 et 1.4 permettent de comparer visuellement la solution avec une capacité discrète externe et celle avec une capacité MIM intégrée à relier jusqu'aux points 1 et 2 dans la puce.



Figure 1.3 : Illustration de la solution avec une capacité discrète externe reliée aux points 1 et 2 internes à la puce.



Figure 1.4 : Illustration de la solution avec une capacité MIM intégrée planaire reliée aux points 1 et 2 internes à la puce.

Dans le cas où la capacité ou la fonction à réaliser (RLC) nécessaire au fonctionnement du circuit est trop importante pour être intégrée dans **à** puce, il existe aussi une solution intermédiaire. En effet, elle permet de s'affranchir de certaines des contributions parasites présentées précédemment. Cette solution consiste à assembler, pendant la réalisation de l'encapsulation de la puce dans son boitier, une autre plaque (en silicium ou verre) contenant des composants unitaires (généralement des résistances, des inductances, des condensateurs et des diodes). C'est par exemple le cas du procédé IPAD (Integrated Passive and Active Device) développé par STMicroelectronics dans son site industriel de Tours [Bouy06]. Dans le chapitre III, nous étudierons une capacité basée sur le diélectrique PZT déposée dans ce type de plaque. La figure 1.5 permet de visualiser une représentation d'une telle intégration.



Figure 1.5 : Illustration de la solution avec une capacité réalisée dans un IPAD reliée aux points 1 et 2 internes à la puce.

On voit bien pourquoi l'intégration de capacité dans une puce est intéressante pour les performances de la puce, ainsi que pour sa miniaturisation et celle du circuit imprimé.

#### I.3 Architectures des capacités étudiées

Avant de discuter des différentes intégrations possibles dans une puce en microélectronique, nous allons tout d'abord séparer un circuit semi-conducteur en deux parties.

Comme illustré sur la figure 1.6, une puce est composée de deux zones :

- Le substrat de silicium qui correspond à la zone «active » et sur laquelle des composants sont élaborés (principalement des transistors MOS, mais aussi des diodes, résistances, condensateurs MOS, transistors bipolaire, mémoires flash...). Cette zone est couramment appelée le «Front-End ».
- La zone au dessus du silicium est composée de plusieurs niveaux métalliques (en aluminium ou en cuivre) séparés pas des couches de diélectriques appelés niveaux d'interconnexions. Les différents niveaux sont reliés entre eux par des liaisons métalliques appelées des vias. Cette zone permet d'assurer la connexion des différents composants du «Front-End » entre eux et aussi de les relier avec les plots de sortie de la puce positionnés dans le dernier niveau d'interconnexion. Cette zone est couramment appelée le « Back-End ».



Figure 1.6 : Coupe transversale d'une puce.

Afin d'intégrer des capacités MIM dans une puce, deux solutions sont possibles. La première est de les intégrer dans le «Front-End » et la deuxième dans le «Back-End ».

#### I.3.1 Capacités intégrées dans le « Front-End »

Dans le «Front-End » plusieurs types de capacités peuvent être intégrés : les capacités MOS et les capacités MIM.

#### I.3.1.1 Les capacités MOS (Métal-Oxyde-Semi-conducteur)

## Métal Isolant Si

Ces capacités sont composées d'une électrode supérieure métallique (appelée grille), d'une couche d'isolant et d'une électrode inférieure semi-conductrice dopée de type p ou n [Nico82]. Même si ce composant est à la base de tous les transistors MOS, il peut aussi être utilisé pour des applications de découplage. Mais la capacité de ce

composant présente de fortes variations avec la tension appliquée entre les deux électrodes (voir la figure 1.7) ce qui limite son utilisation dans des applications analogiques.



Figure 1.7 : Valeur de la capacité en fonction de la tension grille / substrat appliquée sur la capacité MOS de type p. Mesure à haute et basse fréquence.

On peut observer sur la figure 1.7 plusieurs zones :

- La zone a) correspond à la zone d'accumulation du semi-conducteur.
- La zone b) correspond à la zone de bandes plates.
- La zone c) correspond à la zone de désertion.
- La zone d) correspond à la zone d'inversion. A noter que l'on ne retrouve la capacité d'inversion qu'à basse fréquence lorsque les porteurs minoritaires sont capables de suivre la fréquence de caractérisation.

#### I.3.1.2 Les capacités MIM (Métal-Isolant-Métal)

#### Métal Isolant Métal

Ces capacités sont composées d'électrodes supérieure et inférieure métalliques, entre lesquelles une couche d'isolant est déposée. Dans tout ce manuscrit nous ne traiterons que des capacités MIM.

Il est important de noter qu'à l'inverse des capacités MOS présentées précédemment, les variations en fonction de la tension d'une capacité MIM sont généralement faibles (de l'ordre voire très inférieures à quelques pourcents sur toute la gamme d'utilisation en tension de la capacité). Cette caractéristique essentielle permet une utilisation de ce type de composant dans des applications analogiques et radiofréquences.

Les capacités MIM dans le «Front-End », sont généralement réalisées en gravant le silicium afin de former une tranchée et de la remplir par le dépôt successif d'un métal pour l'électrode du dessous, d'un diélectrique et d'un autre métal pour l'électrode du dessus [Cai04] [Blac04]. Un des gros avantages de ce genre de capacité est qu'il est possible de faire des tranchées très profondes (de l'ordre de 100µm) dans le silicium. Cela permet d'obtenir une surface effective de capacité très importante (et donc une valeur de capacité élevée) tout en ayant un encombrement sur la plaque limité. La figure 1.8 présente une de ces capacités ayant ses trois dimensions intégrées dans le silicium.



Figure 1.8 : Architecture d'une MIM intégrée dans du silicium [Bajo06].

Néanmoins, avec ces capacités un certain nombre de problèmes ou limitations apparaissent:

- Une importante surface de silicium est utilisée par ce type de capacité au détriment de la densité surfacique des transistors.
- L'intégration de la capacité ne doit pas contaminer ou perturber les autres dispositifs réalisés sur le silicium.
- Dans le «Front-End », les électrodes sont généralement réalisées en polysilicium, qui présente une résistivité élevée. Des études ont montrées que cette résistivité élevée peut induire une forte résistance en série avec la capacité réalisée et donc perturber le fonctionnement de la capacité en haute fréquence [Bajo06]. Malgré ces défauts, la tendance à intégrer des métaux dans le «Front-End » tend à se généraliser.

Des densités surfaciques de capacité de l'ordre de 100fF/µm<sup>2</sup> [Bajo06] ont pu être obtenues avec ces dispositifs. Ces capacités présentent donc un intérêt réel pour des applications moyennes et basses fréquences du type découplage.

#### I.3.2 Capacités planaires intégrées dans le « Back-End »

Il existe un certain nombre de solutions d'intégration de capacité MIM dans le « Back-End ». Nous allons présenter deux intégrations, qui se différencient par le métal utilisé pour les interconnexions : l'aluminium pour des technologies CMOS ou BiCMOS antérieures au nœud  $0.13\mu m$  ou le cuivre qui présente une résistivité inférieure à celle de l'aluminium pour des technologies postérieures. Cette diminution de résistivité permet de réduire fortement les temps de propagations dans les interconnexions. Ces deux intégrations, sont illustrées dans les figures 1.9 et 1.10.



Figure 1.9 : Architecture d'une MIM intégrée dans un « Back-End » aluminium [Gros03].



Figure 1.10 : Architecture d'une MIM intégrée dans un «Back-End » cuivre [Crem06].

On peut remarquer que lorsque le « Back-End » est en aluminium, l'électrode inférieure de la capacité MIM peut être facilement réalisée à partir du niveau de métal n-1. Un niveau d'aluminium intermédiaire, entre le niveau n et n-1 est réalisé afin d'obtenir l'électrode supérieure.

Inversement, lorsque le « Back-End » est en cuivre, il est plus facile, en terme d'intégration, de ne pas réaliser l'électrode inférieure avec le niveau n-1. En effet le cuivre est connu pour avoir tendance à se réarranger lorsqu'il est soumis à un budget thermique après son dépôt et à générer des défauts connus sous le nom de «Hillocks » [Inou07]. Parfois ce défaut a pour effet de court-circuiter ou générer des défaillances prématurées. Deux niveaux métalliques intermédiaires (composés chacun d'aluminium et de l'électrode, ici en TiN) sont une solution d'intégration pour réaliser la capacité entre les niveaux Métal n et Métal n-1. Cela permet de s'affranchir du problème des «Hillocks » (en revanche l'encombrement peut devenir critique).

Les électrodes étant composées d'aluminium et de TiN, la résistance série est généralement très faible (entre 50 et  $300m\Omega$ /? selon les épaisseurs de métaux considérés). D'autre part, le fait de positionner la capacité entre les deux derniers niveaux de métaux d'interconnexion, permet d'éloigner la capacité au maximum du silicium (~5µm) : cela a pour principal effet de réduire son couplage avec le substrat et donc d'obtenir des capacités avec de très bonnes performances dans la gamme RF. (Facteur de qualité Q>50 pour une capacité de 1pF à 5GHz) Pour une utilisation dans le domaine RF, le silicium et les interconnexions sous la capacité ne peuvent donc pas être utilisées.

Toutefois, pour des applications non RF, le routage des niveaux d'interconnexions sous la capacité est possible. De même le silicium peut lui aussi être utilisé. C'est en partie la raison du succès des composants MIM, car leur intégration ne fait perdre aucune surface de silicium.

Avec de telles architectures planaires, les capacités surfaciques  $C_0$  (valeur en Farrad par unité de surface occupée) atteintes au sein de STMicroelectronics sont présentées dans le tableau 1.1.

	1 <sup>ère</sup> génération	2 <sup>ème</sup> génération	3 <sup>ème</sup> génération
Diélectrique	SiO <sub>2</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Epaisseur (Å)	350	320	450
C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	1	2	5

Tableau 1.1 : Densité de capacité atteinte avec une architecture de MIM planaire.

A chaque nouvelle génération, la densité des capacités est le principal paramètre à augmenter tout en essayant de maintenir les autres caractéristiques électriques constantes (ces caractéristiques seront présentées à la fin de ce chapitre).

L'exemple du découplage d'un circuit permet d'illustrer la nécessité d'augmenter au maximum la capacité surfacique. En effet, cette fonction peut en moyenne pour des applications standard nécessiter une capacité de 50nF. Les composants actuels permettent d'atteindre des densités de capacité de l'ordre de 5 $fF/\mu m^2$ , ce qui veut dire qu'il faudrait avoir une capacité de 10mm<sup>2</sup> de surface. Cette surface est proche de la taille moyenne des puces, donc pour l'instant il n'est pas possible de découpler complètement une puce à partir de capacités MIM intégrées directement dans les niveaux d'interconnexions d'une puce. Il faudra donc ajouter à la puce un/des condensateur/s de découplage externe.

Néanmoins, pour des découplages de certaines parties critiques de la puce ou d'autres applications des capacités (voir partie I.1) l'intégration de capacités MIM planaires reste bien évidemment très intéressante.

#### I.3.3 Capacités trois dimensions intégrées dans le « Back-End »

Afin d'augmenter la capacité surfacique, il est possible d'intégrer l'empilement MIM dans une architecture trois dimensions. Cela permet d'augmenter la valeur de la capacité tout en évitant au composant de prendre plus de place. Cela conduit automatiquement à augmenter sa capacité surfacique.

Plusieurs architectures de capacité trois dimensions ont déjà été publiées dans la littérature certaines ont été développée pour des capacités DRAM [Vold91] [Rud004]. Nous allons en présenter deux qui ont été rencontrées pendant la thèse.

## I.3.3.1 Les capacités trois dimensions intégrées dans le niveau d'un via

Cette première architecture consiste à intégrer une capacité trois dimensions dans le niveau d'un via. La figure 1.11 présente l'intégration de cette capacité dans les niveaux d'interconnexion d'une puce [Crem06].



Figure 1.11 : Schéma en coupe et vue 3D d'une capacité intégrée dans une tranchée réalisée dans le niveau d'un via

Cette capacité présente plusieurs points particuliers :

- Elle est réalisée dans un «Back-End » cuivre.
- Elle ne nécessite qu'un seul masque.
- L'électrode inférieure de la capacité est déposée sur un niveau de cuivre. Comme on l'a dit précédemment, le cuivre peut créer des «Hillocks » qui peuvent perturber le fonctionnement de la capacité. Le contrôle de la croissance du cuivre et la surface en contact sont donc des paramètres critiques. Des solutions ont été réalisées en minimisant la surface de cuivre du métal 4 [Crem07] [Thom07].
- Après avoir réalisé la gravure de la tranchée l'empilement MIM est déposé. Le cuivre est utilisé pour remplir la tranchée. Puis un polissage mécanochimique (CMP) est réalisé pour définir le haut de la capacité. Contrairement à toutes les autres architectures présentées, c'est la seule dont les flancs de la capacité ne sont pas définis par une gravure. C'est une étape critique des cette architecture [Perr06]. On peut voir ces trois étapes représentées sur la figure 1.12.



Figure 1.12 : Principales étapes de réalisation d'une capacité trois dimensions.

La figure 1.13 représente une coupe de ce type de capacité.



Figure 1.13 : Coupe d'une capacité MIM intégrée dans une tranchée réalisée dans le niveau d'un via.

Dans la gamme RF, de bonnes performances pour ce type d'architecture ont été reportées (facteur de qualité Q>50 à 5GHz pour une capacité de 1pF) [Segu07].

Plusieurs diélectriques ont été déposés et ont permis d'atteindre des densités de capacité surfacique importantes :

- > Des diélectriques de permittivité modérée comme le nitrure de silicium  $(Si_5N_4)$  permettent d'atteindre une capacité surfacique  $C_0$  de 5fF/µm<sup>2</sup> et d'obtenir de très faibles courants de fuites [Crem06].
- > Des diélectriques avec de plus fortes permittivités comme le  $Ta_2O_5$  permettent d'atteindre une capacité surfacique  $C_0$  supérieure à 10fF/µm<sup>2</sup> [Jean07].

Au lieu d'être déposé dans le niveau d'un via, le même type de capacité a été déposée cette fois-ci dans le niveau de métal. Dans certaines technologies, l'épaisseur du métal étant particulièrement importante (3  $\mu$ m) et en utilisant du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> comme diélectrique une densité surfacique de 30fF/ $\mu$ m<sup>2</sup> a été atteinte [Jean07].

## I.3.3.2 Les capacités trois dimensions intégrées dans plusieurs niveaux d'interconnexion

La seconde architecture consiste à intégrer une capacité trois dimensions sur plusieurs niveaux de métaux. La figure 1.14 présente l'intégration de cette capacité dans les niveaux d'interconnexion d'une puce [Bajo06] [Gira07].



Figure 1.14 : Schéma et coupe d'une capacité intégrée dans une tranchée réalisée sur plusieurs niveaux d'interconnexions

Cette capacité présente plusieurs points particuliers :

- > Elle est intégrée dans un « Back-End » aluminium.
- La gravure de la tranchée est réalisée sur quatre niveaux.
- Le fait de réaliser une capacité sur quatre niveaux (du métal 1 au métal 5) empêche l'utilisation du silicium sous la capacité pour les dispositifs actifs.
- La résistance série de ce type de composant peut être importante du fait des faibles épaisseurs d'électrode et de la hauteur des tranchées.

En déposant de l'alumine  $AbO_3$  dans ce type d'architecture, une densité surfacique  $C_0$  de 35fF/µm<sup>2</sup> a été atteinte [Bajo06] [Gira07].

On voit bien l'intérêt d'utiliser des architectures trois dimensions pour augmenter la capacité surfacique. Par exemple là où il fallait  $10mm^2$  (C<sub>0</sub>=5fF/µm<sup>2</sup>) pour découpler une puce entière, cette seconde architecture ne nécessite que plus que 1.42mm<sup>2</sup>.

Maintenant que l'utilité d'une intégration en trois dimensions a été démontrée, il faut noter qu'au cours du manuscrit et même si certains diélectriques vont à terme être intégrés dans des architectures de capacité à trois dimensions, leurs études en terme de relaxation diélectrique ne seront présentées que dans la cadre d'une intégration planaire. Cela permet de s'affranchir de effet de l'intégration en trois dimensions (par exemple la déplétion de gaz [Egas03] [Pinz06]) qui ne correspond pas à l'objectif de cette étude.

### I.4 Présentation des diélectriques étudiés

Au cours de cette thèse deux types de diélectriques ont été étudiés :

- Des diélectriques amorphes
- Des diélectriques ferroélectriques

#### I.4.1 Diélectriques amorphes

A l'inverse d'un diélectrique cristallin, on appelle amorphe un diélectrique dont les atomes ne suivent aucun ordre particulier.

Ces diélectriques sont très largement utilisés en microélectronique. Dans ce manuscrit, la plupart des diélectriques amorphes étudiés sont des oxydes métalliques simples  $M_xO_y$ : AbO<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>.

Ces diélectriques sont couramment appelés des diélectriques High- $\mathbf{k}$ . En effet, comme on peut le voir dans le tableau 1.2, ils présentent des permittivités bien supérieures à celle de l'oxyde de silicium SiO<sub>2</sub> (3.9). L'introduction de diélectriques de plus forte permittivité permet d'atteindre des capacités surfaciques plus importantes.

 Tableau 1.2 : Permittivité des diélectriques amorphes présentés dans ce manuscrit.

	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$Al_2O_3$	$Ta_2O_5$	HfO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>
Permittivité	7	8.5	24	20	26

Le fait de déposer des diélectriques amorphes est dicté par plusieurs raisons :

Les températures du procédé de dépôt des capacités MIM sont volontairement réduites (~400°C) afin de limiter la diffusion des dopants du «Front-End » et pour rester toujours inférieures aux températures limites supportables par l'aluminium et le cuivre (~450°C). Cela induit le fait que la température vue par ces diélectriques est toujours bien inférieure à leurs températures de cristallisation.

Bien que généralement un diélectrique dans sa phase cristalline présente une permittivité supérieure à celle dans sa phase amorphe (exemple du  $Ta_2O_5$  amorphe de permittivité ~25 et cristallin de permittivité ~60), un diélectrique amorphe permet d'obtenir des performances en terme de fuite de courant bien meilleures [Aoya96].

#### I.4.2 Diélectriques ferroélectriques

On appelle ferroélectricité la propriété selon laquelle un diélectrique cristallin possède spontanément une polarisation électrique. L'application d'un champ électrique extérieur permet de renverser cette polarisation.

Même si les diélectriques ferroélectriques sont peu utilisés en technologies CMOS ou BiCMOS, ils sont particulièrement intéressants à étudier, car ils présentent des permittivités diélectriques généralement bien plus fortes et des comportements électriques souvent très différents des diélectriques amorphes. Dans ce manuscrit, le diélectrique ferroélectrique PZT est étudié. Ce diélectrique est un mélange de solution solide PbTiO<sub>3</sub> et PbZrO<sub>3</sub>. C'est un oxyde ferroélectrique ayant une structure pérovskite ABO<sub>3</sub> de formule générale Pb  $(Zr_x,Ti_{1-x})O_3$ . Cette structure est décrite dans la figure 1.15.



Figure 1.15 : Description de la maille du PZT

Pour ce type de diélectrique, la permittivité dans des fréquences inférieures au Mégahertz est généralement bien supérieure à 100. Elle est attribuée au déplacement du cation  $(Tt^{4+} \text{ ou } Zr^{4+})$  placé au centre de la maille ferroélectrique qui sous l'action d'un champ extérieur va se déplacer entre deux positions d'équilibre.

Dans notre cas la proportion de PbTiO<sub>3</sub> et de PbZrO<sub>3</sub> est de 48% et 52% respectivement [Bouy06]. Le diélectrique est déposé entre une électrode inférieure de platine (Pt) et une électrode supérieure en oxyde d'iridium (IrO<sub>2</sub>).

On peut observer sur la figure 1.16 la courbe de polarisation du PZT en fonction de la tension qui suit un cycle d'hystérésis, obtenue à l'aide d'un montage de Tower-Sawyer [Sawy30]. L'application d'un champ électrique sur l'échantillon induit une orientation des domaines ferroélectriques qui composent le diélectrique. Plus ce champ électrique est fort plus le nombre de domaines qui s'orientent est important. A fort champ tous les domaines ferroélectriques se sont orientés avec le champ, on atteint alors une saturation de la polarisation appelé  $P_{sat+}$  ou  $P_{sat-}$ . Les polarisations rémanentes  $Pr_+$  et  $Pr_-$  sont aussi visibles. Elles correspondent à la polarisation dans le diélectrique quand la tension aux bornes de la capacité est nulle après qu'elle ait été polarisée jusqu'à  $P_{sat+}$  ou  $P_{sat-}$ . On peut identifier sur cette courbe les tensions coercitives Vc- et Vc+ qui sont les tensions pour lesquelles le diélectrique passe d'un état de polarisation à un autre et qui permet d'annuler la polarisation  $P_{sat+}$  ou  $P_{sat-}$ .



Figure 1.16 : Courbe de polarisation du PZT [Bouy06]

#### I.4.3 Méthodes de dépôt des diélectriques et électrodes

Dans ce manuscrit plusieurs diélectriques vont être présentés. Ces diélectriques ont été déposés suivant plusieurs techniques de dépôt. Le tableau suivant (Tableau 1.3) présente ces différentes méthodes.

		Diélectriques				Electrodes				
		Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	HfO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	PZT	TiN	Pt	IrO <sub>2</sub>
	CVD		X					Χ		
ôt	PECVD	X								
déţ	MOCVD			X						
de	PVD							Χ		
les	ALD		X							
hod	PEALD		X	X	Χ	Χ		Χ		
Mét	Sol-Gel						X			
N	Pulvérisation cathodique								X	X
ctrodes llisées	TiN	X	X	Χ	Χ	X				
	Pt						X			
Eleauti	IrO <sub>2</sub>						X			

Tableau 1.3 : Récapitulatif des méthodes de dépôt des diélectriques et des électrodes ainsi
que des couples diélectrique/électrode présentés dans ce manuscrit.

CVD PECVD	[Paul04] [Schu88]	(Chemical Vapor Deposition) (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition)
MOCVD	[Kim91]	(Metal Organic Chemical Vapor Deposition)
PVD	[Nouv01]	(Physical Vapor Deposition)
ALD	[Sunt89]	(Atomic Layer Deposition)
PEALD	[Song01]	(Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition)

A noter que, à la fin de tout le procédé de dépôt des puces étudiées, un recuit obligatoire est appliqué à la puce pour stabiliser les couches formant la puce. Ce recuit a généralement une température de l'ordre de 400°C appliquée pendant 30 minutes à 1 heure.

Pour le procédé IPAD la température de recuit est elle de 250°C.

Bien que plusieurs électrodes aient été testées au cours de la thèse, il n'a été reporté dans ce manuscrit que celle réalisées en TiN (sauf pour les capacités PZT) qui permet pour nos architectures d'obtenir les meilleures performances. On peut aussi noter que tous les diélectriques présentés dans ce manuscrit à l'exception du PZT sont intégrés

dans une structure électrode/diélectrique/électrode symétrique. Tout au long du manuscrit nous parlerons des performances électriques d'un diélectrique, il est important de garder en mémoire le fait que ces performances électriques sont données dans le cadre d'une intégration en microélectronique. Elles représentent aussi l'association d'un couple indissociable : électrodes/diélectrique.

#### I.5 Propriétés électriques d'une capacité

Une capacité, qu'elle soit intégrée en microélectronique ou pas, présente plusieurs caractéristiques électriques. Au cours de cette partie nous allons présenter certaines d'entre elles :

- > La permittivité réelle et les pertes diélectriques
- Les non-linéarités en tension.
- Les courants de fuite.
- La fiabilité des diélectriques.

#### I.5.1 Notion de polarisation, susceptibilité et permittivité [Jons83]

En partant du principe particulièrement évident qu'aucun matériau ne peut répondre instantanément à une consigne (seul le vide peut répondre instantanément), on comprend pourquoi la réponse d'un diélectrique dépend toujours du temps et donc de la fréquence. En effet, tout type de matériau soumis à une sollicitation (électrique, mécanique...) présente une inertie.

En appliquant cette constatation à un composant basé sur deux électrodes parallèles espacées d'une distance d entre lesquelles se retrouve un diélectrique, si on applique une tension V(t) sur ce composant alors la charge induite aux électrodes sera la somme de deux contributions. La première est la contribution instantanée du vide et la seconde la polarisation qui dépend du temps. On a ainsi la relation :

$$D(t) = \boldsymbol{e}_0 \cdot \boldsymbol{E} + \boldsymbol{P}(t) \tag{1.1}$$

D est le déplacement diélectrique et donne la densité de charge totale induite aux électrodes par unité de surface, E est le champ électrique appliqué entre les électrodes, P est la polarisation et  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide.

Afin de calculer la polarisation, la fonction de réponse diélectrique f(t) est introduite. Cette fonction caractérise la réponse du matériau diélectrique pour une excitation électrique donnée.

En intégrant cette fonction et le champ électrique, on obtient alors la polarisation.

$$P(t) = \mathbf{e}_0 \int_0^\infty f(t) \cdot E(t - \mathbf{t}) d\mathbf{t}$$
(1.2)

Le calcul de la transformée de Fourier de cette équation permet d'obtenir la polarisation en fonction de la fréquence.

$$P(\mathbf{w}) = \mathbf{e}_0 \cdot \mathbf{c}^*(\mathbf{w}) \cdot E(\mathbf{w}) \tag{1.3}$$

où  $\chi^*$  est appelée la susceptibilité, une fonction complexe qui permet d'obtenir l'amplitude et l'argument de la polarisation. On peut l'écrire sous la forme :

$$\boldsymbol{c}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{c}'(\boldsymbol{w}) - i.\boldsymbol{c}''(\boldsymbol{w}) = \int_{0}^{\infty} f(t).\boldsymbol{e}^{-i.\boldsymbol{w}.t} dt$$
(1.4)

 $\chi'$  représente l'amplitude de la polarisation en phase avec le champ électrique  $E(\omega)$ .  $\chi''$  représente quant à elle l'amplitude de la polarisation en quadrature avec le champ électrique  $E(\omega)$ .

$$\boldsymbol{C}'(\boldsymbol{w}) = \int_{0}^{\infty} f(t) \cdot \cos(\boldsymbol{w}t) dt$$
(1.5)

$$\boldsymbol{c}^{\prime\prime}(\boldsymbol{w}) = \int_{0}^{0} f(t) . \sin(\boldsymbol{w}t) dt$$
(1.6)

Il est alors possible de calculer à nouveau la densité de charge totale induite aux électrodes dans le domaine fréquentiel.

$$D(\mathbf{w}) = \mathbf{e}_0 \{ 1 + \mathbf{c}'(\mathbf{w}) - i.\mathbf{c}''(\mathbf{w}) \} E(\mathbf{w})$$
(1.7)

En introduisant la fonction  $\epsilon^*(\omega)$  comme étant la permittivité:

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \frac{D(\boldsymbol{w})}{E(\boldsymbol{w})} \tag{1.8}$$

On trouve alors :

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{e}_{0} \cdot \left\{ 1 + \sum_{n} \boldsymbol{c}_{n}^{'}(\boldsymbol{w}) - i \sum_{n} \boldsymbol{c}_{n}^{''}(\boldsymbol{w}) \right\}$$
(1.9)

Les sommes proviennent du fait que plusieurs types de polarisation peuvent apparaître dans un diélectrique :

► La polarisation électronique : l'application d'un champ électrique sur le diélectrique induit un léger déplacement du nuage électronique de l'atome par rapport à son noyau. Un dipôle est alors créé. Cette polarisation intervient pour des fréquences supérieures aux fréquences optiques (de l'ordre de  $10^{15}$  Hz c'est à dire l'ultra-violet lointain) et d'après les équations de Maxwell elle donne une permittivité réelle égale au carré de l'indice de réfraction du matériau :  $\varepsilon' = n^2$ .



Figure 1.17 : Polarisation électronique

→ La polarisation ionique (ou polarisation atomique) : l'application d'un champ électrique sur un diélectrique induit un déplacement des ions positifs par rapport aux ions négatifs. Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au Téra Hertz ( $f < 10^{12}$  Hz).



Figure 1.18 : Polarisation ionique

La polarisation dipolaire (ou polarisation d'orientation) : l'application d'un champ électrique sur un diélectrique induit l'orientation des dipôles dans le sens du champ électrique. Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au Giga Hertz.



Figure 1.19 : Polarisation dipolaire

La polarisation d'électrode (aussi appelée polarisation de charge d'espace ou d'interface) : L'application d'un champ électrique sur un diélectrique induit un déplacement de charges mobiles. Ce déplacement a pour effet l'accumulation de charges au voisinage des électrodes. Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au kilo Hertz voir extrêmement basses.



Figure 1.20 : Polarisation d'électrode

La permittivité est donc la somme de ces différentes polarisations. Il est alors possible de calculer la permittivité relative :

$$\boldsymbol{e}_{r}^{*}(\boldsymbol{w}) = \frac{\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w})}{\boldsymbol{e}_{0}} = 1 + \sum_{n} \boldsymbol{c}_{n}^{'}(\boldsymbol{w}) - i \sum_{n} \boldsymbol{c}_{n}^{''}(\boldsymbol{w})$$
(1.10)

Et en décomposant  ${\epsilon_r}^*$  en une partie réelle  $\epsilon'$  et une imaginaire  $\epsilon''$  on obtient :

$$e_r^{*}(w) = e'(w) - i.e''(w)$$
 (1.11)

$$e'(w) = 1 + \sum_{n} c'_{n}(w)$$
 (1.12)

$$\boldsymbol{e}^{\prime\prime}(\boldsymbol{w}) = \sum_{n} \boldsymbol{c}_{n}^{\prime\prime}(\boldsymbol{w}) \tag{1.13}$$

Dans la suite de ce manuscrit  $\varepsilon$ ' sera appelé la permittivité réelle (ou permittivité relative) et  $\varepsilon$ '' les pertes diélectriques.

Nous pouvons d'ores et déjà introduire l'angle de perte  $\delta$  qui est couramment utilisé (figure 1.21).



Figure 1.21 : Visualisation de l'angle de perte **d** en fonction de **e**' et **e**"

$$\tan(\boldsymbol{d}) = \frac{\boldsymbol{e}^{\,\prime\prime}}{\boldsymbol{e}^{\,\prime}} \tag{1.14}$$

Ce terme permet de comparer très simplement les pertes diélectriques par rapport à la permittivité réelle. Il représente le ratio de l'énergie dissipée par radian dans le diélectrique sur l'énergie accumulée.

Il peut être intéressant de remarquer que  $tan(\delta)$  est égal à l'inverse du facteur de qualité particulièrement utilisé dans le domaine des fréquences HF.

Nous allons maintenant définir la capacité d'un condensateur en fonction du ratio de la charge Q induite sur les électrodes divisée par la tension appliquée entre ces mêmes électrodes :

$$C = \frac{dQ}{dV} \tag{1.15}$$

A partir de l'équation (1.7) on peut exprimer la valeur de la charge Q comme suit :

$$Q = S.D = S.e^{*}.E = S.e^{*}.\frac{V}{d}$$
 (1.16)

avec S la surface en regard des électrodes et d l'épaisseur du diélectrique. On obtient donc une valeur de capacité égale à :

$$C = \frac{\mathbf{e}^* S}{d} \tag{1.17}$$

En développant la permittivité complexe on trouve alors :

$$C(\mathbf{w}) = \frac{\mathbf{e}_0 [\mathbf{e}'(\mathbf{w}) - i\mathbf{e}''(\mathbf{w})] S}{d} = C'(\mathbf{w}) - iC''(\mathbf{w})$$
(1.18)

Ces équations nous ont permis d'introduire les concepts de permittivité, susceptibilité, polarisation... Elles serviront de base pour ce manuscrit, dans lequel les phénomènes à l'origine de la relaxation diélectrique seront appréhendés dans le détail.

#### I.5.2 Les non-linéarités en tension

Lorsqu'une tension est appliquée sur un diélectrique, sa permittivité va présenter des variations en fonction de la tension. Ces non-linéarités peuvent, si elles sont trop fortes, générer des distorsions du signal et donc perturber le fonctionnement du circuit dans lequel la capacité est utilisée [Becu06].

On peut identifier deux types de non linéarités :

- Les faibles non-linéarités en tension
- Les fortes non-linéarités en tension

#### I.5.2.1 Les faibles non-linéarités en tension

Les faibles non-linéarités en tension sont généralement modélisables suivant une loi parabolique en fonction de la tension appliquée sur les électrodes de la capacité (1.21) :

$$C(V) = C_0 \cdot (1 + C_1 \cdot V + C_2 \cdot V^2)$$
(1.19)

Exprimée en fonction du champ électrique global E=V/d (avec d l'épaisseur du diélectrique), l'expression (1.19) devient:

 $C(E) = C_0 (1 + \mathbf{b}.E + \mathbf{a}.E^2)$ (1.20)

Ce type de dépendance parabolique des non-linéarités avec la tension est communément reporté dans les diélectriques amorphes.

 $C_0$  représente la valeur de la capacité sous une tension continue nulle. Les coefficients  $C_1$ ,  $\alpha$ ,  $C_2$ ,  $\beta$  sont les coefficients de non-linéarité.  $C_1$  et  $\beta$  sont les coefficients linéaires et  $C_2$  et  $\alpha$  sont les coefficients quadratiques de la caractéristique C(V). Dans la suite de ce manuscrit, seul les coefficients  $C_2$  et  $\alpha$  seront présentés car ils sont intrinsèques au diélectrique. Les coefficients  $C_1$  et  $\beta$  représentent quant à eux un état de charge du diélectrique qui dépend fortement des procédés de dépôt de l'empilement MIM.

A titre d'exemple, la figure 1.22 présente les variations en tension d'une capacité à base de  $HfO_2$ .



Figure 1.22 : Caractéristique C(V) d'une capacité HfO<sub>2</sub> de 420 Å à 25°C.

Le tableau 1.4 présente les coefficients  $C_2$  et  $\alpha$  de cinq diélectriques amorphes qui vont être étudiés dans la suite de ce manuscrit.

Tableau 1.4 : Linéarités en tension de diélectriques amorphes présentées dans ce manuscrit	t à
25°C, 10kHz et dans une gamme de tension comprise entre -5V et +5V.	

	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	$Al_2O_3$	$Ta_2O_5$	HfO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>
<b>a</b> (ppm/(MV/cm) <sup>2</sup> )	82	1680	1200	3950	2870
C <sub>2</sub> ( <b>ppm/V</b> <sup>2</sup> ) pour une densité surfacique théoriq ue de 5fF/μm <sup>2</sup> (épaisseurs associées)	<b>47</b> (130 Å)	<b>660</b> (160 Å)	<b>60</b> (450 Å)	<b>280</b> (375 Å)	<b>121</b> (487 Å)
Permittivité	7	8.5	24	20	26

Les coefficients  $\alpha$  de l'alumine et de l'oxyde de tantale sont particulièrement proches. Néanmoins en termes de coefficient C<sub>2</sub>, on voit que l'alumine présente des C<sub>2</sub> fortement dégradées par rapport à l'oxyde de tantale pour une densité de capacité donnée. L'origine de ce phénomène est uniquement due à la faible permittivité de l'alumine par rapport à celle du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> qui oblige à avoir une couche d'alumine très fine et donc un champ électrique fort. On peut voir la même tendance avec le nitrure de silicium où  $\alpha$  est très faible : pour atteindre une densité surfacique de 5fF/µm<sup>2</sup> le diélectrique doit être très fin ce qui conduit à avoir un coefficient C<sub>2</sub> comparable à celui du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

En terme de spécification, un coefficient de non-linéarité quadratique inférieur à 100ppm est généralement nécessaire au bon fonctionnement de n'importe quel circuit analogique.

#### I.5.2.2 Les fortes non-linéarités en tension

Certains diélectriques vont présenter de fortes non-linéarités en tension. C'est par exemple le cas des diélectriques ferroélectriques. Comme on peut le voir sur la figure 1.23, dans le cas d'une capacité composée de PZT, la permittivité est largement dépendante du champ appliqué pour plusieurs fréquences et suivant le sens de parcours de la tension une hystérésis apparaît. En effet, l'application d'une tension de +/-5V sur la capacité induit une diminution de la permittivité de plus de 50% par rapport à la permittivité à 0V et de 75% sous +/-10V.
A noter que ces échantillons ont une épaisseur de l'ordre de 250nm, c'est-à-dire que pour une tension de 5V, le champ appliqué sur l'échantillon est de 200kV/cm.



Figure 1.23 : **e**' et **e**'' en fonction de la tension continue appliquée sur l'échantillon. Les flèches représentent le sens de parcours de la courbe. (Vac=200mV)



Figure 1.24 : tan(**d**) en fonction de la tension continue appliquée sur l'échantillon (Vac= 200mV)

On peut remarquer le fait que lors de l'application d'une tension sur la capacité, la permittivité d'une capacité PZT décroit fortement. L'origine de cette forte dépendance de la permittivité avec la tension s'explique à partir de la configuration en domaines du diélectrique. Plus le nombre de parois de domaines est élevé, plus la capacité est grande. Sous l'action du champ électrique continu, le nombre d e domaine diminue et induit alors une diminution de la permittivité. [Meno05]

Ce type de résultat en terme de non-linéarité en tension des capacités à base de PZT limite donc leurs utilisations à des applications de découplage.

A noter que, la permittivité autour de 0V est dépendante de la fréquence (ɛ' varie d'environ 10% entre 100Hz et 100kHz), nous étudierons cette dépendance dans le chapitre III.

#### I.5.3 Les principaux modes de conduction dans les structures MIM

Dans cette partie nous présentons succinctement les principaux modes de conduction identifiés dans les structures MIM. Pour cela nous allons identifier deux cas : les mécanismes de conduction limités par les interfaces et ceux limités par le volume.

#### I.5.3.1 Conduction limitée par les interfaces

Plusieurs modes de conduction sont limités par les interfaces:

La conduction par émission thermoïonique (Modèle de Schottky)

Ce type de conduction apparaît généralement pour des champs faibles (E<0.5MV/cm) et des températures élevées (T>200°C). Dans ce cas l'énergie des électrons est supérieure à la barrière énergétique  $\Phi_0$ . Les électrons responsables de ce type de conduction sont généralement appelés « porteurs chauds ».



Figure 1.25 : Diagramme de bandes d'énergie pour une conduction par émission thermoïonique.

▶ La conduction par courant tunnel direct (V< $\phi_0$ )

Lorsque les porteurs ont une énergie insuffisante pour franchir la barrière de potentiel à l'interface, on observe une conduction par courant tunnel direct (figure 1.17). Typiquement, ce type de conduction est observable dans du SiO<sub>2</sub> à faibles champs électriques pour des diélectriques d'épaisseurs supérieurs à environ 3nm et quelque soit le champ électrique si l'épaisseur du diélectrique est inférieure à 3nm. A la différence du mode de conduction thermoïonique qui utilise des « porteurs chauds », les électrons responsables de la conduction par courant tunnel direct sont généralement appelés « porteurs froids ».



Figure 1.26 : Diagramme de bandes d'énergie pour une conduction par courant tunnel direct.

> La conduction du type Fowler-Nordheim (V> $\phi_0$ )

Ce courant se rapproche du courant tunnel direct, mis à part le fait que la barrière de potentiel vue par les électrons est triangulaire au lieu d'être trapézoïdale du fait du fort champ électrique appliqué sur la capacité MIM (figure 1.18).



Figure 1.27 : Diagramme de bandes d'énergie pour une conduction du type Fowler-Nordheim.

#### I.5.3.2 Conduction limitée par le volume

Plusieurs modes de conduction sont limités par le volume:

> La conduction ohmique

Pour des champs électriques très faibles (E<0.1MV/cm), la conduction électronique suit la loi d'Ohm :

$$J = \mathbf{s} . E$$
 (1.21)  
et  $\mathbf{s} = N.q.\mu$  (1.22)

avec  $\sigma$  la conductivité, N le nombre de porteurs par unité de volume, q leur charge et  $\mu$  la mobilité.

#### La conduction par sauts

Lorsque l'énergie des porteurs est inférieure à la hauteur de barrière de potentiel, on peut assister à une conduction par saut de porteurs de pièges en pièges plus connue sous le nom de «hopping ». Ce courant se rapproche du courant ohmique puisqu'il est directement proportionnel au champ électrique.

➤ La conduction du type Poole-Frenkel

Ce type de conduction correspond à de l'émission thermoïonique d'électrons depuis un piège situé dans le diélectrique. Un fort champ électrique tend à abaisser la barrière énergétique du piège qui va pouvoir libérer plus facilement son électron (figure 1.19).



Figure 1.28 : Diagramme de bandes d'énergie pour une conduction du type Poole-Frenkel.

L'expression de ce type de conduction s'écrit :

$$J = C.E. \exp\left(-\frac{q \mathbf{f}_t}{kT}\right) \exp\left(\frac{\mathbf{b}_{PF}}{kT} \sqrt{E}\right)$$
(1.23)  
Et  $\mathbf{b}_{PF} = \left(\frac{q}{\mathbf{p} \cdot \mathbf{e}}\right)^{1/2}$ (1.24)

avec C une constante proportionnelle à la densité de pièges,  $\Phi_t$  la hauteur de barrière du piège par rapport à la bande de conduction, E le champ appliqué sur le diélectrique et  $\beta_{PF}$  la constante de Poole-Frenkel.

#### I.5.4 La fiabilité des diélectriques

Sous l'application d'un champ électrique les diélectriques se dégradent (création de pièges dans le diélectrique, piégeage de charges...). L'étape ultime de cette dégradation est le claquage du diélectrique [Ribe06].

C'est un phénomène localisé dans le diélectrique qui intervient à l'endroit où il est le plus faible. Il apparaît généralement suite à la formation d'un chemin conducteur entre les deux électrodes de part et d'autre du diélectrique. Ce chemin est appelé le chemin de percolation. Il mène à la destruction irréversible du diélectrique qui passe alors de l'état isolant à l'état conducteur.

Le claquage étant localisé à l'endroit le plus fragile du diélectrique (diélectrique aminci induisant un champ électrique plus fort, défauts localisés favorisant l'apparition d'un chemin de percolation...), l'étude de la fiabilité d'une capacité devient alors une étude statistique.

Il existe deux types de défauts dans un diélectrique : les défauts intrinsèques et les défauts extrinsèques.

Les défauts intrinsèques sont liés directement aux propriétés du diélectrique alors que les défauts extrinsèques sont eux liés à des problèmes dus aux procédés de dépôts.

La figure 1.29 représente la courbe de l'évolution du taux de défaillance d'un composant avec le temps. Cette courbe appelée courbe en «baignoire » permet d'identifier trois zones :

- Dans la zone 1 (temps courts), on trouve les claquages extrinsèques ou « défauts de jeunesse ».
- Dans la zone 2 (temps intermédiaires), on parle de claquages durant la vie utile ou défauts aléatoires.
- Dans la zone 3 (temps longs) les claquages sont intrinsèques au matériau. On parle également d'usure.



Figure 1.29 : Courbe en « baignoire ». Taux de défaillance en fonction du temps

Dans ce manuscrit, tous les condensateurs étudiés ont pour objectif des taux de défaillance inférieur à 0.01% sur une durée de 10 ans sous une tension de 5V et 125°C.

Toutefois, tout au long de ce manuscrit, nous nous sommes efforcés de caractériser électriquement les capacités étudiées dans des conditions de tension, température et temps éloignés des limites de fiabilité des composants. En effet, il est important de noter d'ores et déjà que toutes les mesures présentées dans ce manuscrit ne constituent pas un état de dégradation électrique du diélectrique étudié.

### I.6 Conclusion

Ce premier chapitre a permis de présenter le contexte de ce travail de thèse. Les utilisations les plus courantes des capacités dans des circuits électroniques ont été discutées. Puis, les différents avantages d'intégrer des capacités MIM dans une puce ont été étudiés. En particulier, la présentation des différentes architectures permettant de raccorder une puce à un condensateur, nous a aidé à démontrer l'intérêt d'utiliser des capacités MIM intégrées dans les niveaux d'interconnexions des circuits semiconducteurs.

Le développement de capacités présentant des densités de plus en plus importantes a été motivé par l'introduction de l'exemple du découplage d'une puce. Afin de permettre cette augmentation de densité, deux approches sont proposées : l'introduction de nouveaux diélectriques présentant une permittivité supérieure ou l'introduction de nouvelles architectures de capacités MIM en trois dimensions.

Plusieurs architectures de capacité MIM deux ou trois dimensions ont été ensuite présentées suivant la nature du "Back-End" (cuivre ou aluminium).

Les diélectriques étudiés pendant cette thèse ont été présentés. La plupart de ces diélectriques sont amorphes ( $Si_3N_4$ ,  $Ai_2O_3$ ,  $Ta_2O_5$ ,  $HfO_2$  et  $ZrO_2$ ), un seul diélectrique ferroélectrique cristallisé, le PZT, sera étudié dans ce manuscrit.

Enfin, les propriétés diélectriques ont été décrites : concepts de polarisation, susceptibilité et permittivité, non-linéarité en tension, différents processus de conduction (Schottky, courant tunnel direct, Fowler-Nordheim, ohmique, hopping, Poole-Frenkel) et enfin la fiabilité des diélectriques.

### CHAPITRE II - Description du phénomène de relaxation diélectrique et de ces méthodes de caractérisation

Après avoir introduit le contexte et les principales grandeurs physiques nécessaires à cette étude, ce chapitre est consacré à la description du phénomène de relaxation diélectrique. Pour cela, trois façons de caractériser ce phénomène vont être décrites en détail:

La première est basée sur la mesure des variations de la permittivité et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence. Cette partie nous permettra de présenter les différents modèles de relaxation diélectrique reportés dans la littérature.

L'étude des différents courants traversant une capacité dans le temps permettra d'identifier la seconde façon de caractériser le phénomène de relaxation diélectrique appelé le courant de relaxation. Cela donnera lui à la présentation de son effet sur une mesure de courant en fonction de la tension appliquée à une capacité MIM.

La troisième façon s'appelle la mesure de l'effet mémoire. Après avoir présenté cet effet, la description du circuit de mesure réalisé pour le caractériser ainsi que ces performances seront proposées.

Enfin, un autre type de caractérisation électrique, moins direct, appelé mesure de courants thermo-stimulés, sera également présenté.

### II.1 Mesures fréquentielles

La caractérisation du phénomène de relaxation diélectrique grâce à des mesures de capacité en fonction de la fréquence, est certainement la méthode la plus simple et la plus reportée dans la littérature.

# II.1.1 Variation de la permittivité et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence

Comme nous l'avons défini dans le chapitre I, la constante diélectrique est une fonction complexe ( $\epsilon^*$ ) de la permittivité réelle ( $\epsilon$ ') et des pertes diélectriques ( $\epsilon$ '').

$$e^* = e^{-j} \cdot e^{-j}$$
 (2.1)

La figure 2.1 présente les différents effets sur la permittivité et les pertes diélectriques des modes de relaxation et de résonance.



Figure 2.1: Présentation des différents effets sur la permittivité et les pertes diélectriques des modes de relaxation et de résonance. [Jons83]

On peut remarquer sur la figure 2.1 qu'une variation de permittivité réelle induit un pic sur les pertes diélectriques.

On retrouve sur cette figure le fait que la permittivité dans les fréquences supérieures aux fréquences optiques est égale à 1 (contribution du vide). Puis en suivant les fréquences décroissantes : les polarisations électroniques et atomiques qui sont des phénomènes de résonance et les polarisations dipolaire et charge d'espace qui sont des phénomènes de relaxation. Ces polarisations ont déjà été présentées dans le chapitre précédent. La thèse portant sur l'étude des phénomènes de relaxation, nous nous concentrerons sur la gamme de fréquences «basses » allant du mHz au GHz.

#### II.1.2 Loi de Kramers-Kronig

La figure 2.1 montre que chaque type de polarisation induit une diminution de la permittivité avec la fréquence ainsi qu'un pic de pertes diélectriques. Cette imbrication

entre la permittivité réelle et les pertes diélectriques est décrite par les relations de Kramers-Kronig [Jons83].

En effet, à partir des équations (1.5) et (1.6) présentées au chapitre 1, on peut constater que  $\chi'(\omega)$  et  $\chi''(\omega)$  sont dérivées de la même fonction f(t). La fonction f(t) a donc été supprimée de ces équations ce qui a permis d'exprimer la partie réelle de la susceptibilité complexe  $\chi'(\omega)$  en fonction de la partie imaginaire de la susceptibilité complexe  $\chi''(\omega)$  et inversement. Les équations (2.2) et (2.3) sont appelées relations de Kramers-Kronig. Ces relations sont la conséquence du principe de causalité.

$$\mathbf{c}'(\mathbf{w}) = \frac{2}{p} \int_0^\infty \frac{x \mathbf{c}''(x)}{x^2 - \mathbf{w}^2} dx$$
(2.2)

$$\mathbf{c}^{\prime\prime}(\mathbf{w}) = -\frac{2\mathbf{w}}{\mathbf{p}} \int_{0}^{\infty} \frac{\mathbf{c}^{\prime}(x)}{x^{2} - \mathbf{w}^{2}} dx$$
(2.3)

A partir de ces relations, il est possible d'obtenir les variations de la permittivité à partir des pertes diélectriques ou inversement. Il est vrai que généralement lors d'une mesure de permittivité en fonction de la fréquence, la mesure des pertes diélectriques se fait automatiquement. Néanmoins, ces relations peuvent permettre d'identifier la cohérence entre ces deux mesures. Par exemple, dans le cas de la mesure de la relaxation diélectrique d'une capacité présentant des fuites importantes, la conductivité peut masquer totalement les pertes diélectriques. A ce moment là, le calcul à partir de l'équation (2.3) peut fournir une représentation des pertes diélectriques sans la conductivité.

En appliquant l'équation (2.2) dans le cas d'une fréquence nulle, on obtient :

$$\mathbf{c}'(0) = \frac{2}{\mathbf{p}} \int_0^\infty \frac{\mathbf{c}''(x)}{x} dx = \frac{2}{\mathbf{p}} \int_{-\infty}^\infty \mathbf{c}''(x) d(\ln x)$$
(2.4)

Cela relie l'augmentation de permittivité à la somme des pertes diélectriques tracées en échelle fréquentielle logarithmique.

C'est en partie pourquoi toutes les mesures de permittivité ou pertes diélectriques en fonction de la fréquence présentées dans ce manuscrit sont en échelles logarithmique de fréquence.

#### II.1.3 Relaxations du type Debye

Comme nous l'avons déjà évoqué dans le chapitre I, la permittivité est due à des dipôles présents dans le diélectrique, qui sous l'action d'un champ électrique vont s'orienter. Au début du XX<sup>ème</sup> siècle, en s'inspirant de diélectriques liquides, Debye a constaté que si tous les dipôles ont le même temps d'orientation  $\tau$  et n'interagissent pas entre eux [Deby29], la permittivité complexe  $\epsilon^*$  en fonction de la fréquence suit la loi suivante :

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{e}_{\infty} + \frac{\Delta \boldsymbol{e}}{1 + i.\boldsymbol{w}\boldsymbol{t}}$$
(2.5)

avec  $\Delta \boldsymbol{e} = \boldsymbol{e}_{BF} - \boldsymbol{e}_{HF}$ 

 $\epsilon_{BF}$  est la permittivité basse fréquence,  $\epsilon_{HF}$  est la permittivité haute fréquence,  $\tau$  est le temps caractéristique de relaxation et  $\omega$  est la pulsation (en rad/s).

Cette réponse est dite idéale, car tous les dipôles participant au phénomène de relaxation ont le même temps de relaxation  $\tau$ . Ce comportement a été principalement observé dans des diélectriques liquides tels que l'eau [Jons83]. En pratique, il est assez rare d'observer une telle relaxation dans des diélectriques solides. En effet, généralement les interactions entre les dipôles ne peuvent pas être négligées dans ces matériaux, ce qui induit une dispersion du temps de relaxation $\tau$ .

#### **II.1.4 Distribution des temps de relaxation**

Dans le cas où tous les dipôles n'ont pas le même temps de relaxation mais qu'un pic de relaxation est visible, on parle de distribution des temps de relaxation DRT (Distribution of Relaxation Time). Il existe plusieurs modèles empiriques permettant de décrire correctement ces types de relaxation. Ces modèles sont tous dérivés de l'équation de Debye.

#### II.1.4.1 Relation de Cole-Cole

Cette relation s'écrit :

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{e}_{\infty} + \frac{\Delta \boldsymbol{e}}{1 + (i.\boldsymbol{w}.\boldsymbol{t})^{\boldsymbol{a}}}$$
(2.6)

avec  $0 < \boldsymbol{a} \leq 1$ 

Cette relation empirique permet d'avoir une réponse fréquentielle symétrique, mais plus aplatie qu'une réponse de Debye. Il est la plupart du temps utilisé dans des diélectriques solides amorphes. [Cole41]

#### II.1.4.2 Relation de Davidson-Cole

Cette relation s'écrit :

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{e}_{\infty} + \frac{\Delta \boldsymbol{e}}{\left[1 + i.\boldsymbol{w}.\boldsymbol{t}\right]^{\boldsymbol{b}}}$$
(2.7)

avec  $0 < \boldsymbol{b} \leq 1$ 

Cette relation empirique permet d'avoir une réponse fréquentielle asymétrique, qui suit la courbe de Debye dans les basses fréquences et qui a une pente plus faible dans les hautes fréquences. Il est assez souvent utilisé dans des diélectriques liquides. [Davi51]

#### II.1.4.3 Relation de Havriliak-Negami

Cette relation s'écrit :

$$\boldsymbol{e}^{*}(\boldsymbol{w}) = \boldsymbol{e}_{\infty} + \frac{\Delta \boldsymbol{e}}{\left[1 + (i.\boldsymbol{w}.\boldsymbol{t})^{\boldsymbol{a}}\right]^{\boldsymbol{b}}}$$
(2.8)

avec  $0 < \mathbf{a} \le 1$  et  $\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} \le 1$ 

Cette relation empirique permet d'avoir une réponse fréquentielle asymétrique,  $\alpha$  et  $\beta$  permettant de régler les pentes en haute et basse fréquences. On peut remarquer que pour  $\alpha=\beta=1$  on retrouve une réponse du type Debye. [Havr66]

Citons aussi les modèles empiriques de Fuoss-Kirkwood [Fuos41] et de Jonscher [Jons83] qui sont légèrement plus complexes et qui permettent de paramétrer indépendamment le comportement en haute fréquence de celui en basse fréquence.

# II.1.4.4 Comparaison des quatre modèles présentés avec le modèle de Debye

Ces modèles ont été simulés dans le domaine fréquentiel afin d'identifier chaque comportement. Ces résultats sont présentés pour la permittivité réelle  $\varepsilon$ ', les pertes diélectriques  $\varepsilon$ '' sur la figure 2.2a et tan( $\delta$ ) sur la figure 2.2b.



Figure 2.2a : Variation de la permittivité réelle et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour les différents modèles.  $\mathbf{e}_{\mathrm{HF}}=1$ ,  $\mathbf{e}_{\mathrm{BF}}=5$ ,  $\mathbf{t}=10^2/(2*\mathbf{p})$  en secondes,  $\mathbf{a}=0.6$  et  $\mathbf{b}=0.8$ .



Figure 2.2b : Variation de la tangente de l'angle de perte en fonction de la fréquence pour les différents modèles. **e**<sub>HF</sub>=1, **e**<sub>BF</sub>=5, **t**=10<sup>-2</sup>/(2\***p**) en secondes, **a**=0.6 et **b**=0.8.

On peut remarquer sur la figure 2.2a que les modèles empiriques permettent d'avoir des variations de permittivité réelle sur une gamme de fréquence plus large que lors d'une réponse du type Debye pure.

Sur la figure 2.2b, dans le domaine des basses et hautes fréquences, la pente (dans un repère log-log) est reportée. Comme on peut le remarquer, le modèle d'Havriliak-Negami permet d'ajuster chaque pente (haute fréquence et basse fréquence) indépendamment l'une de l'autre.

Un autre point essentiel, important à identifier, est le comportement du tan( $\delta$ ) en fonction de la fréquence qui est très proche du comportement des pertes diélectriques  $\epsilon$ ''. Néanmoins, on voit facilement que le pic n'est pas positionné à 100Hz i.e. à  $1/(\tau.2\pi)$ . En faisant le calcul du tan( $\delta$ ) à partir du modèle de Debye on trouve :

$$\tan(\boldsymbol{d})(\boldsymbol{w}) = \frac{\boldsymbol{e}''}{\boldsymbol{e}'} = \frac{(\boldsymbol{e}_{BF} - \boldsymbol{e}_{HF}).\boldsymbol{t}.\boldsymbol{w}}{\boldsymbol{e}_{BF} + \boldsymbol{e}_{HF} (\boldsymbol{w}\boldsymbol{t})^2}$$
(2.9)

En calculant la fréquence du maximum du  $tan(\delta)$ , on obtient :

$$\boldsymbol{w}_{MAX} = \frac{1}{2.\boldsymbol{p}.\boldsymbol{t}} \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{e}_{BF}}{\boldsymbol{e}_{HF}}}$$
(2.10)

On trouve donc que la fréquence du pic du tan( $\delta$ ) dépend à la fois de  $\tau$ , mais aussi de  $\epsilon_{BF}$  et de  $\epsilon_{HF}$ . Pour les autres modèles, la fréquence du pic dépend quant à elle des mêmes paramètres, avec en plus les coefficients  $\alpha$  et  $\beta$ .

Ainsi tout raisonnement sur la fréquence du pic de relaxation visible sur le tan( $\delta$ ) doit être fait avec la plus grande prudence. En particulier extraire une énergie d'activation sur le pic du tan( $\delta$ ) pour déduire celle du phénomène de relaxation peut être fait si et seulement si les paramètres  $\epsilon_{BF}$ ,  $\epsilon_{HF}$ ,  $\alpha$  et  $\beta$  restent constants quelle que soit la température.

La figure 2.3 représente le graphe de Cole-Cole qui donne les pertes diélectriques en fonction de la permittivité réelle pour les modèles présentés précédemment.



Le modèle de Debye dans une représentation du type Cole-Cole est un demi-cercle de diamètre  $\varepsilon_{BF}$ - $\varepsilon_{HF}$  et de centre situé à  $1/2(\varepsilon_{BF}+\varepsilon_{HF})$  sur l'axe des  $\varepsilon$ '. Le maximum des pertes diélectriques est égal au rayon et intervient pour une fréquence égale à  $1 / (2\pi\tau)$ . L'angle  $\theta$ , qui correspond à l'angle entre la courbe et l'axe des x lorsque les pertes sont proches de 0, est égal à  $\pi/2$ . D'une façon générale, et donc pour les autres modèles, la valeur de cet angle est égale à :

$$\boldsymbol{q} = 2.\boldsymbol{p}.\boldsymbol{p} \tag{2.11}$$

avec p la pente de la courbe  $\varepsilon$ '' à cette fréquence en échelle log-log.

Ce type de représentation permet de mettre clairement en évidence le fait que le maximum des pertes diélectriques est toujours corrélé au maximum des variations de permittivité.

#### II.1.4.5 Effet de la température sur le temps de relaxation t

Plusieurs dépendances du temps de relaxation  $\tau$  dans tous les diélectriques ont déjà été reportées, la principale est une dépendance suivant une loi en Arrhenius.

Cette loi permet à l'origine de décrire, en fonction de la température, la variation de vitesse d'une réaction chimique. Dans le cas du temps de relaxation, la fluctuation thermique permet de fournir l'énergie suffisante à un dipôle (au sens général, qu'il soit d'origine moléculaire, interfacial...) pour franchir la barrière de potentiel d'une position vers une autre position d'équilibre [Deby29]. Le temps de relaxation suit alors la loi en température suivante :

$$\boldsymbol{t}(T) = \boldsymbol{t}_0 \cdot e^{\frac{E_a}{k \cdot T}}$$
(2.12)

avec  $\tau_0$  une constante en secondes,  $E_a$  l'énergie d'activation et k la constante de Boltzmann.

Citons aussi le comportement en température de Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) [Garc89], essentiellement observé dans des diélectriques polymères qui dépend alors de la température de transition vitreuse.

#### II.1.5 Origines de la relaxation diélectrique

Plusieurs mécanismes ont été reportés dans la littérature comme étant à l'origine du phénomène de relaxation diélectrique, nous allons en présenter ici quelques uns qui seront rediscutés dans ce manuscrit :

- ➢ La conduction par saut
- ➢ La polarisation d'électrode
- Relaxation interfaciale

## II.1.5.1 Contribution de la transition par saut dans le comportement fréquentiel

La présence de défauts dans le diélectrique peut mener à des variations de permittivité avec la fréquence [Jons83]. En effet, ces défauts constituent des puits de potentiel qui peuvent contenir des charges. Sous certaines conditions, ces charges peuvent passer d'un piège à l'autre et donc se déplacer dans le diélectrique. On peut retrouver dans la figure 2.4 une représentation de ce modèle de transition par saut.



Figure 2.4 : Modèle de transition par saut sans champ électrique (trait plein) et avec champ électrique (trait pointillé).

Sans champ électrique la probabilité des transitions entre les puits  $R_j$  et  $R_{ji}$  sont égales et la hauteur de barrière à vaincre pour passer d'un piège vers l'autre est de  $\Delta H$ . On voit bien que l'application d'un champ électrique a pour effet de diminuer la hauteur de barrière pour sauter du point j vers i ou augmenter la hauteur de barrière pour sauter du point i vers j. Cela a pour effet d'augmenter la probabilité de saut  $R_{ij}$  et de diminuer  $R_{ji}$ . A partir de ce modèle, Jonscher a réussi à montrer que quand le champ électrique est sinusoïdal une contribution du « hopping » à la polarisation apparaît.

$$\boldsymbol{c}(\boldsymbol{w}) = \frac{N\boldsymbol{m}^2}{3kT\boldsymbol{e}_0}r\boldsymbol{t}\frac{1}{1+i\boldsymbol{w}\boldsymbol{t}}$$
(2.13)

On peut remarquer qu'elle est de type Debye pure.

A partir de cette théorie de transition, Jonscher a proposé un concept de réponse de type « power-law frequency » (PLF) qui suit la loi suivante :

$$\boldsymbol{c}(\boldsymbol{w}) \propto \boldsymbol{e}(\boldsymbol{w}) = B(i\boldsymbol{w})^{c-1} \tag{2.14}$$

avec B une constante et c un coefficient compris entre 0 et 1.

En décomposant la permittivité en partie réelle et partie imaginaire on obtient :

$$\boldsymbol{e}'(\boldsymbol{w}) = B \sin\left(\frac{c\boldsymbol{p}}{2}\right) \boldsymbol{w}^{c-1}$$
(2.15)

$$\boldsymbol{e}^{\prime\prime}(\boldsymbol{w}) = B\cos\left(\frac{c\boldsymbol{p}}{2}\right)\boldsymbol{w}^{c-1}$$
(2.16)

On peut remarquer que les parties réelle et imaginaire de la permittivité ont toutes deux les mêmes dépendances fréquentielles. Cela induit que le  $tan(\delta)$  est indépendant de la fréquence :

$$\tan(\mathbf{d})(\mathbf{w}) = \cot\left(\frac{c\mathbf{p}}{2}\right) \tag{2.17}$$

Dans la suite de cette étude nous poserons le changement de variable n=1-c. Cela permet d'obtenir :

$$\boldsymbol{c}(\boldsymbol{w}) \propto \boldsymbol{e}(\boldsymbol{w}) = B(i\boldsymbol{w})^{-n}$$
(2.18)

$$\tan(\mathbf{d})(\mathbf{w}) = \tan\left(\frac{n\mathbf{p}}{2}\right) \tag{2.19}$$

avec n compris entre 0 et 1.

Jonscher a aussi discuté du coefficient n. Lorsqu'il est proche de 0 (ou c proche de 1), les variations de permittivité réelle et des pertes diélectriques avec la fréquence sont très faibles. Ce cas intervient uniquement dans les diélectriques de très bonne qualité présentant peu de défauts. Il est appelé le comportement «flat loss » (pertes diélectriques plates).

L'introduction de ce comportement en puissance est très importante dans l'étude du phénomène de relaxation diélectrique. En effet, jusqu'ici nous avons présenté les pics de perte comme étant à l'origine des variations de la permittivité en fonction de la fréquence. Néanmoins, entre deux pics de relaxation diélectrique, les capacités n'étant jamais parfaites, les pertes diélectriques ne sont pas nulles. Et comme la loi de Kramers-Kronig le stipule, toutes les pertes diélectriques induisent des variations de permittivité en fonction de la fréquence. C'est pour cette raison que lorsque l'on mesure n'importe quel diélectrique à une fréquence, on va obtenir une valeur de tan( $\delta$ ) non nulle même si aucun pic de relaxation n'en est à l'origine [Segu98].

## II.1.5.2 Contribution des effets d'interface dans le comportement fréquentiel

D'autre part, dans la littérature, il a été montré qu'à l'interface entre deux matériaux des mécanismes de relaxation peuvent apparaitre.

a) La polarisation d'électrode

C'est justement le cas de la *polarisation d'électrode* qui intervient lorsqu'une couche de forte impédance apparaît entre l'électrode et le diélectrique. Cette apparition peut être due à l'accumulation de charges qui ont migré dans l'échantillon ou a un mauvais contact entre le diélectrique et l'électrode. Cela a pour effet une forte augmentation de la capacité mesurée en basse fréquence (équation 2.20) et une dépendance de la permittivité apparente en  $\omega^{-2}$  dans le cas où la couche de forte impédance est de l'air [Blyt79].

$$\boldsymbol{e}'app = \boldsymbol{e}' + \frac{\boldsymbol{s}^2 C_0}{\boldsymbol{w}^2 \boldsymbol{e}_0^2 C_e}$$
(2.20)

avec  $C_0$  la capacité de la couche entre l'électrode et le diélectrique,  $C_e$  la capacité de la l'échantillon et  $\sigma$  la conductivité du matériau.

Le phénomène de polarisation d'électrode a été aussi attribué à la dimension fractale de l'électrode. En effet, Liu a montré qu'en simulant la rugosité de l'interface entre une électrode et un diélectrique par un modèle fractal, on obtenait un phénomène de relaxation diélectrique [Liu85].

#### b) La polarisation interfaciale

Le même comportement que la polarisation d'électrode mais cette fois entre deux diélectriques a été présentée par Maxwell [Tunc01].Ce comportement est appelé le phénomène de *polarisation interfaciale*. Elle peut notamment apparaître quand des espèces ou des charges s'accumulent à une électrode créant une capacité composée de deux diélectriques de composition et donc de caractéristiques électriques différentes.

Il a montré que cette association de deux diélectriques de permittivité et conductivité différentes induit inévitablement une relaxation du type Debye. Ce modèle est appelé le modèle de Maxwell-Wagner [Sent05] (aussi appelé fonctionnement de double capacité), il est décrit d'un point de vu physique dans la figure 2.5.



Figure 2.5: Présentation du modèle de Maxwell-Wagner d'un point de vue physique.

Ce modèle physique peut être traduit en un modèle électrique présenté en figure 2.6. Ce modèle est composé de deux impédances en série où chacune des impédances est composée d'une capacité en parallèle avec une conductance. La capacité et la conductance peuvent être exprimées en fonction des paramètres physiques  $C_i = \mathbf{e}_i \cdot \mathbf{e}_0 \cdot S/d_i$  et la conductance  $G_i = \mathbf{s}_i/d_i$ . Avec  $\mathbf{e}_0$  la permittivité du vide et S la surface de la capacité.



Figure 2.6: Présentation du modèle de Maxwell-Wagner d'un point de vu électrique.

La permittivité basse fréquence, la permittivité haute fréquence, le pic de relaxation et la fréquence du pic de relaxation sont évidemment dépendants des variables du système. Suivant ces variables ( $\varepsilon_i$  la permittivité,  $\sigma_i$  la conductivité et d<sub>i</sub> l'épaisseur), il peut être de très faible amplitude et intervenir dans des fréquences extrêmement basses et non mesurables.

Le fait que ce modèle électrique permette de représenter uniquement un comportement de type Debye pur peut parfois limiter son utilisation puisque, comme nous pourrons le voir dans la suite, la plupart du temps nous n'observons pas de pic de Debye. Néanmoins, nous verrons dans le chapitre V qu'il est quand même possible de l'utiliser comme une première approximation afin d'identifier les variables du modèle Maxwell-Wagner décrit dans la figure2.5.

Notons aussi le modèle de Maxwell-Wagner-Sillars [Sill37] [Tunc01] qui s'inspire directement de celui de Maxwell-Wagner, mais en travaillant sur le comportement d'un diélectrique contenant des impuretés de différentes formes. Ces impuretés ont comme le diélectrique principal une permittivité et une conductivité propre. Sillars à montré que suivant la forme de ces impuretés la permittivité apparente totale peut présenter de très fortes variations en basse fréquence, parfois bien plus fortes que celles du modèle de Maxwell-Wagner (voir figure 2.7).



Figure 2.7 : Modèle de Maxwell-Wagner (a) et Maxwell-Wagner Sillars (b, c, d).

# II.1.6 Méthodes de caractérisation des variations de permittivité en fonction de la fréquence

#### II.1.6.1 Introduction

Dans cette partie non-exhaustive, nous allons parler des différents appareils de mesure utilisés pendant cette thèse pour caractériser les variations de permittivité et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence ainsi que des précautions à prendre pour réaliser ou interpréter ces mesures. Ces appareils ont tous été raccordés à un banc de mesure sous pointes.

Trois types d'appareils permettent d'obtenir de telles mesures : les LCR-Meter, les spectroscopes diélectriques et les analyseurs de réseau.

#### II.1.6.2 LCR-Meter

Les LCR-Meter sont les appareils de mesure de capacité les plus communément utilisés pour mesurer des composants passifs. Ils permettent d'obtenir des résultats rapides avec une bonne précision. De plus, leur mise en œuvre est aisée et leur gamme de fréquence correspond à celle d'une grande partie des applications. Cela permet de caractériser les composants passifs dans leur future gamme d'utilisation.

Durant la thèse deux LCR-Meter d'AGILENT ont été utilisés :

- Le HP4284A
- Le HP4294A

Les principales performances de chacun de ces appareils sont résumées dans le tableau 2.1

Tableau 2.1 . Description de performances des deux ECR-Meter		
	HP4284A	HP4294A
Gamme de fréquence	20 Hz – 1 MHz	40 Hz – 110 MHz
Tension continue	+/- 40V	+/- 40V
Gamme d'impédance	$0.01~\Omega$ - $10^{10}~\Omega$	1 Ω - 10 <sup>10</sup> Ω

 Tableau 2.1 : Description de performances des deux LCR-Meter

#### a) Principe de la mesure d'un LCR-Meter

Comme on peut le voir sur la figure 2.8, la mesure d'une capacité est réalisée en appliquant une tension purement sinusoïdale de fréquence ajustable sur la capacité à caractériser et en mesurant simultanément le courant la traversant. Cette mesure de

courant est effectuée grâce à un convertisseur courant/tension (amplificateur opérationnel). L'amplitude du courant est comparée à celle de la tension alternative, cela permet d'obtenir le module de l'impédance du dispositif mesuré. Le déphasage entre la tension et le courant permet de calculer son argument (figure 2.9).



Figure 2.8 : Schéma de fonctionnement d'un LCR-Meter.



Figure 2.9 : Déphasage entre la tension appliquée par le capacimètre et le courant issu de la capacité.

Afin de réaliser cette mesure un analyseur de réponse fréquentielle (ou corrélateur) est utilisé. Cet appareil a pour but de numériser la tension appliquée sur l'échantillon et la tension image du courant issu de l'échantillon. Ces signaux sont ensuite analysés par des modules de corrélation qui permettent de faire la transformée de Fourier de ces signaux. Cette transformée permet d'obtenir facilement l'amplitude des signaux à la fréquence d'excitation fondamentale. Les corrélateurs sont synchronisés avec le générateur ce qui permet aussi d'obtenir l'angle de déphasage entre les deux signaux.

Dans le cas où la réponse du dispositif mesuré est linéaire, les signaux réponses vont avoir la même fréquence que la tension d'excitation. Ainsi la transformée de Fourier présentera un pic à la fréquence fondamentale et pour les autres fréquences uniquement du bruit. Le corrélateur ne pouvant trouver aucune corrélation entre le bruit et le signal d'entrée, va supprimer ce bruit et nous obtiendrons à sa sortie une réponse uniquement à la fréquence fondamentale.

Dans le cas où la réponse du dispositif mesuré est non-linéaire, les signaux réponses vont être composés de fréquences multiples de la fréquence d'excitation. Ces fréquences, appelées généralement les fréquences harmoniques, sont caractérisées par une amplitude et une phase qui peuvent, pour certains spectroscopes récents, être étudiées afin de fournir des informations sur le diélectrique. Encore une fois le corrélateur va supprimer le bruit dû à l'environnement de la mesure et dû au circuit de mesure. En effet des corrélations vont être trouvées entre le signal à la fréquence fondamentale et les fréquences harmoniques, mais aucune avec le bruit.

L'utilisation du corrélateur fait office dans ces deux cas de filtre extrêmement puissant, puisqu'il permet de garder uniquement la partie du signal qui nous intéresse.

A partir de ces deux résultats (module et phase) qui décrivent parfaitement l'impédance complexe, une conversion est faite suivant le type de modèle équivalent demandé par l'utilisateur. Dans notre cas, pour une mesure de capacité deux modèles équivalents sont généralement privilégiés :

- Cp//D : ce modèle parallèle donne comme résultat la capacité et la tangente de l'angle de perte extraite. Il est idéal pour la mesure de la densité de capacité et du phénomène de relaxation.
- Cs-Rs : ce modèle série donne comme résultat la capacité et la résistance série extraite. Il est idéal pour la mesure de la densité de capacité et à valeur de la résistance en série avec la capacité.

#### b) Gamme de mesure d'un LCR-Meter

Le HP4284A et le HP4294A permettent de mesurer une gamme de valeur de capacités très large allant du pF à plusieurs centaines de nF tout en gardant une bonne précision.

Néanmoins la mesure de fortes capacités peut être perturbée en haute fréquence et en basse fréquence.

Limitation en haute fréquence : Ce phénomène est simplement dû à la valeur de l'impédance de la capacité qui va devenir négligeable par rapport à la valeur de sa résistance série. Par exemple pour une capacité de 100nF et une résistance série de  $1\Omega$ , la fréquence de coupure (fréquence pour laquelle le module de l'impédance de la capacité est la même que celui de la résistance série) est d'environ 1.5MHz, induisant l'impossibilité de mesurer la permittivité de la capacité pour des fréquences supérieures à cette valeur.

Limitation en basse fréquence : La mesure de capacités de l'ordre du pF va être difficile à réaliser correctement dans les basses fréquences. En effet à basse fréquence l'impédance d'une petite capacité devient très importante et donc difficile à mesurer puisque le capacimètre doit alors être capable de mesurer un courant très faible. La mesure effectuée par le LCR-Meter peut alors être très bruitée. Pour le HP4284A et le HP4294A nous avons identifié expérimentalement qu'une impédance  $Z_{max}$  de l'ordre de la dizaine de G $\Omega$  est la limite haute de mesure (résultat en accord avec la gamme d'impédance spécifiée par le constructeur). Cela, aussi bien pour la mesure de l'impédance de la capacité que pour la mesure de l'impédance des pertes diélectriques.

Les équations suivantes expriment les impédances mesurées par un capacimètre.

$$Z_{\text{total}}^* = Z_{\text{pertes}} - j.Z_{\text{capacité}}$$
(2.21)

$$Z_{\text{capacité}} = 1/(\omega.C)$$
 (2.22)

$$Z_{\text{pertes}} = 1/(\omega.\text{C.tan}(\delta))$$
(2.23)

avec  $j = (-1)^{1/2}$ 

A partir de ces mesures, on peut déduire que c'est généralement la mesure des pertes qui va être la plus perturbée. En effet, en dehors des forts phénomènes de relaxation

diélectrique, le tan( $\delta$ ) d'une capacité est toujours bien inférieur à 1, c'est-à-dire que les pertes diélectriques  $\epsilon$ '' dans une capacité sont bien inférieures à la permittivité  $\epsilon$ '.

Pour illustrer cela, prenons l'exemple de la mesure d'une capacité  $Ta_2O_5$  de 24pF. L'impédance de la capacité à la fréquence de 100Hz est égale à 66.3 M $\Omega$ . Cette valeur est parfaitement mesurable puisque bien inférieure à  $Z_{max}$ . Néanmoins, à 25°C, comme cette capacité présente un tan( $\delta$ ) de 10<sup>-3</sup>, l'impédance des pertes sera de 66.3 G $\Omega$ . Cette valeur ne va pas pouvoir être mesurée correctement par le capacimètre. Concrètement, la mesure des pertes avec cet appareil sera bruitée autour de  $Z_{max}$ . Ce résultat est illustré sur la figure 2.10 à travers de la mesure d'une capacité de 24pF à base de  $Ta_2O_5$  effectuée avec un HP4284A à 25°C.



Figure 2.10 : Impédance d'une capacité  $Ta_2O_5$  et de ses pertes en fonction de la fréquence (Vac 200mV) HP4284A

On peut remarquer que l'impédance de la capacité semble être confondue avec l'impédance théorique. Néanmoins, si l'on trace la valeur de la capacité en fonction de la fréquence (figure 2.11) on peut observer que pour les basses fréquences la valeur de la capacité est légèrement bruitée. C'est principalement dû au fait que l'impédance de la capacité dans les basses fréquences se rapproche de l'impédance limite mesurable  $Z_{max}$ . Ainsi avec ce type d'appareil pour optimiser des mesures dans les basses fréquences, il est important de maximiser la valeur de la capacité.



Figure 2.11 : Mesure d'une capacité de 24pF en fonction de la fréquence (Vac 200mV) réalisée avec un HP4284A

Pour augmenter la valeur de l'impédance limite mesurable Zmax, il est possible d'augmenter l'amplitude du signal alternatif généré par le LCR-Meter pour la mesure. Néanmoins, deux remarques peuvent être faites :

- La première remarque est que Zmax suit une loi linéaire avec l'amplitude de la tension alternative. C'est-à-dire que l'amélioration de Zmax sera rapidement limitée par les possibilités en termes de tension alternative du LCR-Meter.
- La deuxième remarque, qui limite le plus souvent l'amplitude de la tension appliquée sur la capacité, est que si l'on augmente trop cette tension alternative, le diélectrique va, sous l'action du champ électrique, être traversé par un courant de fuite supérieur au courant de charge de la capacité. Cela va perturber encore une fois la mesure. D'un point de vue du modèle équivalent de la capacité, cette fuite revient à mettre en parallèle avec la capacité et les pertes diélectriques, une résistance image de la fuite. Cette résistance, si elle est trop faible (c'est-à-dire des fuites trop fortes), va masquer complètement l'impédance des pertes diélectriques.

#### c) Calibration d'un LCR-Meter

En accord avec la notice, lutilisation de ces appareils nous a permis d'identifier qu'au-delà de 100kHz la mesure peut être particulièrement perturbée si aucune calibration n'a été effectuée. De plus, en dessous de cette fréquence seule la correction OPEN est absolument nécessaire, afin de supprimer la capacité parasite qui peut perturber la valeur de la capacité mesurée. Bien sûr, plus la capacité mesurée est petite et plus cette correction est nécessaire.

Afin de réussir des mesures à des fréquences supérieures à 100kHz, il faut réaliser les corrections OPEN + SHORT + LOAD dans la configuration de mesure (en termes de pointe, câble de liaison entre l'appareil, etc.).

- La correction OPEN (ouvert) consiste à poser les pointes de mesure sur des plots n'étant reliés à aucun dispositif.
- La correction SHORT (court-circuit) consiste à poser les pointes de mesure sur des plots étant reliés entre eux grâce à une ligne de résistance la plus faible possible.
- La correction LOAD (charge) consiste à poser les pointes de mesure sur des plots étant reliés à une impédance de référence. Cette impédance de référence est généralement une impédance réelle de 50Ω, mais elle peut être aussi une impédance de 100Ω, une capacité de référence ou une inductance de référence. Certains appareils comme le HP4294A permettent à l'utilisateur de choisir quel type d'impédance de référence sera utilisé pour la calibration LOAD et sa valeur.

Les impédances des câbles et des pointes doivent toujours être prises en compte avant une mesure. En effet, leurs impédances associées (Rs, Ls, Cp et Gp), décrites dans la figure 2.12, perturbent la caractérisation de l'impédance réelle du composant à mesurer Zcomp.



Figure 2.12 : Impédances parasites

Les corrections OPEN et SHORT permettent de s'affranchir, lors de la mesure de l'impédance du composant à mesurer, des impédances parasites dues à l'environnement de mesure (voir figure 2.13). La capacité et la conductance totale entre les deux câbles et les pointes de mesure sont mesurées lors de la calibration OPEN ( $Yp = Gp+j.Cp.\omega$ ). La résistance et l'inductance totale des lignes et des pointes sont mesurées lors de la calibration SHORT ( $Zs = Rs+j.Ls.\omega$ ).



Figure 2.13: Calibration OPEN SHORT.

Ainsi, pendant la mesure d'un composant, le LCR-Meter peut supprimer l'influence de Zs et Yp en appliquant l'équation (2.24).

$$Zcomp = \frac{Zmes - Zs}{1 - (Zmes - Zs).Yp}$$
(2.24)

avec Zmes l'impédance mesurée par le LCR-Meter.

Quant à la correction LOAD, elle permet de calibrer au mieux la détection de phase du LCR-Meter.

Ces corrections sont généralement effectuées avant de commencer une série de mesures. Dans notre cas, les calibrations OPEN et SHORT peuvent être pratiquées sur des structures dédiées sur la même plaque que les capacités, cela permettra de prendre aussi en compte la capacité des plots de mesure. La calibration LOAD nécessite une impédance parfaitement connue et stable, c'est pour cela qu'il faut utiliser un substrat de calibration généralement fourni par AGILENT avec le capacimètre.

Le HP4284A permet de faire des corrections OPEN + SHORT. Néanmoins, il ne permet pas de faire de correction LOAD sur toute la gamme de fréquence de l'appareil, ce qui empêche la mesure du phénomène de relaxation diélectrique avec cet appareil pour des fréquences supérieures à 100KHz.

Le HP4294A permet de faire des corrections OPEN + SHORT + LOAD sur toute la gamme de fréquence de l'appareil. Ainsi nous avons réussi à faire des mesures jusqu'à environ 100 MHz.

#### II.1.6.3 Spectroscope diélectrique

Le principe d'un spectroscope diélectrique est globalement le même que celui d'un LCR-Meter. Il est basé sur le principe de la mesure du courant parcourant une capacité excitée par un champ électrique alternatif. Là aussi un corrélateur permet d'extraire parmi le bruit de mesure la partie du signal .Néanmoins, outre le fait que cet appareil est spécialement dédié à la mesure capacitive, deux différences majeures permettent au spectroscope diélectrique d'atteindre des performances de mesures bien meilleures que celle d'un LCR-Meter en terme de largeur de gamme de fréquence et de précision de mesure :

La première est qu'après chaque mesure de l'échantillon, le spectroscope diélectrique mesure un condensateur de référence (figure 2.14). Cette mesure permet de réaliser en quelque sorte une calibration durant la mesure du convertisseur courant/tension. Cette technique améliore fortement la précision de mesure puisqu'elle permet d'annuler une grande part des dérivations de l'appareil de mesure. Afin de rendre cette technique de calibration particulièrement efficace, plusieurs condensateurs de référence de différentes valeurs sont intégrés dans l'appareil de mesure, afin que l'appareil sélectionne celui le plus proche possible de la capacité à mesure.



Figure 2.14 : schéma de fonctionnement d'un spectroscope diélectrique.

La deuxième différence majeure est l'excellente précision de mesure de courant qui est de l'ordre du pA. Cette précision est atteinte grâce à l'utilisation de convertisseurs courant/tension haute performance, d'une tête de mesure déportée du reste de l'appareil afin de réduire le bruit.

Ces modifications par rapport à un LCR-Meter standard permettent en particulier de mesurer des impédances très fortes, de l'ordre de la centaine de T $\Omega$  (~10<sup>14</sup>  $\Omega$ ). Ce résultat est bien supérieur à celui des LCR-Meter qui est de l'ordre de 10<sup>10</sup>  $\Omega$ .

Avec de telles performances deux possibilités s'offrent à nous :

- La première est d'utiliser cet appareil pour mesurer des capacités très faibles. En effet théoriquement il serait possible de mesurer des capacités de l'ordre du femto Farad à 10Hz. Dans notre cas, le problème des capacités parasites ramenées par les câbles et plus généralement par l'environnement de mesure, va alors apparaître.
- La seconde, et c'est là l'intérêt principal des spectroscopes diélectrique, est de permettre l'obtention de mesures dans des fréquences très basses, largement inférieure au Hertz sur des capacités de valeur supérieure au pF.

Durant cette thèse, nous avons utilisé un spectroscope diélectrique Novocontrol Alpha.

On peut aussi citer un autre spectroscope diélectrique, qui a des performances quasi équivalentes, le Solartron 1296+1260.

Les principales performances de chacun de ces appareils sont résumées dans le tableau 2.2

Tubleau 2.2 : Description de performances de deux speen oscopes deleten que		
	Novocontrol Alpha	Solartron 1296+1260
Gamme de fréquence	3.10 <sup>-6</sup> Hz – 20 MHz	1.10 <sup>-5</sup> Hz – 32 MHz
Tension continue	+/- 40V	+/- 40V

 $0.01 \ \Omega - 10^{14} \ \Omega$ 

 $1 \Omega - 10^{14} \Omega$ 

Gamme d'impédance

Tableau 2.2 : Description de performances de deux spectroscopes diélectriques

Les mesures très basses fréquences peuvent fournir des informations intéressantes sur les matériaux étudiés, en particulier identifier le ou les mécanisme (s) à l'origine des réponses fréquentielles des diélectriques. Néanmoins, ces mesures sont couteuses en temps de mesure. Pour illustrer cela on peut voir sur la figure 2.15 le temps de mesure d'une capacité en fonction de la fréquence de mesure dans des conditions normales de mesure (mesure de condensateur de référence, Vac=100mV). On peut observer que pour des fréquences supérieures à 1Hz, le temps de mesure est globalement constant et égal à 2.5 secondes. Pour des fréquences inférieures à 1Hz, le temps de mesure suit une loi en 1/fréquence.



Figure 2.15 : Temps de mesure d'une capacité en fonction de la fréquence de mesure.

Pendant la caractérisation C(f) et  $tan(\delta)(f)$  d'une capacité, le temps depuis le début de la mesure a été enregistré et est présenté sur la figure 2.16. On peut voir qu'une mesure

de 3 MHz jusqu'à  $10^{-4}$  Hz prend environ 36 heures et que jusqu'à la fréquence limite de l'appareil la mesure peut prendre environ 2 mois.



Figure 2.16 : Exemple du temps nécessaire pour mesurer une capacité à plusieurs fréquences (en partant des fréquences hautes vers les fréquences basses).

Afin d'identifier les différents phénomènes présents dans un diélectrique, il est particulièrement intéressant de mesurer ce diélectrique à plusieurs températures. Durant ce travail de thèse, faire des mesures de plusieurs jours sous haute température ( $300^{\circ}$ C) n'était pas acceptable pour des raisons de blocage du banc de mesure et aussi pour ne pas dégrader les pointes de mesure. Un autre point est que les diélectriques sont susceptibles d'être recuits s'ils restent trop longtemps à haute température et de voir donc leurs propriétés physiques évoluer avec le temps. La qualité des contacts entre la pointe et les contacts peuvent aussi fortement se dégrader. C'est pour ces raisons que nous avons la plupart du temps limité nos mesures à des fréquences basses égales à  $10^{-2}$  Hz. Cela permet d'avoir un bon compromis entre une gamme de fréquence large et un temps de mesure de l'ordre de la demi-heure qui reste acceptable en terme de temps de recuit et qui permet de mesurer plusieurs échantillons en une journée.

#### II.1.6.4 Analyseur de réseau

Pour des mesures hautes fréquences (HF) il est nécessaire d'utiliser un analyseur de réseau. Cet appareil permet de mesurer les ondes transmises et réfléchies sur un dispositif sous test et d'en déduire les coefficients de réflexion  $S_{ij}$  propre à ce dispositif.

Dans le cas de la mesure HF d'une capacité, ce composant peut être représenté par une matrice de paramètres S. Avec  $a_j$  étant l'onde incidente et  $b_i$  étant l'onde réfléchie on peut schématiser les paramètres  $S_{ij}$  et les  $a_j$  et  $b_i$  comme suit :





A partir de la figure 2.17 on trouve :

$$b_1 = S_{11}.a_1 + S_{12}.a_2$$
(2.25)  

$$b_2 = S_{21}.a_1 + S_{22}.a_2$$
(2.26)

Dans le cas de la mesure d'un composant passif et une fois la mesure des paramètres S effectuée sur toute la gamme de fréquence de l'analyseur de réseau, il est possible de convertir la matrice de paramètres S en une impédance équivalente et d'identifier chacun des éléments suivant un modèle électrique.

Pour des fréquences supérieures à 100MHz il est préférable de tenir compte dans le modèle électrique de l'inductance parasite due aux électrodes, qui risque de perturber en partie le comportement électrique de la capacité. Ce modèle est décrit dans la figure 2.18.



### Figure 2.18 : Modèle électrique utilisé afin de définir les propriétés du diélectrique dans la gamme HF.

Pour des fréquences supérieures à 100MHz d'autres contributions jusque là négligeables doivent aussi être prises en compte. C'est le cas, notamment, de l'effet de peau, qui peut perturber l'extraction ou la valeur de la résistance série. En effet ce comportement, qui dépend directement de la fréquence, provoque la décroissance de la densité de courant à mesure que l'on s'éloigne de la périphérie du conducteur. Il en résulte une augmentation de la résistance du conducteur avec la fréquence.

Un des appareils de mesure RF utilisé durant la thèse est l'Agilent 8753 E. C'est un analyseur de réseau vectoriel sur une gamme de fréquence de 30MHz à 50GHz.

#### II.1.6.5 Comparaison des domaines fréquentiels mesurables.

La figure 2.19 permet de comparer les domaines fréquentiels de chaque appareil utilisé pendant la thèse. En bleu les gammes données par le constructeur. En rouge les gammes réellement utilisées pendant la thèse.





On peut remarquer que le HP4284A et le Novocontrol Alpha ont été utilisé jusqu'à 100kHz. En effet, même si ces appareils peuvent effectuer une mesure de capacité dans des gammes de fréquences supérieures, cette mesure est généralement fortement perturbée par la résistance série induite par les câbles des appareils et de la résistance série de la capacité à mesurer. Cette perturbation ne permet plus de mesurer le phénomène de relaxation diélectrique.

Les mesures de permittivité et des pertes diélectriques avec le spectroscope Novocontrol Alpha dans le domaine des tès basses fréquences ont été généralement limitées à une gamme de fréquence basse de 10mHz.

En conclusion, le domaine fréquentiel mesurable par l'association de plusieurs instruments est de  $10^{-2}$  Hz jusqu'à 50 GHz, soit plus de 12 décades de fréquence.

#### II.1.7 Justification de la gamme d'étude fréquentielle

Dans ce manuscrit la plupart des études vont être réalisées dans la gamme  $10^{-2}$ Hz - 1MHz sur des diélectriques amorphes du type oxyde métallique  $M_xO_y$ . En effet c'est dans cette gamme de fréquence et plus particulièrement dans les très basses fréquences, qu'il sera possible d'identifier différents mécanismes à l'origine du phénomène de relaxation diélectrique.

Grâce à des mesures effectuées par un analyseur de réseau calibré avec des structures open et thru (TO calibration) [Zhu03] et en utilisant la conversion de matrice de paramètres S vers Y [Yang06], il a été possible de mesurer les variations de permittivité dans la gamme RF (80MHz - 50GHz). La mesure d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de prés de 5pF est présentée dans la figure 2.20. On peut observer dans la gamme 80MHz jusqu'à prés de 1GHz que les variations de la capacité en fonction de la fréquence sont très faible. Au-delà du giga hertz, l'inductance parasite de la capacité intervient et induit une résonance vers 15GHz.



igure 2.20 : (a) Mesure d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dans des fréquences I (b) Zoom de la mesure (a) avant la résonnance.

Ces variations se sont révélées bien inférieures à celles observées dans d'autres études. En particulier deux publications [Ries06] [Krop06] ont fait état d'augmentation des pertes diélectrique dans la gamme de fréquence au-delà du méga Hertz. Les mesures reportées sont par manque d'information (modèle électrique utilisé...) difficilement interprétables. Nous n'avons jamais observé un tel comportement pour les capacités étudiées dans ce manuscrit. Citons, par exemple, l'étude de Baniecki [Bani98] qui a

montré que les variations de capacité en fonction de la fréquence présentaient une pente constante en échelle de fréquence logarithmique sur une très large gamme de fréquence (1mHz - 20GHz).

La figure 2.21 présente les variations de permittivité réelle en fonction de la fréquence sur une large gamme de fréquence extraites d'une capacité à base de  $Ta_2O_5$ .



Figure 2.21 : Permittivité réelle du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la fréquence pour plusieurs températures.

On peut remarquer les fortes variations dans les basses fréquences. Alors que pour des fréquences supérieures au Méga Hertz, aucune variation significative n'a été observée mise à part la contribution de la self parasite qui perturbe la mesure en hautes fréquences (figure 2.20a).

Par rapport à la Figure 2.1, il semblerait que dans les fréquences 1MHz – 10GHz, aucune contribution dipolaire n'apparait. N'avoir aucun pic de relaxation visible dans ces fréquences est principalement dû au fait que les diélectriques étudiés dans ce manuscrit ne présentent pas de contribution dipolaire (à l'exception du PZT, mais nous n'avons pas pu le caractériser dans la gamme des fréquences RF).

### II.2 Mesure du courant en fonction du temps

#### II.2.1 Introduction

Après avoir présenté la mesure capacitive qui consiste à mesurer le courant parcourant une capacité lorsqu'on lui applique une tension alternative, nous allons maintenant présenter la mesure du courant parcourant une capacité lorsqu'on lui applique une tension continue. Nous allons voir que cet autre type de caractérisation électrique permet tout autant de caractériser le phénomène de relaxation diélectrique.

Lorsqu'on applique un éche lon de tension sur une capacité, cinq types de courants peuvent être présents dans une capacité : le courant de charge de la capacité (1), le courant de relaxation (2), la conduction (3), des instabilités de courant (4), le piégeage puis le claquage (5). La figure 2.22 représente schématiquement ces différents phénomènes. Généralement, à un temps donné, un courant prend le dessus sur les autres. Néanmoins, si dans une gamme de temps un certain type de courant n'est pas visualisé, cela ne signifie pas qu'il est inexistant, mais qu'il est nettement inférieur au courant dominant.



Figure 2.22 : Schéma de conduction en fonction du temps d'une capacité soumise à un échelon de tension et initialement totalement déchargée. 5 zones ont été identifiées.

Dans la suite de cette partie nous allons décrire succinctement chacun de ces phénomènes.

# II.2.2 Description des différents types de courant parcourant une capacité

#### II.2.2.1 Courant de charge de la capacité : zone (1)

L'application d'un échelon de tension  $U_0$  sur une capacité déchargée induit une augmentation exponentielle de la tension aux bornes de la capacité Vc avec une constante de temps  $\tau_{charge}$  qui dépend de la valeur de la capacité C et de la résistance Rs en série avec la capacité (2.27). Notons que dans notre cas comme les polarisations ionique et électronique sont très rapide, nous faisons l'approximation que C est la somme de la polarisation du vide instantanée et des polarisations ioniques et électroniques.

$$Vc(t) = U_0.(1 - e^{-t/\tau_{charge}})$$

$$Avec \tau_{charge} = Rs.C$$
(2.27)

Le courant de charge de la capacité suit lui aussi une loi exponentielle.

$$I(t) = (U_0/Rs).e^{-t/\tau_{charge}}$$
(2.28)

La résistance série Rs est l'association de plusieurs résistances : la résistance interne du générateur de l'échelon de tension, la résistance des amenées de courant et la résistance des électrodes. Cette association de résistance est plus connue sous b nom de résistance série équivalente appelée dans la littérature ESR (Equivalent Series Resistance)

Dans notre étude, la plupart des capacités mesurées étaient inférieures à la dizaine de nF, la charge de la capacité avait généralement lieu pour des temps toujours inférieurs à  $1\mu$ s.

#### II.2.2.2 Courant de relaxation : zone (2)

Le courant de relaxation ou courant de polarisation est la seconde représentation électrique du phénomène de relaxation diélectrique. Il est généralement visible lors de l'application d'un échelon de tension sur une capacité. Comme on pouvait le voir dans la figure 2.22, il apparaît généralement après la charge de la capacité et avant d'atteindre la conduction. La figure 2.23 montre une courbe de polarisation d'une MIM à base de ZrO<sub>2</sub>. Ce diélectrique présente un faible courant de fuite, ce qui permet de visualiser sur plusieurs décades de temps le comportement du courant de polarisation.



Figure 2.23 : Courant de polarisation issu d'une capacité MIM ZrO<sub>2</sub> de 660Å à 125°C et +5V.

La décroissance du courant traduit l'évolution de la polarisation de l'échantillon Pour expliquer facilement ce comportement, on peut noter que, comme nous l'avons vu, la polarisation dépend du temps et donc lors de l'application d'une tension constante la charge aux bornes de la capacité va augmenter au cours du temps. Cette augmentation de charge va entrainer l'apparition d'un courant que l'on nomme le courant de polarisation.

Après une phase de polarisation du diélectrique, si la tension aux bornes de la capacité est annulée, un courant de dépolarisation issu de la capacité va apparaître. En suivant l'évolution de ce courant au cours du temps on va observer un courant la plupart du temps identique à celui de polarisation (au signe prés).

Au début du XXème siècle, Curie et Von Schweidler [Schw07] étudièrent le phénomène des courants de polarisation et dépolarisation. Ils firent la démonstration que les courants de polarisation et de dépolarisation suivent tous deux une loi en puissance dans un grand nombre de matériaux.

 $i(t) \sim t^{-n}$  (2.29)

avec 0.5<n<2

Cette loi empirique est appelée la loi de Curie-Von Schweidler [Jons83] ou la loi de Kohlrausch [Klie89].

Un certains nombre d'études traite de ce phénomène. On peut noter récemment l'étude de Reisinger [Reis01] qui porte sur plusieurs diélectriques de faible, moyenne et forte permittivités. Il a obtenu un coefficient n très proche de 1 pour tous les diélectriques qu'il a étudié. D'autres études portant sur le courant de relaxation dans des empilements de diélectriques High- $\kappa$  sont particulièrement intéressantes [Xu04] [Jame03].

#### II.2.2.3 Le courant de fuite : zone (3)

Comme on peut le voir sur la figure 2.22, le courant est parfois indépendant du temps. Ce type de courant est attribué à un mode de conduction au travers du diélectrique. Les différents types de conduction les plus répandus ont déjà été présentés dans le chapitre I.

#### II.2.2.4 Instabilités de courant : zone (4)

Nous verrons dans la suite de ce manuscrit que certains diélectriques, lorsqu'ils sont sollicités électriquement sous un champ électrique constant, peuvent présenter des fortes variations de courant de fuite dans le temps. Ces variations sont généralement attribuées à des déplacements de charges dans le diélectrique. Elles peuvent mener à l'apparition d'un nouveau mode de conduction dans le diélectrique.

Ces instabilités, quand elles sont très fortes en amplitude, peuvent parfois mener à un claquage thermique du diélectrique [Remm03]

Comme ces instabilités sont généralement attribuées à des mouvements de charges dans le diélectrique, le temps  $t_{pic}$  va être très dépendant de la température. Il peut aller de plusieurs centaines de milliers de secondes à moins d'une seconde.

#### II.2.2.5 Le piégeage de charge et le claquage : zone (5)

Comme on peut le voir dans la partie (5), la fin de vie d'une capacité est composée de deux parties. La première partie est assimilée à un phénomène de piégeage de charges et de création de défauts dans le diélectrique. Ce piégeage peut induire, des augmentations de courant, mais aussi des diminutions du courant en fonction du temps suivant que les charges accumulées dans le diélectrique s'ajouteront ou non au champ électrique externe.

Cette dégradation du diélectrique mène ensuite au claquage du diélectrique, qui a été déjà présenté dans le chapitre I.

#### II.2.2.6 Etude de l'effet du phénomène de relaxation diélectrique sur la mesure de courant en fonction de la tension appliquée sur une capacité MIM

Maintenant que les différents courants pouvant apparaître dans une capacité ont été présentés, nous allons décrire un cas où le courant de polarisation venait masquer le courant de conduction d'une capacité. Cela permettra d'identifier l'intérêt que peut avoir l'étude des courants de relaxation.

En effet, la forte dépendance du courant au travers d'une capacité avec le temps peut induire certaines mauvaises interprétations. Comme on peut le voir sur la figure 2.24 [Delo05a], qui présente des mesures I(V) basse température, la conduction du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (MOCVD) est fortement activée en température. Par contre, le courant sous faible tension ne présente globalement aucune dépendance avec la température et une dépendance avec la tension électrique différente que celle observée à haute tension.



Figure 2.24 : Mesure de courant en fonction de la tens ion effectuée sur une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450 Å de 300K à 50K par pas de 50K.

Pour identifier l'origine de ce courant à faible tension, plusieurs mesures de courant en fonction du temps à 25°C sous différentes tensions ont été réalisées. On peut retrouver ces mesures dans la figure 2.25. L'axe des ordonnées de cette figure est la densité de courant J en A/cm<sup>2</sup> normalisée par la polarisabilité P=CV, avec C la valeur de la capacité et V la tension appliquée.


Figure 2.25 : Mesure de la densité de courant normalisée par la polarisabilité en fonction du temps pour des tensions faibles (de 2.5V à 0.5V) et sur une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450 Å à 300K.

Cette normalisation permet de ne plus être dépendant du champ électrique appliqué sur la capacité. On peut expliquer cela en partant de la définition de la polarisation en fonction du temps.

$$P(t) = \boldsymbol{e}_0 \boldsymbol{c}(t) \boldsymbol{E} \tag{2.30}$$

avec P la polarisation,  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide,  $\chi$  la susceptibilité et E le champ électrique appliqué sur la capacité.

En calculant la densité de courant en fonction de la polarisation on obtient :

$$J = \frac{\partial P}{\partial t} = \boldsymbol{e}_0 \frac{\partial \boldsymbol{c}(t)}{\partial t} E$$
(2.31)

Et divisant l'équation de la densité de courant précédente par la polarisation on obtient alors :

$$\frac{J}{P} = \frac{1}{\mathbf{c}(t)} \frac{\partial \mathbf{c}(t)}{\partial t}$$
(2.32)

On trouve que J/P est bien indépendant du champ électrique appliqué sur la capacité.

On peut alors identifier deux phénomènes :

- Une diminution initiale du courant qui correspond au courant de polarisation. Ce courant suit la loi de Curie-Von Schweidler avec n~0.7 sur plus de quatre décades de temps. La normalisation J/P permet de superposer le courant de polarisation.
- Un état stable plus facilement observable pour les tensions élevées qui correspond à la conduction dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

A partir de la figure précédente (figure 2.25), il est possible de recréer une caractéristique J(V) qui dépende du temps. On peut retrouver cette représentation dans la figure 2.26.



Figure 2.26 : Caractéristique courant en fonction de la tension recréée à partir de la figure 2.24.

On peut remarquer que, plus les mesures sont rapides et plus le courant de polarisation influence le courant de fuite de la capacité. On a aussi déterminé l'état stable J(V). Cet état stable à basse tension semble suivre le même mode de conduction qu'avec des tensions supérieures. En effet, comme on peut l'observer sur la figure 2.27, si on rattache la conduction identifiée dans la figure 2.24 et l'état stable extrait dans la figure 2.26, il semble que l'on retrouve un mécanisme de Poole-Frenkel sur toute la gamme de tension étudiée (voir figure 2.27).



Figure 2.27 : Représentation de Poole -Frenkel sur une capacité MIM  $Ta_2O_5$  de 450 Å à 300K.

Ce type de conduction dans le  $Ta_2O_5$  a déjà été publié [Delo05a]. Cependant, grâce à la détermination de l'état stable, un unique mode de conduction a été identifié sur une large gamme de tension (de 0.5V à 15V). Sans cette identification en détail de l'état stable, des mauvaises interprétations du mécanisme de conduction peuvent être énoncées, en particulier faire état de plusieurs modes de conductions dans le  $Ta_2O_5$  [Remm03].

Ainsi, afin d'identifier le courant de conduction présent dans une capacité, il peut être intéressant de pratiquer des mesures J(V) avec des temps de stabilisation longs ou de pratiquer quelques mesures de densité de courant en fonction du temps. De même, quand des mesures J(V) sont présentées nous conseillons de spécifier la rampe en tension ou le délai entre deux tensions de mesure pour clairement faire état des conditions de mesure et de l'impact potentiel du courant de polarisation sur la mesure.

Le courant de polarisation n'influencera pas la fiabilité du composant. Néanmoins, généralement le modèle de fuite en courant de la capacité ne prend pas en compte cette contribution, alors qu'il peut influencer les performances de la puce. Par exemple, on peut remarquer que pour le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, à 0.5V de tension et 25°C, il faut attendre 100ks (~1jour) pour atteindre l'état stable. Pendant ce temps le vrai courant, parcourant la capacité, peut être plusieurs ordres de grandeur supérieur au courant à l'état stable. Il est alors intéressant de modéliser le courant de polarisation dans une capacité.

## II.2.3 Méthodes de caractérisation des courants traversant une capacité

## II.2.3.1 Introduction

On a vu précédemment que lorsqu'on lui applique une tension constante sur une capacité, plusieurs types de courant peuvent la parcourir au cours du temps. Durant la thèse et dans ce manuscrit, c'est principalement le courant de polarisation et les instabilités de courant que nous avons voulu étudier. Afin de caractériser ces différents courants, il faut donc un appareil pouvant mesurer un courant dans une très large gamme de temps : de la microseconde jusqu'à plusieurs dizaines de milliers de secondes après l'application d'une tension continue pendant toute la mesure sur l'échantillon à caractériser.

## II.2.3.2 Le HP4156

Cet appareil est très utilisé dans le domaine du test de composants aussi bien actifs que passifs. En effet, il comporte plusieurs entrées/sorties analogiques qui permettent de caractériser électriquement n'importe quel type de composants (transistor MOS, transistor bipolaire, diodes, composants passifs). Avec cet appareil, il est possible de faire des caractéristiques du type courant/courant, courant/tension, courant/temps, tension/tension, tension/courant, tension/temps.

Dans ce mémoire et la plupart du temps pendant la thèse, deux type de mesures de courant ont été effectuées sur nos capacités MIM :

La première est une caractéristique courant/tension classique (voir la figure 2.24). L'appareil est configuré afin d'appliquer une rampe de tension en escalier sur l'échantillon et de mesurer pour chacune de des tensions le courant le parcourant. Ce type de mesure est couramment utilisé pour caractériser le ou les modes de conduction dans des diélectriques. Néanmoins nous l'avons rarement utilisé, car elle ne donne qu'une représentation partielle sur l'origine des courants parcourant la capacité caractérisée. En effet, comme nous l'avons vu précédemment un seul type de courant traversant un diélectrique soumis à un champ ne dépend pas du temps (le courant de conduction). A partir de cette constatation on comprend qu'une caractérisation du type I(V) d'une capacité MIM ne permettra pas d'identifier si le courant est réellement constant ou alors s'il évolue avec le temps, puisque l'information donnée par l'I(V) sera dépourvue de dynamique dans le temps. Une autre remarque est que le HP4156, quand il est en mode standard, va mettre beaucoup plus de temps à mesurer un courant très faible qu'un courant fort. Par conséquent, une mesure faible tension prendra plus de temps qu'une mesure haute tension.

La deuxième me sure et c'est celle-ci qui sera la plus utilisée durant la thèse pour les raisons évoquées précédemment, est une caractéristique courant/temps. L'appareil est configuré afin d'appliquer une tension constante sur l'échantillon et de mesurer en fonction du temps le courant traversant la capacité. Plusieurs modes de mesure sont paramétrables :

- → Une mesure totalement automatique, pour effectuer des caractérisations dans des temps très longs. Cette mesure permet d'obtenir un nombre constant de points par décade de temps et le HP4156 règle automatiquement ses calibres de mesure de courant. Cette configuration permet d'obtenir le premier point de l'I(t) autour de 10ms ou 1s suivant que le courant est respectivement fort ou faible au début de l'I(t). Avec ce type de mesure et puisque l'échelle des temps est logarithmique, il n'y a pas de limite de temps. Il est tout à fait possible de faire une mesure pour des durées supérieures à 10<sup>6</sup> secondes.
- Une autre mesure automatique, mais cette fois pour effectuer des caractérisations dans des temps moyens. Cette mesure est linéaire en temps et le HP4156 règle automatiquement ses calibres de mesure de courant. Cette configuration permet d'obtenir le premier point de l'I(t) autour de 560µs. Avec ce type de mesure et puisque l'échelle des temps est linéaire, la limite de temps est due au nombre maximum de points que le HP4156 peut enregistrer. Ce nombre est de 10001 et permet donc d'avoir le dernier point aux alentours de 5.6s avec le pas le plus petit (560µs).
- Une mesure non automatique pour effectuer des caractérisations dans des temps courts. Cette mesure est linéaire en temps et c'est l'utilisateur qui va spécifier le calibre de mesure de courant au HP4156. Cette configuration permet d'obtenir le premier point de l'I(t) autour de 60µs. Avec ce type de mesure et puisque l'échelle des temps est linéaire, la limite de temps est due au nombre maximum de points que le HP4156 peut enregistrer. Ce nombre est de 10001 et permet donc d'avoir le dernier point aux alentours de 0.6s avec le pas le plus petit (60µs).

On peut remarquer que plus on «aide » le HP4156 pour faire sa mesure (échelle de temps linéaire au lieu d'une échelle logarithmique et calibre fixé par l'utilisateur au lieu d'un calibre automatique), plus le premier point de la courbe I(t) sera rapide (mais avec une mesure moins robuste et moins précise).

Finalement en couplant ces différentes caractérisations, nous pouvons obtenir une mesure sur une large gamme temporelle de 60µs jusqu'à plusieurs centaines de milliers de secondes. C'est-à-dire sur plus de neuf décades de temps.

D'une certaine façon la gamme temporelle du HP4156 est comparable à la gamme fréquentielle du spectroscope diélectrique Novocontrol Alpha (figure2.28).



Figure 2.28 : Comparaison des domaines fréque ntiels et temporels du HP4156 et du spectroscope Novocontrol Alpha.

En terme de précision de mesure de courant et en configuration standard, le HP4156 est capable de mesurer ou de générer des courants très faibles, de l'ordre du femto Ampère et des courants assez élevés de 100mA. Néanmoins comme nous l'avons présenté précédemment le temps de mesure d'un courant faible ou d'un courant fort sera totalement différent. Le HP4156 peut aussi appliquer des tensions allant jusqu'à 200V sur l'échantillon.

## II.2.4 Variante aux mesures de courant en fonction du temps ou de la tension: Les courants thermo-stimulés

Cette caractérisation couple à la fois l'électrique et la thermique. Elle n'est pas une mesure directe du phénomène de relaxation diélectrique comme celles présentées précédemment. Néanmoins, cette mesure permet de mettre en évidence certains défauts présents dans le diélectrique qui peuvent induire des mécanismes de relaxation [Turn80] [Yosh04]. Nous allons tout d'abord décrire les deux séquences typiques de caractérisation de courant stimulé thermiquement, puis discuter les différentes informations que l'on peut retirer de ces caractérisations.

## II.2.4.1 La TSC

La TSC (Thermally Stimulated Current en français le courant stimulé thermiquement ou thermo-stimulé) consiste à chauffer suivant une rampe en température un échantillon polarisé (voir la figure 2.29).

Sous l'action combinée du champ électrique et de la température, le phénomène d'orientation dipolaire, la migration ionique ou la libération de charges piégées est activée.

Prenons le cas de la libération de charges qui apparaît en fonction de la température. Cela induit tout d'abord une augmentation du courant dans le circuit de polarisation et finalement une diminution de ce courant une fois que toutes les charges ont été évacuées.

Durant cette rampe le courant est enregistré ce qui permet d'obtenir une caractéristique courant en fonction de la température de l'échantillon. Un pic de courant sera donc obtenu à une température où l'orientation dipolaire, la migration ionique ou la libération de charges piégées est activée. Comme la polarisation totale apparaît généralement à partir d'une combinaison de plusieurs effets ayant plusieurs temps de relaxation, la spectroscopie TSC est un moyen efficace d'avoir une vision complète des différents modes de relaxation propres aux diélectriques étudiés.



Figure 2.29 Séquence typique de TSC

Il est important de noter que comme on peut le voir sur la figure 2.29, en plus du pic de courant du aux charges présentes dans le diélectrique, on peut aussi observer un courant de conduction. Pour s'affranchir de ce courant de conduction nous allons maintenant introduire la TSDC.

## II.2.4.1 La TSDC

La TSDC (Thermally Stimulated Depolarization Current en français courant de dépolarisation stimulé thermiquement ou thermo-stimulé) est directement inspirée de la TSC [Turn80]. Elle consiste à (voir figure 2.30):

- > Polariser la capacité sous un champ non nul à haute température.
- Attendre que le courant parcourant la capacité se stabilise (La polarisation devient négligeable par rapport au courant de conduction)
- Une fois le courant stabilisé et tout en laissant le champ appliqué il faut diminuer la température de la capacité afin de « geler » le système.
- Une fois la température basse atteinte, le champ est forcé à 0 et la température de la capacité est augmentée, grâce à une rampe en température contrôlée.

Durant cette rampe le courant est enregistré ce qui permet d'obtenir une caractéristique courant en fonction de la température de l'échantillon.



Figure 2.30 Séquence typique de TSDC

La TSC et la TSDC permettent de caractériser les mêmes défauts. Néanmoins, dans notre étude, la méthode TSDC sera préférée à la méthode TSC, car elle permet de s'affranchir du courant de conduction. Ce courant pouvant être particulièrement élevé, il peut masquer complètement les phénomènes de réorganisation interne au diélectrique.

## II.2.4.3 Résultats obtenus

A partir des représentations courant en fonction de la température, on peut obtenir plusieurs informations intéressantes sur les défauts présents dans le diélectrique [Turn80].

Ces deux méthodes de caractérisation de défaut dans le diélectrique sont particulièrement intéressantes. En effet, elles permettent :

- ➢ D'extraire la profondeur de piège des défauts à partir de la température pour laquelle ils répondent majoritairement. Citons la loi la plus couramment reportée E₀=23kT<sub>pic</sub>. (Avec E₀ la profondeur des défauts, k la constante de Boltzmann et T<sub>pic</sub> la température du pic en Kelvin)
- De fournir des pistes qui peuvent permettre d'obtenir l'origine des pièges à l'origine des pics de courant observé sur les spectres de TSC ou TSDC.

## II.2.4.4 Appareils de mesure utilisés pour la TSC et la TSDC

L'appareil utilisé afin de pratiquer des mesures de TSC et TSDC sur des capacités est un Keithley 6517A. Il s'agit d'un électromètre qui présente des caractéristiques très proches d'un HP4156 en terme de résolution de mesure de courant (~1fA) et en terme d'amplitude de tension applicable (100V).

Afin de récupérer les données des mesures un convertisseur analogique/numérique USB relié à un PC est connecté à une sortie analogique en face arrière de l'électromètre. En terme de rapidité de mesure ce module permet de récupérer une mesure par seconde. En synchronisant le début de la mesure et le début de la rampe en température, il est alors possible d'obtenir facilement une caractéristique courant/température.

Un contrôleur en température Linkam permet de régler au dixiéme de degré prés la température du support d'échantillon mesurant environ 5cm<sup>2</sup>. Il permet d'appliquer à l'échantillon des rampes en température de plus d'un degré seconde en montée en température comme en descente. La température maximale est de 300°C et minimale est à l'azote liquide.

## II.3 Mesure de l'effet mémoire

## II.3.1 Introduction

Ce troisième effet du phénomène de relaxation diélectrique est appelé « effet mémoire » ou « méthode de retour de potentiel » (de l'anglais « recovery voltage method ») parce qu'il correspond à la tendance qu'a une capacité à se recharger après avoir été déchargée.

## II.3.2 Description de la séquence de mesure

Des trois représentations du phénomène de relaxation diélectrique présentés, l'effet mémoire est certainement le plus difficile à caractériser. En effet, l'amplitude de l'effet mémoire peut être relativement faible (inférieure au millivolt) d'où la nécessité pour l'observer d'avoir un circuit particulièrement performant [Manc06a]. Il doit permettre d'appliquer la séquence de tension décrite dans la figure 2.31. Une première tension  $V_{charge}$ est appliquée sur la capacité pendant un temps long  $t_{harge}$ . Puis une deuxième tension  $V_{décharge}$  (généralement 0V) est appliquée sur la capacité pendant un temps court  $t_{décharge}$ . Après cela, la capacité est laissée flottante (libre de toute tension électrique) et pendant cette période la tension à ses bornes  $V_{MIM}$  est enregistrée. La forme et l'amplitude de cette tension est une image du phénomène de relaxation diélectrique dans la capacité.



Figure 2.31: Schéma de la séquence de tens ion typique

L'origine de ce phénomène est particulièrement facile à expliquer. En effet après un temps de charge long un certains nombre de dipôles ont le temps de s'orienter avec le champ appliqué. Puis, lors de la décharge (avec toujours  $t_{charge} >> t_{décharge}$ ) tous les dipôles présents dans le diélectrique n'ont pas le temps de relaxer. Ainsi pendant la phase flottante, la tension aux bornes de la capacité va évoluer en fonction des dipôles non relaxés.

On peut remarquer que la mesure de l'effet mémoire est particulièrement proche du principe de la mesure du courant de polarisation/dépolarisation. Dans les deux cas la mesure est basée sur l'application d'une tension électrique permettant une orientation des dipôles présents dans le diélectrique suivi d'une mesure pendant laquelle les dipôles vont se réorienter. La principale différence est due au fait que dans un cas la mesure est une mesure de courant sous tension électrique (on force la tension aux bornes du condensateur à 0V) et dans l'autre la mesure est une mesure de tension en laissant la capacité flottante (aucun courant ne doit parcourir la capacité pendant cette période).

Par rapport aux deux autres représentations du phénomène de relaxation diélectrique, la méthode de mesure de l'effet mémoire est particulièrement intéressante car la séquence de mesure est très proche de certaines utilisations réelles des capacités MIM dans les circuits microélectronique. Cette séquence peut être comparée à celle d'un échantillonneur bloqueur d'un convertisseur analogique numérique qui va décharger pendant un temps important une capacité puis qui va la charger rapidement à la tension à convertir. Puis, pendant le temps de conversion la capacité est laissée globalement flottante. Sa tension va alors varier à cause de l'effet mémoire. Cette mesure permet donc de tester des séquences de tensions afin d'identifier les erreurs qui peuvent être commises à cause du phénomène de relaxation diélectrique.

Maintenant que l'on a présenté la séquence de mesure, nous allons présenter le circuit qui a été réalisé afin d'appliquer cette séquence et de mesurer le phénomène de relaxation diélectrique.

## II.3.3 Caractéristiques du circuit de mesure de l'effet mémoire

#### II.3.3.1 Schéma de principe

Afin de générer la séquence décrite précédemment, il est nécessaire de faire un circuit électronique [Zanc03] [Fatt90] [Kuen96] [Ning07]. La figure 2.32 présente un schéma simplifié de ce circuit.



Figure 2.32 : Schéma du circuit utilisé pour mesurer l'effet mémoire.

Le schéma présenté dans la figure 2.32 est composé de :

- Deux interrupteurs pour appliquer successivement les tensions de charge et décharge (Vcharge et Vdécharge). Chaque interrupteur est commandé grâce à un signal (CMD\_charge et CMD\_décharge).
- Un amplificateur opérationnel (AOP) monté en suiveur afin d'avoir une tension de sortie Vsortie égale à la tension aux bornes de la capacité. Tout en laissant la capacité libre de tout e contrainte électrique extérieur.

• La capacité MIM à caractériser en terme de relaxation diélectrique.

Généralement Vm est relié à la masse du circuit.

Il aurait été possible de ne dessiner qu'un seul interrupteur et de générer la tension de charge et de décharge avec un générateur de signaux classique (du type HP81110A). Mais cette solution ne permet pas, pour des raisons de capacités parasites, d'atteindre des temps de charge et décharge de l'ordre de la microseconde.

Une séquence de mesure typique se déroule de la façon suivante (figure 2.33) :

- Une phase de charge
- Une phase de décharge
- Une phase «effet mémoire »



Figure 2.33 : Séquence décrite par les interrupteurs et tension aux bornes de la capacité en fonction du temps.

## II.3.3.2 Réalisation du circuit

Deux circuits ont été réalisés :

Un premier circuit prototype a été réalisé en assemblant sur un circuit imprimé des composants disponibles dans le commerce. Ce circuit (figure 2.34) nous a permis de vérifier que la technique de mesure de l'effet mémoire était réalisable. Néanmoins, une première limitation est apparue : la caractérisation dans les hautes fréquences de la relaxation diélectrique était limitée à environ 100kHz.



Figure 2.34 : Photographie du circuit imprimé du prototype

Après ce prototype, le circuit a été entièrement dessiné dans une technologie analogique 130nm de longueur de grille. Ce circuit comporte tous les composants présents dans la figure 2.34 y compris dans certains cas la capacité MIM à caractériser en terme de relaxation diélectrique.

Une fois fabriquée la puce est encapsulée dans un boitier TQFP64 (64 pattes). Chaque TQFP est composé de cinq circuits (voir tableau 2.3). Cette puce est ensuite assemblée sur une carte de test (circuit imprimé) qui permet de fournir pour chacun des cinq circuits [Manc06a]:

- ✓ L'alimentation du circuit.
- ✓ Les tensions Vcharge, Vdécharge et Vm.
- ✓ Les signaux numériques CMD\_charge et CMD\_décharge.
- ✓ La récupération de la tension en sortie de l'AOP.

	Position de la capacité	Caractéristique	Description	
Circuit 1	Capacité intégrée	Capacité rectangulaire	Capacité standard	
Circuit 2	Capacité intégrée	Matrice 3.5µm*3.5µm	Plusieurs capacités MIM sont reliées entre elles afin	
Circuit 3	Capacité intégrée	Matrice 10µm*10 µm	d'identifier d'éventuels effets périmètriques	
Circuit 4	Capacité intégrée	Capacité rectangulaire positionnée en inverse	Permet d'effectuer des mesures sous champs électrique négatif	
Circuit 5	Capacité externe	/	Mesure d'une capacité externe au circuit	

Tableau 2.3 : Description des caractéristiques de chacun des cinq circuits

Les quatre premiers circuits permettent de caractériser différentes configurations de capacité MIM (rectangulaire, en matrice...). Le circuit pour lequel la capacité est positionnée en externe a plusieurs avantages :

• Il permet de caractériser certaines performances de la puce (par exemple en terme de courant de fuite et efficacité des interrupteurs)

- Il permet de tester n'importe quelle capacité encapsulée dans un boitier DIP16 (16 pattes) et donc de réutiliser le même circuit pour différentes technologies de capacité.
- De plus comme la capacité externe est encapsulée dans un DIP16, il est possible de chauffer avec un doigt thermique ce boitier. Cela permet de caractériser la relaxation diélectrique pour différentes températures sans chauffer le TQFP (ce qui induirait obligatoirement une dégradation des performances en termes de courant de fuite des interrupteurs et de l'AOP).

Par contre comme la capacité est placée à l'extérieur du boitier TQFP, la mesure de la tension aux bornes de la capacité est susceptible d'être plus perturbée par le bruit extérieur inhérent à tout type de mesure.

De même que pour le circuit intégré, le circuit imprimé a été optimisé afin de réduire au maximum toutes les impédances parasites. Néanmoins, certains effets parasites étaient impossible à éliminer, tel que par exemple l'inductance ajoutée par chaque fil d'or reliant électriquement un plot de la puce à une patte du TQFP (de l'ordre du nH).

C'est pour cela que beaucoup d'attention a été portée à la comparaison des performances du circuit externe par rapport à celles des circuits internes.

La figure 2.35 présente une photographie du dessus du circuit imprimé réalisé. Au centre on peut voir la puce encapsulée dans un boitier TQFP. En haut à gauche du TQFP on retrouve le boîtier externe dans lequel des capacités MIM sont intégrées afin de les tester en température.



Figure 2.35 : Photographie du circuit imprimé

#### II.3.3.3 Amélioration de la précision du circuit

Lors de la phase pendant laquelle la capacité est flottante, elle se «recharge » du fait du phénomène de relaxation diélectrique. On peut voir dans les équations (2.33) et (2.33) ainsi que sur la figure 2.36 que si un des composants du circuit présente un courant de fuite **I**<sub>FUITE</sub>, ce courant peut charger la capacité, ainsi la mesure de l'effet mémoire risque d'être fortement perturbée.

$$V_{CUT} = V_{RELAX} + V_{FUITE}$$
(2.33)

$$V_{\text{FUITE}} = I_{\text{FUITE}} \times \frac{t_{\text{FLOAT}}}{C_{\text{CUT}}}$$
(2.34)



longs.

La tension due au phénomène de relaxation diélectrique est généralement faible (quelques mV) et suit une loi temporelle logarithmique. L'effet du courant de fuite sur la tension de la capacité (linéaire dans le temps) peut donc fortement perturber la mesure, spécialement dans le cas de temps de caractérisation longs.

Une solution serait d'augmenter la valeur de la capacité utilisée pour la mesure. Ainsi l'influence de  $V_{FUITE}$  sera réduite. Néanmoins, augmenter la valeur de la capacité augmentera d'autant le temps minimum de décharge de celle-ci, ce qui induit que la mesure dans la gamme du MHz risque d'être compromise.

Un compromis doit donc être trouvé entre le temps de commutation et la perturbation du courant de fuite.

Une autre façon de réaliser des mesures précises est de faire attention à toutes les sources potentielles de fuite dans le circuit que l'on a réalisé. Généralement les principaux contributeurs aux fuites de courant dans ce type de circuit sont les interrupteurs. L'utilisation de la carte prototype nous a permis d'identifier que chacun des deux interrupteurs n'ont pas le même rôle et n'ont pas à avoir les mêmes performances. C'est pour cela qu'il a fallu réaliser deux types d'interrupteurs bien différents :

- L'interrupteur de charge voit les tensions les plus fortes (V<sub>charge</sub>), c'est pour cela qu'il a été dessiné de petite taille, afin de minimiser sa fuite.
- L'interrupteur de décharge est optimisé en terme de commutation pour décharger la capacité jusqu'à V<sub>décharge</sub> en environ 10ns. Ainsi il est possible de correctement caractériser la relaxation diélectrique jusqu'à à 1MHz. Par contre pour réussir à avoir des commutations rapides, il a fallu dessiner un interrupteur large qui risque de présenter des fuites de courant.

Après avoir optimisé les interrupteurs, un autre phénomène a été observé sur le circuit avec la capacité externe. Un courant d'absorption a été mis en évidence et a été estimé de l'ordre de 10fA pour quelques millivolts disponibles aux bornes de la capacité. A partir de cette limitation et de différents paramètres du circuit nous pouvons définir un temps maximum de mesure de l'ordre de 5s pour notre circuit. On peut observer sur la figure 2.37 la mesure de l'effet mémoire dans des temps très long. Après 6 secondes le

courant d'absorption est plus fort que le courant de relaxation ce qui induit une diminution de la tension aux bornes de la capacité.



Figure 2.37 : Mesure de l'effet mémoire d'une MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pour des temps très longs (t<sub>charge</sub>=10 s, t<sub>décharge</sub>=1 s, t<sub>flottant</sub>=60 s).

Ce courant a été attribué aux diodes ESD ajoutées au circuit pour lequel la capacité MIM n'est pas intégrée pour protéger l'entrée du TQFP contre les ESD (ElectroStatic Discharges) pouvant venir de l'extérieur (voir figure 2.38).



Figure 2.38 : Schéma simplifié du circuit de mesure de la relaxation diélectrique d'une capacité disposée à l'extérieur du circuit.

#### II.3.3.4 Gestion des mesures

Un programme Labview a été développé afin d'automatiser la génération des séquences de charge et décharge, tout en mesurant la tension aux bornes de la capacité testée.

Les signaux de commande des interrupteurs de charge et décharge ont été générés par un HP81110A en mode «Séquences » (mode permettant de former un flux de données composé de signaux logique binaire). Cet appareil était relié au PC central sur lequel Labview est installé via un connecteur GPIB.

La mesure de la tension en sortie de l'amplificateur opérationnel est réalisée par une carte (NI4911) au format PCI. Cette carte est un convertisseur analogique/numérique haute résolution connecté sur le bus PCI d'un PC. Ce type de convertisseur est bien moins rapide que les oscilloscopes numériques actuels, néanmoins il permet de mesurer simplement des tensions faibles (inférieures au mV) et les données sont directement récupérées sur le PC. La figure 2.39 donne un exemple de séquence générée automatiquement par le programme Labview. Le temps t=0s correspond au début de la séquence de décharge de la capacité. On peut observer le faisceau de courbe pour différents temps de décharge.



Figure 2.39 : Effet du temps de décharge sur l'effet mémoire.  $V_{charge}=2V$ ,  $V_{décharge}=0V$ ,  $t_{charge}=5$  ms and  $t_{décharge}$  from 1 µs to 2 ms. (T=25°C)

#### II.3.3.3 Amélioration de la séquence de mesure

Après une séquence typique de mesure de l'effet mémoire «Charge, Décharge, Flottant » il reste des charges dans le composant. Ainsi si on relance la même séquence, le résultat sera influencé par la séquence précédente. Afin de supprimer cette erreur de mesure (environ quelques pourcent de la tension de l'effet mémoire aux bornes de la capacité) une commande de remise à zéro (RAZ) a été ajoutée après la période flottante. Le temps  $t_{RAZ}$  a été choisi une décade plus longue que le temps de charge  $t_{charge}$ .

## II.3.4 Conclusion sur le circuit de mesure de l'effet mémoire

Un circuit a été développé pour mesurer l'effet mémoire sur une gamme fréquentielle de 10Hz jusqu'à 1MHz [Manc06a]. Grâce au circuit où la capacité est placée à l'extérieur du boitier TQFP, il est possible de faire des mesures en température. Plusieurs améliorations ont été effectuées afin de faire des mesures les plus précises possibles.

D'autres circuits originaux et particulièrement intéressants ont été reportés dans la littérature [Zanc03] [Fatt90] [Kuen96] [Ning07]. Notamment l'étude la plus récente de Ning et al., publiée à la conférence ICMTS, qui présente un autre circuit de mesure de l'effet mémoire qui permet grâce à des compensations hardware de s'affranchir de plusieurs contributions indésirables tel que :

- La capacité parasite ramenée par le circuit
- Les fuites des interrupteurs

Au final la gamme fréquentielle de caractérisation de ce circuit est comprise entre 1kHz et 1MHz.

## II.4 Conclusion

Ce chapitre nous a permis de présenter trois manifestations du phénomène de relaxation diélectrique:

- Les variations de permittivité et pertes diélectriques en fonction de la fréquence.
- L'apparition d'un courant de polarisation et dépolarisation.
- ➢ L' «effet mémoire » ou « méthode de retour de potentiel ».

Pour chacune de ces manifestations, des méthodes de mesure pour les caractériser électriquement ont été proposées. Nous pouvons désormais comparer leurs gammes de mesure (figure 2.40).



Figure 2.40 : Comparaison des gammes de mesure des trois manifestations du phénomène de relaxation diélectrique.

En terme de gamme de mesure fréquentielle ou temporelle, les mesures capacitives permettent d'atteindre des fréquences très hautes (50GHz) inatteignables par les deux autres caractérisations. Des mesures de courant sont elles possibles dans des temps très longs.

Finalement les techniques de mesure de courants thermo-stimulés du type TSC et TSDC ont été présentées.

## CHAPITRE III - Mise en évidence du phénomène de relaxation diélectrique

La théorie et la façon de mesurer le phénomène de relaxation diélectrique étant présentées, nous allons montrer quelques cas classiques de relaxation diélectrique sur différents matériaux étudiés au cours de la thèse.

Dans ce chapitre, les deux fonctionnements propres à la relaxation diélectrique vont être étudiés.

Dans un premier temps, nous verrons le fonctionnement dit « flat loss » au travers de plusieurs diélectriques amorphes, grâce à des mesures de capacité en fonction de la fréquence. Ce fonctionnement a déjà été décrit rapidement dans le chapitre II (II.1.5.1).

Puis on identifiera sur ces mêmes diélectriques amorphes, encore une fois grâce à des mesures de capacité en fonction de la fréquence, un fonctionnement généralement observable dans la plupart des diélectriques, le phénomène de polarisation d'électrode.

Finalement, l'étude d'un diélectrique ferroélectrique révélera des résultats en partie similaires à ceux présentés précédemment. Un nouveau comportement va aussi être mis en évidence.

# III.1 Fonctionnement « flat loss » dans des diélectriques amorphes:

## III.1.1 Comparaison de plusieurs diélectriques

Nous allons comparer les niveaux de « flat loss » de plusieurs diélectriques amorphes rencontrés durant cette thèse. Le tableau 3.1 permet de présenter la méthode de dépôt choisie pour chacun de ces diélectriques.

Diélectrique	$Si_3N_4$	$Al_2O_3$	$Ta_2O_5$	HfO <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>
Méthode de dépôt	PECVD	CVD	PEALD	PEALD	PEALD
Permittivité	7	8	24	22	26

Pour chacun de ces diélectriques des électrodes en TiN ont été utilisées à la fois pour l'électrode supérieure et pour l'électrode inférieure.

Sur la figure 3.1a, on peut observer la dépendance en fréquence de la permittivité de tous ces diélectriques à température ambiante et sur la figure 3.1b, la dépendance du tan( $\delta$ ) en fonction de la fréquence. Ces mesures ont été effectuées avec un HP4284A. Il est intéressant de remarquer que toutes les réponses fréquentielles présentent une diminution de la permittivité linéaire lorsque l'échelle fréquentielle est logarithmique. De même, sur la figure 3.1b, on peut remarquer que le tan( $\delta$ ) semble indépendant de la fréquence. En termes d'amplitude de variation les permittivités mesurées diminuent de moins d'un demipourcent par décade de fréquence.



Figure 3.1: Variation de la permittivité et du tan(**d**) en fonction de la fréquence à  $25^{\circ}$ C pour plusieurs diélectriques ( $V_{DC}=0$ V).

Ce comportement a été présenté dans le chapitre précédent comme étant le phénomène «flat loss ». Il est possible d'extraire grâce à l'équation (2.18) le coefficient  $n_e$  pour chaque diélectrique à partir de la figure 3.1a. De même, à partir de la figure 3.1b et grâce à l'équation (2.19), on peut extraire un  $n_{tan(d)}$ . On peut alors comparer ces deux valeurs de n dans la figure 3.2.



Figure 3.2 : Comparaison du  $n_{e'}$  et du  $n_{tan(d)}$  extraits à partir des variations de permittivité en fonction de la fréquence et du tan(**d**).

On peut remarquer que  $n_{e'}$  et  $n_{tan(d)}$  sont très proches. Cette concordance permet de valider que le phénomène mesuré dans les figure 3.1a et figure 3.1b est bien le phénomène de relaxation diélectrique.

Comme la figure 3.3 le présente, les diélectriques amorphes que nous avons étudiés ne présentent aucune corrélation entre leur permittivité et leurs pertes diélectriques du type « flat loss » à 25°C et 10kHz.



Figure 3.3 : Corrélation entre la permittivité des diélectriques étudiés pendant la thèse et les pertes diélectriques.

Tous les diélectriques mesurés ont toujours présenté à une température généralement inférieure à 50°C et une fréquence généralement supérieure à 100Hz, un comportement du type « flat loss ». De même, dans la gamme de fréquence 10Hz et 1MHz et de température -100°C à 25°C, aucune variation du coefficient n n'a été observée. Néanmoins, pour des températures supérieures à 25°C, un autre comportement apparaît. Il sera discuté dans la partie III.2.

Il est aussi intéressant de noter que lorsque l'on mesure le phénomène « flat loss » sur des capacités identiques d'un point de vue procédé de dépôt, n est globalement constant. Cela montre bien que les « flat loss » sont bien dues au couple électrode/diélectrique pour un procédé de dépôt donné intrinsèque au système caractérisé.

Pour confirmer ce résultat nous avons mis en place une mesure statistique de la relaxation diélectrique. Le paramètre mesuré est la différence de densité de capacité entre 500Hz et 10KHz. Il est présenté dans l'équation (3.3).

$$\operatorname{Re} lax500\_10k = \left(\frac{C(500Hz)}{C(10kHz)} - 1\right)1000\tag{3.3}$$

*Relax500\_10k* est donc un calcul de la pente de la courbe de capacité en fonction de la fréquence ; c'est-à-dire une image du phénomène de relaxation diélectrique. Cette mesure a été ajoutée aux autres mesures effectuées à la fin des différentes étapes de procédé menant à la fabrication des puces. En effet, une fois finis, certains composants sont testés afin de contrôler leurs performances et d'identifier rapidement une éventuelle dérive.

On peut voir le résultat de ce type de mesure dans la figure 3.2 pour 144 capacités à base de  $Ta_2O_5$  issue d'une même plaque 25°C.



Figure 3.2 : a) Cartographie du paramètre de relaxation *Relax500\_10k* sur 144 capacités disposées sur une même plaque. b) dispersion du paramètre de relaxation sur 25 plaques. Mesure réalisée à 25°C sur des capacités MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

La mesure du paramètre *Relax500\_10k* est particulièrement intéressante, puisqu'elle permet de montrer que le comportement « flat loss » est reproductible sur une même plaque.

L'origine du fonctionnement « flat loss » n'est pas totalement compris. Il a été attribué à des inhomogénéités par Gevers et Garton [Gart46], ou parfois relié à la dimension fractale de la rugosité des électrodes, ainsi qu'à de la conduction au travers d'impuretés... Néanmoins ce phénomène a toujours été relié à des défauts localisés dans le diélectrique ou à l'interface entre le diélectrique et les électrodes.

## III.1.2 Etudes de la dépendance des « flat loss » avec le procédé de dépôt.

Même si la compréhension de l'origine du phénomène de relaxation diélectrique « flat loss » est difficile, une comparaison qualitative d'un diélectrique déposé suivant deux procédés différents peut permettre d'identifier qu'un des deux diélectriques présente des défauts ou une meilleur qualité par rapport à l'autre.

En effet, il a été possible grâce à des modifications du procédé de dépôt (volontaires ou pas) d'émettre des hypothèses sur l'origine du comportement « flat loss ».

## III.1.2.1 Dégradation du diélectrique due à la densification des électrodes TiN

Afin de réaliser des capacités avec de bonnes performances dans la gamme des fréquences RF, il est important d'obtenir une résistance série la plus faible possible. Le TiN déposé par CVD utilisé en tant qu'électrode pour une capacité à base d'alumine a l'avantage de pouvoir être intégré dans des tranchées. En effet, ce type de dépôt est dit conforme (toute la surface du substrat, quelque soit sa topologie, va être recouverte par la même épaisseur de matière déposée). Cela peut permettre de réaliser des capacités dans des architectures à trois dimensions. Néanmoins, une fois déposé, ce métal présente une résistance importante. Afin de réduire fortement cette résistance, un plasma (N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> [Bajo07]) est appliqué à la couche de TiN déposée afin de la densifier.

Prenons le cas de l'AbO<sub>3</sub>, lorsque la densification est appliquée sur l'électrode supérieure, c'est à dire après que l'électrode inférieure et que le diélectrique aient été déposés, il a été identifié que le niveau de relaxation diélectrique « flat loss » de la capacité déposée augmentait fortement. Les figure 3.4a et figure 3.4b présentent ces résultats. Le coefficient *n* de l'équation (2.18) pouvait être doublé passant de *n*=0.0015 sans densification à *n*=0.003 avec. Le tan( $\delta$ ) passe alors de 2.3.10<sup>-3</sup> à 4.7.10<sup>-3</sup>.



Figure 3.4 : Variation de la permittivité (a) et du facteur de dissipation (b) de l'alumine en fonction de la fréquence avec et sans densification du TiN de l'électrode du haut à 25°C

Cette augmentation du niveau de  $tan(\delta)$  après densification de l'électrode est due à une dégradation du diélectrique. En effet, pour mettre en évidence cette dégradation, la méthode de DiMaria [DiMa76] a été appliquée sur des échantillons avec et sans densification de l'électrode supérieure. La méthode de DiMaria consiste à mesurer les charges piégées dans le diélectrique pendant une sollicitation électrique à courant constant pour un diélectrique possédant une conduction de type Fowler-Nordheim comme l'alumine.

On peut observer sur la figure 3.5 [Bajo07] que la densification augmente l'aptitude du diélectrique à piéger des charges négatives. Cette corrélation permet de faire le lien entre la qualité du diélectrique et le phénomène de relaxation diélectrique.



Figure 3.5 : Méthode de DiMaria appliquée sur une capacité MIM d'alumine planaire avec et sans densification du TiN de l'électrode supérieure.

L'origine physique du phénomène de piégeage de charge dans l'alumine a déjà été attribuée à des lacunes en oxygène [Jonn00] [Carr04]. En effet, si une quantité d'énergie suffisante est fournie il peut se créer du  $\text{TiN}_x\text{O}_y$  entre des couches de TiN déposées sur de l'alumine [Jard97]. Le plasma fourni donc ici l'énergie nécessaire à la création de lacunes d'oxygène, qui vont alors devenir des centres de piégeage. La mise en évidence de ces lacunes d'oxygène par des caractérisations physico-chimiques n'a pas pu être réalisée. En effet, à partir de la figure3.5 le nombre de charges piégées a été évalué autour de  $8.10^{-7}$  C/cm<sup>2</sup>. Cette valeur correspond à seulement 100 ppm de lacune d'oxygène dans la couche d'alumine, ce qui n'est pas détectable avec des techniques physico-chimiques classiques.

Le même phénomène a été observé lorsque l'alumine est remplacée par du nitrure de silicium S $_{15}N_{4}$ . En effet, sans densification de l'électrode supérieure de TiN, le coefficient *n* vaut 0.00015 et augmente à 0.0006 avec densification. Néanmoins, l'analyse avec la méthode de DiMaria n'a pas pu être réalisée. En effet, le mode de conduction dans le nitrure de silicium ne suit pas une conduction du type Fowler-Nordheim nécessaire à l'étude par la méthode de DiMaria. Néanmoins, des mesures de linéarité de ces capacités ont montré que les capacités ayant les électrodes densifiées présentaient des coefficients C<sub>1</sub> bien plus élevés que ceux des capacités n'ayant pas les électrodes densifiées (C<sub>1</sub> respectivement éga ux à 400 ppm/V et 150 ppm/V). Cela permet d'identifier là aussi le fait que beaucoup plus de charges sont présentes dans le diélectrique après densification de l'électrode supérieure.

## III.1.2.2 Contamination du diélectrique et effet sur la relaxation diélectrique

Comme nous l'avons présenté précédemment, la mesure du paramètre *Relax500\_10k* permet d'identifier une dérive du procédé de dépôt. Cette mesure nous a permis d'identifier une plaque présentant une relaxation diélectrique plus importante. Les figures 3.6a et 3.6b présentent la mesure de permittivité et tangente delta en fonction de la fréquence d'une plaque standard et de la plaque présentant une relaxation diélectrique plus importante.



Figure 3.6 : Variation de la permittivité (a) et du facteur de dissipation (b) du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> en fonction de la fréquence d'une capacité MIM provenant d'une plaque standard et d'une capacité MIM provenant de la plaque non standard à 25°C.

On voit bien que la plaque atypique présente un  $tan(\delta)$  et une variation de permittivité avec la fréquence bien plus importante que la plaque standard.

Pour des fréquences supérieures à 10kHz, l'angle de perte augmente légèrement. Ce phénomène est principalement dû à la résistance série du composant mesuré (électrode + longueur de ligne) qui va perturber l'extraction du tan( $\delta$ ) dans la gamme des fréquences hautes. On retrouvera, plusieurs fois au cours, du manuscrit, ce problème de mesure.

En pratiquant des analyses EELS (qui permet d'obtenir la concentration chimique en fonction de l'épaisseur) sur une capacité MIM provenant d'une plaque standard et sur une capacité MIM provenant de la plaque atypique, une contamination au chlore (Cl) a été mise en évidence. On peut voir les variations de concentration en chlore dans ces capacités dans la figure 3.7. Comme on peut le voir, comparé à une MIM standard, une forte contamination en chlore est présente dans le diélectrique  $Ta_2O_5$ . En effet, dans la zone du  $Ta_2O_5$  proche de l'électrode supérieure, la concentration en chlore augmente de deux décades par rapport au cas standard.



Figure 3.7 : Concentration de chlore (Cl) dans une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Nous venons encore une fois de mettre en relation la relaxation diélectrique avec des défauts ou des impuretés dans le diélectrique.

## III.1.2.3 Conclusion sur le fonctionnement « flat loss »

Ces exemples démontrent l'impact du procédé de dépôt sur le phénomène de relaxation diélectrique au travers de la modulation de défauts présents dans le diélectrique. Cela peut expliquer certaines fortes variations du paramètre de la relaxation diélectrique

dans la littérature. Par exemple, l'analyse de Zanchi [Zanc03] sur du nitrure de silicium, présente une relaxation diélectrique dix fois supérieure à la notre (nx10).

En conclusion, même si le phénomène des « flat loss » est particulièrement difficile à attribuer à une cause plutôt qu'à une autre, l'analyse de ce paramètre peut se révéler très intéressante. Elle peut livrer beaucoup d'informations quant à la qualité du diélectrique.

## III.2 Polarisation d'électrode

Dans la partie précédente, la mise en évidence du phénomène «flat loss » nous a cantonné à faire des mesures dans des températures relativement basses (toujours inférieures à 50°C). Pour des températures supérieures, on peut généralement observer un nouveau phénomène qui est couramment appelé le phénomène de polarisation d'électrode, déjà présenté dans le chapitre II..

## III.2.1 Exemple du diélectrique Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

En pratiquant des mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence sur une capacité à base de  $Ta_2O_5$  a plusieurs températures, on peut observer, dans le domaine des basses fréquences et des hautes températures, une forte augmentation de la permittivité et des pertes diélectriques. Cette augmentation est due à un pic de relaxation diélectrique. On peut voir sur la figure 3.8a le comportement fréquentiel de la permittivité, sur la figure 3.8b le comportement fréquentiel des pertes diélectriques 3.9 celui de la tangente de l'angle de perte.



Figure 3.8 : Comportement fréquentiel de la permittivité (a) et des pertes diélectriques (b) en fonction de la température de 25°C jusqu'à 300°C par pas de 25°C.



Figure 3.9 : Comportement fréquentiel de la tangente de l'angle de perte en fonction de la température de 25°C jusqu'à 300°C par pas de 25°C.

On peut constater que la température a pour principal effet le fait de décaler en fréquence la permittivité réelle, les pertes diélectriques ainsi que l'angle de perte. Il est important de noter que la permittivité réelle à  $10^{-2}$ Hz atteinte à  $300^{\circ}$ C est près de cent fois

supérieure à celle à 25°C. En effet, à cette fréquence la permittivité « apparente » réelle du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> atteinte à 300°C est de l'ordre de 2600, bien loin des 25 observé dans des conditions plus « normales ». Néanmoins, il faut noter que ces fortes augmentations de permittivité apparente, interviennent simultanément avec une tangente de l'angle de perte tan( $\delta$ ) supérieure à 1. Avoir un tan( $\delta$ ) (le rapport entre l'énergie dissipé par radian et l'énergie accumulée dans le diélectrique) supérieure à l'unité veut tout simplement dire que le composant mesuré dans ces conditions de température et de fréquence n'est plus vraiment une capacité, puisque l'énergie dissipée est supérieure à l'énergie accumulée dans le diélectrique.

On peut aussi remarquer, en observant la courbe  $\varepsilon$ ''(f), que le pic de relaxation, à l'origine de la forte augmentation de permittivité réelle, est peu visible. En effet, il est en partie caché par une contribution de pente -1 en échelle log-log. Cette contribution est associée à de la conductivité. La température de l'échantillon étant particulièrement élevée, la tension sinusoïdale appliquée par le spectroscope diélectrique sur l'échantillon mesuré va induire un courant de fuite. Cette nouvelle composante va intervenir dans la mesure des pertes diélectriques et du tan( $\delta$ ).

L'apparition d'un tel type de relaxation dans des fréquences basses est particulièrement bien connue. Il est généralement attribué à une polarisation d'électrode. Du fait du champ électrique appliqué sur le composant, des charges vont se déplacer dans le diélectrique et venir s'accumuler aux électrodes suivant leur polarité. Cela induit un fonctionnement du type Maxwell-Wagner comme décrit dans le chapitre II.

Ce type de phénomène est le principe même du fonctionnement d'une supercapacité. Néanmoins, dans notre cas la mobilité des espèces à l'origine de cette polarisation d'électrode est très faible à température ambiante. C'est pour cela qu'à température ambiante le pic n'est pas visible dans la gamme de fréquence mesurée. Afin d'obtenir un pic de relaxation diélectrique dans une gamme de fréquence de plusieurs dizaine de Hertz, il faut donc augmenter fortement la température appliquée à la capacité. La capacité étudiée n'est donc pas réellement une super-capacité, puisqu'il faut la positionner à haute température (plus de 300°C) pour avoir un fonctionnement supercapacitif.

La température de mesure a été volontairement limitée à 300°C. En effet, le banc de mesure du spectroscope diélectrique (en particulier les pointes de mesure) ne pouvait pas supporter de température supérieure. Cette remarque est valable pour toute la suite de cette étude.

## III.2.1.1 Effet de la température de dépôt

Plusieurs capacités ont été déposées en utilisant le mode de dépôt PEALD. En ayant exactement les mêmes conditions de dépôt en terme de pression de précurseur, puissance plasma et temps de cycle, on peut voir sur la figure 3.12 que plus la température de dépôt du diélectrique est importante et plus l'augmentation de permittivité due au phénomène de polarisation d'électrode intervient dans des fréquences basses.



Figure 3.12 : Permittivité en fonction de la fréquence pour trois capacités déposées en PEALD à trois températures différentes. La température de mesure est de 300°C.

Ce comportement a déjà été reporté par Itoh [Itoh99]. En effet il a montré que la température de dépôt du diélectrique a pour principal effet de faire varier la position fréquentielle du pic de relaxation diélectrique vers des basses fréquences avec l'augmentation de la température de dépôt. Par contre, la permittivité basse fréquence atteinte, ainsi que l'amplitude du pic de relaxation ne présentent aucune dépendance avec la température de dépôt.

## III.2.1.2 Effet de la méthode de dépôt : MOCVD et PEALD

Plusieurs méthodes de dépôt ont été utilisées au cours de ce travail pour réaliser des couches de  $Ta_2O_5$ : par MOCVD et par PEALD [Delo05b]. Pour chacune de ces méthodes de dépôt plusieurs essais ont été réalisés afin de trouver un point du procédé de dépôt optimal en terme de performances électriques (fuite, claquage, linéarité...). Au final, les performances atteintes en MOCVD et PEALD sont équivalentes.

Bien que le dépôt PEALD soit réalisé à des températures bien inférieures à celles du dépôt MOCVD (~200°C au lieu de ~400°C), pour des performances électriques (linéarité, fuite...) identiques, à peu prés aucune différence significative en terme d'amplitude de variation ou de la position fréquentielle du pic de perte n'a été observée. On peut observer ce comportement sur la figure 3.13.



Figure 3.13 : Permittivité en fonction de la fréquence pour deux capacités déposées avec des méthodes et des températures de dépôt différentes. La température de mesure est de 300°C.

Ce résultat peut sembler en désaccord avec la partie précédente qui traitait de l'effet de la température de dépôt, mais il ne l'est finalement pas. En effet, le mode de dépôt PEALD est assisté par un plasma qui permet de fournir l'énergie nécessaire à un dépôt de bonne qualité. C'est en partie pour cela que ce mode de dépôt est intéressant, car il permet d'obtenir un diélectrique présentant de bonnes performances électriques, tout en étant déposé sous une température relativement basse par rapport aux températures habituelles. Le budget thermique de la puce est donc diminué, ses performances sont donc potentiellement meilleures.

Une autre remarque est que comme les performances électriques atteintes en MOCVD et PEALD sont similaires, on peut facilement imaginer que les diélectriques déposés, bien que leurs modes de dépôts soient différents, sont aux finals physiquement proches.

La température de dépôt n'est donc qu'une partie du paramètre qui va définir la position du pic de relaxation. Le paramètre influant sur cette position est donc une somme des températures vues par la capacité (dépôt des interconnexions au dessus de la capacité, recuit final...) pondérée par les temps respectifs à ces températures ainsi que la puissance et le temps de l'éventuel plasma utile au dépôt du diélectrique.

Dans è chapitre V, nous étudierons plus en détails le phénomène de polarisation d'électrode des capacités à base de  $Ta_2O_5$ . Cela nous permettra de mettre en évidence la nature des espèces à l'origine du phénomène de polarisation d'électrode dans nos capacités à base de  $Ta_2O_5$ . Nous étudierons en particulier, l'effet de l'épaisseur de  $Ta_2O_5$  sur le phénomène de polarisation d'électrode.

## III.2.2 Autres diélectriques

Tous les autres diélectriques étudiés pendant la thèse ont montré des augmentations de permittivité dans les basses fréquences. En effet, ce comportement a été même observé dans le cas des diélectriques de très bonne qualité, comme le nitrure de silicium qui présente un tan( $\delta$ ) très faible (~10<sup>-4</sup> à 125°C et 10kHz). Nous allons présenter deux diélectriques en particulier qui se sont montrés des cas d'étude intéressants.

## III.2.2.1 L'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Les résultats présentés sont la permittivité réelle  $\epsilon$ ' (figure 3.14) et la tangente de l'angle de perte  $\delta$  en fonction de la fréquence (figure 3.15).



Figure 3.14 : Comportement fréquentiel de la permittivité d'une capacité d'alumine en fonction de la température de 25°C jusqu'à 300°C.



Figure 3.15 : Comportement fréquentiel de la tangente de l'angle de perte d'une capacité d'alumine en fonction de la température de 25°C jusqu'à 300°C.

On peut observer que pour les basses températures jusqu'à 125°C, la relaxation diélectrique de la capacité à base d'alumine est indépendante de la température dans la gamme fréquentielle étudiée.

Pour des températures supérieures à 125°C, on peut observer dans les basses fréquences une forte augmentation de l'angle de perte. Cette augmentation est corrélée à une augmentation de la permittivité dans la même gamme de fréquence.

Il n'est pas possible de confondre l'augmentation de la tangente de l'angle de perte avec de la conductivité puisque tan( $\delta$ ) et la permittivité réelle sont corrélées par les relations de Kramers-Kronig [Jons83]. Ainsi, ce type de courbe (permittivité réelle et tangente de l'angle de perte) mène à un pic de perte que l'on pourra là encore associer à un phénomène de polarisation d'électrode. Malheureusement, il n'a pas été possible de visualiser de pic de perte. Pour avoir des temps de relaxation  $\tau$  acceptables (visibles au dessus de 10<sup>-2</sup>Hz de fréquence), il aurait fallu chauffer le substrat sur lequel la capacité MIM était déposée largement au-dessus de 300°C. Malheureusement cette température est la température maximale supportée par le banc de mesure de spectroscopie diélectrique disponible au laboratoire.

Il n'est évidement pas possible de prévoir la position du pic de perte à partir des courbes présentées en figure 3.14 et 3.15 mais nous pouvons certifier qu'il existe.

## III.2.2.2 L'oxyde d'hafnium (HfO<sub>2</sub>)

Les résultats présentés sont la permittivité réelle  $\varepsilon$ ' (figure 3.16a), les pertes diélectriques  $\varepsilon$ '' (figure 3.16b) et la tangente de l'angle de perte  $\delta$  en fonction de la fréquence (figure 3.17).



Figure 3.16 : Comportement fréquentiel de la permittivité réelle (a) et des pertes diélectriques (b) d'une capacité d'oxyde d'hafnium à différentes température (de 25°C jusqu'à 300°C).



Figure 3.17 : Comportement fréquentiel de la tangente de l'angle de perte d'une capacité d'oxyde d'hafnium à différentes température (de 25°C jusqu'à 300°C).

On peut observer sur les figures 3.16a, 3.16b et 3.17 que le comportement est très proche de celui du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Un pic de relaxation est visible sur le tan( $\delta$ ). La limitation en température induit que la caractérisation de ce phénomène de polarisation d'électrode ne peut se faire complètement afin d'obtenir le temps de relaxation et la valeur de la permittivité atteinte en très basse fréquence.

## III.3 Etude du PZT en terme de relaxation diélectrique

## III.3.1 Variations de permittivité en fonction de la fréquence et de la température.

La permittivité a été étudiée grâce à un spectroscope diélectrique basse fréquence Novocontrol Alpha. Le procédé (IPAD) étant réalisé à basse température (~250°C), la température de mesure haute a été volontairement limitée à 200°C.

On peut identifier sur les figures 3.18a 3.18b et 3.19 les mêmes phénomènes que ceux observés précédemment pour les diélectriques amorphes :

- Pour des températures basses et fréquences hautes on retrouve un fonctionnement du type « flat loss ».
- Pour des températures hautes et fréquences basses on retrouve un phénomène du type polarisation d'électrode.



Figure 3.18 : e' (a) et e'' (b) en fonction de la fréquence en échelle logarithmique pour différentes températures. (Vac=100mV, Vdc=0)



Figure 3.19 : tan(**d**) en fonction de la fréquence en échelle logarithmique pour différentes températures. (Vac=100mV, Vdc=0)

Toutefois, plusieurs comportements de ce diélectrique sont assez difficiles à expliquer. Tout d'abord, il peut être intéressant de remarquer une dépendance du niveau du tan( $\delta$ ) du type «flat loss » avec la température. Ce comportement est dû à la forte augmentation des pertes diélectriques avec la température entre 25°C et 75°C. En effet, entre ces deux températures, les pertes diélectriques augmentent de prés de 50% alors que la permittivité réelle n'augmente que de 15%. Cela induit une augmentation du niveau du

 $tan(\delta)$ . Nous n'avons pas observé ce type de comportement pour les diélectriques amorphes étudiés.

On peut remarquer sur la figure 3.18a que les variations de permittivité réelle avec la fréquence sont moyennes (de l'ordre de 3% par décade de fréquence) et l'activation de la permittivité réelle avec la température est assez forte (augmentation de 47% entre 200°C et 25°C à 1kHz).

On retrouve bien, comme dans les diélectriques amorphes, un comportement du type polarisation d'électrode. Néanmoins, le sommet du pic de perte n'est visible car la température de mesure est limitée à 200°C.

## III.3.2 Variation de la permittivité et des pertes en fonction du champ alternatif

A partir des mesures de permittivité en fonction de la tension continue appliquée sur l'échantillon (vues dans le chapitre I), nous avons pu conclure sur le fait que les variations de permittivité sont liées au nombre de parois de domaine présents dans le diélectrique ferroélectrique. Il peut alors être intéressant de mesurer la permittivité du PZT à tension continue nulle, mais à amplitude de tension alternative variable.

Les figures 3.20a et 3.20b représentent les variations de permittivité réelle et complexe à différentes fréquences en fonction de l'amplitude du signal alternatif généré par le capacimètre sans tension continue (Vdc=0V).



Figure 3.20 : e'' (a) et e'' (b) en fonction de la tension alternative appliquée sur l'échantillon sous plusieurs fréquences. (Vdc=0V & 25°C)

On peut observer qu'il existe une très forte dépendance de la permittivité, à la fois réelle et complexe, avec l'amplitude de la tension alternative appliquée sur la capacité. En effet, dans la gamme de fréquence et de tension étudiée, l'amplitude de la tension alternative permet de pratiquement multiplier par trois la permittivité réelle. L'origine de ce phénomène peut être attribuée, encore une fois, à la modulation de la structure en domaine par le champ électrique alternatif. Plus la tension alternative sera importante et plus le nombre de parois de domaine va être grand, induisant une augmentation de la permittivité et des pertes. De telles variations de permittivité et de pertes par rapport au champ électrique alternatif appliqué pour la mesure, n'ont pas été observées dans les diélectriques amorphes étudiés dans ce manuscrit.

Ce type de comportement, spécifique aux diélectriques ferroélectriques, a déjà été reporté comme étant le fonctionnement de Rayleigh [Rayl87] [Hall99] [Pere00].

John William Strutt Rayleigh plus connu sous le titre de Lord Rayleigh (1842-1919) est un physicien anglais qui a obtenu le prix Nobel de Physique en 1904 « *Pour avoir inventé le réfractomètre interférentiel, et pour sa découverte de l'argon* ». Au cours de ses travaux, il a aussi mis en évidence le fait que certains matériaux peuvent présenter de fortes variations de permittivité en fonction du champ alternatif.

L'échantillon de PZT présentant une épaisseur de l'ordre de 250nm, on peut donc présenter les variations de permittivité et pertes en fonction du champ électrique alternatif appliqué (voir figures 3.21a et 3.21b).



Figure 3.21 : e' et e'' en fonction du champ alternatif en échelle logarithmique appliqué sur l'échantillon à 30Hz. (Vdc=0 & 25°C)

Rayleigh proposa de décrire ce comportement par un polynôme de degré un ou deux. Comme on peut le voir sur la figure 3.21a et 3.21b, cette dépendance est plus proche d'un polynôme de degré deux.

En dehors du fait qu'un polynôme de degré deux permettra toujours de mieux représenter une courbe expérimentale qu'un polynôme de degré un, il est évident que les variations de permittivité réelle ou complexe sont bien paraboliques.

En effet, en utilisant le polynôme de degré un sur les variations de permittivité complexe (les pertes diélectriques) on obtient un e''(Vac=0V) négatif ce qui est impossible. Cela confirme l'utilité de la modélisation des variations avec un polynôme de degré deux.

D'après ces courbes, on comprend pourquoi il est nécessaire de toujours spécifier les conditions de mesure lorsque l'on donne la permittivité d'un diélectrique ferroélectrique. Une autre solution, lorsque l'on donne la permittivité d'un diélectrique présentant un fonctionnement de Rayleigh, serait de donner e'(Vac=0V) et e''(Vac=0V)ainsi que les coefficients du polynôme. Cela permettrait de décrire parfaitement le comportement de la permittivité réelle et complexe du diélectrique étudié en fonction du champ alternatif appliqué.

Pour certaines applications, de telles variations de permittivité peuvent induire des problèmes de fonctionnement. Par exemple, dans le cas d'un filtrage en sortie d'un circuit redresseur double alternance, la valeur de la capacité utile à la fonction de lissage va dépendre de l'amplitude du signal issu du redresseur. Il peut être alors intéressant de prendre en compte ces variations dans le modèle électrique de la capacité.
Ce type de caractérisation peut permettre d'obtenir facilement la permittivité réelle d'une capacité utilisée dans une application «continue » (du type découplage). Il suffit alors de polariser la capacité sous la tension de découplage et de mesurer cette permittivité sous plusieurs amplitudes d'excitation alternatives, *Vac*. En utilisant la loi polynômiale on peut alors obtenir e'(Vac=0V). On remarque alors que la permittivité «continue » peut être bien inférieure à celle mesurée avec un capacimètre.

## III.3.3 Conclusion sur le diélectrique PZT

Bien que les diélectriques ferroélectriques cristallisés soient physiquement très différents des diélectriques amorphes, en terme de variations de permittivité, on retrouve les mêmes comportements : « flat loss » et polarisation d'électrode. On peut aussi noter que les faibles performances de ce type de diélectrique en termes de tan( $\delta$ ) (toujours supérieure à 0.02) peuvent limiter leur utilisation à des applications peu sensibles au phénomène de relaxation diélectrique (par exemple le découplage). En effet ce niveau du facteur de dissipation, particulièrement élevé, risque de dégrader fortement les performances d'applications analogiques (par exemple dans un convertisseur analogique/numérique).

Par rapport aux diélectriques amorphes on peut noter la principale différence en termes de performance électrique du PZT: les variations de permittivité mesurées en fonction de l'amplitude du signal alternatif. L'origine de ce comportement comme celui de la permittivité, a été attribué à la configuration en domaine de ce pérovskite.

Nous n'avons pas pu réaliser de mesures haute fréquence sur ce diélectrique. Il serait intéressant de caractériser la permittivité du PZT dans la gamme de fréquence 10MHz-10GHz afin d'identifier son comportement dans la gamme RF.

## III.4 Conclusion

Nous venons de voir dans ce chapitre le comportement de diélectriques amorphes et cristallins. Leur comportement en terme de relaxation diélectrique s'est révélé, en terme d'amplitude, être particulièrement différent mais les mêmes caractéristiques (« flat loss » et polarisation d'électrode en basse fréquence) ont été observés.

Dans le cas des diélectrique amorphes et en particulier pour le diélectrique  $Ta_2O_5$ , on a pu identifier que les variations en terme de permittivité du diélectrique, étaient bien plus fortes dans le cas du phénomène de polarisation d'électrode que dans celui des « flat loss ». En effet, dans le cas du phénomène de polarisation d'électrode la permittivité à haute température et basse fréquence est 100 fois supérieure à celle communément reportée pour ce diélectrique [Delo05b].

Evidemment, dans le cadre d'une utilisation courante, les capacités ne sont jamais utilisées à des températures supérieures à 150°C. Les variations de permittivité dans une gamme de fréquence comprise entre 10Hz et 1MHz sont alors beaucoup moins importantes. Néanmoins, l'identification du phé nomène de polarisation d'électrode, nous a permis de mettre en évidence l'origine de ces variations de permittivité.

Dans le cadre de l'utilisation d'une capacité MIM dans une application potentiellement sensible au phénomène de relaxation (du type convertisseur analogique/numérique), il peut être nécessaire de prendre en compte ce phénomène dans le modèle électrique de la capacité MIM. En effet, lors de la simulation électrique du circuit, les concepteurs pourront alors identifier si ses performances risquent d'être dégradées ou pas. Dans le cas où les performances sont dégradées, des modifications du circuit peuvent alors être réalisées, afin qu'il ne soit plus perturbé par ce phénomène.

# CHAPITRE IV - Modélisation SPICE des phénomènes de relaxation diélectrique

Comme nous venons de le voir dans le chapitre précédent, comparé à du nitrure de silicium, les diélectriques de fortes permittivités dits « High- $\mathbf{k}$  » présentent un phénomène de relaxation diélectrique « flat loss » bien supérieur [Reis01]. Nous avons aussi identifié que dans ces diélectriques une polarisation interfaciale, intervenant dans le domaine des basses fréquences, pouvaient apparaître, induisant une augmentation du phénomène de relaxation diélectrique.

Ce phénomène est connu pour dégrader les performances pour certaines applications particulièrement sensibles, comme par exemple les convertisseurs analogiques/numériques [Zanc03] [Fatt90] [Krop06], les oscillateurs contrôlés en tension [Kuen96]. En l'occurrence, l'étude de Zanchi, qui est la plus aboutie, a permis de montrer que la relaxation diélectrique d'une capacité à base de nitrure de silicium (S $_{\rm B}N_4$ ) peut réduire la résolution d'un convertisseur analogique numérique. En effet, son convertisseur de type «pipeline » 14 bits est perturbé par la relaxation diélectrique qui n'a alors plus qu'une résolution de 12 bits. Il peut alors être nécessaire de prendre en compte la relaxation diélectrique dans le modèle électrique des capacités. Ce modèle est alors intégré sous le simulateur SPICE, ce qui permettra de simuler l'effet que la relaxation diélectrique peut avoir sur les performances du circuit lors de sa conception.

Un modèle électrique directement intégrable dans le simulateur SPICE va être proposé, il est basé sur le modèle de Dow [Dow58]. Ce modèle va être intégré au modèle standard des capacités MIM. Nous discuterons des améliorations que nous avons apporté au modèle de Dow afin de permettre de faciliter l'extraction des paramètres et d'obtenir une utilisation plus robuste [Manc06a].

Pour caractériser, sur une large gamme de temps, le phénomène de relaxation diélectrique, nous utiliserons le circuit basé sur la mesure de l'effet mémoire décrit dans la chapitre II.

Finalement, l'exemple de l'extraction du modèle sur une capacité MIM  $Ta_2O_5$  5fF/µm<sup>2</sup> sera présenté [MancO6a]. Après l'extraction du modèle, sa validation sera réalisée grâce à des mesures de permittivité et pertes diélectriques dans le domaine fréquentiel.

## IV.1 Description du modèle de Dow

Ce modèle empirique est basé sur le modèle standard d'une capacité hors domaine RF (cf. Figure 4.1). Le modèle standard est composé de  $C_0$  une capacité idéale en parallèle avec  $R_{eak}$  une résistance idéale image des fuites de courant. Le tout en série avec  $R_{acces}$  une résistance idéale qui est la somme de la résistance des lignes amenant à la capacité ainsi que de la résistance des électrodes de la capacité (et plus généralement tout ce qui peut contribuer à la résistance série).



Figure 4.1 : Schéma du modèle standard d'une capacité.

Afin de décrire n'importe quel type de relaxation diélectrique (pic de perte, flat loss...) il suffit d'ajouter en parallèle à  $C_0$  et  $R_{leak}$  une ou plusieurs branche(s) RC (comme illustré sur la figure 4.2). Une branche RC va avoir une réponse en terme fréquentiel du type Debye pure.



Figure 4.2 : Schéma du modèle typique d'une capacité avec l'ajout de plusieurs branches RC.

Ce modèle a été proposé en premier par Dow [Dow58]. Il proposait d'ajuster  $R_i$  et  $C_i$  afin de décrire le plus efficacement possible le ou les différent(s) comportement(s) fréquentiel(s) du diélectrique.

Même extrêmement simple, ce modèle est particulièrement puissant puisqu'il permet de modéliser n'importe quelle réponse diélectrique. Comme il consiste uniquement à ajouter en parallèle à la capacité une série de composants passifs, il peut être simplement simulé aussi bien dans un domaine temporel que fréquentiel :

• Dans le domaine temporel après un temps de charge assez long pour permettre de charger  $C_0$  et toutes les capacités  $C_i$ , un court-circuit très rapide à l'échelle de  $\tau_i = R_i.C_i$  permet de décharger uniquement  $C_0$ . En laissant le composant flottant,  $C_0$  va être rechargée par les  $\Sigma C_i.V_{charge}$  charges accumulées dans les branches RC. L'évolution de la tension aux bornes de la capacité  $C_0$  permet donc de modéliser l'effet mémoire.

• Dans le domaine fréquentiel, la capacité  $C_i$  va uniquement participer à la capacité totale pour des fréquence inférieures à  $f_i=1/(2.\pi.R_i.C_i)$ . Si la fréquence est supérieure à  $f_i$  cette branche  $R_iC_i$  ne participera pas à la capacité totale.

A noter que le cas le plus simple correspond à une configuration où il faut modéliser un pic de relaxation du type Debye (voir Figure 4.3). Il suffit d'ajouter un seul couple RC (i=1) en parallèle avec le modèle typique de la capacité. L'identification des composants du circuit donne :

- $C_0$  est égale à  $C_8$ .
- $C_1$  est égale à  $\Delta C = C_{DC} C_8$ .
- $R_1$  permet d'ajuster la position fréquentielle du pic de perte suivant l'équation :  $f_{pic} = 1/(2.\pi.R_1.C_1)$ .



Figure 4.3 : Comportement fréquentiel d'une capacité en parallèle avec un pôle RC. Illustration d'un pic de relaxation de type Debye.

Le fait que ce modèle électrique soit simulable aussi bien en temporel qu'en fréquentiel sans que ses composants n'aient de dépendance temporelle ou fréquentielle est absolument nécessaire en vue d'une utilisation sous le simulateur SPICE.

D'autres modèles pourraient être envisagés à la place du modèle de Dow [Kund04], par exemple en remplaçant la capacité  $C_0$  dans la figure 4.1 par les modèles empiriques présentés dans le chapitre II (Havriliak-Negami, Cole-Cole...). Néanmoins, ces modèles ne permettent de représenter que des comportements fréquentiels. A l'inverse, d'autres modèles empiriques permettraient de décrire correctement le domaine temporel mais pas le domaine fréquentiel. Dans ces cas là, il faudrait donc pour les simuler à la fois dans le domaine temporel et le domaine fréquentiel, utiliser une transformée de Fourier ce qui complexifierait beaucoup les calculs du simulateur dans lequel le modèle de la relaxation diélectrique est intégré.

## IV.2 Modèle de Dow amélioré

Comme on l'a vu précédemment le modèle de Dow permet de décrire assez facilement une réponse du type Debye pure. Néanmoins, dans le cas d'une réponse du type « flat loss » ou lors d'une distribution du temps du pic de relaxation (voir chapitre III), le choix du nombre de pôles i à positionner en parallèle avec la capacité pure  $C_0$  et le choix des valeurs  $R_i$  et  $C_i$  peut mener à plusieurs solutions et à un temps d'ajustement des paramètres particulièrement long.

Afin d'obtenir une solution unique, notre proposition est de fixer le positionnement fréquentiel (et donc aussi temporel) de chaque pôles  $RC_i$  en définissant le nombre de pôles par décade n. De même, comme nous l'avons vu dans le chapitre III, la relaxation diélectrique de certains matériaux dépend de la température (par exemple le  $Ta_2O_5$ ). Pour que le modèle prenne cela en compte, nous avons introduit une dépendance en température. Avec ces deux modifications du modèle de Dow standard, le modèle devient donc:

$$\boldsymbol{t}_i = \boldsymbol{R}_i \times \boldsymbol{C}_i = 10^{A - \frac{i}{n}} \tag{4.1}$$

$$C_i(T) = a_i(T) \times C_0 \tag{4.2}$$

$$R_{i}(T) = \frac{t_{i}}{C_{i}(T)} = \frac{10^{A - \frac{i}{n}}}{a_{i}(T) \times C_{0}}$$
(4.3)

avec A une constante permettant de positionner le premier pôle basse fréquence et T la température de l'échantillon.

Cette façon de fixer la position des pôles présente plusieurs avantages :

- > Passer de deux inconnues par pôle ( $R_i$  et  $C_i$ ) à une seule :  $a_i$ .
- Avoir une parfaite répartition des pôles sur toute la gamme fréquentielle et temporelle.
- Obtenir une solution unique.

#### IV.2.1 Choix du nombre de pôles par décade

Nous allons maintenant discuter du nombre de pôles n à positionner par décade de fréquence. Pour cela, un comportement du diélectrique du type «flat loss » pour lequel la valeur de la tangente de l'angle de perte tan( $\delta$ ) se situe à 10<sup>-3</sup> va être modélisé grâce à notre modèle de Dow amélioré. La gamme de fréquence pour laquelle nous voulons modéliser le comportement flat loss est de 10Hz jusqu'à 100kHz. Dans un premier temps

nous avons choisi de positionner un pôle par décade de fréquence (n=1) à partir de 10 Hz jusqu'à 100 kHz.

Afin de calculer les variations de capacité et de la tangente de l'angle de perte en fonction de la fréquence, il faut traduire le modèle en C parallèle à G (la conductance). La résistance d'accès Racces a été négligée.

$$C_{TOT}(\mathbf{w}) = C_0 \left(1 + \sum_{i=1}^{t} \frac{a_i}{1 + (t_i \mathbf{w})^2}\right)$$
(4.4)

$$G_{TOT}(\mathbf{w}) = \frac{1}{R_{LEAK}} + C_0 \sum_{i=1}^{t} \frac{\mathbf{t}_i a_i \mathbf{w}^2}{1 + (\mathbf{t}_i \mathbf{w})^2}$$
(4.5)

$$\tan(\boldsymbol{d}) = \frac{\boldsymbol{e}'}{\boldsymbol{e}'} = \frac{\mathbf{G}(\boldsymbol{w})}{2\boldsymbol{p}.\mathbf{f}.\mathbf{C}(\boldsymbol{w})}$$
(4.6)

avec  $\omega$  la pulsation en radians par seconde ( $w=2.\pi$ .f) et *t* le nombre total de pôles choisi par l'utilisateur.

La simulation du comportement électrique de ce modèle est présentée dans la figure 4.4 pour les variations de capacité en fonction de la fréquence et la figure 4.4b pour les variations du tan $(\delta)$  en fonction de la fréquence.



Figure 4.4 : variation de la capacité (a) et du tan(**d**) (b) en fonction de la fréquence - 1 pôle par décade et a<sub>i</sub> contant (5 pôles entre 10Hz et 100KHz, a<sub>i</sub>=0.0015)

Dans le cas particulier des « flat loss », on peut constater qu'un paramètre a constant pour toutes les branches RC permet de décrire le plus fidèlement le comportement du diélectrique modélisé. On voit bien sur la figure 4.4b l'effet de chacun des pôles RC sur le tan( $\delta$ ). En positionnant 1 pôle par décade on constate des légères ondulations du tan( $\delta$ ) autour de 10<sup>-3</sup>. De même, les variations de permittivité en fonction du logarithme de la fréquence ne sont pas parfaitement linéaires (faibles ondulations autour d'une réponse linéaire).

On peut aussi remarquer que les  $a_i$  constants conduisent au fait que le comportement du tan( $\delta$ ) n'est pas parfaitement décrit dans les fréquences extrêmes (10Hz et 100kHz). Ce comportement est facilement explicable par le fait que pour une fréquence donnée c'est principalement le pôle positionné à cette fréquence qui va jouer, mais aussi

ses deux plus proches voisins (le pôle basse fréquence le plus proche et le pôle haute fréquence le plus proche). Afin de s'affranchir de ce problème nous avons identifié deux solutions :

- La première est d'augmenter la valeur des deux  $a_i$  positionnés aux fréquences extrêmes ce qui permettrait d'avoir un tan( $\delta$ ) plus constant sur toute la gamme de fréquence du modèle. Néanmoins, en augmentant les pôles extremum, les variations de la permittivité en fonction du logarithme de la fréquence ne sont plus linéaires.
- La deuxième solution, que nous avons tendance à privilégier, est d'ajouter au modèle un pôle basse fréquence (1Hz) et un pôle haute fréquence (1MHz).



On peut observer ces deux solutions sur la figure 4.5.

Figure 4.5 : Variation de la capacité (a) et du tan(d) (b) en fonction de la fréquence.

Afin de diminuer les ondulations du modèle autour de la courbe expérimentale on peut augmenter le nombre de pôles RC par décade de fréquence. Cette augmentation n'est pas pertinente à partir du moment où ce modèle a pour but d'être utilisé lors de la simulation d'un circuit complet et complexe, ajouter trop de pôles conduit à alourdir le calcul du simulateur et induire une forte augmentation du temps de calcul voire même à des non convergence du simulateur.

Nous conseillons de choisir un nombre de pôles n par décade compris entre 1 et 2. En effet, comme on peut le voir sur la figure 4.6, en reprenant l'exemple de la figure 4.4 (« flat loss ») passer de deux pôles par décade à trois ne permet pas d'améliorer la précision de la modélisation électrique. Positionner 2 pôles par décade permet d'obtenir un  $tan(\delta)$  constant.



Figure 4.6 : Comparaison de la réponse d'un modèle utilisant 2 pôles par décade (9 pôles,  $a_i = 0.00075$ ) et 3 pôles par décade (13 pôles,  $a_i = 0.0005$ ).

De même, moins d'un pôle par décade tendrait à avoir de fortes variations du  $tan(\delta)$  et une variation de la capacité en fonction du logarithme de la fréquence qui est loin d'être linéaire, comme on peut le constater sur la figure 4.7.



Figure 4.7 : Comparaison de la réponse d'un modèle utilisant 1 pôle par décade (5 pôles,  $a_i = 0.0015$ ) et 0,5 pôle par décade (3 pôles,  $a_i = 0.003$ ).

## IV.3 Description du circuit utilisé pour l'extraction du modèle

Comme on pourra le voir sur certaines courbes d'effet mémoire, la tension aux bornes du composant lorsqu'il est flottant est de l'ordre de quelques milli Volts voire parfois moins. De même dans le chapitre III nous avons pu voir que les variations de permittivité sont souvent inférieures à 0.25% par décade de fréquence. Cela montre bien que le mécanisme de relaxation diélectrique est un mécanisme particulièrement fin à caractériser.

Afin d'extraire le modèle présenté précédemment, nous avons choisi d'utiliser le circuit de mesure de l'effet mémoire présenté dans le chapitre II. Ce choix a été fait pour différentes raisons :

- Permettre de mesurer sur une gamme temporelle la plus large possible le phénomène de relaxation diélectrique.
- Permettre une validation grâce à des mesures de capacités en fonction de la fréquence.

L'effet mémoire a aussi un avantage : en choisissant correctement les temps de charge et de décharge ( $t_{charge}=10.t_{décharge}$ ) seulement deux pôles répondront, ce qui permettra de simplifier la stratégie d'extraction.

## IV.3.1 Définition de la gamme temporelle et fréquentielle du circuit de mesure de l'effet mémoire

D'après la plupart des études (Jonscher [Jons83] et Itoh avec du  $Ta_2O_5$  [Itoh99]), et même si les amplitudes de la relaxation diélectrique reportées sont bien supérieures aux nôtres, la relaxation diélectrique des matériaux considérés intervient principalement dans le domaine des basses fréquences.

En effet, dans le chapitre III on a vu que la plupart des diélectriques étudiés présentent deux comportements :

- Le premier est le comportement «flat loss » : le diélectrique présente des pertes faibles et indépendantes de la fréquence.
- Le second est une forte augmentation des pertes dans les basses fréquences : la polarisation d'électrode.

Ce dernier comportement, étant généralement bien plus fort que le premier en amplitude, il peut potentiellement être à l'origine de dégradation des performances dans les circuits. A partir de cette constatation et en prenant en compte les applications des circuits utilisant ces composants MIM, le circuit doit pouvoir permettre des mesures sur la gamme fréquentielle entre 10Hz et 1MHz.

## IV.3.2 Positionnement de notre circuit par rapport à la littérature

D'autres circuits ont été reportés dans la littérature [Fatt90] [Kuen96] [Zanc03] [Ning07]. Ils présentent tous des originalités particulièrement intéressantes. Notamment l'étude de Ning, publiée à la conférence ICMTS a présenté un circuit de mesure de l'effet mémoire particulièrement innovant. Ce circuit permet grâce à des compensations « hardware » de s'affranchir de plusieurs contributions indésirables telles que :

- La capacité parasite ramenée par le circuit
- Les fuites des interrupteurs

Leur circuit est plus complexe que le notre et les auteurs pratiquent l'extraction des coefficients de relaxation sans simuler le circuit. Au final la gamme fréquentielle de caractérisation de ce circuit est comprise entre 1kHz et 1MHz.

Dans notre cas le circuit est composé de composants performants, mais sans compensation hardware. Par contre lors de l'extraction du modèle, la simulation totale du circuit est pratiquée. En effet, afin d'extraire les coefficients du modèle électrique le plus correctement possible, les modèles SPICE des interrupteurs et de l'amplificateur opérationnel du circuit de mesure de l'effet mémoire ont été affinés. Ainsi l'extraction de la relaxation diélectrique nécessite la simulation complète du circuit test sous SPICE afin de prendre en compte les performances réelles de chaque composant. La gamme fréquentielle de caractérisation de notre circuit est comprise entre 1Hz et 1MHz.

La solution ultime pour réaliser une extraction du modèle la plus précise possible et sur la plus grande gamme de fréquence ou de temps est évidemment issue de l'association de ces deux techniques de correction (correction hardware + software).

## IV.4 Exemple d'extraction: Application à une MIM $Ta_2O_5$ 5fF/ $\mu$ m<sup>2</sup>

Après avoir présenté le modèle mis en place et les performances du circuit de mesure de l'effet mémoire, dans cette partie, nous allons présenter l'extraction des paramètres  $a_i$  d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de densité 5fF/µm<sup>2</sup>. Puis une validation de cette extraction sera faite grâce à des mesures de capacité en fonction de la fréquence. Enfin, grâce à une étude statistique de la relaxation diélectrique, la définition des coins (dispersion) de la technologie sera possible.

Comme nous l'avons vu, notre circuit permet de caractériser l'effet mémoire de 10Hz à 1MHz. Ainsi pour décrire cette gamme de fréquence de 5 décades, 6 branches RC ont été ajoutées (i=1..6) au modèle standard de la MIM avec un pôle RC positionné par décade (voir figure 4.8).  $C_0$  est égale à la capacité me surée à 1 MHz.

$$C_i(T) = a_i(T) \times C_0 \tag{4.7}$$

$$R_{i}(T) = \frac{t_{i}}{C_{i}(T)} = \frac{10^{-i}}{a_{i}(T) \times C_{0}}$$
(4.8)



Figure 4.8 : Schéma du modèle typique d'une capacité avec six branches RC.

#### IV.4.1 Extraction des a<sub>i</sub>

Des mesures sont faites pour voir la dépendance de  $a_i$  avec la tension de charge (de 1V jusqu'à 3V) et la température (de 25°C à 125°C). Les figures 4.9 et 4.10 présentent la comparaison des mesures avec le modèle simulé sous SPICE.



Figure 4.9 : Effet de la tension de charge sur l'effet mémoire. Très bonne superposition des mesures et de la simulation. ( $V_{charge}$ =1V, 2V, 3V  $V_{décharge}$ =0 V  $t_{charge}$ =10 ms  $t_{décharge}$ =50 µs)



Figure 4.10 : Comparaison des mesures en température de l'effet mémoire dans le cas d'une capacité MIM à base de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et des simulations SPICE. (V<sub>charge</sub>=2V, V<sub>décharge</sub>=0V, t<sub>charge</sub>=1ms and t<sub>décharge</sub>=5µs)

La figure 4.11 présente les résultats de l'extraction des  $a_i$  pour deux températures. Cette figure confirme plusieurs points :

- La relaxation diélectrique de ce type de diélectrique est fortement activée en température.
- > Cette activation est principalement localisée dans les basses fréquences.
- La modélisation de la relaxation diélectrique à des fréquences supérieures à 1 MHz n'est pas nécessaire, puisqu'elle apparaît négligeable par rapport aux basses fréquences.



Figure 4.11 : Résultats de l'extraction des a<sub>i</sub> à 25°C et 125°C.

On retrouve bien sur la figure 4.11 le fait que le phénomène de relaxation diélectrique a principalement lieu dans les basses fréquences.

#### IV.4.2 Validation du modèle.

Afin de valider l'extraction des paramètres a, Nous allons comparer les résultats obtenus en simulant le modèle en fréquentiel et en pratiquant des mesures de capacité en fonction de la fréquence effectuées avec un capacimètre LCR-Meter.

Comme nous avons pu le voir dans le chapitre II, la mesure d'une capacité réalisée par un capacimètre peut donner deux résultats : C la capacité en Farads et G la conductance en Siemens. Afin de réaliser cette comparaison, nous allons donc traduire le modèle de Dow amélioré en C parallèle à G en fonction de la fréquence.



Figure 4.12 : Schéma du modèle typique d'une capacité avec six branches RC converti en modèle équivalent C//G.

Il faut alors réutiliser les équations 4.4, 4.5 et 4.6 présentées précédemment dans la section IV.3.1.

On peut voir sur la figure 4.13 la très bonne correspondance entre la mesure de la relaxation diélectrique avec un HP4284A LCR-Meter sur la gamme 20 Hz / 100 kHz et le modèle. Pour des fréquences supérieures à 10 kHz on peut remarquer que la mesure du tan( $\delta$ ) ne correspond plus au tan( $\delta$ ) modélisé ; cette différence est due à un problème de correction de résistance série par le HP4284A.



Figure 4.13 : Comparaison de C(f)/C(10KHz) et tan(d) mesuré et modélisé. (T=125°C)

A partir des mêmes données que celles présentées dans la figure 4.13, la figure 4.14 présente une représentation de type Cole-Cole (e'' = fct(e')). Notons encore une fois

l'excellente adéquation entre le modèle et la mesure. On peut également noter que chaque branche RC correspond à un Debye, ce qui équivaut dans une représentation de type Cole-Cole à un demi cercle ayant son centre sur l'axe des  $\varepsilon$ ' ( $\varepsilon$ ''=0).



Figure 4.14 : Représentation de Cole -Cole (e'' = fct(e')) permettant de comparer le modèle et la mesure de la relaxation d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 5fF/µm<sup>2</sup>.

On peut voir dans la figure 4.13 et la figure 4.14, que la modélisation du phénomène de relaxation diélectrique est très bonne de 20 Hz jusqu'à 10 kHz. Même si la correspondance n'est pas prouvée sur toute la gamme de fréquence du modèle, elle nous permet de valider que le modèle a été correctement extrait grâce au circuit de mesure de l'effet mémoire.

## IV.4.3 Définition des coins de la technologie.

La définition des « coins d'une technologie » permet d'obtenir la dispersion de cette technologie autour de son comportement typique. Dans notre cas, cette étude permet de définir la relaxation typique d'une capacité en recentrant le modèle par rapport à la moyenne de la relaxation diélectrique de la technologie. Elle permet aussi de positionner les pires cas du paramètre modélisé (relaxation minimum et maximum à  $X\sigma$ ) en étudiant la dispersion réelle de ce paramètre. Pour étudier la dispersion du phénomène de relaxation diélectrique dans cette technologie, nous avons donc mesuré un nombre significatif de capacités.

Contrairement à l'effet mémoire, qui est une mesure particulièrement difficile à mettre en œuvre, la mesure de la capacité en fonction de la fréquence C(f) et de la conductance en fonction de la fréquence G(f) est très facile à réaliser lors du test électrique des capacités qui est appliqué systématiquement à la fin des étapes du processus de fabrication des plaques (test paramétrique).

Pour cela un paramètre C(500Hz) / C(10kHz) - 1 a été ajouté aux autres mesures réalisées lors du test paramétrique. Ce paramètre donne une représentation de la pente de la capacité en fonction de la fréquence. La figure 4.15 représente une illustration de cette étude statistique de la relaxation diélectrique.



Figure 4.15 : Comparaison de la dispersion d'un lot utilisé pour le modèle par rapport à la technologie en terme de relaxation diélectrique (T=25°C).

A partir de cette analyse statistique il est possible de définir les coins de la technologie i.e. les pires cas possibles en terme de relaxation diélectrique sur la technologie considérée. Les figures 4.16 et 4.17 montrent la comparaison entre des mesures et les coins maximum, typique et minimum dans le domaine fréquentiel et temporel respectivement.



Figure 4.16 : Comparaison de la relaxation diélectrique dans le domaine fréquentiel de 58 capacités et les coins maximum typique et minimum à 125°C.



 $\begin{array}{l} Figure \ 4. \ 17: Comparaison \ de \ la \ relaxation \ diélectrique \ dans \ le \ domaine \ temporel \ du \\ maximum, \ typique \ et \ minimum \ mesurés \ et \ les \ coins \ maximum \ typique \ et \ minimum \ à \ 125^{\circ}C. \\ (V_{charge}=2V, \ V_{d\acute{e}charge}=0V, \ t_{charge}=1ms \ and \ t_{d\acute{e}charge}=5\mu s) \end{array}$ 

## IV.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté le travail réalisé afin d'obtenir le modèle de relaxation diélectrique de capacité MIM [Manc06a].

Dans un premier temps nous avons proposé une version du modèle de Dow, qui est de notre point de vue « améliorée ». Ce modèle permet d'extraire facilement à partir de mesures de capacité en fonction de la fréquence ou de l'effet mémoire, les paramètres décrivant n'importe quel phénomène de relaxation diélectrique pour différentes températures.

Pour extraire des paramètres du modèle sur la gamme fréquentielle 10 Hz - 1 MHz, un circuit spécifique a été développé, il est basé sur la mesure de l'effet mémoire. Ce circuit est entièrement simulé lors de l'extraction des paramètres de relaxation diélectrique, afin d'obtenir la précision adéquat. La validation de l'extraction et la définition des coins de la technologie ont été réalisés grâce à des mesures de capacité en fonction de la fréquence.

Le modèle de la relaxation diélectrique de la capacité MIM  $Ta_2O_5 5fF/\mu m^2$  a été extrait. Il est désormais utilisé lors du design de circuits pour prendre correctement en compte les mécanismes de relaxation diélectrique dans les circuits et mettre au point des circuits de compensation de ces mécanismes.

CHAPITRE V - Etude de l'origine du phénomène de relaxation diélectrique dans le Ta <sub>2</sub>O<sub>5</sub> Ce chapitre va se focaliser sur le diélectrique  $Ta_2O_5$  afin de comprendre l'origine de phénomènes tels que la forte augmentation de la permittivité dans les basses fréquences. En effet, comme rous l'avons vu dans le chapitre IV, le  $Ta_2O_5$  présente des variations de permittivité réelle dans les basses fréquences très importantes (permittivité multipliée par 100). Ce phénomène est à l'origine de l'activation en température de la relaxation diélectrique dans la gamme 10Hz – 1MHz.

Dans un premier temps, l'étude des variations de courants de fuite en fonction du temps dans les capacités MIM  $Ta_2O_5$  sera effectuée. Cette analyse nous permettra d'identifier le phénomène dit de « dégradation de résistance ». Grâce à une étude détaillée des paramètres influents comme la température, l'épaisseur du diélectrique et la tension appliquée sur la capacité MIM, l'origine de ces instabilités de courant ainsi qu'un schéma de conduction seront proposés.

Après l'étude du phénomène de « dégradation de résistance», des mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence seront présentées. Des paramètres influents sur le phénomène de relaxation diélectrique seront présentés (Epaisseur du diélectrique, température). Ces résultats seront confrontés au schéma de conduction proposé. Le lien entre les mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence et de stabilité de courant sera alors établi.

Pour compléter cette étude, une mesure de stabilité de courant réalisée avec un capacimètre sera présentée. Cela permettra de mettre en évidence un nouveau phénomène. Enfin, des mesures de TSDC réalisées sur des capacités MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> seront confrontées aux résultats précédents.

## V.1 Phénomène de « dégradation de résistance ».

## V.1.1 Mise en évidence du phénomène de « dégradation de résistance »

Comme on peut le voir sur la figure 5.1 lorsque l'on applique une tension continue aux bornes d'un condensateur à base de  $Ta_2O_5$ , le courant issu de cette capacité présente trois composantes au cours du temps :

- A basse tension et basse température, une diminution du courant dans les temps courts apparaît. Cette partie correspond au courant de polarisation.
- Après le courant de polarisation, un courant indépendant du temps apparaît. Cette partie correspond au courant de conduction dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.
- Pour une tension plus forte, le courant de polarisation n'est plus visible. Après le courant de conduction on peut observer que le courant commence à augmenter. Ce phénomène est plus facilement observable pour une température supérieure. Il est en forme de cloche et est communément appelé «dégradation de résistance ». Le pic de courant intervient au temps τ et pour une densité de courant J(τ).



Figure 5.1 : Mesure de courant en fonction du temps: Observation de trois phénomènes. (capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450 Å déposé par MOCVD)

Le phénomène de dégradation de résistance a été reporté dans plusieurs diélectriques (généralement des « High- $\mathbf{k}$  »). Par exemple dans du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [Remm03] et des diélectriques de type pérovskite tel que BT, BST, ST, PZT [Zafa98] [Bouy05b] [Meye05] [Numa95].

Afin de comprendre l'origine de tels pics de courant dans le  $Ta_2O_5$ , la densité de courant en fonction du temps a été suivie en fonction de la température, de l'épaisseur du diélectrique et de la tension appliquée.

## V.1.2 Effet de la température

Afin de mettre en évidence l'effet de la température sur le phénomène de dégradation de résistance, plusieurs mesures de densité de courant en fonction du temps

sous tension constante ont été effectuées pour des températures allant de 25°C jusqu'à 200°C.

A noter que chaque mesure a été effectuée sur une capacité vierge et que chacune de ces capacités provient de la même plaque (les mesures sont donc toutes entièrement répétables). Les électrodes comme pour toutes les capacités étudiées dans ce manuscrit (mise à par le pour le PZT) sont en TiN.

Une tension constante de +/-5V est appliquée sur l'électrode supérieure alors que l'électrode inférieure est connectée à la masse. Cette tension de +/-5V a été choisie principalement parce que cette capacité (MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 450Å) est vendue pour pouvoir fonctionner à 5V pendant 10 ans. Les temps de mesure réalisés dans cette étude étant généralement inférieurs à une journée, on s'affranchit ainsi de tous les mécanismes de claquage et de dégradation du diélectrique.

Les figures 5.2 et 5.3 présentent respectivement l'évolution de la densité de courant pour des tensions négatives et positives.



Figure 5.2: Evolution de la densité de courant en fonction du temps sur des MIM composées de 450Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> MOCVD à -5V (de 25°C à 200°C avec un pas de 25°C).



Figure 5.3: Evolution de la densité de courant en fonction du temps sur des MIM composées de 450Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> MOCVD à +5V (de 25°C à 200°C avec un pas de 25°C).

Lorsqu'on applique une tension négative sur la capacité (Figure 5.2), on peut observer que le pic de dégradation de résistance (présent pour un temps  $\tau$  et un courant J( $\tau$ )) est fortement activé en température en terme d'amplitude et de temps. Le temps  $\tau$  diminue avec l'augmentation de la température : il est de l'ordre de plus de 4 mois à 25°C et quelques secondes à 200°C pour une tension de -5V.

Sous tension positive (Figure 5.3), on peut observer que la densité de courant est fortement activée en température, mais contrairement au stress négatif, elle ne présente pratiquement pas d'évolution en fonction du temps. Une autre remarque est que l'on peut observer l'apparition de deux pics de courant de faible amplitude. Ce phénomène n'est pour l'instant pas bien compris. Néanmoins, le fait que le phénomène de dégradation de résistance est beaucoup moins visible en positif qu'en négatif peut être expliqué par le fait que comme on peut le voir sur la figure 5.4, la capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 450Å présente une conduction supérieure sous une polarisation positive par comparaison à une polarisation négative. Ainsi en positif, cette conduction étant du même ordre de grandeur que le courant de dégradation de résistance, les pics sont plus difficilement visibles.

L'origine de la dissymétrie de la caractéristique courant-tension est certainement liée à la différence de qualité microstructurale des électrodes supérieure et inférieure. A la fin de ce chapitre une explication de cette différence sera proposée.



Figure 5.4: Mesure de courant en fonction de la tension d'une capacité MIM composée de 450Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> MOCVD. (de 50°K à 300°K avec un pas de 50°C)

#### V.1.2 Effet de l'épaisseur

Afin de confirmer la dernière hypothèse selon laquelle la conduction standard dans le diélectrique masque en partie le pic de dégradation de résistance, nous avons fait des mesures de densité de courant en fonction du temps sur plusieurs capacités de différentes épaisseurs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. La figure 5.5 présente ces résultats.



Figure 5.5: Dépendance du courant avec l'épaisseur de  $Ta_2O_5$  de la MIM déposée par MOCVD à  $150^\circ C$  et +5V.

La figure 5.5 permet d'observer:

- Pour le diélectrique le plus fin, une décroissance continue assimilable à du courant de polarisation cache le pic de dégradation de résistance. Cette observation permet de comprendre pourquoi aucun fonctionnement du type dégradation de résistance n'a été reporté pour des composants du type DRAM et capacité MOS, où le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a déjà été largement étudié. En effet ces applications requièrent des épaisseurs de diélectrique particulièrement fines.
- Pour le diélectrique le plus épais on retrouve à peu près le pic de dégradation de résistance comme observé pour une tension négative.

On peut dans un premier temps noter que la position du temps du pic est faiblement dépendante de l'épaisseur du diélectrique (dans une échelle logarithmique). Cette dépendance sera présentée et discutée plus en détail dans les pages suivantes.

Comme on vient de le voir, dans le cas du phénomène de dégradation de résistance, le courant peut augmenter de plusieurs ordres de grandeur par rapport à la conduction typique du diélectrique. Cette augmentation doit être prise en compte lors de la modélisation du courant de fuite du condensateur. En effet un condensateur fonctionnant sous une polarisation continue passera par cet état. De plus, cette augmentation du courant peut dans certains cas induire des problèmes de fiabilité reliés à des claquages thermiques [Alle02] [Remm03] ce qui va rendre particulièrement difficile la prédiction des durées de vie des capacités. Pour ces différentes raisons, il est important de caractériser au mieux ce phénomène.

#### V.1.3 Théorie du courant limité par charge d'espace (« spacecharge-limited current »)

Comme présenté précédemment le phénomène de dégradation de résistance est beaucoup plus visible lors d'une mesure de la densité de courant en fonction du temps sous tension négative et avec une épaisseur de diélectrique suffisante. Ainsi, dans cette partie, nous allons nous concentrer sur des mesures sous tension négative appliquées sur une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450Å. Grâce à ces mesures, la relation entre le temps du pic de courant  $\tau$  et la tension de stress appliquée pourra être établie.

Evidemment, comme pour chacune des mesures présentées jusqu'ici dans ce chapitre, chaque mesure est effectuée sur une capacité vierge n'ayant vu aucun stress électrique.

#### V.1.3.1 Dépendance de t avec la tension de stress

La figure 5.6 présente l'évolution de  $\tau$  en fonction de la tension appliquée  $V_{BIAS}$ . Deux régions peuvent être clairement identifiées :

• Pour des tensions inférieures à 10V (région A), la position du pic de courant due au phénomène de dégradation de résistance présente une dépendance linéaire avec  $|1/V_{BIAS}|$ . Cette dépendance est prédite par la théorie de courant limité par charge d'espace [Zafa98]. En effet cette théorie dit que  $\tau$  est relié à V<sub>BIAS</sub> par l'équation :

$$\boldsymbol{t} = \frac{0.78 \cdot d^2}{\boldsymbol{m} \cdot \boldsymbol{V}_{BIAS}} \tag{5.1}$$

Avec d l'épaisseur du diélectrique,  $\mu$  la mobilité des charges mobiles présentes dans le diélectrique et V<sub>BIAS</sub> la tension de stress appliquée. On peut constater dans la figure 5.6 que l'équation (5.1) ne permet pas de représenter correctement la région A Toutefois, en ajoutant une constante dans l'équation (5.1), il est possible d'extraire une mobilité constante dans toute la région A. Cette constante sera discutée plus en détail dans les lignes qui vont suivre.

Pour des tensions supérieures à 10V (région B), la dépendance linéaire n'est plus vérifiée. On peut noter que dans cette région la mobilité est bien supérieure à celle de la région A, et que manifestement cette mobilité n'est pas constante. De rapides considérations mènent au fait que : τ est obligatoirement toujours positif, τ=0s doit être atteint uniquement pour 1/V=0 et la courbe τ=f(1/V) doit être continue. L'existence de ces deux régions peut s'expliquer comme suit : Dans la région B, le fort courant de fuite induit par la tension de stress appliquée supérieure à 10V (>2MV/cm) entraine un échauffement du composant [Mart08]. La mobilité des défauts à l'origine de ce comportement doit donc augmenter avec la température et elle peut être extraite uniquement dans la région A quand la température est constante. Ainsi, la constante ajoutée à l'équation (V.1) traduit la non idéalité de l'évolution de la mobilité avec 1/V.



Figure 5.6: Dépendance de t avec |1/V<sub>BIAS</sub>| pour une MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 450Å. T=125°C.

La théorie de courant limité par charge d'espace dit que l'application d'un échelon de tension induit des variations de courant et un pic de courant si un grand nombre de charges sont disponibles au voisinage de l'électrode injectante. Notre supposition est que le phénomène de dégradation de résistance est dû à des charges ioniques qui migrent dans le diélectrique. Pour valider cette hypothèse nous nous sommes appuyés sur l'étude de Zafar [Zafa98]. En effet, en introduisant la relation d'Einstein qui relie la diffusion à la mobilité dans l'équation (5.2).

$$kT\mu = qD \tag{5.2}$$

avec k la constante de Boltzmann, q la charge de l'ion mobile et T la température. En utilisant le fait que la diffusivité D d'une charge ionique est activée thermiquement suivant l'équation :

$$D = g \exp(-\frac{E_0}{kT}) \tag{5.3}$$

avec E l'énergie d'activation. Les équations (5.2) et (5.3) induisent que  $\mu T$  doit être activé thermiquement :

$$\mu T = \frac{gq}{k} \exp(-\frac{E_0}{kT}) \tag{5.4}$$

Si le courant limité par charge d'espace est dû à des charges ioniques qui diffusent dans le diélectrique, l'équation (5.4) doit être vérifiée.

Nous avons donc étudié la dépendance de  $\tau$  pour différentes épaisseurs (200Å, 450Å et 900Å), sous différentes températures (75°C, 125°C, 150°C et 200°C) et sous trois tensions afin d'obtenir la pente de la figure 5.6 (dans la zone A). Grâce à ces résultats et à partir de l'équation (5.1), nous avons extrait  $\mu$ .

La figure 5.7 présente le graphe d'Arrhenius de  $\mu$ T. On peut observer que  $\mu$ T est effectivement activé en température avec une énergie d'activation d'environ 1eV quelque soit l'épaisseur. Les ordres de grandeur de la mobilité ( $\mu$  allant de 10<sup>-13</sup> à 10<sup>-17</sup>) sont réalistes par rapport à l'étude de Zafar [Zafa98].



Figure. 5.7: Graphe d'Arrhenius de µT et de µ pour trois épaisseurs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Cela confirme que le phénomène de dégradation de résistance peut être correctement expliqué par de la diffusion d'ions dans le diélectrique. On peut aussi observer que  $\mu$  est bien aussi activée thermiquement suivant une loi en Arrhenius. L'énergie d'activation est très proche de celle de  $\mu$ T.

## V.1.3.2 Origine physique du pic de dégradation de résistance

Comme présenté précédemment,  $\tau$  diminue lorsque la température augmente. Nous rappelons que  $\tau$  peut être de l'ordre de plusieurs mois à température ambiante et de l'ordre de la seconde à 200°C. Ces constantes de temps sont proches de celles de diffusion ionique. De plus, grâce à la relation d'Einstein, nous avons démontré que le phénomène de dégradation de résistance est dû à de la diffusion ionique. De même, d'après la théorie du courant limité par charge d'espace, ces défauts sont positionnés prés des électrodes. Ces résultats sont en parfait accord avec des caractérisations physiques effectuées sur nos composants [Delo05c]. En effet, cette étude a réussi à mettre en évidence que des lacunes d'oxygène sont présentes dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> à l'interface entre le diélectrique et les électrodes. Durant le dépôt du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> une réaction apparaît et TiO<sub>x</sub>N et Ta<sub>2</sub>O<sub>5-x</sub> sont créés. Ce type de défaut est particulièrement connu dans les diélectriques du type oxyde métallique. En particulier pour le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ce défaut a déjà été reporté [Ramp03]. De plus une énergie d'activation de l'ordre de 1eV est assez communément attribuée à la diffusion de lacunes d'oxygène.

L'origine du phénomène de dégradation de résistance étant attribué à des lacunes d'oxygène, nous allons donc proposer une explication physique quant à l'origine des larges instabilités de courant.

Les lacunes d'oxygène sont chargées positivement. Ainsi sous un champ électrique elles peuvent migrer dans le diélectrique. Nous faisons l'hypothèse que ces défauts peuvent être des chemins de conduction, ce qui veut dire que leurs positions peuvent influencer la conduction dans le diélectrique [Ries99]. L'origine du pic de courant de dégradation de résistance peut alors être expliquée : le courant mesuré aux bornes de la capacité est assisté par les lacunes d'oxygène.

• Initialement les lacunes d'oxygène sont principalement localisées dans le diélectrique près des électrodes.

- Lors de l'application de la tension aux bornes de la capacité, à t=0<sup>+</sup>, les lacunes n'ont pas le temps de bouger de leur position, menant à un courant de fuite « normal » composé du courant de charge de la capacité, du courant de polarisation et de la conduction.
- Pendant le stress électrique, les lacunes d'oxygène vont se déplacer. Pour une répartition donnée des lacunes d'oxygène dans le diélectrique le courant sera maximum (t=τ).
- Finalement les lacunes d'oxygène vont continuer à bouger dans le diélectrique jusqu'à atteindre l'électrode opposée et être accumulées à l'interface entre le diélectrique et l'électrode. Cela mène à une diminution du courant traversant le diélectrique.

Un schéma de cette conduction est illustré dans la figure 5.8.



Migration and conduction through V<sup>+</sup>

Figure 5.8: Schéma de conduction du phénomène de dégradation de résistance.

Afin de confirmer ce type de modèle de conduction, des cycles de tensions ont été effectués sur une même capacité

Tout d'abord nous avons appliqué une tension négative puis positive sur une capacité MIM à 150°C (cycle dit de configuration c1, voir le chronogramme inséré dans la figure 5.9). Ce cycle est ensuite répété plusieurs fois (c2 et c3). Dans la figure 5.9, on peut observer, que pour chaque changement de polarité de la tension, un pic de dégradation de résistance apparait. La présence d'un pic pour chaque polarité signifie qu'avant chaque changement de polarité les défauts à l'origine de ces pics ont migré vers une électrode et qu'après l'inversion elles se déplacent dans la direction opposée.

A noter, que le temps entre chaque renversement de polarité  $(t_0)$  a été choisi beaucoup plus long que  $\tau$  afin que la plupart des lacunes d'oxygène aient eu le temps de migrer d'une électrode à l'autre.



Figure 5.9: Mesure de la densité de courant aux bornes d'une capacité à 150°C pendant des cycles de tension opposés. Les courbes présentées sont celles après un cycle de configuration (c1). Notons que pour chaque courbe la référence de temps (t=0) correspond à l'inversion de polarité.

## V.2 Mesures par spectroscopie diélectrique

D'après les mesures de dégradation de résistance, nous avons montré que ce fonctionnement est particulièrement lent à l'échelle des mesures électriques typiques et des utilisations des capacités mesurées. En effet les temps les plus rapides sont de l'ordre de la seconde. Afin de caractériser ces défauts qui sont à l'origine d'instabilités de courant et analyser leur effet sur la permittivité, nous avons effectué des mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence.

Cela donnera l'opportunité de caractériser les mêmes défauts d'une façon totalement différente et de voir leur effet sur la relaxation diélectrique.

#### V.2.1 Effet de la température

Cette partie identifie l'influence de la température sur la permittivité du diélectrique. Les figures 5.10a, 5.10b et 5.11 présentent les mesures de spectroscopie diélectrique effectuées sur une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450Å MOCVD. Les résultats représentés sont la partie réelle de la permittivité  $\varepsilon$ ', les pertes diélectriques  $\varepsilon$ '' et le facteur de dissipation tan( $\delta$ ) en fonction de la fréquence.



Figure 5.10 : e' et e'' fonction de la fréquence pour différentes températures (de 25°C à 300°C par pas de 25°C)



Figure 5.11: tan(d) fonction de la fréquence pour différentes températures (de 25°C à 300°C par pas de 25°C)

La constant diélectrique  $\epsilon$ ' présente, comme déjà reporté précédemment dans le chapitre III, une large augmentation dans les basses fréquences. Cette augmentation de la

permittivité est associée à un pic de perte en partie visible sur la partie imaginaire de la permittivité  $\varepsilon$ '' figure 5.10b. Le pic (et donc l'augmentation de la permittivité) intervient dans des fréquences de plus en plus hautes lorsque l'on augmente la température de mesure. L'amplitude du pic de perte est pratiquement indépendante de la température. On peut donc dire que la température a pour unique effet le fait de décaler en fréquence les courbes  $\varepsilon'(f)$ ,  $\varepsilon''(f)$  et tan( $\delta$ )(f).

La figure 5.11 représente la tangente de l'angle de perte  $\delta$ . Il faut noter que le pic visible sur le tan( $\delta$ ) n'est pas positionné à la même fréquence que le pic visible sur  $\epsilon$ ". Néanmoins, ces pics sont tous deux dus au phénomène de relaxation diélectrique. Il peut aussi être intéressant de remarquer qu'il est possible d'extraire la fréquence du pic de relaxation à partir de la permittivité réelle en visualisant le point d'inflexion de la courbe lorsque la permittivité est tracée en échelle linéaire. Néanmoins, comme la permittivité réelle est représentée sur la figure 5.10a en échelle logarithmique cela peut perturber l'extraction de ce paramètre.

La figure 5.12 présente le graphe d'Arrhenius de la fréquence du pic visible sur le  $\tan(\delta)$ . Nous avons choisi d'extraire le pic du  $\tan(\delta)$  uniquement par commodité puisque ce pic est plus facile à obtenir à partir du  $\tan(\delta)$  qu'à partir de la partie imaginaire de la permittivité. A partir de cette figure il est possible d'extraire une énergie d'activation qui a été évaluée à 0.98eV.



Figure 5.12 : Graphique d'Arrhenius de la fréquence du pic de perte pour 450Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

## V.2.1.1 Modèle empirique

Afin de représenter la réponse diélectrique basse fréquence d'une capacité MIM  $Ta_2O_5$  450Å le plus fidèlement possible, l'association de plusieurs comportements a été nécessaire : le modèle d'Havriliak-Negami, la conduction DC et le modèle « flat loss ». Ce modèle est décrit par l'équation (5.5) :

$$\boldsymbol{e}^{*}(T) = \boldsymbol{e}_{\infty} + \frac{\boldsymbol{e}_{dc} - \boldsymbol{e}_{\infty}}{\left(1 + (i\boldsymbol{w}\boldsymbol{t}_{\boldsymbol{e}}(T))^{\boldsymbol{a}}\right)^{\boldsymbol{b}}} + \frac{\boldsymbol{s}_{dc}(T)}{i\boldsymbol{e}_{0}\boldsymbol{w}} + A(i\boldsymbol{w})^{n-1}$$
(5.5)

avec  $\varepsilon_{\infty}$  la permittivité dans les hautes fréquences (~26),  $\varepsilon_{dc}$  la permittivité dans les très basses fréquences (~1500),  $\tau_{\varepsilon}$  le temps de relaxation (à ne pas confondre avec le temps

du pic de dégradation de résistance en V.2 appelé  $\tau$ ),  $\alpha$  et  $\beta$  sont les paramètres pour affiner la largeur du pic de relaxation en terme de symétrie et d'asymétrie,  $\sigma_{dc}$  est la représentation de la conduction DC et finalement A et n sont les paramètres «flat loss ». Seul  $\tau$  et  $\sigma_{dc}$  sont dépendants de la température.  $\tau$  suit la loi d'Arrhenius avec la même énergie d'activation que celle présentée dans la première partie de ce chapitre.

La figure 5.13 présente un graphe de Cole-Cole composé de la partie réelle de la permittivité  $\varepsilon$ ' sur l'axe des abscisses et la partie imaginaire de la permittivité  $\varepsilon$ '' sur l'axe des ordonnées. Le graphe de Cole-Cole permet de visualiser rapidement les différents mécanismes qui gouvernent le diélectrique et l'identification de certains des paramètres du modèle (par exemple  $\varepsilon_8$  et  $\varepsilon_{dc}$ ).



Figure 5.13 : Graphe de Cole -Cole d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450Å MOCVD à 300°C et 0V de tension continue . En insert on retrouve un zoom du graphe de Cole -Cole avec un pic de relaxation du type Debye pure superposé (croix).

La figure 5.14 présente une comparaison entre la mesure et le modèle présenté dans l'équation (5.5).



Figure 5.14 : Comparaison entre une mesure de spectroscopie diélectrique sur une MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 450 Å à 300°C et le modèle empirique (5.5).

On peut noter le bon accord entre les deux courbes. La dépendance en température introduite sur le temps de relaxation  $\tau_{\epsilon}$  est du type Arrhenius avec une énergie d'activation de 0.98eV.

## V.2.2 Effet de l'épaisseur

Afin de continuer à étudier dans le détail la capacité à base de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nous allons maintenant étudier l'effet de l'épaisseur sur le phénomène de relaxation diélectrique. Pour cela cinq capacités présentant des épaisseurs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> différentes (200 Å, 300 Å, 450 Å,
600 Å et 900 Å) ont été mesurées grâce au spectroscope basse fréquence. On retrouve le même comportement quelque soit l'épaisseur de  $Ta_2O_5$  en basse fréquence que celui présenté précédemment (5.10 et 5.11). L'énergie d'activation de la fréquence du pic de toutes les épaisseurs est comprise entre 0.95eV et 1.05eV (Voir figure 5.15). Le fait que l'évolution soit monotone en fonction de l'épaisseur est à priori due à l'imprécision de la position du pic visualisable sur le tan( $\delta$ ).



Figure 5.15: Graphique d'Arrhenius de la fréquence du pic de perte pour cinq épaisseurs.

En partant de ces constatations, nous pouvons donc comparer les cinq épaisseurs à une même température, non pas en termes de positionnement fréquentiel, mais plutôt en terme de variation de permittivité. Pour cela, la figure 5.16 présente la densité de capacité par  $\mu$ m<sup>2</sup> et la figure 5.17 le tan( $\delta$ ) en fonction de la fréquence pour les cinq épaisseurs.



Figure 5.16 : Mesures de spectroscopie diélectrique: densité de capacité en fonction de la fréquence pour cinq épaisseurs à 300°C.



Figure 5.17: Mesures de spectroscopie diélectrique: tan@d)2 n fonction de la fréquence pour cinq épaisseurs à 300°C.

A partir de ces deux figures, plusieurs remarques peuvent être faites :

- La densité de capacité dans les moyennes fréquences (>1 kHz) dépend de l'épaisseur (on retrouve bien le fait que 450 Å mène bien à une capacité surfacique de l'ordre de 5fF/µm<sup>2</sup>)
- La densité de capacité basse fréquence (<1 Hz) est indépendante de l'épaisseur de diélectrique de la capacité.
- L'amplitude du pic du  $tan(\delta)$  est globalement indépendante de l'épaisseur de diélectrique.
- On peut observer que tan( $\delta$ ) dans les très basses fréquences (<0.1 Hz) dépend de l'épaisseur du diélectrique. On peut facilement déduire que cette contribution peut être reliée à de la conductivité DC, puisque cette forte augmentation du tan( $\delta$ ) pour le diélectrique le plus fin n'induit aucune différence de variation en fréquence de la permittivité réelle par rapport aux autres épaisseurs (On ne suit plus les relations de Kramer-Kronig). Ce résultat est cohérent puisque la conductivité (image des fuites de courant) est plus forte pour un diélectrique fin que pour un diélectrique épais.

Ces remarques mènent à la conclusion que le fonctionnement basse fréquence peut être attribué à un mécanisme de polarisation d'électrode relié à l'accumulation de charges mobiles aux électrodes. Cette accumulation est indépendante de l'épaisseur de l'échantillon; ainsi aux basses fréquences chaque échantillon présente la même valeur de capacité.

#### V.2.3 Utilisation du modèle de Maxwell-Wagner

En se basant sur l'hypothèse que la forte augmentation de permittivité dans les basses fréquences est due à une accumulation de charges mobiles, nous avons utilisé le modèle de Maxwell-Wagner (M-W). Ce modèle, déjà présenté dans le chapitre II, consiste physiquement en une capacité composée de deux diélectriques. Ces diélectriques ont chacun trois paramètres physiques les caractérisant :  $\varepsilon_i$  la permittivité,  $\sigma_i$  la conductivité et d<sub>i</sub> l'épaisseur.

L'une des capacités représente le volume du diélectrique, l'autre représente la zone où viennent s'accumuler les charges mobiles. La figure 5.14 présente la comparaison faite entre les mesures et  $\mathbf{k}$  modèle. Comme on peut l'observer, même si la correspondance n'est pas totalement parfaite, le modèle M-W correspond bien avec la mesure. En effet le modèle permet d'avoir une position fréquentielle correcte du pic de relaxation avec la mesure et les bons ordres de grandeur de la permittivité basse fréquence. Néanmoins, comme on peut le voir, en particulier sur tan( $\delta$ ), la pente de la courbe est moins forte dans le cas de la mesure que dans le cas du modèle M-W. Ce phénomène est du au fait que le modèle de Maxwell-Wagner permet de décrire un mécanisme du type Debye alors qu'en réalité la réponse n'est pas idéale (distribution des temps de relaxation). Afin d'obtenir la correspondance présentée sur la figure 5.14, il a fallu faire la supposition que la permittivité dans la zone 1 et dans la zone 2 du  $Ta_2O_5$  sont du même ordre de grandeur. Ainsi nous avons obtenu une épaisseur de couche d'accumulation de l'ordre du nanomètre (d<sub>1</sub> ~ 1nm). En partant de l'hypothèse que la couche d'accumulation est pratiquement égale à la longueur de Debye LD, l'équation (5.6) permet de calculer que la densité de charge mobile dans le diélectrique est de l'ordre de n ~  $10^{20}$  cm<sup>-3</sup>.

$$d_1 \sim LD = (\epsilon_k T/nq^2)^{1/2}$$
 (5.6)

# V.2.4 Origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences.

On vient d'identifier que les larges augmentations de permittivité visibles dans les basses fréquences sont dues à une accumulation de charges mobiles dans le diélectrique au voisinage des électrodes. De même, grâce aux mesures de spectroscopie diélectrique en température, une énergie d'activation de l'ordre de 1 eV a été obtenue.

Ces résultats sont en accord total avec ceux de la partie V.2 qui ont permis d'identifier que des lacunes d'oxygène, se déplaçant dans le diélectrique, créaient des instabilités de courant. L'origine des fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences semble donc être due à des lacunes d'oxygène s'accumulant aux électrodes.

Le fonctionnement du type Maxwell-Wagner est alors facile à comprendre : même si le spectroscope diélectrique basse fréquence ne génère qu'une tension alternative d'amplitude faible ( $V_{AC}$ ~0.1V) pour mesurer la permittivité complexe de l'échantillon, la fréquence est si basse (jusqu'à 10<sup>-2</sup> Hz) et la température si haute (300°C) que les lacunes d'oxygène se déplacent d'une électrode à l'autre dans un temps bien inférieur à une demipériode. Ainsi pendant le reste de la demi-période (300°C et  $V_{DC}$ =0.1V sur une capacité de 450 Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, le temps de déplacement des lacunes a été évalué de l'ordre de 0.5s), les lacunes seront accumulées et bloquées à une électrode, permettant leur caractérisation. Les lacunes resteront dans la même position jusqu'à ce que le champ dans le diélectrique soit inversé, où elles partiront s'accumuler à l'autre électrode. Cela permet de comprendre pourquoi le modèle de Maxwell-Wagner qui est un modèle statique, peut correctement représenter des mesures de spectroscopie diélectrique basses fréquences.

Cette explication est en accord avec le schéma proposé précédemment dans ce chapitre (V.1.3.2).

La densité de charges mobiles dans le diélectrique calculée précédemment peut être comparée à la densité d'atomes d'oxygène dans du  $Ta_2O_5$  pur qui est de l'ordre de  $4.10^{22}$  cm<sup>-3</sup>. Autrement dit, la quantité de lacunes d'oxygène dans notre film de  $Ta_2O_5$  est de l'ordre de 2000ppm. Cette quantité est particulièrement faible et explique en partie la difficulté à mettre en évidence par des analyses physico-chimiques la présence de ces lacunes.

#### V.3 Mesure des instabilités de courant avec un capacimètre

Les mesures de spectroscopie diélectrique ont toutes été réalisées sous tension continue nulle et uniquement avec un champ électrique alternatif utile à la mesure. Inversement les mesures de courant en fonction du temps sont effectuées sous tension continue différente de zéro et sans tension alternative.

Certains spectroscopes diélectriques basse fréquence (<1Hz) permettent d'appliquer une tension continue pendant la mesure. Malheureusement, durant la thèse, nous n'avons pas eu accès à de tels appareils de mesure.

Néanmoins, nous avons pu effectuer des mesures d'instabilités de courant avec un capacimètre HP4284A. En effet lorsque les fuites en courant sont importantes, la conductivité  $\sigma$  apparait dans la mesure des pertes diélectriques, généralement données par le capacimètre sous la forme de la conductance G (en Siemens). De plus, pour identifier si la conductance est bien due à la conductivité il suffit de vérifier si G en fonction de la fréquence est constant. Grâce à un balayage en fréquence pendant l'application de la tension constante, il est possible d'étudier les variations de permittivité en même temps que les variations de courant en fonction du temps.

En utilisant un programme d'interfaçage du HP4284A développé par STMicroelectronics, nous avons lancé en boucle la mesure de capacité et de conductivité à plusieurs fréquences (31 fréquences réparties de façon logarithmique allant de 100kHz jusqu'à 20Hz). Pour chaque point de mesure à une fréquence donnée, le temps par rapport au premier point est enregistré ainsi que la capacité et la conductivité. Ainsi il est possible d'obtenir la capacité et la conductivité en fonction du temps et de la fréquence.

Afin de limiter le nombre des mesures, un temps d'attente a été ajouté entre deux boucles de mesure. Ce temps est calculé afin d'avoir au final un nombre constant de points par décade de temps. Evidemment, pendant ce temps d'attente la tension continue est toujours maintenue appliquée sur la capacité. La figure 5.18 représente un chronogramme de la séquence de mesure.



Figure 5.18 : Représentation de la séquence de mesure de capacité et conductance au cours du temps.

Au bout d'un temps  $t_{max}$  défini par l'utilisateur la mesure s'arrête. On obtient donc n mesures. Il est alors possible de tracer une représentation à trois dimensions dans laquelle l'axe des x est le logarithme du temps, l'axe des y est le logarithme de la fréquence et l'axe des z est la valeur de la permittivité réelle  $\varepsilon$ ' atteinte au cours de la mesure.

Le comportement en terme de permittivité en fonction de la fréquence ou du temps d'une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450 Å à 125°C et 2.5V pendant 46800 secondes (13 heures) est représenté dans la figure 5.19. 92 mesures ont été réalisées. On retrouve dans la figure 5.20 la représentation tridimensionnelle de la permittivité en fonction du temps et de la fréquence.



Figure 5.19 : Variations de la permittivité en fonction du temps ou de la fréquence.



Figure 5.20 : Variations de la permittivité en fonction du temps et de la fréquence.

On peut observer sur ces figures que la permittivité basse fréquence présente au cours du temps une forte augmentation. Cette augmentation intervient en même temps que l'augmentation du courant traversant la capacité. Pour identifier cela on a aussi tracé la figure 5.21, où on retrouve la conductance G en Siemens, obtenue lors de la même mesure. Elle est tracée dans le même repère tridimensionnel que la figure 5.19 mis a part que l'axe z est le logarithme de la conductance. Afin de comprendre plus facilement le comportement de la conductance en fonction de la fréquence ou du temps, la figure 5.22 a été ajoutée.

Le comportement en terme de conductance en fonction de la fréquence ou du temps lors de la même mesure que dans les figures 5.19 et 5.20 est représenté dans la figure 5.21. On retrouve dans la figure 5.22 la représentation tridimensionnelle de la conductance en fonction du temps et de la fréquence.



Figure 5.21 : Variations de la conductance en fonction du temps ou de la fréquence.



Figure 5.22 : Variations de la conductance en fonction du temps et de la fréquence.

La courbe de la conductance en fonction du temps et de la fréquence peut être vue comme une demi-selle de cheval. Dans les basses fréquences on peut observer un pic de conductance au cours de la sollicitation électrique. Dans les hautes fréquences le pic est beaucoup plus écrasé.

Afin d'identifier chacune des contributions observées sur ces figures, nous allons rechercher la dépendance de la conductance en fonction de la conductivité et des pertes diélectriques.

L'équation de Maxwell (1) définit la densité de courant comme étant le courant de fuite traversant le diélectrique (représenté par la conductivité  $\sigma$  et exprimée en  $\Omega^{-1}$ cm<sup>-1</sup>) et du courant de déplacement (qui est la dérivée de la densité de charge totale en fonction du temps).

$$J(t) = \mathbf{s} \cdot E + \frac{\partial D}{\partial t}$$
(5.7)

Avec J en A/cm<sup>2</sup>,  $\sigma$  en  $\Omega^{-1}$ cm<sup>-1</sup> et E en V/cm.

En appliquant la transformée de Fourier sur l'équation (5.7) afin d'obtenir la même équation dans le domaine fréquentiel on trouve :

$$J(\mathbf{w}) = \mathbf{s} \cdot E(\mathbf{w}) + i \cdot \mathbf{w} \cdot D(\mathbf{w}) \tag{5.8}$$

Grâce à l'équation (1.7) donnée dans le chapitre 1, on obtient :

$$J(\mathbf{w}) = \mathbf{s} \cdot E(\mathbf{w}) + i \cdot \mathbf{w} \cdot (\mathbf{e}' - i \cdot \mathbf{e}'') E(\mathbf{w})$$
(5.9)

En identifiant partie réelle et partie imaginaire de  $J(\omega)$  on obtient :

$$J(w) = (s + w.e'').E(w) + i.w.e'.E(w)$$
(5.10)

On retrouve bien la partie réelle de cette équation qui correspond aux pertes diélectriques et à la conductivité.

On a aussi :

$$J = \frac{d}{S}.G.E\tag{5.11}$$

avec d l'épaisseur du diélectrique et S la surface de la capacité. On peut alors facilement trouver que la conductance dépend de la conductivité et des pertes diélectriques.

$$G(\mathbf{w}) = \frac{S}{d} \cdot (\mathbf{s} + \mathbf{w} \cdot \mathbf{e}^{"})$$
(5.12)

On peut remarquer dans cette équation que lorsque la conductivité est non nulle, la contribution des pertes diélectriques intervient plutôt dans les hautes fréquences.

A partir de la conductance G mesurée dans les basses fréquences le courant traversant le diélectrique peut donc être recalculé et comparé au courant mesuré sous les mêmes conditions. On peut voir cette comparaison dans la figure 5.23.



Figure 5.23 : Comparaison entre les instabilités de courant mesurées directement avec un HP4156 et celles extraites de la mesure réalisée avec un HP4284A.

On a une excellente correspondance entre les deux résultats. Cela confirme bien que l'on peut mesurer les instabilités de courant au travers d'une capacité en utilisant un capacimètre LCR-Meter. Les légères différences visibles entre les deux courbes viennent du fait que la mesure n'a pas été réalisée exactement sur la même capacité.

Maintenant que l'on a bien identifié le fait que le pic observé sur la conductivité est bien le pic de courant de dégradation de résistance présenté en début de ce chapitre, nous pouvons discuter de l'origine du pic de permittivité en fonction du temps observé sur la figure 5.19.

Avant tout on peut remarquer que le pic du courant et le pic de permittivité ne sont pas parfaitement superposés (pic de courant à 2600s et pic de permittivité à 10000s).

Pour l'instant l'origine de ce comportement reste incertaine. En effet, il est impossible de dire si l'augmentation de permittivité est due à un déplacement fréquentiel du pic de perte des lacunes d'oxygène vers les hautes fréquences, à une augmentation de l'amplitude de ce pic de perte ou bien à un tout autre phénomène physique qui apparaît pendant la sollicitation électrique.

Notons quand même le modèle de Maxwell-Wagner-Sillars [Sill37] que nous avons rapidement présenté dans le chapitre II. En effet, on pourrait supposer que lors de la contrainte électrique les lacunes se déplacent dans le diélectrique et étant réparties au sein du diélectrique, elles induisent un comportement de Maxwell-Wagner-Sillars. Lorsque les lacunes atteignent l'électrode opposée, elles s'y accumulent et forment alors une couche, c'est pour cela que l'on obtient un comportement de Maxwell-Wagner.

La mesure avec un HP4156 permet d'atteindre des temps de mesure bien plus courts et des sensibilités de mesure de courant bien meilleures que lors de la mesure avec un HP4284A. Toutefois, la méthode de mesure avec un capacimètre permet de suivre les instabilités de courant tout en observant les variations de permittivité. Cela peut fournir des informations intéressantes sur le comportement du diélectrique durant l'application d'un champ électrique. Ce type de mesure peut théoriquement être réalisé avec un spectroscope diélectrique qui permettrait de mesurer les variations de permittivité à des fréquences plus basses. Malheureusement, nous n'avons pas eu l'opportunité de réaliser cette mesure sur ce type d'appareil.

#### V.4 Mesures TSDC

Les techniques de mesure basées sur la stimulation thermique de courant permettent de caractériser assez simplement les défauts présents dans le diélectrique.

La mesure de TSDC a été préférée à celle de TSC afin de s'affranchir des courants de fuites présents dans le  $Ta_2O_5$ .

#### V.4.1 Description de la séquence de mesure

Afin de réaliser la mesure du spectre de TSDC, une capacité a été polarisée pendant dix minutes à  $250^{\circ}$ C sous +1V et une autre sous -1V. Après ce temps d'attente, la température de l'échantillon a été diminuée jusqu'à atteindre  $20^{\circ}$ C tout en laissant la polarisation sur la capacité. Puis alors que la tension aux bornes de la capacité était forcée à 0V une rampe de température de  $0.5^{\circ}$ C/s était appliquée à l'échantillon. Le courant est alors mesuré en fonction de la température ce qui permet d'obtenir les deux spectres TSDC de la figure 5.24.



Figure 5.24: Mesures de TSDC effectuées sur une capacité MIM Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de 450 Å sous stress positif et stress négatif.

Il est important de noter que pour chacune des deux mesures une capacité vierge de tout stress électrique a été utilisée. D'autre vitesse de montée en température ont été testé, on obtient toujours un pic localisé à la même température. La rampe en température étant relativement importante l'erreur entre la température de la mesure et la température réelle de l'échantillon a été jugé inférieure à 3°C.

#### V.4.2 Discussion des résultats obtenus

La figure 5.24 présente le spectre TSDC pour une capacité MIM  $Ta_2O_5$  450Å. On peut remarquer qu'un pic de courant est visible pour les deux polarisations aux alentours de 390K. De plus, l'amplitude du pic de courant du spectre TSDC après une sollicitation électrique négative est supérieure à celle obtenue après une sollicitation positive.

La température du pic de courant du spectre permet de calculer l'énergie d'activation des pièges à l'origine de ce pic. En utilisant le formule Ea=23kT nous obtenons Ea~0.8eV.

Des résultats similaires ont été reportés dans du  $Ta_2O_5$  par Lau [Lau06]. Dans son étude il propose que le défaut, à l'origine de ce pic de TSDC, soit le premier niveau d'ionisation des lacunes d'oxygène présentes dans le diélectrique.

Il faut noter que le fait d'obtenir une énergie différente de celle extraite à partir des mesures de dégradation de résistance et de spectroscopie diélectrique, n'est pas surprenante. En effet, dans le cas de la TSDC nous avons caractérisé la profondeur des pièges alors que dans les autres cas nous avions caractérisé leur mobilité.

Le fait d'avoir une amplitude du pic après un stress négatif supérieure à celle après un stress positif, peut être assez facilement expliqué : brsque le processus de dépôt de la capacité est fini, on sait qu'il y a plus de lacunes d'oxygène près de l'électrode inférieure que près de l'électrode supérieure. Cette différence est simplement due au fait que l'interface TiN/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> inférieure voit un budget thermique supérieur à celle de l'interface supérieure. Ainsi la réaction entre le TiN et le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est probablement plus importante à l'interface inférieure qu'à l'interface supérieure. Cela peut expliquer les dissymétries identifiées sur les caractéristique courant-tension.

## V.5 Conclusion

Dans ce chapitre trois types d'analyses électriques ont été menés sur une capacité MIM  $Ta_2O_5$  afin de caractériser les défauts présents dans ce diélectrique. La première s'est concentrée sur l'étude de l'origine des instabilités de courant dans ce composant. La seconde s'est focalisée sur l'étude de l'origine des fortes augmentations de permittivité apparente dans les basses fréquences et hautes températures. Ces deux analyses ont mis chacune en évidence une énergie d'activation des pièges de l'ordre de 1eV. De plus elles nous ont permis de conclure que ces pièges étaient des charges, qui sous l'action d'un champ, se déplaçaient dans le diélectrique. Ces charges étaient d'origine ionique.

Une mesure de courant originale basée sur l'utilisation d'un capacimètre a été présentée et a permis de mettre en évidence un nouveau comportement de la permittivité réelle lors de la sollicitation électrique.

Finalement, des spectres TSDC réalisés sur un empilement MIM  $Ta_2O_5$  ont permis de montrer, en accord avec la littérature, la présence de lacunes d'oxygène dans le diélectrique.

Durant une précédente étude [Delo05c], E. Deloffre a mis en évidence grâce à des analyses physico-chimiques le fait que des lacunes d'oxygène étaient présentes dans notre  $Ta_2O_5$  près des électrodes supérieure et inférieure de la capacité.

C'est donc en accord avec cette étude physico-chimique et les trois analyses effectuées précédemment que nous pouvons conclure que les lacunes d'oxygène présentes dans le  $Ta_2O_5$  sont à l'origine de phénomènes électriques, tels que des instabilités de courant et des larges augmentations de permittivité apparente dans les basses fréquences.

Enfin un schéma expliquant à la fois les instabilités de courant et l'augmentation de permittivité a été proposé. Ce schéma, particulièrement simple, a été proposé pour la première fois pour expliquer les instabilités de courant.

Grâce à l'introduction du modèle de Maxwell-Wagner une évaluation de la quantité de lacunes présente dans le  $Ta_2O_5$  a été faite. La proportion de lacunes d'oxygène par rapport au  $Ta_2O_5$  dans une MIM d'épaisseur 450Å MOCVD a été évaluée à environ 2000ppm.

## **CHAPITRE VI - Suppression des instabilités de courant**

Dans le chapitre précédent, nous avons montré que les instabilités de courant et les fortes augmentations de permittivité dans les basses fréquences dans le  $Ta_2O_5$  sont dues à des ions mobiles se déplaçant dans le diélectrique. D'après les énergies d'activation de ces phénomènes et en accord avec des caractérisations physico-chimiques, nous avons considéré que la nature de ces ions correspond à des lacunes d'oxygène créées lors du dépôt du  $Ta_2O_5$  sur le TiN (électrode inférieure) et du TiN sur le  $Ta_2O_5$  (électrode supérieure).

Afin d'améliorer les performances de notre composant, et plus particulièrement limiter au maximum les instabilités de courant, nous allons présenter dans ce chapitre deux approches : la première consiste à réaliser des capacités composées de plusieurs diélectriques, en introduisant un diélectrique plus stable que le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> entre ce dernier et les électrodes pour empêcher la formation de lacunes d'oxygène. La seconde est d'introduire un « nouveau » diélectrique pour remplacer le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Toutes les capacités seront déposées en planaire avec une densité surfacique visée de 4fF/µm<sup>2</sup> en utilisant des couches déposées par PEALD. Cette technique nous permet d'avoir un très bon contrôle de l'épaisseur de diélectrique déposé sur toute la surface de la plaque de silicium quelle que soit la topologie considérée (même au fond d'une tranchée). Il est alors possible d'effectuer le dépôt dans des architectures de capacité à trois dimensions. Ainsi il sera possible, une fois qu'une capacité de 4fF/µm<sup>2</sup> présentant de bonnes performances électriques sera obtenue, de l'intégrer dans une architecture à trois dimensions et d'atteindre une capacité surfacique d'au moins 10fF/µm<sup>2</sup>. Ce chapitre va nous permettre de présenter les résultats de ces différents dépôts.

### VI.1 Première solution proposée : le dépôt de stacks

Le dépôt d'une capacité composée de plusieurs diélectriques est communément appelé « stack ». La réalisation de stacks a pour but d'atteindre des performances électriques intéressantes en terme de courant de fuite, linéarité en tension...

Les premiers stacks sont apparus au niveau de la grille d'un transistor MOS afin de réduire les fuites de celle-ci tout en gardant une capacité MOS importante. Ces stacks sont donc généralement composés de l'oxyde de silicium thermique, qui permet de garder une excellente interface avec le silicium, sur lequel on va déposer un diélectrique de plus forte permittivité du type ( $AbO_3$ ,  $Ta_2O_5$ ,  $HfO_2...$ ). Cette démarche peut-être bien sûr appliquée à des capacités MIM afin de réduire leurs courants de fuite.

Le dépôt de deux diélectriques dans la même capacité peut aussi permettre de réduire voire annuler les non-linéarités en tension de la capacité totale (en déposant par exemple deux diélectriques ayant des non-linéarités de signe opposé). La majorité des diélectriques amorphes intégrés en microélectronique (Si<sub>b</sub>N<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>...) présente un coefficient de non-linéarité C<sub>2</sub> positif. Le SiO<sub>2</sub>, diélectrique le plus utilisé en microélectronique, est l'un des rares diélectriques disponible ayant un coefficient C<sub>2</sub> négatif.

Dans notre cas, nous avons vu que les lacunes d'oxygène sont à l'origine d'instabilités de courant dans nos capacités MIM à base de  $Ta_2O_5$ . Pour réduire ces instabilités de courant la solution de déposer des stacks s'est imposée d'elle-même. En effet, puisque le  $Ta_2O_5$  réagit avec le TiN et crée des lacunes d'oxygène, dans un premier temps nous allons déposer, entre les électrodes et le  $Ta_2O_5$ , un second diélectrique sensé moins réagir avec le TiN.

En particulier deux diélectriques ont été introduits entre le  $Ta_2O_5$  et le TiN : l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et l'oxyde d'hafnium (HfO<sub>2</sub>). Les parties suivantes vont décrire les performances de chacun de ces empilements.

#### VI.1.1 Les stacks à base de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### VI.1.1.1 Description des dépôts

Le choix de déposer de l'alumine entre le  $Ta_2O_5$  et l'électrode de TiN est du à plusieurs raisons :

- > L'alumine est chimiquement plus inerte que le  $Ta_2O_5$ .
- Elle est connue pour avoir une très bonne stabilité avec des électrodes TiN [Lim01].
- Elle a une largeur de bande interdite importante (~8eV) et suit généralement une conduction du type Fowler-Nordheim [Oh89].

L'alumine présente cependant quelques désavantages :

- > Sa permittivité est assez faible au regard de celle du  $Ta_2O_5$  (~8 au lieu de ~25).
- Elle présente de fortes non-linéarités en tension (voir la partie traitant des non-linéarités en tension dans le chapitre I).

Grâce à la bonne stabilité de l'alumine avec les électrodes TiN, nous pouvons supposer que le dépôt de l'alumine sur le TiN (électrode inférieure) ou inversement (électrode supérieure) ne devrait pas créer un nombre de lacune s équivalent à celui présent dans le cas où le  $Ta_2O_5$  est déposé directement sur le TiN. De même pour le dépôt de l'oxyde de tantale sur l'alumine et inversement.

Plusieurs types de d'échantillons ont été déposés avec trois épaisseurs d'alumine (30 Å, 50 Å, 70 Å). Pour une épaisseur de 30 Å d'alumine intercalée entre le TiN et l'oxyde de tantale, un comportement dégradé en termes de courant de fuite a été observé. On obtenait des courants de fuites bien supérieurs à ceux d'une capacité  $Ta_2O_5$  pure. Quant à l'épaisseur de 70 Å, le comportement électrique général se rapprochait beaucoup trop de celui de l'alumine. Un compromis a donc été trouvé pour une épaisseur d'alumine de 50 Å. Cette épaisseur d'alumine permet d'obtenir des performances en terme de constante diélectrique globale, tension de claquage, linéarité en tension proches de celles des capacités à base de  $Ta_2O_5$ .

Nous allons donc dans la suite de cette étude présenter des résultats de stacks d'oxyde de tantale et d'alumine d'épaisseur 50 Å. L'épaisseur de  $Ta_2O_5$  est choisie pour obtenir des densités de capacité surfacique de l'ordre de 4fF/µm<sup>2</sup> en partant du principe que l'oxyde de tantale a une permittivité de 25 et l'alumine une permittivité de 8. Plusieurs combinaisons ont été élaborées. Elles sont décrites dans le tableau 6.1 qui fournit également quelques performances électriques.

	 C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	C <sub>2</sub> (ppm/V <sup>2</sup> )	V <sub>BD</sub> (V)
<b>Echantillon 1</b> TiN/Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /TiN 565 Å	3.99	50	~30
<b>Echantillon 2</b> TiN/Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /A½O <sub>3</sub> /TiN 420Å / 50Å	3.94	100	~30
Echantillon 3 TiN/AbO3/Ta2O5/AbO3/ TiN 50Å/ 280Å / 50Å	3.84	200	~27

Tableau 6.1 : Caractéristiques électrique des différents stacks à 25°C (Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> signifie
que l'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> est déposée sur le Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )

L'échantillon 1 est une capacité MIM composée uniquement de 565 Å de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Il servira de référence.

L'échantillon 2 est un stack composé d'une couche d'alumine déposée sur du  $Ta_2O_5$  afin d'améliorer l'interface avec l'électrode supérieure.

L'échantillon 3 est un stack composé d'une couche d'alumine de part et d'autre du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> afin d'améliorer l'interface avec les électrodes supérieure et inférieure.

Les résultats électriques présentés dans le tableau 6.1 (densité de capacité, linéarité en tension et tension de claquage) ont été obtenus sur des capacités vierges de tout stress électrique à 25°C. Chaque configuration de stack a été déposée sur trois plaques de silicium. Aucun problème de répétitivité n'a été observé pendant les mesures électriques.

On peut observer que les densités de capacité  $C_0$  sont proches de la valeur visée de 4fF/µm<sup>2</sup>. De même, toutes les tensions de claquage sont supérieures à 25V à 25°C, ce qui est une bonne indication quant à leur fiabilité future. On peut remarquer aussi que le paramètre  $C_2$ , représentatif des non-linéarités en tension de la capacité, augmente plus la part d'alumine dans la capacité est importante. Ce résultat était prévisible, car comme nous avons pu le présenter dans le chapitre I, l'alumine est moins linéaire que l'oxyde de tantale. Une linéarité en tension de 200ppm/V<sup>2</sup> peut dégrader les performances d'applications particulièrement sensibles. Néanmoins, ce niveau de linéarité est acceptable pour la plupart des applications analogique/RF (Radiofréquence).

#### VI.1.1.2 Mesure de stabilité de courant

La figure 6.1 présente la dépendance du courant de fuite parcourant les trois échantillons en fonction du temps à  $125^{\circ}$ C sous +5V et -5V.



Figure 6.1 : Densité de courant de fuite traversant les différents échantillons en fonction du temps à 125°C et +5V/-5V.

L'échantillon 1 (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pure) présente de larges instabilités de courant aussi bien pour des tensions positives que pour des tensions négatives. Pour les deux polarités de tension, un pic de courant est observable aux alentours de 100 secondes avec une amplitude proche de  $10mA/cm^2$ .

L'échantillon 2 (deux diélectriques avec l'alumine sous l'électrode supérieure) donne des résultats intermédiaires car asymétriques. En effet, comme le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est déposé sur l'électrode inférieure, des lacunes d'oxygène peuvent être localisées à l'interface entre cette électrode et le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Pendant le stress électrique sous tension négative, ces lacunes étant chargées positivement vont migrer vers l'électrode supérieure, donnant lieu un large pic de courant. Par contre, lorsque le champ électrique est positif les lacunes présentes dans le diélectrique sont toutes attirées vers l'électrode inférieure. Les lacunes d'oxygène présentent à l'électrode inférieure ne bougent pas et comme moins de lacunes sont créées à l'électrode supérieure grâce au dépôt de la couche de 50 Å d'alumine, les instabilités de courant sont fortement réduites. Cette asymétrie confirme le schéma de conduction précédemment proposé au chapitre V (figure 5.8).

L'échantillon 3 (avec de l'alumine déposéede chaque côté de l'oxyde de tantale) présente par rapport à l'échantillon 1 une très forte diminution des instabilités de courant pour les deux polarités. Pour la tension positive, le courant décroit continument en suivant une loi en puissance du type Curie-Von Schweidler (J~t<sup>n</sup>) qui est associé au phénomène de courant de polarisation. Ce type de réponse en courant atteste que le « vrai » courant de fuite (ou courant de conduction) est négligeable en comparaison du courant de polarisation. En effet, un courant de conduction d'environ 100nA/cm<sup>2</sup> est atteint après 100s quand le courant de fuite devient plus ou moins indépendant du temps. Pour une tension de stress négative un léger pic de courant apparaît. Cela voudrait dire qu'une faible quantité de lacunes d'oxygène est encore présente dans le diélectrique et plutôt située près de l'électrode inférieure. Néanmoins l'intensité du pic est bien inférieure à celle d'une capacité MIM composée uniquement de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pur (environ trois décades de différence).

Le comportement en température est très proche de celui présenté au chapitre V sur le  $Ta_2O_5$  pur (figure 5.2 et figure 5.3). En effet, le fait d'augmenter la température induit une augmentation de l'amplitude des instabilités du courant de fuite. Ces instabilités du courant de fuite vont également intervenir plus vite avec cette augmentation de température.

Pour conclure la partie sur les mesures de stabilité du courant de fuite traversant les trois échantillons, on voit bien que l'introduction d'une fine couche d'alumine entre l'électrode de TiN et le  $Ta_2O_5$  permet de considérablement réduire l'amplitude des instabilités de courant et donc de réduire d'autant les pertes de puissance dans ce composant, tout en gardant des performances analogiques proches du  $Ta_2O_5$ .

#### VI.1.1.3 Mesure de spectroscopie diélectrique basse fréquence

Comme dans le chapitre précédent nous avons effectué des mesures de spectroscopie diélectrique sur les différents échantillons. Trois résultats sont donnés pour chaque échantillon en fonction de la température :

- la permittivité réelle ε' globale calculée à partir de la capacité mesurée directement par le spectroscope et en connaissant l'épaisseur déposée cumulée des diélectriques.
- > la permittivité imaginaire  $\varepsilon$ '' globale calculée à partir de la permittivité réelle globale et du tan( $\delta$ ) global mesuré.
- $\succ$  tan( $\delta$ ) global mesuré directement par le spectroscope

Les figures 6.2 et 6.3 présentent les résultats de l'échantillon 2.

Les figures 6.4 et 6.5 présentent les résultats de l'échantillon 3.

L'échantillon 1 présente les mêmes résultats que le  $Ta_2O_5$  présenté dans les figures 5.2 et 5.3.



Figure 6.2 : Echantillon 2 : e' et e'' en fonction de la fréquence pour différentes températures.



Figure 6.3 : Echantillon 2 : tan(d) en fonction de la fréquence pour différentes températures.



Figure 6.4 : Echantillon 3 : e' et e'' en fonction de la fréquence pour différentes températures.



Figure 6.5 : Echantillon 3 : tan(d) en fonction de la fréquence pour différentes températures.

On peut observer sur ces courbes plusieurs points particulièrement intéressants :

- > Le fait d'avoir diminué fortement les courants de fuite dans les échantillons (diminution de la conductivité  $\sigma$ ) permet de visualiser plus facilement le pic de perte sur  $\epsilon$ '' en fonction de la fréquence.
- ➢ On retrouve comme dans le cas du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pur un pic de relaxation. Cependant ce pic apparaît dans des fréquences supérieures et des amplitudes inférieures par rapport au Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pur. En fait, plus le ratio des épaisseurs d'Al₂O<sub>3</sub> et de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> augmente et plus l'amplitude du pic de relaxation diminue.
- Comparativement aux mesures de spectroscopie diélectrique du Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pur, on voit clairement qu'un deuxième pic de relaxation se profile aux très basses fréquences et à haute température.

Le décalage en fréquence du pic de pertes est uniquement dû au fait que le dépôt des plaques a été particulièrement simplifié par rapport aux plaques étudiées dans le chapitre V. En effet, l'empilement capacitif est déposé directement sur le silicium, puis une gravure de l'électrode supérieure est réalisée. Du fait du peu d'opérations à réaliser, ce type de dépôt permet d'obtenir des composants fonctionnels très rapidement. Pour venir tester ces capacités il suffit alors de poser une pointe sur l'électrode supérieure et une autre sur l'électrode inférieure.

Toutefois plusieurs points doivent être soulignés :

- Puisqu'elles ne sont pas encapsulées, ces capacités risquent de se détériorer rapidement au contact de l'air.
- Aucun recuit final (généralement obligatoire en microélectronique) ne peut être réalisé. Pour le diélectrique, le fait qu'il ne soit pas recuit, a, comme sa température de dépôt, pour principal effet de décaler la fréquence du pic de relaxation (voir chapitre III).

L'énergie d'activation de ce pic (figure 6.6) aussi bien pour l'échantillon 2 que pour l'échantillon 3 est équivalente à celle observée lors de la mesure du  $Ta_2O_5$  pur.



Figure 6.6 : Echantillon 2 et 3. Graphique d'Arrhenius de la fréquence du premier pic visible sur les pertes diélectriques **e**".

Ces résultats montrent que les échantillons 2 et 3 contiennent encore des lacunes d'oxygène mais leur quantité est plus faible. En utilisant le modèle de Maxwell-Wagner et en faisant les mêmes hypothèses que dans le chapitre V, nous avons pu estimer que l'échantillon 2 comporte environ 2.5 fois moins et l'échantillon 3 environ 7 fois moins de lacunes d'oxygène que le  $Ta_2O_5$  pur.

Le fait qu'un second pic de relaxation se profile dans les très basses fréquences et haute température est facilement observable sur la mesure de la permittivité réelle  $\varepsilon$ '. Par exemple sur l'échantillon 2 à 300°C,  $\varepsilon$ ' augmente à nouveau progressivement à partir de 1Hz pour atteindre  $\varepsilon'(10^{-2}\text{Hz})/\varepsilon'(1\text{Hz})\sim4$  à 300°C. On peut aussi observer sur tan( $\delta$ ) à 300°C une saturation autour de  $10^{-2}\text{Hz}$  qui, bien qu'aucune descente ne soit deservée, laisse supposer l'existence d' un pic. Ces deux constatations permettent de certifier qu'un deuxième phénomène de relaxation est présent.

L'origine de ce deuxième pic est particulièrement difficile à déterminer. Néanmoins, deux hypothèses peuvent être avancées. L'une d'entre elles est probablement la cause de ce deuxième pic.

La première hypothèse est que les lacunes se déplaçant dans le diélectrique vont probablement avoir une mobilité différente dans les deux diélectriques. La mobilité de ces lacunes dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a été déterminée (cf. chapitre V). Celle de l'alumine par contre est moins connue. L'alumine étant chimiquement inerte et beaucoup plus stable que l'oxyde de tantale, la mobilité dans l'alumine est certainement beaucoup faible que celle dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Ces deux mobilités, si elles sont très différentes ( $\mu_{Ta2O5} >> \mu_{A12O3}$ ), vont induire deux pics de relaxation distincts.

Pour comprendre physiquement ce qu'il peut se passer dans le diélectrique on peut suivre la progression de lacunes dans le diélectrique de l'échantillon 2 (voir figure 6.7).



Figure 6.7 : Echantillon 2 Présentation de la position supposée (trait en pointillé) des lacunes d'oxygène dans le diélectrique pendant le stress électrique : a) pour une fréquence de 100Hz et b) pour une fréquence de 10<sup>-2</sup>Hz à une température de 300°C

Lorsque le champ est appliqué les lacunes se déplacent avec une vitesse qui dépend du champ appliqué sur l'échantillon.

Pour une fréquence de 100Hz et à 300°C, les lacunes d'oxygène ont juste le temps de parcourir le diélectrique de l'interface  $TiN/Ta_2O_5$  inférieure jusqu'à l'interface  $Ta_2O_5/Ab_2O_3$ . La permittivité est donc à ce moment là la somme des contributions des polarisations habituelles (électroniques...) et de l'accumulation des lacunes à l'interface alumine/  $Ta_2O_5$ .

Pour une fréquence de  $10^{-2}$ Hz, le temps de parcourts des lacunes d'oxygène dans le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> est très négligeable par rapport à une demi-période. Dans l'alumine les lacunes d'oxygène ont le temps de parcourir le diélectrique de l'interface Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jusqu'à l'interface Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiN du haut. La permittivité est donc à ce moment là l'addition des deux contributions.

La deuxième hypothèse est basée sur le modèle de Maxwell-Wagner présenté dans le chapitre II. Ce modèle dit que le fait d'avoir deux diélectriques ayant des permittivités et conductivités différentes pris en sandwich entre deux électrodes, fait apparaître un comportement du type Debye d'amplitude et de fréquence dépendant des paramètres de la double capacité. Autrement dit, dans le cas où on dépose un stack, on aura toujours une relaxation diélectrique du type Debye. La fréquence d'apparition de ce phénomène étant reliée à la fois aux permittivités, aux épaisseurs et aux conductivités des diélectriques, dans le meilleur des cas cette relaxation peut intervenir dans des fréquences extrêmement basses et donc n'induire aucune perturbation. Dans ce cas, l'apparition de deux pics de relaxation diélectrique serait donc dû dans un premier temps aux lacunes d'oxygène et dans un deuxième temps au fait que deux diélectriques de permittivités, conductivités et épaisseurs différentes sont en présence. Nous serions alors en présence d'un modèle de Maxwell-Wagner à trois diélectriques : Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5-x</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cette explication n'a pas pu pour l'instant être vérifiée physiquement.

#### VI.1.2 Les stacks à base de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et HfO<sub>2</sub>

#### VI.1.2.1 Description des dépôts

Le choix de déposer le diélectrique  $HfO_2$  a été dicté par le fait que ce matériau est l'un des seuls diélectriques facilement intégrable en microélectronique présentant une permittivité relativement élevée (~20). Ce diélectrique est connu en microélectronique depuis de nombreuses années et est désormais utilisé comme oxyde de grille (exemple d'Intel en technologie 45nm). Néanmoins, un diélectrique qui peut satisfaire à des applications du type oxyde de grille et/ou capacité DRAM, ne va pas forcément convenir pour une utilisation dans une MIM (épaisseurs différentes, densité de courant de fuites acceptables en DRAM mais pas pour des MIM...).

Le même raisonnement que pour les stacks  $Ta_2O_5$  et  $Al_2O_3$  a été appliqué pour ces dépôts. Le choix a été fait de présenter des stacks ayant une épaisseur de HfO<sub>2</sub> de 50 Å (tableau 6.2).

Tableau 6.2 : Caractéristiques électriques des différents stacks à 25°C (Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /HfO <sub>2</sub> signifie
que le HfO <sub>2</sub> est déposé sur le Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )

	C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	C <sub>2</sub> (ppm/V <sup>2</sup> )	V <sub>BD</sub> (V)
<b>Echantillon 1</b> TiN/Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /TiN 565 Å	3.99	50	~30
Echantillon 4 TiN/Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /HfO <sub>2</sub> /TiN 500Å / 50Å	4.12	44	~25
Echantillon 5 TiN/HfO <sub>2</sub> /Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /HfO <sub>2</sub> /TiN 50Å / 430Å / 50Å	3.84	51	~22

Par rapport à l'ajout d'alumine avec du  $Ta_2O_5$ , l'ajout d'oxyde d'hafnium présente deux différences significatives en terme de performances électriques. La première est l'obtention d'une linéarité proche de celle du  $Ta_2O_5$  pure. La deuxième est une diminution significative de la tension de claquage du composant. En effet en déposant ce diélectrique seul dans une MIM, le champ électrique de claquage a été évalué à environ 3MV/cm. Ce résultat est bien inférieur au champ de claquage du  $Ta_2O_5$  qui est de l'ordre de 5MV/cm.

#### VI.1.2.2 Mesure de stabilité de courant

Des mesures de stabilité de courant ont été réalisées sur les échantillons présentés dans le tableau précédent. La figure 6.8 présente ces résultats.



Figure 6.8 : Densité de courant de fuite traversant les différents échantillons en fonction du temps à  $125^{\circ}$ C et +5V/-5V.

On peut observer que l'échantillon 4 présente de fortes instabilités de courant lorsque la tension de stress est négative. D'après l'étude effectuée dans le chapitre V, cela veut dire que des lacunes d'oxygène positionnées du côté de l'électrode inférieure se déplacent dans le diélectrique. Ce qui est logique puisque la couche d'oxyde d'hafnium est déposée entre le Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> et l'électrode TiN du haut.

Lorsque la tension de stress est positive, cette fois-ci aucun pic ne semble apparaître. Cela valide encore une fois le schéma proposé au chapitre V. Par contre comme on peut le voir sur la figure 6.8 aux alentours de 300 secondes un claquage intervient. Plusieurs capacités ont été soumises au même stress électrique et il semblerait que le temps jusqu'au claquage soit faible.

Pour l'échantillon 5 composé de  $HfO_2$  de part et d'autre du  $Ta_2O_5$ , on peut remarquer que le comportement en terme d'instabilité de courant en positif et en négatif semble globalement symétrique.

#### VI.1.2.3 Mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence



Les figures 6.9 et 6.10 présentent les résultats de l'échantillon 5.

Figure 6.9 : Echantillon 5 : e' et e' en fonction de la fréquence pour différentes températures.



Figure 6.10 : Echantillon 5 : tan(**d**) en fonction de la fréquence pour différentes températures.

On peut observer le même comportement que pour les stacks AbO<sub>3</sub>/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Comme on peut le constater sur la figure 6.11, on retrouve une énergie d'activation du pic de relaxation de l'ordre de 1eV.



Figure 6.11 : Echantillon 3 Graphique d'Arrhenius de la fréquence du premier pic visible sur les pertes diélectriques **e**".

D'un point de vue des mesures de spectroscopie diélectrique, les stacks  $HfO_2/Ta_2O_5$  présentent le même comportement que les stacks  $AbO_3/Ta_2O_5$ .

#### VI.1.3 Conclusion sur les stacks diélectriques

Les stacks permettent de fortement réduire l'amplitude des instabilités de courant.

Le stack avec l'alumine est celui qui permet le mieux de limiter le nombre de lacunes dans le diélectrique. Le seul inconvénient majeur de ces stacks constitués d'AbO<sub>3</sub> est l'accentuation de la non linéarité de la capacité. Ce dernier problème n'apparaît pas avec les stacks de HfO<sub>2</sub>, qui pour leur part vont présenter un problème de faible tension de claquage inhérent à ce diélectrique.

# VI.2 Deuxième solution proposée : le dépôt du diélectrique ZrO<sub>2</sub> pur

Jusqu'ici dans ce chapitre nous avons proposé une approche qui est de faire des stacks diélectriques utilisant les performances du  $Ta_2O_5$ . Dans un deuxième temps nous avons voulu étudier l'introduction d'un nouveau diélectrique sans l'intégrer dans une architecture de type stack. Un diélectrique intéressant pour la réalisation de capacités MIM est le  $ZrO_2$ . Afin de le tester, nous avons réalisé trois échantillons d'épaisseurs différentes de  $ZrO_2$  PEALD amorphes entre des électrodes de TiN. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 6.3.

	C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	C <sub>2</sub> (ppm/V <sup>2</sup> )	V <sub>BD</sub> (V)
Echantillon 6 TiN/ZrO <sub>2</sub> /TiN 660 Å	3.80	66.7	~27
Echantillon 7 TiN/ZrO <sub>2</sub> /TiN 330 Å	7.40	338.9	~13
Echantillon 8 TiN/ZrO <sub>2</sub> /TiN 220 Å	10.79	789	~9

Tableau 6.3 : Caractéristiques électriques des capacités à base de ZrO<sub>2</sub> à 25°C.

Comme dans la partie précédente qui traitait des stacks diélectriques, deux types de mesures ont été réalisés :

- Les mesures de stabilité de courant sous champ électrique constant.
- > Les mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence.

#### VI.2.1 Mesures de stabilité de courant

Pour étudier la stabilité du courant, nous avons effectué des mesures de courant en fonction du temps pour les trois échantillons à  $125^{\circ}$ C et +/- 5V. Les résultats sont présentés sur la figure 6.12.



Figure 6.12 : Densité de courant en fonction du temps sur les trois échantillons de ZrO<sub>2</sub> à  $125^{\circ}C$  et +/-5V.

Pour le diélectrique de 660 Å et 330 Å la courbe ne présente, dans la gamme de temps étudiée, qu'un courant de polarisation qui suit la loi de Curie-Von Schweidler avec  $n\sim0.55$ .

On peut observer que l'on obtient le claquage pour le diélectrique le plus mince. Ce résultat est normal puisque, pour cet échantillon, 5V équivaut à un champ électrique de l'ordre de 2.22MV/cm.

#### VI.2.2 Mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence

Lors de la mesure effectuée sur le banc de spectroscopie diélectrique basse fréquence disponible au laboratoire du CNRS, une limitation de température de caractérisation est apparue. Il semblerait qu'à partir de 125°C, les pointes de mesure passaient au travers de l'électrode supérieure de l'échantillon, ce qui provoquait sa destruction. En tenant compte de cette limitation, on retrouve sur le figure 6.13 et 6.14 les mesures obtenues jusqu'à 125°C avec le spectroscope diélectrique.



Figure 6.13 : Echantillon 6 : e' et e'' en fonction de la fréquence pour différentes températures.



Figure 6.14 : Echantillon 6 : tan(**d**) en fonction de la fréquence pour différentes températures.

On retrouve un comportement en terme de relaxation diélectrique composé de « flat loss » à basse température et haute fréquence et du comportement de polarisation d'électrode à haute température et basse fréquence.

#### VI.2.3 Effet du recuit sur les propriétés électriques du ZrO<sub>2</sub>

Ces différents résultats électriques permettent de montrer que le diélectrique  $ZrO_2$  semble être très intéressant comme remplaçant du  $Ta_2O_5$  pour des futures capacités. En effet sa permittivité réelle (proche de 26 pour les conditions de dépôt et épaisseurs étudiées), la linéarité (66ppm/V<sup>2</sup> pour 3.8fF/µm<sup>2</sup>) et sa tension de claquage sont très proches du  $Ta_2O_5$ . Par contre, en terme de stabilité de courant et de courant de fuite, le  $ZrO_2$  présente des résultats bien meilleurs que le  $Ta_2O_5$  pur.

Afin d'étudier la stabilité des couches de  $ZrO_2$ , des recuits ont été effectués sur les échantillons 6 et 7. Ils consistent à placer les échantillons dans un four sous gaz neutre  $N_2$ pendant une heure à 400°C la plaque de silicium sur laquelle les capacités de  $ZrO_2$  sont déposées. Le tableau 6.4 présente les caractéristiques électriques des échantillons avant et après recuit.

	Avant Recuit			A (1h à	près Recuit 400°C sous	N <sub>2</sub> )
	C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	C <sub>2</sub> (ppm/V <sup>2</sup> )	V <sub>BD</sub> (V)	C <sub>0</sub> (fF/µm <sup>2</sup> )	C <sub>2</sub> (ppm/V <sup>2</sup> )	V <sub>BD</sub> (V)
<b>Echantillon 6</b> TiN/ZrO <sub>2</sub> /TiN 660 Å	3.80	66.7	~27	4.43	75	~25
Echantillon 7 TiN/ZrO <sub>2</sub> /TiN 330 Å	7.40	338.9	~13	8.62	435	~11

Tableau 6.4 : Caractéristiques électriques des capacités à base de ZrO<sub>2</sub> à 25°C

On peut voir que le recuit induit une dérive des performances électriques. En particulier la capacité surfacique augmente d'environ 16%. Nous pensons que ce recuit a

pour principal effet de densifier le diélectrique, d'où l'augmentation de la capacité surfacique  $C_0$  et du  $C_2$  et la diminution de la tension de claquage. D'un point de vue des instabilités de courants et de la mesure du phénomène de relaxation diélectrique, aucune différence significative n'a été remarquée suite au recuit.

### VI.2.4 Conclusion sur le diélectrique ZrO<sub>2</sub>

Pour conclure sur ce diélectrique, d'un point de vue du dépôt du diélectrique  $ZrO_2$  il reste du travail afin qu'il soit parfaitement stabilisé après le recuit final de la plaque qui clôture les différentes étapes de fabrication d'une puce en microélectronique.

Néanmoins, les performances électriques atteintes avec ou sans recuit sont particulièrement bonnes et permettent d'envisager, si sa stabilisation est possible, une intégration de ce diélectrique dans les futures générations de capacités MIM.

## VI.3 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié deux solutions pour les futures technologies de capacité MIM.

La première solution est basée sur le dépôt d'un diélectrique plus stable thermodynamiquement que le  $Ta_2O_5$  de part en d'autre du  $Ta_2O_5$  permet de diminuer largement les instabilités de courant. De plus, en déposant le diélectrique stable uniquement sur une des deux électrodes, on a montré que notre hypothèse est confirmée.

Deux diélectriques ont été intégrés avec la  $Ta_2O_5$  dans les stacks. L'alumine donne des résultats en terme de non-linéarité en tension légèrement dégradés, mais acceptable pour la plupart des applications analogiques. L'intégration d'oxyde d'hafnium a eu pour effet de diminuer la tension de claquage de la capacité, ce qui va potentiellement limiter son utilisation.

La deuxième solution est basée sur le remplacement du  $Ta_2O_5$  par le dépôt d'un « nouveau » diélectrique, l'oxyde de zirconium. Mis à part un problème de stabilisation du diélectrique, ses performances se sont révélées particulièrement intéressantes et ce matériau peut constituer une bonne solution pour les futures technologies de capacité MIM.

Les performances en terme de fuite de courant de conduction des solutions proposées dans ce chapitre sont décrites dans le tableau 6.5.

		6.		
	$Ta_2O_5$	$Al_2O_3/Ta_2O_5/Al_2O_3$	$HfO_2/Ta_2O_5/HfO_2$	ZrO <sub>2</sub>
Max( J ) (A/cm <sup>2</sup> ) à 125°C +5V	~ <b>4.10</b> <sup>-3</sup>	~ 1.10 <sup>-7</sup>	~ <b>6.10</b> <sup>-6</sup>	<<10 <sup>-8</sup>
Max( J ) (A/cm <sup>2</sup> ) à 125°C -5V	~ 1.5.10 <sup>-2</sup>	~ 3.10 <sup>-6</sup>	~ <b>6.10</b> <sup>-6</sup>	<<10 <sup>-8</sup>

 Tableau 6.5 : Récapitulatif des courants de conduction mesurés sur les échantillons 1, 3, 5 et

# **CONCLUSION GENERALE**

Durant cette thèse, nous avons étudié le comportement en terme de relaxation diélectrique de plusieurs diélectriques intégrés en microélectronique dans des composants Métal-Isolant-Métal.

Après avoir présenté le contexte de l'étude, le phénomène de relaxation diélectrique a été introduit. En particulier, trois représentations de ce phénomène ont été décrites :

- Les variations de permittivité en fonction de la fréquence, mesurables avec un LCR-Meter, un spectroscope diélectrique et un analyseur de réseau. Cela nous a permis de présenter les différents modèles de relaxation diélectrique reportés dans la littérature.
- Le courant de relaxation aussi appelé courant de polarisation/dépolarisation a été identifié parmi les autres courants parcourant une capacité au cours du temps sous tension continue.
- L'effet mémoire, pour lequel un circuit de mesure permettant de mesurer la relaxation diélectrique a été réalisé. Plusieurs optimisations ont été effectuées afin de permettre la caractérisation sur une large gamme de temps de ce phénomène.

Puis, au travers de plusieurs caractérisations électriques, nous avons pu observer expérimentalement deux comportements obtenus pour chacun des diélectriques étudiés :

- Le comportement « flat loss » qui a été relié à des défauts présents dans le diélectrique et qui entraine une diminution de la permittivité linéaire lorsque l'échelle fréquentielle est logarithmique.
- Le comportement de polarisation d'électrode relié lui à une accumulation de charge près d'une électrode qui entraine une augmentation de permittivité dans les basses fréquences.

L'étude d'un diélectrique ferroélectrique nous a aussi permis de constater que ces deux phénomènes étaient présents dans ce type de diélectrique. Par contre, contrairement aux diélectriques amorphes, le fonctionnement de Rayleigh a aussi été identifié.

Dans un premier temps, suite à la caractérisation du phénomène de relaxation diélectrique, une technique de modélisation de ce phénomène a été proposée. En effet, il a déjà été montré dans la littérature que ce phénomène peut perturber le fonctionnement de certains circuits sensibles. Le modèle est basé sur celui de Dow, auquel des améliorations ont été proposées afin de permettre une extraction plus aisée de ses paramètres. Afin de les extraire, l'utilisation d'un circuit de mesure de l'effet mémoire a été nécessaire. Puis la validation de l'extraction a été réalisée grâce à des mesures capacitives. Ce modèle est désormais directement intégré au modèle électrique des capacités MIM. Lors du design d'un circuit, la relaxation diélectrique peut alors être prise en compte. Dans un second temps, nous avons proposé une étude détaillée du comportement de relaxation du diélectrique  $Ta_2O_5$ . En commençant par analyser le comportement des fuites en fonction du temps sous tension électrique constante dans ce diélectrique, un phénomène de dégradation de résistance a été observé. L'étude de ce phénomène nous a permis de montrer que ces instabilités de courant sont dues à de la migration ionique dans le diélectrique. La mobilité de ces ions a été obtenue et suit une loi thermique d'Arrhenius avec une énergie d'activation de 1eV. En accord avec des précédentes caractérisations physico-chimiques réalisées sur les mêmes capacités MIM  $Ta_2O_5$ , l'hypothèse a été faite que ces charges ioniques sont des lacunes d'oxygène créées pendant le dépôt de  $Ta_2O_5$  sur l'électrode de TiN et de TiN sur le  $Ta_2O_5$ . Un schéma de conduction a été proposé. Celuici propose que les larges pics de courant en fonction du temps soient dus à de la conduction d'électrique.

Des mesures de spectroscopie diélectrique basse fréquence ont aussi été réalisées sur ces capacités MIM. L'étude de la forte augmentation de la permittivité des capacités MIM caractérisées dans les basses fréquences et hautes températures a révélée la encore la présence de charges s'accumulant aux électrodes. Une énergie d'activation d'1eV a aussi été obtenue. L'utilisation du modèle de Maxwell-Wagner nous a permis de quantifier la part de lacunes d'oxygènes dans le diélectrique (de l'ordre de 2000ppm).

En réalisant des mesures d'instabilité de courant avec un capacimètre, nous avons pu observer un comportement original. En effet, un pic de permittivité intervient globalement en même temps que le pic de conduction. Pour expliquer ce comportement le modèle de Maxwell-Wagner-Sillars a été proposé. D'autres analyses restent à faire pour clairement définir l'origine de ce phénomène.

Des mesures de courants thermostimulés ont aussi été réalisées et en accord avec la littérature, le pic de courant obtenu a été relié au premier niveau d'ionisation des lacunes d'oxygène présentes dans le diélectrique.

Partant de l'hypothèse, plusieurs fois confirmée, que le  $Ta_2O_5$  présente des caractéristiques électriques perturbées par la présence de lacunes d'oxygène, nous avons proposé, dans le dernier chapitre de ce manuscrit, de nouveaux types de dépôt. Deux solutions sont proposées :

La première est de déposer des empilements de plusieurs diélectriques (stacks). Ces empilements sont basés majoritairement sur du  $Ta_2O_5$  autour duquel un diélectrique plus stable est déposé afin de prévenir la création de lacunes d'oxygène. Cette technique nous a permis de fortement réduire les instabilités de courant tout en gardant de très bonnes performances électriques et de confirmer notre schéma de conduction.

La seconde solution est de déposer un diélectrique relativement nouveau pour ce type d'application, l'oxyde de zirconium. De très bonnes performances ont été obtenues, même si un problème de stabilité thermique a été observé.

Ce travail représente une base pour l'étude de la relaxation diélectrique de futurs diélectriques. Il serait intéressant de pouvoir entièrement modéliser la migration des lacunes d'oxygène dans le diélectrique  $Ta_2O_5$ . L'étude en détail du PZT devrait aussi permettre de clairement comprendre les différents comportements à l'origine des réponses obtenues.

# BIBLIOGRAPHIE
[Alle02] "Thermal and Dielectric Breakdown for Metal Insulator Metal Capacitors (MIMCAP) with Tantalum Pentoxide Dielectric" K.-H. Allers, R. Schwab, W. Walter, M. Schrenk and H. Kömer, International Integrated Reliability Workshop, pp 96 - 101, 2002.

[Aoya96] "Leakage current mechanism of amorphous and polycrystalline  $Ta_2O_5$  films grown by chemical vapor deposition", T. Aoyama, S. Saida, Y. Okayama, M. Fujisaki, K. Imai and T. Arikado, Journal of the Electrochemical Society 143 (3), pp. 977-83, March 1996.

[Bajo06] "Intégration de capacités MIM tridimensionnelles de 35nF/mm<sup>2</sup> et au-delà dans des technologies CMOS et BiCMOS." A. Bajolet, Thèse STMicroelectronics – INPG Grenoble, 2006.

[Bajo07] "Impact of TiN Plasma Post-Treatment on Alumina Electron Trapping", A. Bajolet, S. Bruyere, M. Proust, L. Montès, and G. Ghibaudo, Transactions on Device and Materials Reliability, 7 (2), june 2007.

[Bani98] "Dielectric relaxation of  $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$  thin films from 1 mHz to 20 GHz", J.D. Baniecki, R.B. Laibowitz, T.M. Shaw, P.R. Duncombe, D.A. Neumayer and D.E. Kotecki, Appl. Phys. Lett. 72 (4), pp. 498-500, 1998.

[Becu06] "Etude des non-linéarités de permittivité de diélectrique utilisés en microélectronique. Application aux capacités MIM.", S. Becu, Thèse STMicroelectronics – Université de Provence, 2006.

[Blac04] "High-capacitor, self-assembled Metal-Oxide-Semiconductor decoupling capacitors", C.T. Black, K.W. Guarini, Y. Zhang, H. Kim, J. Benedict, E. Sikorski, I.V. Babich and K.R. Milkove IEEE Electron Device Letters, 25 (9), pp. 622, 2004.

[Blyt79] "Electrical properties of polymers" A.R. Blythe, Cambridge University Press, 1979.

[Bouy05a] "Leakage current conduction in IrO<sub>2</sub>/PZT/Pt structures", E Bouyssou, P Leduc, G Guégan and R Jérisian, Journal of Physics: Conference Series 10, pp. 317–320, 2005.

[Bouy05b] "Wafer level reliability and leakage current modelling of PZT capacitors", E Bouyssou, R. Jérisian, N. Cézac, P. Leduc, G. Guégan and C. Anceau, Materials Science and Engineering B 118, pp. 28-33, 2005.

[Bouy06] "Fiabilité fonctionnelle de condensateurs intégrés pour la téléphonie mobile : cas du PZT" E. Bouyssou, Thèse STMicroelectronics – Université François Rabelais Tours, 2006.

[Cai04] "RF characteristics of a high-performance, 10fF/µm<sup>2</sup> capacitor in a deep trench", W.Z. Cai, S. Shastri, G. Grivna, Y. Wu and G. Loechelt, IEEE Electron Device Letters 25 (7), pp.468, 2004.

[Carr04] "Theoretical study of bulk and surface oxygen and aluminum vacancies in a- $Al_2O_3$ ," J. Carrasco, J.R.B. Gomes and F. Illas, Phys. Rev. B, Condens.Matter, 69 (64116), pp. 1-13, Feb. 2004.

[Cole41] 'Dispersion and adsorption in dielectrics. I. Alternating current characteristics'' K.S. Cole and R.H. Cole, Journal of Chemical Physics, 9, pp. 341–351, 1941.

[Crem06] "High Performances 3D Damascene MIM Capacitors Integrated in Copper Back-End Technologies" S. Cremer, C. Richard, D. Benoit, C. Besset, J.-P. Manceau, A. Farcy, C. Perrot, N. Segura, M. Marin, S. Becu, S. Boret, M. Thomas, S. Guillaumet, A. Bonnard, P. Delpech, and S. Bruyere, Proceedings of the BCTM, pp. 259-262, Oct. 2006.

[Crem07] "Impact of layout and process on RF and analog performances of 3D damascene MIM capacitors" S. Cremer, N. Segura, P. Joubin, M. Marin, M. Thomas, C. Richard, S. Boret, D. Benoit, and S. Bruyere, Proceedings of the BCTM, pp., Oct. 2007.

[Davi51] "Dielectric relaxation in Glycole, Propylene Glycol and n-Propanol" D.W. Davidson and R.H. Cole, Journal of Chemical Physics, 19, pp. 1484–1490, 1951.

[Deby29] 'Polar Molecules', Debye P, New York: Dover, 1929.

[Delo05a] "Electrical properties in low temperature range (5K-300K) of tantalum oxide dielectric MIM capacitors", E. Deloffre, L. Montès, G. Ghibaudo, S. Bruyère, S. Blonkowski, S. Bécu, M. Gros-Jean and S. Crémer, Microelectronics Reliability 45, pp. 925-928, 2005.

[Delo05b] "Investigation and characterization of MIM structures based on MOCVD and PEALD deposited  $Ta_2O_5$  films," E. Deloffre, C. Wyon, and M. Gros-Jean, ECS Proceeding, pp. 510, 2005.

[Delo05c] "Fabrication et caractérisation physico-chimique et électrique d'empilements  $TiN/Ta_2O_5/TiN$  – Application aux capacités MIM pour les circuits intégrés analogiques et radiofréquence." E. Deloffre, Thèse STMicroelectronics – INPG Grenoble, 2005.

[DiMa76] "Determination of insulator bulk trapped charge densities and centroids from photocurrent–voltage characteristics of MOS structures", D. J. DiMaria, J. Appl. Phys., 47 (9), pp. 4073–4077, 1976.

[Dow58] "An analysis of certain errors in electronic differential analyzers, II—Capacitor dielectric absorption", P. C. Dow, IRE Trans. Electron. Comput., pp. 17–22, 1958.

[Egas03] "How to model CVD processes – Present understanding of CVD mechanism" Y. Egashira, Y. Shimogaki and H. Komiyama, Proceedings. Of the International Symposium on CVD, pp.96, 2003.

[Fatt90] "The effect of dielectric relaxation on charge redistribution A/D converters", J. W. Fattaruso, M. De Wit, G. Warwar, K.-S. Tan, and R. K. Hester, IEEE J. Solid-State Circuits, vol. 25, pp. 1550-1561, 1990.

[Fuos41] "Electrical properties of solids.VIII. Dipole moments in polyvinyl chloridediphenyl systems" R. Fuoss and J. G. Kirkwood.. J.Am. Chem. Soc. 63, pp.385, 1941.

[Garc89] "Theoretical basis for the Vogel-Fulcher-Tammann equation", L.S. Garca-Coln, L.F. del Castillo and P. Goldstein, Physical Review B, 40 (10), 1989.

[Gart46] C. G. Garton. Trans. Frad. Soc., 42:56, 1946.

[Gira07] "Development of Embedded Three-Dimensional 35nF/mm<sup>2</sup> MIM Capacitor and BiCMOS Circuits Characterization", J.-C. Giraudin, F. Badets, J.-P. Blanc, E. Chataigner, C. Chappaz, J.L. Regolini, P. Delpech, Solid-State Circuits 42 (9), pp. 1842-1850, Sept. 2007.

[Gros03] "High linear Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> MIM capacitor embedded in Al-interconnected BiCMOS technology" M. Gros-Jean, S. Cremer, C. Besset and O. Salicio, Wodim (Workshop on dielectrics in microelectronics), pp. 73-76, 2002.

[Hall99] "Rayleigh behavior and the threshold field in ferroelectric ceramics" D. Hall, Fenoelectncs, vol. 223, pp. 319-328, 1999.

[Havr66] "A complex plane analysis of a- dispersion in some polymer systems" S. Havriliak and S. Negami, Journal of Polymer Science, 14, pp. 99–117, 1966.

[Inou07] "Highly Reliable Thin MIM Capacitor on Metal (CoM) Structure with Vertical Scalability for Analog/RF Applications", N. Inoue, I. Kume, J. Kawahara, N. Furutake, T. Toda, K. Matsui, M. Furumiya, T. Iwaki, S. Shida and Y. Hayashi, International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 989-992, 2007.

[Itoh99] "Effect of annealing on dielectric dispersion of tantalum oxide films prepared by RF sputtering" E. Itoh, K. Maki, and K. Miyairi, Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp 62-65, 1999.

[Jame03] "Problems with metal-oxide high-k dielectrics due to 1/t dielectric relaxation current in amorphous materials", J.R. Jameson, P.B. Griffin, A. Agah, J.D. Plummer, H.-S. Kim, D.V. Taylor, P.C. McIntyre and W.A. Harrison, International Electron Devices Meeting, pp. 4.3.1 - 4.3.4, 2003.

[Jard97] "Electron trapping phenomena at TiN/a-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> interfaces", C. Jardin, L. Martinez, M. Ghamnia and P. Durupt, in Proc. CEIDP, pp. 624–627, 1997.

[Jean07] "Toward next high performances MIM generation: up to  $30 \text{fF}/\mu \text{m}^2$  with 3D architecture and high-k materials", S. Jeannot, A. Bajolet, J.-P. Manceau, S. Crémer, E. Deloffre, J.P. Oddou, C. Perrot, D. Benoit, C. Richard, P. Bouillon and S. Bruyère IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 997-1000, 2007.

[Jonn00] "F+ and F centers in a-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by electron-induced x-ray emission spectroscopy and cathodoluminescence", P. Jonnard, C. Bonnelle, G. Blaise, G. Rémond and C. Roques-Carmes, J. Appl. Phys., 88 (11) pp. 6413–6417, Dec. 2000. [Jons83] "Dielectric relaxation in solids", A.K. Jonscher, Chelsea Dielectrics Press, London, 1983.

[Kim91] S-O. Kim, J-S. Byun, and H.J.Kim, Thin Sol. Films, 206 (102), 1991.

[Klie89] "Dielectric Small-signal Response by Protons in Amorphous Insulators", H. Kliem, Transactions on Electrical Insulation 24 (2), pp. 185-197, 1989.

[Krop06] "Dielectric absorption of low-k materials: extraction, modelling and influence on SAR ADCs", M. Kropfitsch, P. Riess, G. Knoblinger and D. Draxelmayr, ISCAS, pp 546-548, 2006.

[Kuen96] "Measurement of dielectric absorption of capacitors and analysis of its effects on VCO's", J. C. Kuenen, and G. C. M. Meijer, IEEE Trans. Instrum. Meas., vol. 45, pp. 89-97, Feb. 1996.

[Kund04] "Modeling Dielectric Absorption in Capacitors" K. Kundert http://www.designers-guide.org/Modeling/da.pdf

[Lau06] "Application of zero-temperature-gradient zero-bias thermally stimulated current spectroscopy to ultrathin high-dielectric-constant insulator film characterization", W.S. Lau, K.F. Wong, T. Han, and N. P. Sandler, Applied Physics Letters, 88, 172906, 2006.

[Lim01] "Atomic Layer Deposition- and Chemical Vapor Deposition-TiN Top Electrode Optimization for the Reliability of  $Ta_2O_5$  and  $AbO_3$  Metal Insulator Silicon Capacitor for 0.13 µm Technology and Beyond", H.S. Lim, S.B. Kang, I.S. Jeon, G.H. Choi, Y.W. Park, S.I. Lee and J.T. Moon, Jap. J. Appl. Phys., 40, pp. 2669, 2001.

[Liu85] 'Fractal model for the ac response of a rough interface' S.H. Liu, Physical Review Letters, 55 (5), pp. 529-531, 1985.

[Manc06a] "Dielectric relaxation characterization and modeling in large frequency and temperature domain. Application to  $5fF/\mu m^2 Ta_2O_5$  MIM capacitor", J.P. Manceau, S. Bruyère, E. Picollet, M. Minondo, C. Grundrich, D. Cottin, and M. Bely, Proceedings of the 2006 International Conference on Microelectronic Test Structures, pp 199-204, 2006.

[Manc06b] "Leakage current variation with time in  $Ta_2O_5$  MIM and MIS capacitors", J.-P. Manceau, S. Bruyere, S. Jeannot, A. Sylvestre, and P. Gonon, IEEE International Integrated Reliability Workshop Final Report, pp. 5, 2006.

[Manc06c] "Dielectric relaxation study in tantalum pentoxide capacitors" J.-P. Manceau, S. Bruyere, S. Jeannot, A. Sylvestre, and P. Gonon, IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 4, 2006.

[Manc07a] "Current instability, permittivity variation with frequency, and their relationship in  $Ta_2O_5$  capacitor" J.-P. Manceau, S. Bruyere, S. Jeannot, A. Sylvestre and P. Gonon, IEEE Transactions on Device and Materials Reliability, 7 (2), p 315-23, June 2007.

[Manc07b] "Metal-insulator-metal capacitors' current instability improvement using dielectric stacks to prevent oxygen vacancies formation", J.-P. Manceau, S. Bruyere, S. Jeannot, A. Sylvestre, and P. Gonon, Appl. Phys. Lett. 91, 132907, 2007.

[Mart08] "New insight into tantalum pentoxide metal-insulator-metal (MIM) capacitors: Leakage current modelling, self heating, reliability assessment and industrial applications", V. Martinez, C. Besset, F. Monsieur, D. Ney, L. Montès and G. Ghibaudo submitted to IRPS2008.

[Meno05] "Degradation and recovery of polarization under synchrotron x rays in  $SrBi_2Ta_2O_9$  ferroelectric capacitors" N. Menou, A.-M. Castagnos, Ch. Muller and D. Goguenheim J. Appl. Phys. 97, 044106, 2005.

[Meye05] "Oxygen vacancy migration and time-dependent leakage current behavior of  $Ba_{0.3}Sr_{0.7}TiO_3$  thin films", R. Meyer, R. Liedtke, and R. WaserK, Appl. Phys. Lett. 86, 112904, 2005.

[Nico82] "MOS (Metal Oxide Semiconductor) Physics and Technology" E. H. Nicollian and J. R. Brews, John Wiley & Sons, New York, 1982.

[Ning07] "Analog characterization of dielectric relaxation of 6.1 MIM capacitor using an improved recovery voltage technique", Z. Ning, H. Casier, R. Gillon, H.-X. Delecourt, D. Tack, E. de Vylder, P. van Torre, and D. Hegsted, Proceedings of the 2007 International Conference on Microelectronic Test Structures, pp 109-114, 2007.

[Nouv01] C.Nouveau, Thèse ENSAM Cluny, 2001.

[Numa95] "Analysis of the Resistance Degradation of  $SrTiO_3$  and  $Ba_xSr_{(1-x)}TiO_3$  Thin Films", K. Numata, Y. Fukuda, K. Aoki and A. Nishimura, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 34, pp. 5245-5249, 1995.

[Oh89] "Voltage shifts of Fowler-Nordheim tunneling J-V plots in thin gate oxide MOS structures due to trapped charges", S.J. Oh, and Y.T.Yeow, Journal of Solid-State Electronic, 32 (6), pp. 507-11, 1989.

[Paul04] "Procédés chimiques de dépôt à partir d'une phase vapeur", Y. pauleau, Ed. Hermès, 2004.

[Pere00] "Nonlinear Dielectric Behavior of Piezoelectric Ceramics" R. PQez, J. E. Garcia and A. Albareda, International Symposium on Applications of Ferroelectrics, ISAF, pp 443-446, 2000.

[Perr06] "CMP for 3D-MIM Applications" C. Perrot, C. Cremer, Y. Loquet, B. Iteprat, M. Proust, C. Richard and D. Benoit, 21th VMIC, 2006.

[Pinz06] "Etude et modélisation de la topographie de couches minces de  $Ta_2O_5$  déposées par MOCVD dans des structures tridimensionnelles – Applications aux capacités en tranchées", L. Pinzelli, Thèse STMicroelectronics – INPG Grenoble, 2006.

[Ramp03] "Oxygen vacancy defects in tantalum pentoxide: a density functional study", R. Ramprasad, M. Sadd, D. Roberts, T. Remmel, M. Raymond, E. Luckowski, S. Kalpat, C. Barron and M. Miller, Microelectronic Engineering, pp. 190-194, 2003.

[Rayl87] "XXV. Notes on electricity and magnetism-III. On the behaviour of iron and steel under the operation of feeble magnetic forces" R. S. Lord Rayleigh, Phil. Mag. 23, 225-245, 1887.

[Reis01] "A comparative study of dielectric relaxation losses in alternative dielectrics", H. Reisinger, G. Steinlesberger, S. Jakschik, M. Gutsche, T. Hecht, M. Leonhard, U. Schroder, H. Seidl and D. Schumann, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 12.2.1-12.2.4, 2001.

[Remm03] "Leakage behavior and reliability assessment of tantalum oxide dielectric MIM capacitors", T. Remmel, R. Ramprasad and J. Walls, Reliability Physics Symposium Proceedings, pp. 277-281, 2003.

[Ribe06] "Caractérisation et fiabilité des oxydes ultra fins et des diélectriques à forte permittivité issue des technologies CMOS 45nm et en deçà", G. Ribes Thèse STMicroelectronics – INPG Grenoble, 2006.

[Ries06] "Temperature Dependent Dielectric Absorption of MIM Capacitors: RF Characterization and Modeling" P. Riess and P. Baumgartner, ESSDERC, pp. 459-462, 2006.

[Ries99] "Etude de la fiabilité des oxydes minces : analyse des mécanismes de transport et de génération du SILC", P. Riess Thèse STMicroelectronics – INPG Grenoble, 1999.

[Rudo04] "Extending the capabilities of DRAM high aspect ratio trench etching" U. Rudolph and E. Weikmann, Proc. Of the IEEE Advanced Manufacturing Semiconductor Conference and Workshop, pp. 89, 2004.

[Sawy30] "Rochelle salts as a dielectric", C.B. Sawyer and C.H. Tower, Phys. Rev. Vol.35 p269, 1930.

[Schu88] "Handbook of thin-film deposition process and techniques – Principles, Methods, Equipment and Applications", K.K. Schuegraf, Park Ridge : Noyes Publications, 413, 1988.

[Schw07] "Studien über die Anomalien im Verhalten der Dielektrika", E. von Schweidler, Annalen der Physik, 329 (14), pp. 711-770, 1907.

[Segu98] "Calorimetric apparatus for measurement of power losses in capacitors", B. Seguin, J. P. Gosse, A. Sylvestre, A. P. Fouassier, and J. P. Ferrieux. Instrumentation and Measurement Technology Conference, 1998.

[Segu07] "A Predictive Analytical Model of 3D MIM Capacitors for RC IC", N. Segura, S. Cremer, D. Gloria, L. Ciampolini, E. Picollet and M. Minondo, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 553-556, 2007.

[Sent05] "Two relaxation mechanisms in SrTiO<sub>3</sub>", E. Sentürk, Solid-State Electronics, 49, pp. 935-939, 2005.

[Sill37] "The properties of a dielectric containing semi-conducting particules of various shapes", R.W. Sillars, Journal of Institution of electrical Engineers, 80, pp.378, 1937.

[Song01] H-J. Song, C-S. Lee, and S-W. Kang, Electrochem. And Sol. State Lett., 4 (7), 2001.

[Sunt89] T. Suntola, Mater. Sci. Report., 4 (261), 1989.

[Thom07] "Impacts of Cu metallization on high density damascene Cu/TiN/Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiN/Cu metal-insulator-metal capacitors" M. Thomas, A. Farcy, C. Perrot, M. Gros-Jean, P. Joubin, I. Matko, M. Cordeau, P. Caubet, R. Benaboud, A. Bonnard, S. Guillaumet, T. Jagueneau, C. Richard, E. Deloffre, S. Cremer, B. Chenevier, and J. Torres, Advanced Metallization Conference Proceedings, pp 177-83, 2007.

[Tunc01] "Dielectric relaxation in dielectric mixtures" E. Tuncer, Thèse Chalmers University of Technology, Sweden, 2001.

[Turn80] "Thermally Stimulated Discharge of Electrets", 'J. Van Turnhout. Applied Phys. Electrets. Springer Berlin Heidelberg, New York (1980).

[Vold91] "Trench DRAM structures for the analysis of two and three dimensional leakage phenomena" S.H. Voldman, Proc. Of the IEEE International conference on Microelectronic Test Structures, 4 (1), pp. 97, 1991.

[Xu04] "A study of relaxation current in high-/spl kappa/ dielectric stacks", Z. Xu; L. Pantisano, A. Kerber, R. Degraeve, E. Cartier, S. De Gendt, M. Heyns and G. Groeseneken, Transactions on Electron Devices, 51 (3), pp. 402–408, 2004.

[Yang06] "On-Chip Integrated Inductors with Ferrite Thin-films for RF IC", C. Yang, T.-L. Ren, F. Liu, L.-T. Liu, G. Chen, X.-K. Guan, and A. Wang, IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), pp. 225-228, 2006.

[Yosh04] "Thermally Stimulated Current of Polyaniline Thin Films", Masahiko Yoshiura, Fukuzo Yoshida, Tsukasa Ohta and Shigeyoshi Maeta, International Conference on Solid Dielectrics, Toulouse, France, July 5-9. 2004.

[Zafa98] "Oxygen vacancy mobility determined from current measurements in thin  $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$  films", S. Zafar, R. E. Jones, B. Jiang, B. White, P. Chu, D. Taylor, and S. Gillespie, Applied Physics Letters, 73 (2), pp. 175-177, 1998.

[Zanc03] "Impact of Capacitor Dielectric Relaxation on a 14-bit 70MS/s Pipeline ADC in 3-V BiCMOS", A. Zanchi, F. Tsay, and I. Papantonopoulos, IEEE J. Solid-State Circuits, vol. 38, pp. 2077-2086, 2003.

[Zhu03] "Frequency limitation in the calibration of microwave test fixtures", N. H. Zhu, C. Qian, Y. L. Wang, Pun, E.Y.B., and P.-S. Chung, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques (MTT), pp. 2000-2006, 2003.

Etude du phénomène de relaxation diélectrique dans les capacités Métal-Isolant-Métal.

L'introduction de diélectriques de forte permittivité dit «High- $\kappa$ » peut faire apparaître des comportements jusqu'ici négligeables. C'est le cas du phénomène de relaxation diélectrique. Ce mémoire traite de l'étude de ce phénomène dans les capacités Métal-Isolant-Métal intégrés en microélectronique. Au travers de plusieurs diélectriques amorphes et d'un diélectrique ferroélectrique, deux comportements sont identifiés, le comportement de «flat loss » et celui de polarisation d'électrode. Comme la relaxation diélectrique peut dégrader les performances de certains circuits, une modélisation a été proposée grâce à la réalisation d'un circuit de mesure de l'effet mémoire. Puis l'étude détaillée du comportement du diélectrique  $Ta_2O_5$ , aussi bien en terme de stabilité de courant qu'en terme de variation de permittivité dans les basses fréquences, permettra de mettre en évidence la migration de lacunes d'oxygène dans le diélectrique. Finalement, deux solutions sont proposées afin de réduire le phénomène de relaxation diélectrique tout en obtenant de bonnes performances électriques. La première consiste à déposer des stacks diélectrique basés sur les performances du  $Ta_2O_5$ . La seconde propose l'intégration d'un nouveau diélectrique, l'oxyde de Zirconium.

Analysis of the dielectric relaxation phenomena in Metal-Insulator-Metal capacitors.

The introduction of high permittivity dielectrics so-called « High- $\kappa$  » can induce the appearance of until now neglected electrical behaviours. It is the case of the dielectric relaxation phenomenon. This thesis deals with this phenomenon in Metal-Insulator-Metal integrated in microelectronic. Through several amorphous dielectrics and one crystalline dielectric, two behaviours are identified, the « flat loss » one and the electrode polarization one. Since dielectric relaxation can degrade some chip performances, a model is proposed thanks to the creation of a memory effect test chip. Then a Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> MIM capacitors detailed analysis in term of leakage current stability and of low frequency permittivity variation, will allow identifying oxygen vacancies migration in dielectric. Finally, two solutions are proposed in order to suppress this issue. The first one consists in dielectric stacks deposition based on Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> performances. The second one proposes the integration of a new dielectric, the Zirconium oxide.