



**HAL**  
open science

# Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS

Cédric Sire

► **To cite this version:**

Cédric Sire. Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2009. Français. NNT: . tel-00442919

**HAL Id: tel-00442919**

**<https://theses.hal.science/tel-00442919>**

Submitted on 23 Dec 2009

**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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER

Spécialité « *Micro et Nano-électronique* », dans le cadre de l'Ecole Doctorale « *Electronique, Electrotechnique, Automatisation et Traitement du Signal* » (EEATS), Grenoble.  
Préparée au sein des laboratoires de STMicroelectronics, Crolles, et du Laboratoire des Technologies de la Microélectronique (CNRS-LTM), Grenoble.

*Présentée et soutenue publiquement le 18 Septembre 2009 par*

**Cédric SIRE**

## Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS

Directeur de thèse : Thierry BARON  
Co-encadrant : Serge BLONKOWSKI

### Jury

M. VINCENT Gilbert	Professeur	- UJF, Grenoble	Président
M. AUTRAN Jean-Luc	Professeur	- L2MP, Marseille	Rapporteur
M. BREMOND Georges	Professeur	- INL, Lyon	Rapporteur
M. GORDON Michael J.	Professeur	- Université de Santa Barbara, USA	Examineur
M. BARON Thierry	Chargé de Recherche	- CNRS-LTM, Grenoble	Directeur de thèse
M. BLONKOWSKI Serge	Ingénieur	- STMicroelectronics, Crolles	Co-encadrant







## Remerciements

Voici venu le meilleur moment de la rédaction, celui des remerciements ! Car ça signifie que j'ai enfin terminé cette thèse et sa soutenance, sauf pour le pauvre lecteur qui est entrain de s'attaquer à la lecture de ce terrible pavé !

Tout d'abord je tiens à remercier mes deux chefs du LFE, Daniel Bensahel et Thierry Billon, pour leur accueil durant ces trois années de thèse. Il y a ensuite Olivier Joubert, coté LTM et que je remercie tout autant. Grâce à vous j'ai vécu une formidable aventure en venant m'installer à Grenoble.

Je remercie mes encadrants, Thierry Baron mon directeur de thèse coté CNRS-LTM, et Serge Blonkowski mon co-encadrant coté STMicroelectronics. Merci de m'avoir fait confiance sur un sujet aussi original et difficile à mettre en œuvre. Thierry est un très bon directeur qui sait faire autre chose que de rester derrière un bureau, et doté d'une bonne humeur et d'un esprit jeune pour toujours aller de l'avant. Ce fut un réel plaisir que de travailler avec toi. Serge c'est plutôt la feuille A3 sur son bureau, avec d'incompréhensibles formules théoriques grattées à longueur de journée ! Mais sans lui et son sens pointilleux de la physique ce travail n'aurait certainement pas abouti à tant de résultats. C'était long et agaçant, mais la qualité est au rendez-vous, et tu m'as définitivement convaincu par ton sens de l'analyse et de la critique. Merci.

Ensuite je remercie les rapporteurs et examinateurs qui ont accepté de relire ce manuscrit, d'apporter leur grain de sel puis de me féliciter pour mon travail. Ce fut un honneur de vous avoir parmi mon jury.

Au tour des collègues et amis, sans qui les journées au CEA ne se seraient pas aussi bien déroulées, que ce soit dans le cadre du travail ou celui de la bonne ambiance. La palme revient évidemment à Mike Gordon, formidable chercheur et bidouilleur de l'AFM, avec qui j'ai passé des journées entières en salle blanche dans le but de faire avancer la manip. Je pense qu'on peut tous s'accorder à dire que cette thèse n'aurait pas eu lieu sans ta présence.

Merci à tous les autres collègues, Rémy, Emeline, Adrien « le marseillais », Benji, Vincent « le petit », Jo, Nathalie, Martin, Karim, Maurice, Karen, Véro, Olivier(s), Yves(s), Guillaume, Chouny, Bébert, Delphine, Clément, Brice, Sandrine, Christine, Mathilde, Aomar, Jim, Jeff, Fabrice, Thomas, ... et ceux que j'oublie !

Et les amis du quotidien, passé ou présent mais qui méritent leur place tant ils ont participé de près ou de loin à ma réussite (ou pas !), Olivier, Emilie, François, Stéphane, David, Yéyo, Ducat, Bouchap, Ségo, Val, Winnie, Flore, Pablo, Coralie, Mélo, Amélie, Antho, Lynda, ... et encore les oubliés !

La famille, parce que c'est le plus important dans tout ça, donc à mes parents, ma sœur, mon neveu, mes grand-mères, et mes Réunionnaises. Un gros bisou à vous tous.

Et pour finir, à ma chérie et toute sa famille pour m'avoir supporté jusque dans les pires moments de la vie d'un thésard.

Merci et bonne lecture !



## Sommaire

<b>Introduction</b> .....	<b>6</b>
<b>Chapitre 1 – Contexte</b> .....	<b>9</b>
1.1 – Problématique .....	10
1.1.1 – Diminution des tailles et loi de Moore .....	10
1.1.2 – Structures MOS et MIM .....	11
1.1.3 – Diélectriques high-k .....	13
1.2 – Mesures électriques .....	15
1.2.1 – Courants et fuites à travers l’oxyde .....	15
1.2.2 – La rupture diélectrique.....	16
1.3 – Représentation statistique de Weibull.....	21
1.4 – Microscopie à force atomique (AFM) .....	23
1.4.1 – Présentation et principe de fonctionnement.....	23
1.4.2 – Utilisation du C-AFM dans la microélectronique .....	25
1.5 – Conclusion .....	29
<b>Chapitre 2 – Dispositif expérimental</b> .....	<b>31</b>
2.1 – Mesures de l’échelle micrométrique .....	32
2.1.1 – Présentation des capacités micrométriques .....	32
2.1.2 – Cartographie .....	33
2.1.3 – Mesures de courant.....	34
2.2 – AFM – Modifications instrumentales .....	35
2.2.1 – Contacts électriques.....	35
2.2.2 – Recuit et dégazage .....	36
2.2.3 – Utilisation de pointes diamantées .....	37
2.2.4 – Modification des portes échantillons.....	39
2.2.5 – Découplage du module MOCVD .....	39
2.2.6 – Ajout d’une résistance en série.....	39
2.2.7 – Augmentation des gammes en tension et en courant.....	40
2.2.8 – Application de la tension sur la pointe .....	40
2.2.9 – Ajout du mode EFM (Electrostatic Force Microscopy) .....	40
2.2.10 – Contrôle extérieur complet .....	41
2.3 – Protocole expérimental à l’échelle nanométrique .....	42

2.3.1 – Préparation et calibration .....	42
2.3.1.a – Préparation des échantillons .....	42
2.3.1.b – Préparation et calibration de la pointe .....	43
2.3.1.c – Autres paramètres .....	47
2.3.2 – Mesures statistiques.....	47
2.3.2.a – Programme de mesure .....	47
2.3.2.b – Mesures électriques et topographiques relevées .....	49
2.3.3 – Traitement des données .....	50
2.3.3.a – Topographie et rugosité .....	51
2.3.3.b – Dispersion des mesures .....	51
2.3.3.c – Claquage .....	52
2.3.3.d – Courant .....	54
2.4 – Conclusion .....	55
<b>Chapitre 3 – Résultats expérimentaux.....</b>	<b>56</b>
3.1 – Echantillons et matériaux étudiés .....	57
3.2 – Observations et résultats de l'échelle micrométrique .....	58
3.2.1 – Permittivité diélectrique .....	58
3.2.2 – Claquage .....	58
3.2.3 – Courant de fuite .....	60
3.3 – Observations et résultats de l'échelle nanométrique .....	63
3.3.1 – Si / SiO <sub>2</sub> .....	63
3.3.1.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	63
3.3.1.b – Courant .....	63
3.3.1.c – Claquage .....	65
3.3.1.d – Effet du dopage .....	66
3.3.1.e – Effet de l'épaisseur .....	67
3.3.1.f – Topographie après claquage .....	69
3.3.1.g – Dispersion des mesures .....	72
3.3.1.h – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	74
3.3.2 – TiN / HfO <sub>2</sub> .....	76
3.3.2.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	76
3.3.2.b – Courant .....	79
3.3.2.c – Claquage .....	80
3.3.2.d – Effet du recuit du TiN .....	82
3.3.2.e – Effet de l'épaisseur .....	82
3.3.2.f – Topographie après claquage .....	83
3.3.2.g – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	85
3.3.2.h – Dispersion des mesures .....	86
3.3.3 – TiN / ZrO <sub>2</sub> .....	88
3.3.3.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	88
3.3.3.b – Courant .....	88
3.3.3.c – Claquage .....	89

3.3.3.d – Effet de l'épaisseur .....	90
3.3.3.e – Topographie après claquage .....	91
3.3.3.f – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	91
3.3.3.g – Dispersion des mesures .....	92
3.3.4 – TiN / HfSiO .....	94
3.3.4.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	94
3.3.4.b – Courant .....	94
3.3.4.c – Claquage .....	95
3.3.4.d – Topographie après claquage .....	96
3.3.4.e – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	96
3.3.4.f – Dispersion des mesures .....	97
3.4 – Conclusion .....	99
<b>Chapitre 4 – Interprétation et modélisation .....</b>	<b>101</b>
4.1 – Comparaison des échelles .....	102
4.1.1 – Claquages et représentation de Weibull .....	103
4.1.2 – Surface de contact de la pointe .....	105
4.1.3 – Effet de la polarisation .....	106
4.1.4 – Effet de l'épaisseur .....	107
4.1.5 – Claquage et constante diélectrique .....	109
4.1.6 – Densité de défauts et champ de claquage .....	110
4.2 – Topographie après claquage .....	111
4.3 – Température du filament .....	112
4.4 – Courants .....	114
4.4.1 – Courant d'avant claquage .....	114
4.4.2 – Courant d'après claquage HBD .....	117
4.4.3 – Courant nanoscopique d'après claquage (CNAC) .....	119
4.5 – Effet de la polarisation .....	125
4.5.1 – Cyclages expérimentaux .....	125
4.5.2 – Dispersion .....	126
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>131</b>
<b>Références .....</b>	<b>133</b>
<b>Publications de l'auteur .....</b>	<b>146</b>
<b>Glossaire et abréviations .....</b>	<b>147</b>

## Introduction

Depuis ses débuts, l'industrie de la microélectronique connaît un développement exponentiel tant les applications sont nombreuses et prometteuses. La plupart des domaines de la vie pratique de l'être humain dans les sociétés les plus organisées emploient des circuits intégrés. Cette introduction massive résulte principalement de la réduction de la taille des circuits et de l'augmentation de leurs performances, qui suivent un rythme soutenu et constant depuis le début de cette industrie. Ce succès est attribué à la miniaturisation du composant essentiel de la microélectronique : le transistor MOS (**Metal Oxide Semiconductor**) dont la taille caractéristique, la largeur de grille, atteint à présent 32 nm (320 Å). Il en va de même pour tous les dispositifs présents dans les circuits intégrés, en particulier pour les condensateurs intermétalliques ou MIM (**Metal Insulator Metal**) qui présentent cependant des tailles plus élevées.

En effet la réduction des dimensions est telle que les structures MOS ou MIM actuelles présentent une épaisseur d'oxyde isolant souvent de l'ordre de quelques couches atomiques. Pour les générations futures et afin de garder la progression des performances définie par l'ITRS (**I**nternational **T**echnology **R**oadmap for **S**emiconductors), cette épaisseur nécessite d'être réduite jusqu'à des dimensions telles que le courant tunnel, qui est un phénomène quantique, limite les performances des dispositifs. Ainsi les oxydes les plus répandus comme le dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ) atteignent cette limite physique. Cette dernière a rendu nécessaire l'emploi de nouveaux matériaux. Ces nouveaux matériaux sont les diélectriques à forte permittivité, les diélectriques dits « high-k ». En effet, ces matériaux qui présentent une constante diélectrique plus élevée que celle du  $\text{SiO}_2$  vont permettre d'augmenter l'épaisseur de l'oxyde et de réduire le courant tunnel. Les matériaux potentiellement aptes à remplir le cahier des charges imposé par l'ITRS sont principalement des oxydes amorphes ou des silicates de métaux de transition.

Le fonctionnement normal du dispositif induit une dégradation des différents éléments qui le composent. La fiabilité d'un dispositif dépend pour une grande part de l'intégrité de l'oxyde dans les structures MIM et MOS. En particulier, l'oxyde peut perdre irrémédiablement ses propriétés isolantes au bout d'un certain temps qui dépend des conditions d'utilisation. Un tel événement est appelé rupture diélectrique ou encore claquage. Le nombre de structures MIM et MOS étant très élevé, l'étude de la durée de vie d'un dispositif complet repose alors sur des tests statistiques accélérés de claquage. Ces tests sont par exemple des mesures statistiques de temps ou de tension de claquage effectuées dans des conditions bien plus exigeantes que celles de l'utilisation normale. La durée de vie en condition d'utilisation normale, par exemple, est alors extrapolée à partir de conditions plus sévères en tension ou en température. Cette démarche est d'ailleurs commune à tout procédé de fabrication industrielle. La validité de l'extrapolation nécessite une compréhension des mécanismes de claquage afin d'établir un modèle d'extrapolation le plus réaliste possible. En particulier la durée de vie ou la tension de claquage d'une capacité MOS ou MIM dépend de sa surface. Plus la surface est élevée, plus les durées de vie ou les tensions de claquage sont réduites. Cette propriété provient de ce que chaque élément de surface d'une capacité doit être intègre pour que la capacité totale le soit. Il s'en suit une loi d'échelle en surface des distributions de temps ou de tensions de claquage. Récemment l'emploi du C-AFM (**C**onductive **A**tomique **F**orce **M**icroscope, ou Microscope à Force Atomique en mode de Conduction) a permis l'étude des courants de fuite à l'échelle nanométrique. Son utilisation pour la caractérisation de la rupture diélectrique à l'échelle nanométrique est potentiellement intéressante. La question de la persistance de la loi d'échelle jusqu'aux surfaces nanométriques se pose alors naturellement.

La présente thèse se propose en étudiant cette question de caractériser la rupture diélectrique à l'échelle nanométrique afin de pouvoir ou non mettre à jour des propriétés invisibles à l'échelle des mesures standards en microélectronique. En ce sens le but de la thèse est de mettre au point une « nanoscopie électrique ».

Nous débuterons ce manuscrit par une présentation du contexte général de cette étude. Les enjeux représentés par l'utilisation de diélectriques à forte permittivité seront également présentés, puis nous rappellerons les propriétés diélectriques et les principales méthodes de caractérisation des capacités MOS et MIM.

Les principales notions nécessaires à la compréhension de ce travail, notamment la rupture diélectrique et son aspect statistique seront rappelées. Pour finir, nous présenterons le C-AFM et son utilisation en tant que sonde électrique locale.

Le second chapitre se concentrera autour des dispositifs expérimentaux et de la présentation des mesures micrométriques jusqu'à la présentation pratique de l'AFM utilisé en ultravide (UHV, Ultra **H**igh **V**acuum) pour cette étude. Nous présenterons l'ensemble des modifications techniques et des optimisations permettant de procéder à des mesures électriques fiables et reproductibles. Nous pourrions ainsi voir l'évolution des tests électriques au fur et à mesure de la mise au point d'un protocole expérimental. Les mesures seront en premier lieu effectuées sur des échantillons témoins permettant de valider les résultats par rapport aux données bien connues de l'échelle standard.

Le troisième chapitre présentera une comparaison statistique et systématique des mesures effectuées sur les structures MOS et MIM aux échelles nanométrique et standard au sens de la microélectronique actuelle. Les tensions (et champs) de claquage et leur distribution statistique seront présentées ainsi que les caractéristiques courant-tension. Les résultats seront présentés pour des structures MOS de Si / SiO<sub>2</sub> (dont on aura fait varier le dopage du substrat et l'épaisseur d'oxyde), ainsi que des structures MIM composées d'une électrode métallique en TiN, et d'oxydes high-k de différentes épaisseurs de HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> ou HfSiO.

Le dernier chapitre sera consacré à la synthèse et à l'interprétation de ces mesures. On donnera une estimation de la surface effective de contact entre la pointe AFM et la surface. La comparaison des échelles nanométrique et standard sera établie. Les conséquences sur la valeur des champs de claquage et la densité de sites responsables du claquage seront discutées. L'observation systématique d'un courant non ohmique caractéristique de l'échelle nanométrique sera aussi discutée et modélisée.



## Chapitre 1 – Contexte

1.1 – Problématique .....	10
1.1.1 – Diminution des tailles et loi de Moore .....	10
1.1.2 – Structures MOS et MIM .....	11
1.1.3 – Diélectriques high-k .....	13
1.2 – Mesures électriques .....	15
1.2.1 – Courants et fuites à travers l’oxyde .....	15
1.2.2 – La rupture diélectrique.....	16
1.3 – Représentation statistique de Weibull.....	21
1.4 – Microscopie à force atomique (AFM) .....	23
1.4.1 – Présentation et principe de fonctionnement.....	23
1.4.2 – Utilisation du C-AFM dans la microélectronique .....	25
1.5 – Conclusion .....	29

## Chapitre 1 – Contexte

### 1.1 – Problématique

#### 1.1.1 – Diminution des tailles et loi de Moore

Au cours des dernières décennies, des progrès surprenants ont été accomplis dans les technologies liées aux microprocesseurs, en partie grâce à la réduction en taille des dispositifs semiconducteurs, avec pour résultat une augmentation constante du nombre de composants par puce. Face à cette évolution extrêmement rapide, certaines hypothèses sont apparues sur l'amélioration de leurs performances. C'est ainsi que Gordon Moore, cofondateur de la société Intel<sup>®</sup>, avait affirmé en 1965 au cours d'une conférence de presse, que « *le nombre de transistors par circuit de même taille allait doubler tous les 18 mois* ». Cette affirmation a marqué les esprits, puisqu'elle est devenue un défi à tenir pour les fabricants de microprocesseurs, et plus particulièrement pour Intel<sup>®</sup>. La figure 1.1 représente la loi de Moore, affichant l'évolution du nombre de transistors au sein d'un microprocesseur Intel<sup>®</sup> depuis 1970. L'évolution a été revue, et correspond maintenant à doubler le nombre de transistors sur une période d'environ 24 mois.

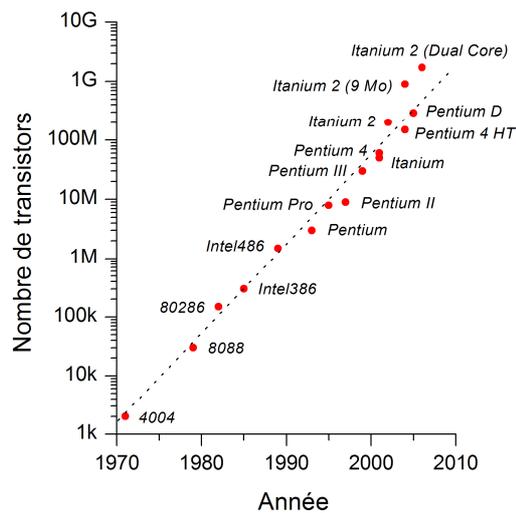


Figure 1.1 : évolution du nombre de transistors dans les microprocesseurs Intel<sup>®</sup>.

Cette croissance a été permise par l'optimisation soigneusement développée et de plus en plus complexe d'un ensemble relativement restreint de matériaux et de processus en corrélation, mais sans révolution majeure dans la conception fondamentale des dispositifs, et avec seulement des changements mineurs dans les matériaux constitutifs de base.

La miniaturisation de plus en plus poussée des dispositifs vise à augmenter les performances des circuits et à réduire leur coût de fabrication. Cette réduction des dimensions concerne en premier lieu les dispositifs fondamentaux que sont les transistors MOS (Metal-Oxide-Semiconductor). Afin de réduire encore plus la surface totale occupée, il est possible d'intégrer sur une même puce plusieurs fonctions. Ainsi, en plus du traitement logique ou analogique de l'information assuré par les transistors MOS, on trouve aujourd'hui des composants dédiés par exemple au filtrage radiofréquence (RF) ou à l'acquisition d'image, localisés au-dessus des transistors MOS dans les niveaux supérieurs d'interconnexion.

### 1.1.2 – Structures MOS et MIM

La structure MOS, ou MIM (**M**etal-**I**nsulator-**M**etal), est probablement l'un des composants les plus importants de la microélectronique et également l'un des plus simples. Il est l'élément essentiel dans la fabrication des MOSFET (**M**etal-**O**xide-**S**emiconductor-**F**ield-**E**ffect-**T**ransistor), les transistors à effet de champ qui ont maintenant dépassé le milliard d'exemplaires au sein d'un même processeur [*Thèse-Bernardini2004*].

En fonction de l'utilisation, les spécifications recherchées concernent soit la valeur de la capacité C, soit les courants de fuite dans l'isolant décrits par la caractéristique I-V (courant-tension), soit la linéarité en tension de la capacité décrite par la caractéristique C-V (capacité-tension). Les domaines suivants utilisent fréquemment les capacités MIM :

- **Application radiofréquence (RF) :**  
Afin de limiter le phénomène de couplage électrique entre les lignes d'interconnexions, des capacités dites de découplage sont placées entre l'alimentation et la masse. Cette application est celle qui requiert les spécifications les moins contraignantes puisqu'elle est peu sensible aux courants de fuite, ne nécessite pas de linéarité en tension et requiert des capacités se situant entre 2 et 1000 nF. La capacité MIM peut être aussi reliée à une inductance et une résistance pour former un résonateur R-L-C (résistance-inductance-capacité). Dans cette dernière application, c'est la valeur de la capacité mais surtout sa stabilité en fonction de la tension appliquée qui est recherchée pour pouvoir garantir une fréquence constante lors de l'utilisation, et ce pour plusieurs dizaines d'années.
- **Application analogique :**  
Les valeurs de capacité requises sont comprises entre 1 et 100 pF, soit plusieurs ordres de grandeur en dessous de celles nécessaires pour l'application de découplage. Ces applications nécessitent une grande linéarité en tension et des courants de fuite très faibles.
- **Application logique DRAM (Dynamic Random Access Memory) :**  
Une capacité MIM peut être utilisée comme élément d'une cellule mémoire [*Mazoyer2003*]. L'état logique de cette mémoire est alors défini en fonction de la présence ou de l'absence de charges électriques aux bornes du dispositif. La sauvegarde de l'information étant primordiale dans ce type d'application, l'aptitude de la capacité MIM à maintenir les charges est ici un paramètre crucial : il faut donc limiter au maximum les courants de fuite dans l'isolant.

La figure 1.2 montre les schémas des deux types de capacités utilisées dans les microprocesseurs actuels, les capacités MOS et MIM, ainsi que leur diagramme de bande respectif.

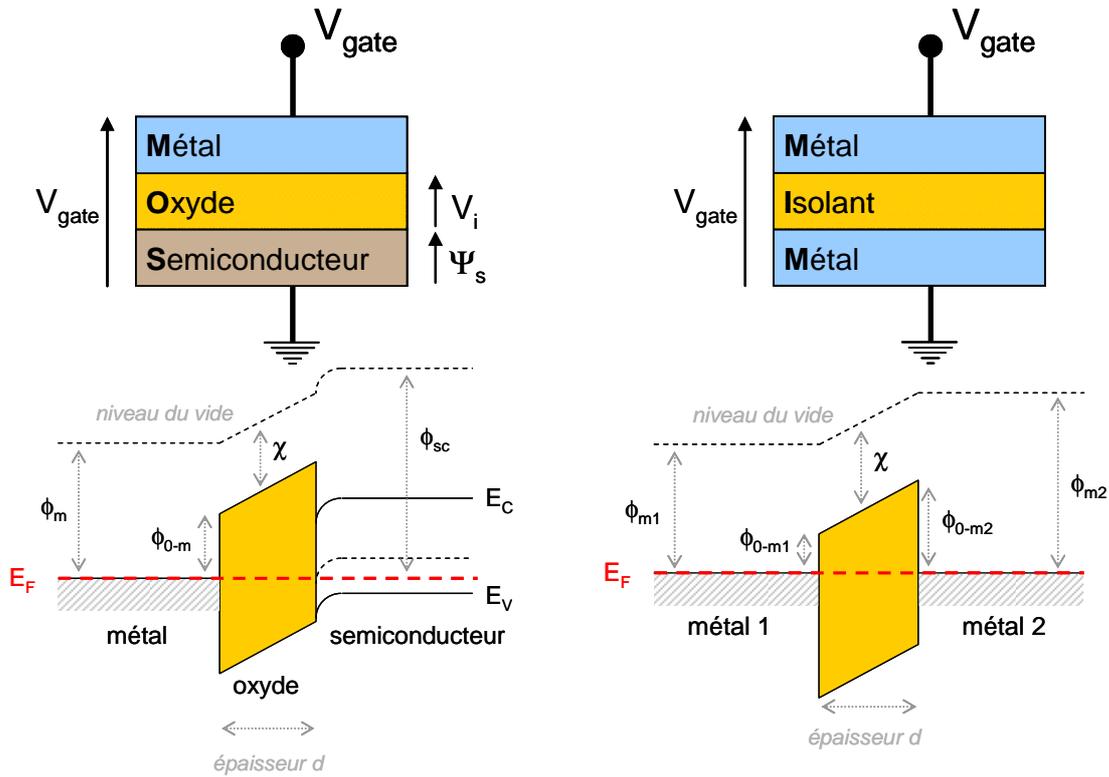


Figure 1.2 : structure MOS (à gauche) et MIM (à droite), avec leur diagramme de bande respectif à l'équilibre.

Dans les diagrammes de bande ci-dessus,  $E_F$  est l'énergie du niveau de Fermi,  $E_C$  et  $E_V$  les énergies des bandes de conduction et de valence du semiconducteur,  $\phi_{m1}$  et  $\phi_{m2}$  les travaux de sortie des métaux 1 et 2 respectivement, et  $\chi$  l'affinité électronique de l'oxyde. Le potentiel  $\psi_s$  représente la perte de potentiel dans le substrat de silicium de la structure MOS, dont nous détaillerons le calcul au § 4.4.1.

La différence des travaux de sortie entre l'électrode de métal et le semiconducteur induit une courbure des bandes de conduction et de valence de ce dernier. Nous pouvons appliquer une tension sur l'électrode métallique égale au potentiel de bandes plates  $V_{fb}$  afin de corriger ce différentiel. Celui-ci est donné par l'expression suivante [Sze] :

$$V_{fb} = (\phi_m - \phi_{sc}) - \frac{Q_{ox}}{C_{ox}} \quad [1.1]$$

, où  $Q_{ox}$  représente la charge aux interfaces et dans le volume d'oxyde, et  $C_{ox}$  est la capacité de l'oxyde par unité de surface. Par la suite nous supposerons l'absence de charges pour le calcul du potentiel de bandes plates (cf. § 4.4.1).

La capacité MIM est aujourd'hui l'objet d'un grand nombre de recherches, en particulier au niveau de leur fiabilité et de leur dégradation dans le temps [Besset2003] [Bajolet2006] [Hickmott2006] [Thèse-Gaillard2006] [Hung2007].

### 1.1.3 – Diélectriques high-k

L'oxyde de silicium  $\text{SiO}_2$  actuellement utilisé dans les structures MOS atteint ses limites physiques pour des épaisseurs de l'ordre de 2 nm. Pour de telles épaisseurs les courants de fuites dans les structures par effet tunnel deviennent trop importants pour permettre le bon fonctionnement du dispositif. Néanmoins ces épaisseurs d'oxyde sont une nécessité pour répondre à la miniaturisation des dispositifs électroniques et à l'augmentation des performances des systèmes. Un grand nombre d'études est actuellement mené pour trouver et développer des matériaux à haute constante diélectrique (appelés high-k) [Houssa2006] [Pantisano2006], supérieure à celle du  $\text{SiO}_2$  (constante diélectrique  $\epsilon = 3,9$ ), pouvant remplacer l'oxyde de silicium dans les structures MOS [Wallace2002] [Ribes2005] [Thèse-Busani2006].

En effet, si  $S$  est la surface du dispositif et  $d$  l'épaisseur d'oxyde, la capacité  $C$  s'écrit :

$$C = \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon \cdot S}{d} \quad [1.2]$$

, où  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide, et  $\epsilon$  la permittivité relative de l'oxyde.

L'épaisseur peut donc être plus grande, et par conséquent réduire le courant de grille, tout en gardant une valeur de  $C$  élevée. La notion d'épaisseur équivalente d'oxyde (EOT, Equivalent Oxide Thickness) est alors introduite pour comparer, à  $C$  égal, les performances des high-k par rapport au  $\text{SiO}_2$ . Ainsi, l'épaisseur EOT pour un matériau de permittivité  $\epsilon$  et d'épaisseur  $d$  est définie par :

$$EOT = \frac{\epsilon_{\text{SiO}_2}}{\epsilon} \cdot d \quad [1.3]$$

De nombreux matériaux sont actuellement étudiés pour remplacer le  $\text{SiO}_2$ , en particulier pour développer les capacités MIM. Il s'agit le plus souvent d'oxydes métalliques parmi lesquels :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [Bécu2006] [Thèse-Mazaleytrat2006] [Manceau2007],  $\text{BaTiO}_3$  [ElKamel2007],  $\text{BiTaO}$  [Gonon2007],  $\text{La}_2\text{O}_3$  [Miranda2005] [Hsu2006],  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  [Chiu1997] [Fleming2000] [Blonkowski2001] [Novkovski2004] [Deloffre2005] [Gaillard2006],  $\text{TiO}_2$  [Thèse-Busani2006],  $\text{SrTaO}$  [Thèse-Guillan2005],  $\text{HfO}_2$  [Callegari2001] [Jeong2005] [Ranjan2005] [Monzio-Compagnoni2006] [Thèse-Dabertrand2006] [Wolborski2007] [Mahapatra2007],  $\text{ZrO}_2$  [Wilk2000] [Houssa2000] [Houssa2001-b] [Wang2005] [Hsu2007],  $\text{HfSiO}$  [Crupi2005] [Campera2007] [Duschl2007] et  $\text{Y}_2\text{O}_3$  [Blonkowski2007] [Kahn2007] [O'Connor2005-b]. Néanmoins, ils ont une largeur de bande interdite généralement moins importante que le  $\text{SiO}_2$ , ce qui se traduit par des hauteurs de barrière plus faible pour les trous et les électrons.

Aussi, ces différents oxydes se sont avérés difficiles à intégrer dans le cadre des applications logiques. Dans le cas des applications des condensateurs MIM, la réduction de surface des circuits intégrés (IC, Integrated Circuits) conduit de la même manière à introduire des matériaux high-k.

Quelles que soient les applications, la valeur de la constante diélectrique doit donc être la plus élevée possible. Cependant, l'augmentation de la constante diélectrique est corrélée à une diminution de la bande interdite [Wallace2002]. Cette dépendance est bien expliquée lorsqu'il s'agit de la partie optique de la constante diélectrique [Phillips1968].

La réduction de la bande interdite a pour conséquence de diminuer la hauteur de barrière entre le métal et le diélectrique. De ce fait le transfert d'électrons depuis le métal est plus important que pour l'interface isolant / silice. Les courants de fuites et la résistance à la rupture diélectrique en sont alors affectés. Pour un fabricant de circuits intégrés la question de fiabilité est cruciale, et l'introduction des matériaux high-k complique le processus. Le présent travail est une contribution à la compréhension des mécanismes de rupture diélectrique.

## 1.2 – Mesures électriques

### 1.2.1 – Courants et fuites à travers l'oxyde

Lorsqu'une tension continue est appliquée aux bornes de la capacité, des courants de fuite apparaissent dans l'isolant, et plus particulièrement pour les très faibles épaisseurs [Vogel1998] [Kar2000]. Ces courants de fuite sont causés par différents types de défauts liés au diélectrique lui-même ou à la structure du composant, ce qui a pour effet de permettre le passage d'électrons d'une électrode à l'autre. Ils sont responsables de l'échauffement des dispositifs électroniques, de leur dégradation accélérée, et peuvent également induire des erreurs dans le fonctionnement et le calcul des microprocesseurs.

Les différents phénomènes de conduction pouvant intervenir, et s'appliquant à la présente étude, sont les suivants [Thèse-Brière1996] :

- **Le courant tunnel direct :**

L'effet tunnel désigne la propriété que possède une particule à franchir une barrière de potentiel (l'épaisseur d'oxyde), franchissement impossible selon les principes de la mécanique classique mais pas selon ceux de la mécanique quantique. Généralement, la fonction d'onde d'une particule ne s'annule pas au niveau de la barrière de potentiel, mais s'atténue à l'intérieur. Par conséquent, si à la sortie de la barrière de potentiel, la particule possède une probabilité de présence non nulle, alors elle peut traverser cette barrière. Dans le cas de la capacité, un porteur peut être transféré d'une électrode à l'autre à travers l'oxyde en l'absence de champ électrique, si le diélectrique est suffisamment mince ( $< 3$  nm).

- **Le courant tunnel Fowler-Nordheim :**

Pour les diélectriques plus épais, l'effet tunnel n'est observable que si un fort champ électrique est appliqué. Ce champ aura pour effet de modifier / abaisser la barrière de potentiel vers une forme triangulaire (réduisant ainsi virtuellement l'épaisseur d'oxyde vu par l'électron), permettant ainsi l'effet tunnel. C'est ce mécanisme de transport à travers une barrière triangulaire qui est dit du type Fowler-Nordheim [Simmons1963] [Simmons1963-b] [Thèse-Brière1996] [Thèse-Aziz2006].

- **Le courant Poole-Frenkel :**

Ce mécanisme de conduction est assisté par la présence de défauts (pièges) dans le diélectrique. Les électrons se propagent par sauts entre des états localisés dans la bande interdite du diélectrique qui sont supposés être des centres ionisés (donneurs d'électrons). Cet effet résulte de l'abaissement de l'énergie d'ionisation  $E_i$  de ces centres avec l'application d'un champ électrique.

Le tableau de la figure 1.3 regroupe ces différents courants, leur expression ainsi que le diagramme de bande représentatif du passage des électrons à travers l'épaisseur d'oxyde.

<b>Tunnel direct</b>	$J = \frac{2.2.q^2}{8\pi.h.\phi_b}.E^2.e^{\left[\frac{-8\pi}{2.96.h}\sqrt{2.m^*.q}\left(\frac{\phi_b^{\frac{3}{2}}}{E} - \frac{(\phi_b - V)^{\frac{3}{2}}}{E}\right)\right]}$	
<b>Fowler-Nordheim</b>	$J = \frac{2.2.q^2}{8\pi.h.\phi_b}.E^2.e^{\left[\frac{-8\pi}{2.96.h}\sqrt{2.m^*.q}\frac{\phi_b^{\frac{3}{2}}}{E}\right]}$	
<b>Poole-Frenkel</b>	$J = J_0.e^{\left(\frac{-q.\phi_b}{k.T}\right)}.e^{\left[\frac{1}{k.T}\left(\frac{q^3.E}{\epsilon}\right)^{\frac{1}{2}}\right]}$	

Figure 1.3 : tableau récapitulatif des types de conductions pouvant intervenir.

Dans les expressions précédentes,  $J$  est la densité de courant,  $E = V/d$  le champ électrique de la tension  $V$  appliquée aux bornes de l'oxyde d'épaisseur  $d$ ,  $q$  la charge de l'électron,  $h$  la constante de Planck,  $\phi_b$  la hauteur de barrière,  $m^*$  la masse effective de l'électron dans l'isolant,  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température et  $\epsilon$  la constante diélectrique de l'isolant.

Dans la plupart des études de fiabilité menées sur les diélectriques de faible épaisseur, le problème est abordé selon une approche statistique puisque la réduction des dimensions ne permet pas de définir des valeurs moyennes exactes. La problématique de la reproductibilité des mesures devient de plus en plus préoccupante, d'autant plus que les techniques d'élaboration de ces couches minces ne permettent pas encore d'obtenir des oxydes d'excellente qualité. En effet, plus les dimensions se réduisent, plus les défauts présents aux interfaces ou dans le volume d'oxyde deviennent gênants pour le dispositif et son fonctionnement [Lewis1994].

## 1.2.2 – La rupture diélectrique

La rupture diélectrique ou claquage électrique (ou encore electrical breakdown) est un phénomène commun aux diélectriques qui perdent leur propriété isolante, ce qui se traduit par l'apparition brutale d'un courant lors de l'application d'une tension donnée pendant un temps donné. L'équivalent mécanique pourrait être illustré par la rupture d'une poutre soumise à une contrainte. Les défauts présents dans les matériaux lors de leur élaboration sont souvent pointés du doigt comme précurseurs du claquage [Osburn1972] [Osburn1972-b].

Ce phénomène se déclenche en général à partir d'un certain seuil en champ ou en temps. Il concerne tous les isolants et constitue encore un domaine ouvert et complexe. Pour ce qui concerne les diélectriques solides utilisés dans les circuits, l'ordre de grandeur des champs de claquage est de 1 à une dizaine de  $\text{MV.cm}^{-1}$  soit de  $10^{-2}$  à  $10^{-1} \text{ V.Å}^{-1}$ . Compte tenu que la force de rappel inter-ionique est de l'ordre de quelques  $\text{eV.Å}^{-2}$  à quelques dizaines de  $\text{eV.Å}^{-2}$ , le déplacement d'un ion serait de l'ordre de  $10^{-3} \text{ Å}$  pour un tel champ électrique. Cela montre que l'effet du champ seul sur la liaison est insuffisant.

La compréhension actuelle des mécanismes de défaillance repose sur la génération de défauts qui finissent par former un chemin conducteur. La génération de ces défauts peut s'expliquer soit par l'injection de porteurs soit par la rupture de liaisons considérées comme réaction chimique. Dans le premier, cas la génération des défauts peut se produire soit par ionisation par impact [Shatzkes1976], soit par injection de trous depuis l'anode puis capture [DiMaria1993], soit par libération d'hydrogène [DiMaria1997-c]. Dans le second cas, le modèle thermochimique [McPherson1998-b] permet de calculer le nombre

de défauts créés par unité de temps qui est proportionnel à une constante de réaction activée en température et en champ. On en tire une durée avant claquage qui varie de manière exponentielle avec le champ. Une autre approche du phénomène complémentaire est l'approche statistique sur laquelle nous reviendrons plus en détail (cf. § 1.3).

En effet, prévoir les temps et tensions seuils en condition de fonctionnement réel des circuits constitue un des enjeux majeurs pour les fabricants de circuits intégrés. S'il est important de comprendre les causes de la rupture, il est aussi nécessaire d'en prévoir la durée de vie grâce à des tests accélérés. La rigidité diélectrique des oxydes de grille devenant de plus en plus fins conditionne en grande partie la durée de vie des dispositifs. Le sujet a fait l'objet de très nombreuses publications et pour une revue générale dans le cas de l'oxyde grille on pourra par exemple consulter [Lombardo2005].

Dans le cadre du présent travail de recherche, il nous a semblé utile d'illustrer certaines des définitions et modèles utilisés dans la compréhension des mécanismes de défaillance précités pour expliquer le claquage à travers l'exemple des capacités MIM, en particulier dans le cas de structures TiN / HfO<sub>2</sub> / TiN. Lorsque l'on soumet ces structures à une contrainte (stress) en tension, on observe une augmentation du courant dans le temps [Nafria1992] [Mondon2003]. Comme on peut le voir sur la figure 1.4, le courant augmente légèrement aux temps courts, c'est la phase de dégradation. Il s'ensuit une montée du courant bruitée avec des paliers, plus visible pour les faibles surfaces.

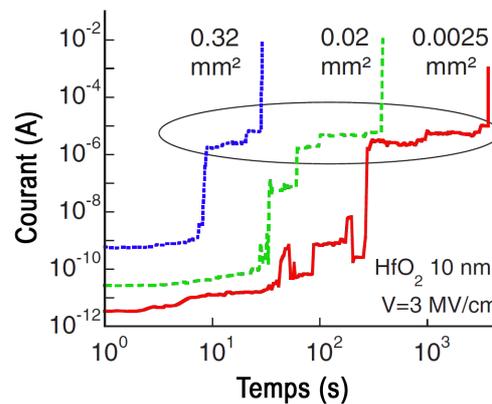


Figure 1.4 : courants mesurés en fonction du temps de stress (3 V) sur des structures MIM TiN / HfO<sub>2</sub> (20 nm) / TiN de surfaces différentes [Mondon2003].

Cette augmentation modérée du courant correspond au **Soft Breakdown (SBD)** [Brisbin2002] que l'on a représenté sur la figure 1.5. Ces courants induits par le stress sont encore appelés SILC (pour **Stress Induced Leakage Current**) [Patel1994]. Pour des temps plus longs on observe l'apparition d'un plateau indépendant de la surface qui correspond à un courant sur une zone bien plus petite que la surface du condensateur lui-même. Ceci peut s'interpréter comme la traduction d'un courant filamentaire qui correspondrait à la connexion des défauts générés par le stress d'un bout à l'autre du condensateur. L'aspect filamentaire du claquage peut être décrit sous forme de modèles de percolation [Suñé1990] [Degraeve1995-b] [Stathis1999]. Enfin on observe une brusque et très importante montée du courant qui est le claquage proprement dit, appelé **Hard Breakdown (HBD)**, et qui proviendrait de l'accumulation d'énergie due au passage du courant dans le filament par effet Joule [Kim2006].

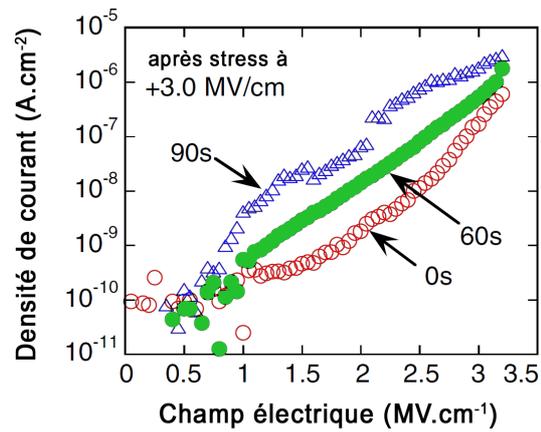


Figure 1.5 : courants mesurés en fonction du champ appliqué après stress (SILC) sur des structures MIM TiN / HfO<sub>2</sub> (20 nm) / TiN pour différentes durées [Mondon2003].

Il apparaît que le claquage survient de manière abrupte aussi bien en fonction du champ que du temps, au moins pour le HBD. Comme nous le montrons sur la figure 1.6 la probabilité cumulée de claquage est centrée autour d'une valeur du champ avec une dispersion extrêmement ténue.

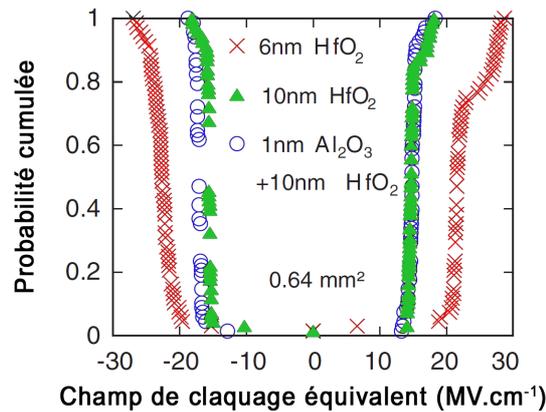


Figure 1.6 : probabilité cumulée de claquage en fonction du champ appliqué sur des structures MIM TiN / HfO<sub>2</sub> (10 nm) / TiN et TiN / HfO<sub>2</sub> (6 nm) / TiN pour différentes durées (le champ équivalent est le champ réel divisé par 3.9, constante diélectrique du SiO<sub>2</sub>) [Mondon2003].

Cependant, comme le montre la figure 1.6, ce champ dépend de l'épaisseur. Il a par ailleurs aussi été démontré que pour des structures MIM Al / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (obtenues par anodisation) / Au, le claquage diélectrique est contrôlé par la tension et non pas par le champ. Dans le cas du SiO<sub>2</sub> épais, comme le montre la figure 1.7, le champ de claquage dépend de l'épaisseur. Cette dépendance, a été étudiée [Shatzkes1976] [Solomon1977] [Suyama1987] et expliquée dans le cadre du modèle d'ionisation par impact pour ce qui concerne les oxydes épais.

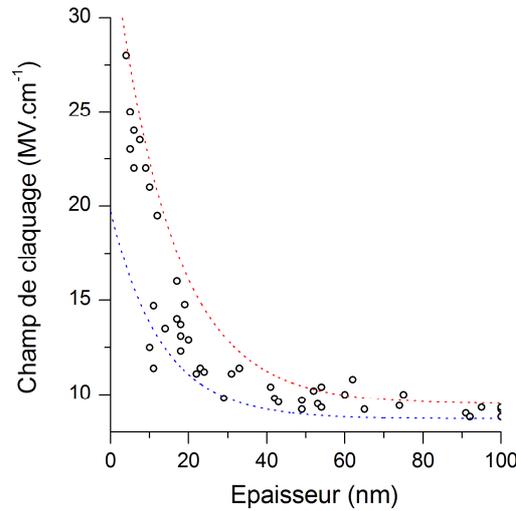


Figure 1.7 : évolution du champ de claquage  $E_{bd}$  du  $\text{SiO}_2$  en fonction de son épaisseur  $d$ , avec les limites exponentielles théoriques basses (en bleue) et hautes (en rouge) [DiStefano1976] [Sze].

Le champ de claquage n'est donc peut-être pas une grandeur physique pertinente au sens d'un champ électrique intrinsèque, mais plutôt une indication du seuil.

La question de l'évolution du champ de claquage  $E_{bd}$ , a entre autres été étudiée par McPherson [Jain2002] [McPherson2003-b]. Le modèle thermochimique de McPherson repose sur l'activation de la génération de défauts par le champ électrique ressenti par un ion au sein du matériau. Or, le champ local est plus élevé que le champ appliqué du fait de la polarisation des autres ions. Le champ local est en général complexe à calculer. Pour un système homogène et isotrope ou cubique constitué d'ions identiques, le champ local  $E_{Loc}$  a pour expression le champ de Lorentz [Kittel].

$$E_{Loc} = E \frac{(\epsilon + 2)}{3} \quad [1.4]$$

On voit donc que plus la constante diélectrique  $\epsilon$  est élevée, plus le champ local est intense. Pour un même champ électrique appliqué, un diélectrique high-k doit donc présenter un champ de claquage local plus élevé. L'expression calculée par McPherson est la suivante [McPherson1997] [McPherson2002] [McPherson2003] :

$$E_{bd} = 35.\epsilon^{-0.64} \quad [1.5]$$

Cette expression semble en bon accord avec l'expérience puisque un ajustement avec la courbe expérimentale (figure 1.8) donne :

$$E_{bd} = 29.9.\epsilon^{-0.65} \quad [1.6]$$

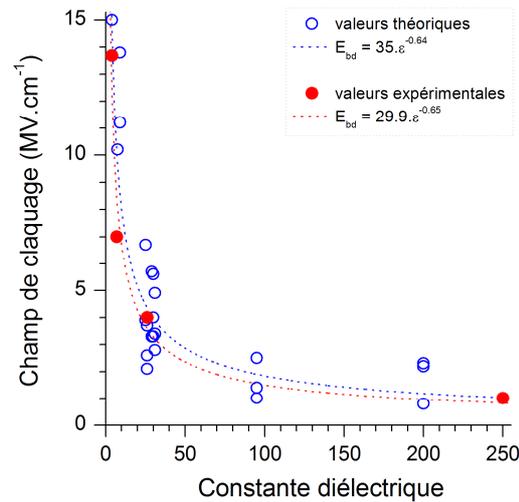


Figure 1.8 : variation théorique et expérimentale du champ de claquage en fonction de la constante diélectrique [McPherson2003].

Cependant, le modèle de McPherson ne tient pas compte de l'effet de la variation de la bande interdite qui diminue aussi avec la constante diélectrique. De ce fait l'ionisation par impact doit aussi augmenter avec la constante diélectrique. Quoiqu'il en soit, on observe bien que le champ de claquage décroît fortement avec l'augmentation de la constante diélectrique.

Enfin, une dernière observation concerne cette fois-ci l'évolution du champ électrique en fonction de la surface de la capacité. On observe en effet que le champ de claquage ainsi que le temps nécessaire pour arriver jusqu'au claquage TDDB (**T**ime **D**ependant **D**ielectric **B**reakdown), augmente lorsque la surface de la capacité testée diminue. Comme nous allons le voir dans la prochaine section, ceci s'explique par l'analyse statistique.

La rupture diélectrique peut donc être étudiée selon deux critères, le temps au claquage (TDDB) ou le champ de claquage. Les mesures de TDDB permettent d'estimer la durée de vie moyenne du diélectrique pour un champ électrique donné. Une rampe en tension (champ) permet d'obtenir le champ de claquage moyen du diélectrique. Berman a introduit une relation entre ces deux types de mesures en ne faisant intervenir qu'un paramètre  $\gamma$  dépendant du diélectrique étudié [Berman1981]. En effet, il existe une distribution statistique du champ de claquage  $E_{bd}$  pour un temps appliqué  $t_0$  constant, et inversement il existe une distribution des temps au claquage  $t$  pour un champ électrique constant  $E_0$ . Cette relation peut s'écrire comme suit [Berman1981] :

$$\ln(t) = \ln(t_0) + \gamma(E_{bd} - E_0) \quad [1.7]$$

## 1.3 – Représentation statistique de Weibull

La distribution de Weibull est la plupart du temps utilisée dans les domaines d'analyse de durée de vie de dispositifs électroniques [Das2003] [Kim2003] [Allers2004] [Haase2005], plus particulièrement grâce aux mesures de TDDB [Nafria1993] [Degraeve1996-b] [Teramoto1999] [Seo1999].

Ces mesures de TDDB consistent en l'application d'un champ électrique ou d'un courant constant aux bornes d'une capacité, jusqu'au claquage du diélectrique [Oussalah1999]. Un champ électrique dynamique peut également être appliqué selon plusieurs fréquences de fonctionnement [Nafria1996]. Le champ appliqué est suffisamment intense afin d'accélérer la venue du claquage, généralement situé de quelques secondes jusqu'à plusieurs heures [Rosenbaum1996]. La loi de Weibull est utilisée pour corréler les différentes mesures de claquage entre elles, puis par extrapolation de définir une durée de vie pour un régime de fonctionnement donné [Thèse-Monsieur2002]. La loi de probabilité de Weibull est donnée par :

$$f(x) = \frac{\beta}{\alpha} \left( \frac{x}{\alpha} \right)^{\beta-1} e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta} \quad [1.8]$$

, où la variable  $x$  peut être le champ électrique, la tension ou le temps, et  $\alpha, \beta$  sont des constantes positives ;  $\alpha$  représente la valeur de  $x$  (par exemple le TDDB ou le champ de claquage  $E_{bd}$ ) pour un taux de défaillance de  $63.2\% \times (1 - e^{-1})$  ;  $\beta$  est la pente de Weibull représentant la dispersion.

De manière pratique on détermine expérimentalement la densité de probabilités ou probabilité cumulée  $F(x)$  comme suit :

$$F(x) = \int_0^x f(u) du = 1 - e^{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta} \quad [1.9]$$

En regard de l'équation [1.9] précédente il est commode d'exprimer  $F(x)$  dans une échelle dite de Weibull  $W(x)$  :

$$W[F(x)] = \ln[-\ln(1 - F(x))] = \beta \cdot \ln\left(\frac{x}{\alpha}\right) \quad [1.10]$$

Imaginons que nous testions un dispositif dont la surface  $S$  se divise en  $N$  parties d'égales surfaces  $S_0$ . Pour chacune de ces surfaces la probabilité de claquage est donnée par la même distribution de Weibull  $F_0$ . La probabilité pour que le dispositif entier fonctionne est alors donnée par  $1 - F_N = (1 - F_0)^N$ , c'est-à-dire :

$$F_N = 1 - (1 - F_0)^N \quad [1.11]$$

, d'où l'on tire :

$$\ln[-\ln(1 - F_N)] = \ln[-\ln(1 - F_0)] + \ln(N) = \ln[-\ln(1 - F_0)] + \ln\left(\frac{S_N}{S_0}\right) \quad [1.12]$$

On remarque donc qu'en échelle de Weibull si deux échantillons de surfaces différentes  $S_1$  et  $S_2$  ont la même loi de probabilité de claquage alors :

$$\ln[-\ln(1 - F_2)] = \ln[-\ln(1 - F_1)] + \ln\left(\frac{S_2}{S_1}\right) \quad [1.13]$$

Si les pentes  $\beta$  sont les mêmes, compte tenu de l'équation [1.10] :

$$\beta \cdot \ln\left(\frac{\alpha_1}{\alpha_2}\right) = \ln\left(\frac{S_2}{S_1}\right) \quad [1.14]$$

Du point de vue pratique on peut alors aligner sur un même graphe les valeurs de  $x$  de chacun en rajoutant en ordonnée le facteur d'échelle  $\ln(S_2/S_1)$ , ce qui est illustré sur les graphes des figures 1.9 et 1.10, où l'on a reporté en échelle de Weibull le TDDB de capacités MIM de plusieurs surfaces.

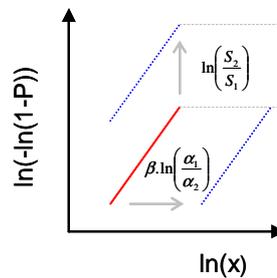


Figure 1.9 : schéma de comparaison des représentations de Weibull pour des mesures effectuées à différentes surfaces de capacité.

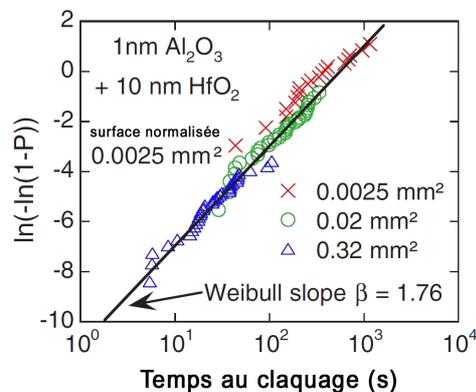


Figure 1.10 : représentation de Weibull du TDDB pour plusieurs surfaces de capacités MIM TiN / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1 nm) / HfO<sub>2</sub> (10 nm) / TiN [Mondon2003].

Si plusieurs surfaces sont comparées sur un même graphique, et que celles-ci suivent un alignement et une pente identique, c'est que la probabilité de rupture a probablement la même origine pour les surfaces en question. On note que dans les modèles de percolation, la pente de Weibull  $\beta$  de la charge après claquage ( $Q_{bd}$ ) croît avec l'épaisseur pour le SiO<sub>2</sub> [Kauerauf2002].

C'est la propriété de mise à l'échelle de la distribution de Weibull avec la surface que nous souhaitons utiliser ici. Or il existe un moyen de procéder à des mesures électriques sur des échelles de surface de l'ordre du nanomètre à la dizaine de nanomètres carrés. Il s'agit d'utiliser un Microscope à Force Atomique (AFM) en mode de conduction, la pointe étant la sonde électrique locale en contact avec la surface de l'oxyde.

## 1.4 – Microscopie à force atomique (AFM)

## 1.4.1 – Présentation et principe de fonctionnement

La microscopie à force atomique (AFM, **A**tomic **F**orce **M**icroscopy) a été introduite en 1986 par G. Binnig, C. F. Quate et C. Gerber [Binnig1986], comme une application du concept de microscope à effet tunnel (STM, **S**canning **T**unneling **M**icroscopy) [Binnig1982] permettant l'étude de surfaces de matériaux isolants à l'échelle atomique.

Les auteurs ont démontré la possibilité d'imager, à l'air libre, la surface d'échantillons conducteurs ou non, avec une résolution latérale de 30 Å et une résolution verticale inférieure à 1 Å. La technique a, depuis lors, été adaptée à différents environnements tels que le vide, le milieu liquide, les basses températures, les champs magnétiques et aussi pour des applications en chimie ou en biologie.

Le principe de mesure de l'AFM est basé sur la mesure des forces entre une pointe et la surface étudiée. La pointe est elle-même montée sur un microlevier flexible (ou cantilever), constitués tous deux en silicium (voir figure 1.11).

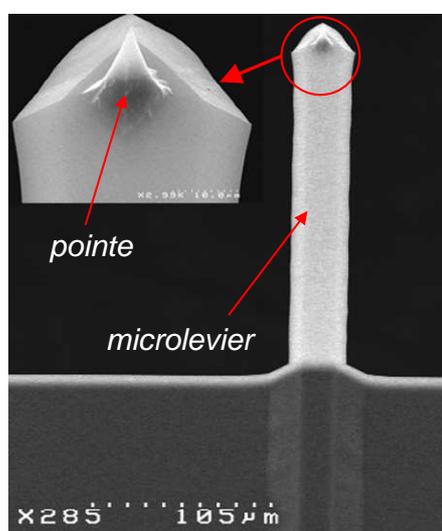


Figure 1.11 : photo MEB (Microscopie à Balayage Electronique) d'un microlevier (cantilever) et de sa pointe (tip) en silicium.

Les forces d'interaction modifient la déflexion ou la torsion statique ou oscillante du cantilever. Ces forces d'interaction dépendent principalement de la distance pointe / surface, et peuvent être du type électrostatique, magnétique, de Van der Waals, capillaire ou coulombienne. Ces forces sont soit attractives soit répulsives. L'effet de celles-ci est généralement représenté selon le potentiel de Lennard-Jones ( $U_{LN}$ ) qui allie les forces de Van der Waals (potentiel attractif) et celles dues à l'interpénétration des nuages électroniques (potentiel répulsif) :

$$U_{LN}(r) = 4\epsilon \cdot \left[ \left( \frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] \quad [1.15]$$

, avec  $r$  la distance inter-atomique,  $\epsilon$  la force d'attraction et  $\sigma$  le rayon de cœur répulsif. Le graphe de la figure 1.12 représente le potentiel de Lennard-Jones pris entre deux atomes non chargés.

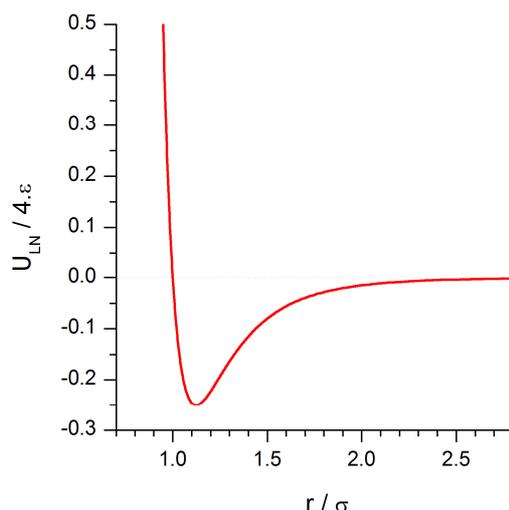


Figure 1.12 : potentiel empirique de Lennard-Jones entre deux atomes non chargés.

L'AFM est capable de sonder les parties répulsives et attractives de ce potentiel. Les forces électrostatiques, qui décroissent rapidement avec la distance pointe / surface, pourront être mesurées à l'aide du mode EFM (**E**lectrostatic **F**orce **M**icroscopy) et qui sera brièvement décrit par la suite.

La mesure des déformations du cantilever dans les microscopes de force actuels s'effectue, le plus souvent, grâce à la déviation d'un faisceau lumineux issu d'une diode laser réfléchi par l'extrémité de la face arrière du cantilever, méthode proposée dès 1988 par G. Meyer et N. Amer [*Meyer1988*]. La position du faisceau sur un photodétecteur 4-cadrans permet ainsi de connaître la déviation en  $x$ ,  $y$  et  $z$  du cantilever causée par la rugosité de surface. Le schéma de la figure 1.13 montre le fonctionnement de l'AFM en mode contact.

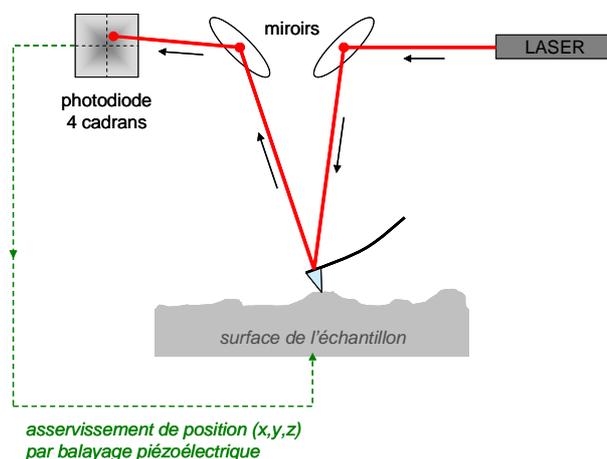


Figure 1.13 : schéma de fonctionnement de l'AFM en mode contact.

Selon la raideur du cantilever, il est possible de détecter des forces de quelques pico Newton (pN). Ainsi pour un microlevier de raideur de  $1 \text{ N.m}^{-1}$ , une force de 1 nN permet son déplacement de 1 nm.

La raideur du cantilever ne doit cependant pas dépasser celle équivalente d'une liaison atomique, sous peine de voir la surface s'endommager. Or avec une fréquence vibrationnelle  $\omega \sim 10^{13} \text{ rad.s}^{-1}$  et une masse  $m \sim 10^{-25} \text{ kg}$  pour une liaison atomique, la constante de raideur équivalente d'un atome est  $k = \omega^2 m = 10 \text{ N.m}^{-1}$ . D'un autre point de

vue, on peut casser une liaison chimique avec une énergie de l'ordre de  $\sim 5 \text{ eV.Å}^{-2}$ , soit l'équivalent d'une constante de raideur de  $\sim 80 \text{ N.m}^{-1}$ . L'enjeu est donc d'utiliser des microleviers de constante de raideur de l'ordre de 1 à  $10 \text{ N.m}^{-1}$ .

Le développement de cette méthode de sonde locale a été rapide aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'en milieu industriel. Des tâches de contrôle sur des lignes de production sont couramment effectuées à l'aide de ce dispositif relativement simple à mettre en œuvre. La majorité des utilisateurs cherche à obtenir des formes ou des tailles caractéristiques de la surface, sa topographie. En balayant l'échantillon sous la pointe de l'AFM, on obtient l'image topographique recherchée.

Il existe plusieurs modes de fonctionnement de l'AFM : ainsi il peut être utilisé en mode contact où la pointe glisse sur la surface à étudier, permettant également l'application de tensions et la mesure de courants à partir de la pointe (C-AFM, **C**onductive **A**tomic **F**orce **M**icroscopy) ; le mode EFM (**E**lectrostatic **F**orce **M**icroscopy) qui est un mode non contact permettant de détecter les charges électrostatiques piégées à la surface [Garcia2002] [Thèse-Dianoux2004] [HDR-Bertin2006], ces dernières agissant sur la fréquence de résonance du cantilever via les forces électrostatiques induites par ces charges ; ou alors selon un mode hybride, le Tapping<sup>®</sup> (marque déposée par Digital Instruments<sup>®</sup>, aujourd'hui rachetée par Veeco<sup>®</sup>), où la pointe vient taper à la surface [Garcia1999]. Ce dernier mode permet en outre de réduire l'abrasion de la pointe sur la surface lors des modes en contact, tout en gardant une excellente résolution spatiale de la surface étudiée.

#### 1.4.2 – Utilisation du C-AFM dans la microélectronique

Ces dernières années ont donc vu naître un nouvel intérêt autour de l'AFM et de son utilisation en tant que sonde électrique locale, en particulier sur la caractérisation des matériaux diélectriques et de leur fiabilité [Richter2000] [Suñé2000-b] [Lo2001] [Hourdakis2006]. L'un des sujets qui nous concerne dans notre étude est celui de déterminer assez précisément la surface en contact entre la pointe et la surface, estimée parfois comme pouvant aller d'une dizaine jusqu'à plusieurs centaines de nanomètres carrés [Porti2001-d] [Porti2004]. Un grand nombre de caractérisations électriques spécifiques ont été développées à partir du C-AFM [Chuang2004] [Pingree2005] [Bailon2006]. Les mesures de TDDDB font également parties des principales recherches utilisant l'AFM [Fiorenza2005] [Fiorenza2006] [Fiorenza2007], ces tests étant déjà très répandus pour les mesures de l'échelle micrométrique.

Les plus importants sujets de recherche, auxquels nous nous intéresserons de plus près dans cette étude, sont les mesures de claquage, de courant, mais également de topographie suite aux mesures électriques précédemment effectuées et qui font apparaître une modification ou dégradation de l'état de surface [Porti2002-c] [Porti2002-d] [Porti2007-b]. D'autres domaines de recherche se tournent vers des mesures du courant suite à l'irradiation de fines couches d'oxydes pour en mesurer la dégradation [Porti2005-c], ou concernent d'autres matériaux comme les polymères et organiques [Zhao2004-b] [Alexeev2006].

Un tel engouement autour de cet outil a ainsi apporté son lot d'amélioration pour chacune de ces caractérisations. La plus importante se trouvant au niveau de la sonde locale : la pointe. Ainsi de nouvelles pointes spécialement conçues pour une utilisation électrique de l'AFM ont été développées, il s'agit des pointes conductrices autres que celles en silicium massif [Benstetter2002]. En effet ces dernières reproduisaient des caractéristiques électriques liées au semiconducteur lui-même, alors une évolution a été menée dans le but de les rendre métalliques.

Il existe désormais des pointes de silicium dont la surface a été recouverte d'un dépôt mince de métal [Frammelsberger2007], en l'occurrence un alliage de platine-iridium (PtIr). Néanmoins, ces pointes ont une fâcheuse tendance à se dégrader rapidement sous les contraintes mécaniques liées aux frottements sur la surface, ou à cause des fortes densités de courant la traversant [Pétry2004].

Ce point précis peut être évité si les pointes sont recouvertes de diamants (voir figure 1.14), organisés en cristaux et déposés sur la base de silicium [Tanasa2003] [Koo-Hyun2007]. De telles pointes ont été utilisées pour des études mécaniques, d'abrasion ou de nano-lithographie de la surface, puisque le diamant possède une dureté largement supérieure à la majorité des matériaux [Xing1993] [Santinacci2001] [Riedo2003] [Bae2003]. La seule contrainte se situe en leur apex, dont le rayon de courbure dépasse les pointes traditionnelles en silicium, et offrant donc une moins bonne résolution spatiale lors d'images topographiques. Certains travaux sont dirigés dans le but de réduire le rayon de courbure de ces pointes afin d'augmenter leur potentiel de résolution spatiale [Olbrich1999] [Beuret2000].

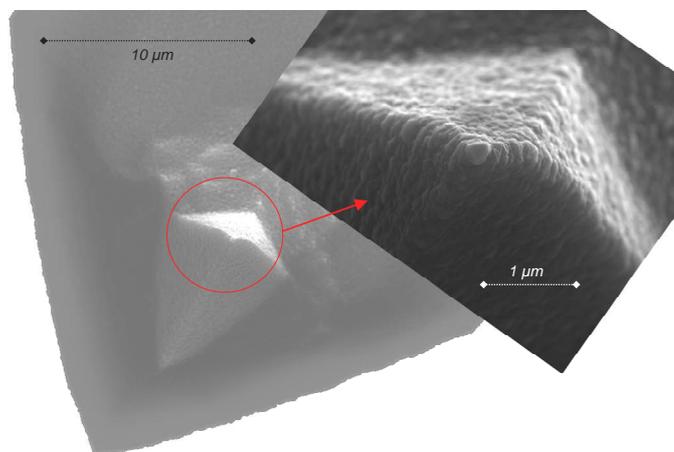


Figure 1.14 : photo MEB d'une pointe diamantée utilisée lors de cette étude.

De telles pointes ont ensuite été rendues conductrices par dopage au bore, les rendant à la fois solides et fiables lors des mesures électriques [Malavé1998] [Olbrich2001].

Un nouveau type de pointes diamantées est actuellement en cours de développement afin de réduire les contraintes liées au dépôt de cristaux de diamants, pouvant s'arracher de l'ossature formée de silicium. Il s'agira de pointes faites exclusivement de diamant massif [Oesterschulze1996] [Kazuya2000] [Hantschel2000] [Hantschel2001] [Alvarez2004], en se passant du noyau de silicium dont la croissance était initiée sur le cantilever.

Les premières utilisations du C-AFM en tant que sonde électrique locale ont permis de retrouver les propriétés électriques des oxydes minces préalablement étudiés à l'échelle micrométrique. C'est en particulier le cas du courant traversant ces couches, la plupart du temps comparé à ceux de type tunnel direct ou Fowler-Nordheim, et dont l'aire de contact pointe / surface est généralement estimée de quelques dizaines à plusieurs centaines de nanomètres carrés [Ruskell1996] [Olbrich1998-b] [Wu2006-b] [Zhang2006].

Ensuite, en poussant un peu plus la tension appliquée aux bornes de l'oxyde, les tensions de claquage peuvent être à leur tour étudiées. Et c'est précisément dans ce cas de figure, pour des surfaces de contact nanométriques, que l'observation du soft-breakdown (SBD) devient fréquente [Blasco2005-b].

Comme nous l'avons introduit précédemment, ce SBD est observable lorsqu'une seconde mesure du courant est effectuée à l'endroit exact de la première mesure. Sa caractéristique première est de fournir un courant plus élevé que lors du premier passage [Porti2004-b] [Aguilera2006]. Le graphique de la figure 1.15 expose plusieurs mesures effectuées successivement en un même endroit de la surface.

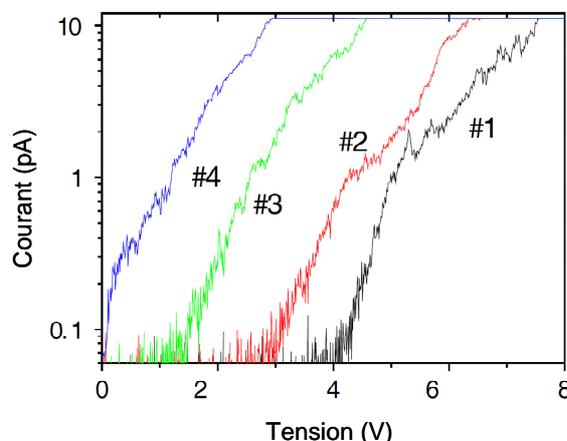


Figure 1.15 : succession de quatre caractéristiques I-V mesurées par C-AFM [Porti2004-b].

Ainsi la conductivité du chemin à travers l'épaisseur d'oxyde augmente au fur et à mesure qu'un courant circule à travers lui. Selon Porti, il se pourrait que ce soit la largeur (ou la section) de ce chemin qui augmente, laissant toujours plus de courant traverser l'oxyde d'une mesure à l'autre. De plus, avec la température locale qui augmente avec la quantité de courant traversant le chemin, l'oxyde se dégrade de façon accélérée laissant apparaître définitivement un chemin conducteur [Dumin1994].

Le modèle le plus abouti est celui du chemin de percolation créé à travers l'épaisseur d'oxyde sous l'action du champ électrique. L'hypothèse débute sur la formation de pièges de façon aléatoire dans le volume d'oxyde (voir figure 1.16). Lorsque ces pièges arrivent à former une chaîne reliant les deux électrodes de la capacité, le claquage survient car le court-circuit est formé [Stathis1997] [Suñé1990] [Suehle2002].

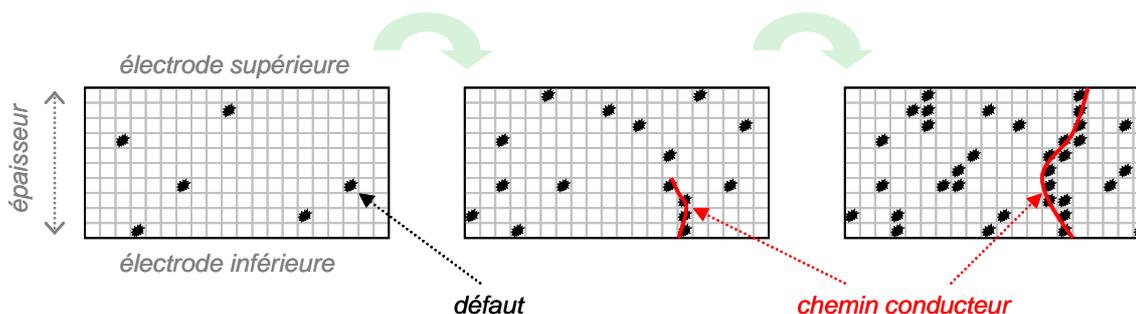


Figure 1.16 : création d'un chemin de percolation à partir de la formation de défauts dans l'épaisseur d'oxyde, ici représentée selon une matrice 20 x 10.

Ce modèle est basé sur la division en petites cellules de l'oxyde [Suñé1990] [Dumin1994], et dont chacune peut aléatoirement devenir un défaut (piège à électron) permettant la conduction des électrons. Il a ensuite été revu selon trois dimensions en faisant l'hypothèse du défaut sphérique [Degraeve2000], où cette fois-ci le rayon de la sphère est un des paramètres à prendre en compte dans la simulation du claquage par percolation [Huang2001] [Ielmini2004]. Lorsque ces sphères viennent à se recouvrir, la

conduction d'un défaut à l'autre devient possible. Ensuite par définition, le claquage est obtenu lorsque les deux électrodes sont reliées.

La distribution critique des défauts dans l'oxyde peut ensuite être simulée selon la loi statistique de Weibull que nous avons introduit précédemment [*Degraeve1999*]. C'est ainsi qu'a pu être simulé l'augmentation de la pente de Weibull avec l'épaisseur d'oxyde.

Grâce à l'utilisation du C-AFM on a pu observer un nouveau phénomène local à la surface de l'oxyde lors d'une injection de courant, et uniquement visible pour cette échelle nanométrique. Il s'agit cette fois-ci d'une modification de la topographie en surface, laissant apparaître des « bosses » aux endroits même où une mesure électrique a été faite [*Porti2002*] [*Porti2002-b*] [*Porti2004*] [*Wu2006-b*]. Ce phénomène ne peut bien évidemment pas être observé dans le cas des mesures faites à l'échelle micrométrique, puisque l'électrode supérieure métallique recouvre dans ce cas la surface de l'oxyde étudié.

Suite à l'utilisation du mode EFM, ces bosses ont pu être décrites comme étant des artefacts visibles par la pointe de l'AFM [*Belaidi1996*] [*HDR-Bertin2006*]. Ce ne serait en fait pas de réelles bosses, c'est-à-dire qu'il n'y a pas d'amas de matière à la surface. Il s'agirait en fait de charges piégées à la surface, ou dans le volume de l'oxyde, venant interagir avec la pointe via des forces électrostatiques [*Gordon2005*]. De plus, quel que soit le signe de la charge piégée, celle-ci induit une charge image de même signe au niveau de l'apex de la pointe. Le champ d'interaction est par conséquent répulsif, quel que soit le signe de cette charge. L'hypothèse d'un gonflement du substrat de silicium fait également partie des recherches menées par Zhang dans le but de comprendre les effets topographiques suite au claquage [*Zhang2006-b*]. Dans ce cas ce sont les effets de la très haute température locale au moment du claquage qui pourraient en être les responsables.

Par conséquent lorsque l'AFM est utilisé en mode contact, le champ d'interaction entre des charges piégées et la pointe (forces électrostatiques répulsive) contribue à repousser la pointe de la surface, créant une déflexion du cantilever laissant penser qu'elle se situe toujours en contact sur une bosse de la surface.

Cette notion de charges injectées par la pointe de l'AFM a ouvert certaines voies d'études dans le domaine des mémoires, couplée aux études de dots (petits îlots métalliques ou semiconducteurs) [*Darma2003*] [*Oh2002*] déposés à la surface dans le but de créer des mémoires flashes d'une nouvelle génération à distribution discrète de charges [*Thèse-Dianoux2004*] [*Gordon2005*] [*Dufourcq2007*] [*Dufourcq2008*]. Certaines techniques de fabrication de dots utilisent d'ailleurs l'AFM, par oxydation localisée suite à l'application d'une tension à la surface et sous atmosphère contrôlée [*Ju-Hung2003*].

## 1.5 – Conclusion

L'étude présentée ici s'inscrit dans le cadre des mesures électriques par sonde locale. Cependant jusqu'à présent nous ne disposons pas de comparaison entre les échelles de mesures de dispositifs de tailles standards en microélectronique (typiquement le  $\mu\text{m}^2$ ) et l'échelle nanométrique. C'est l'approche statistique qui a été choisie ici pour pouvoir comparer les résultats des mesures de courant et de tension de claquage aux deux échelles.

Nous nous posons donc la question suivante : supposons que nous puissions réduire la surface de mesure jusqu'à de très faibles dimensions, la loi de probabilité de Weibull restera-t-elle valable ? Et dans l'affirmative jusqu'à quelle valeur le champ de claquage va-t-il continuer à augmenter ? Quelles informations pourrions-nous tirer sur les mécanismes de défaillance grâce aux mesures à l'échelle nanométrique ? C'est donc un des buts du présent travail que de répondre expérimentalement à ces questions. Ceci devrait être possible grâce à l'utilisation conjointe du C-AFM et des tests de fiabilités standards pratiqués sur les mêmes échantillons mais à une tout autre échelle. Il existe aussi un intérêt plus pratique pour une telle étude. En effet, les différentes étapes d'élaboration des capacités réelles de surface micrométrique sont coûteuses, surtout à cause des étapes de photolithographie et de gravure. Si l'utilisation du C-AFM s'avère comparable (moyennant une mise à l'échelle) aux mesures de fiabilité sur dispositifs réels (capacités MOS ou MIM), cela ouvrirait la voie à des mesures de fiabilité locale sans contact, et donc économiques.

En premier lieu nous décrirons les mesures électriques standards effectuées sur des capacités de surface micrométrique. La structure damascène des capacités ainsi que le masque associé à leur fabrication seront présentés.

En second lieu nous présenterons l'AFM en tant que dispositif expérimental principal de cette recherche. Ses premières manipulations amèneront également le lot de modifications et optimisations entreprises afin d'obtenir des mesures plus fiables, mais surtout reproductibles. Le protocole expérimental sera présenté dans tous ses détails, depuis la préparation des échantillons, puis les mesures électriques, et enfin le traitement des données relevées à chacune des mesures.

Cette étude débutera par une validation des mesures à l'aide des matériaux les mieux connus du domaine de la microélectronique, c'est-à-dire pour l'empilement MOS de Si /  $\text{SiO}_2$ . Suite à cette validation, les matériaux en cours de développement et plus particulièrement les oxydes high-k qui sont l'œuvre de nombreuses recherches [Landau2000], seront étudiés à leur tour puis comparés aux résultats obtenus à l'échelle micrométrique. Dans ce cas ils s'agira d'oxydes tels que le dioxyde d'hafnium ( $\text{HfO}_2$ ) [Aguilera2006], le dioxyde de zirconium ( $\text{ZrO}_2$ ) [Kremmer2005], ou le silicate d'hafnium ( $\text{HfSiO}$ ) [Efthymiou2007]. L'électrode inférieure sera essentiellement en TiN.

Les mesures des tensions et champs de claquage seront les principales préoccupations de cette étude, suivies de près par la comparaison des courants pouvant traverser les couches minces d'oxyde. Les champs de claquage pourront être comparés selon la loi d'échelle qu'offre la représentation statistique de Weibull, tandis que les courants pourront être comparés en terme de densité de courant, c'est-à-dire du courant divisé par la surface traversée. Différents modèles théoriques permettront des simulations numériques de ce courant, en particulier les courants Fowler-Nordheim ou filamentaire.

Enfin, l'aspect topographique de la surface sera également discuté, en particulier après sa modification locale suite à l'injection de courant et l'obtention du claquage.



## Chapitre 2 – Dispositif expérimental

2.1 – Mesures de l'échelle micrométrique .....	32
2.1.1 – Présentation des capacités micrométriques .....	32
2.1.2 – Cartographie .....	33
2.1.3 – Mesures de courant .....	34
2.2 – AFM - Modifications instrumentales .....	35
2.2.1 – Contacts électriques .....	35
2.2.2 – Recuit et dégazage .....	36
2.2.3 – Utilisation de pointes diamantées .....	37
2.2.4 – Modification des portes échantillons .....	39
2.2.5 – Découplage du module MOCVD .....	39
2.2.6 – Ajout d'une résistance en série .....	39
2.2.7 – Augmentation des gammes en tension et en courant .....	40
2.2.8 – Application de la tension sur la pointe .....	40
2.2.9 – Ajout du mode EFM (Electrostatic Force Microscopy) .....	40
2.2.10 – Contrôle extérieur complet .....	41
2.3 – Protocole expérimental à l'échelle nanométrique .....	42
2.3.1 – Préparation et calibration .....	42
2.3.1.a – Préparation des échantillons .....	42
2.3.1.b – Préparation et calibration de la pointe .....	43
2.3.1.c – Autres paramètres .....	47
2.3.2 – Mesures statistiques .....	47
2.3.2.a – Programme de mesure .....	47
2.3.2.b – Mesures électriques et topographiques relevées .....	49
2.3.3 – Traitement des données .....	50
2.3.3.a – Topographie et rugosité .....	51
2.3.3.b – Dispersion des mesures .....	51
2.3.3.c – Claquage .....	52
2.3.3.d – Courant .....	54
2.4 – Conclusion .....	55

## Chapitre 2 – Dispositif expérimental

Dans ce chapitre nous détaillerons les modifications nécessaires entreprises pour obtenir des mesures de courant fiables avec la pointe AFM. Nous commencerons par décrire brièvement les mesures électriques sur des dispositifs de référence. Puis nous examinerons les améliorations successives (pointe, contact, automatisation des mesures pour cartographies locales). En effet les premiers tests ont montré les limites liées à l'équipement lui-même, engageant certaines modifications de celui-ci.

### 2.1 – Mesures de l'échelle micrométrique

#### 2.1.1 – Présentation des capacités micrométriques

L'élaboration des motifs capacitifs utilise le jeu de masques MOCA (**M**etal **O**xide **C**apacitor) mis au point au LETI (**L**aboratoire d'**E**lectronique et des **T**echnologies de l'**I**nformation). Il permet d'obtenir des capacités MIM du type Damascène (voir figure 2.1) [Mondon2003] [Mazoyer2003], dont les motifs sont représentés environ 300 fois sur un wafer de 200 mm, dans le but d'évaluer statistiquement les diélectriques. L'avantage des structures damascènes est de pouvoir évaluer des diélectriques ainsi que des électrodes nouveaux pour la microélectronique tout en bénéficiant des conditions de propreté et de fiabilité des salles blanches industrielles.

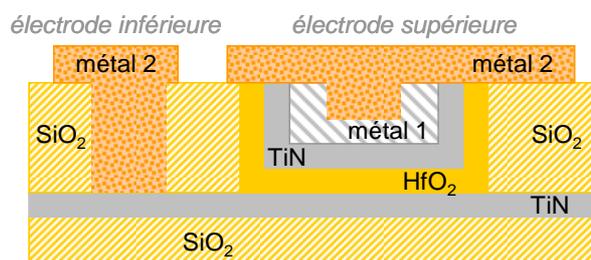


Figure 2.1 : structure damascène pour la fabrication de capacités MIM.

Les motifs présents après utilisation du masque MOCA sont des capacités de surfaces allant de  $25 \mu\text{m}^2$  à  $2.56 \text{ mm}^2$ , de surfaces carrées ou de divers rapports surface sur périmètre. Une vue complète du masque est visible sur la figure 2.2.

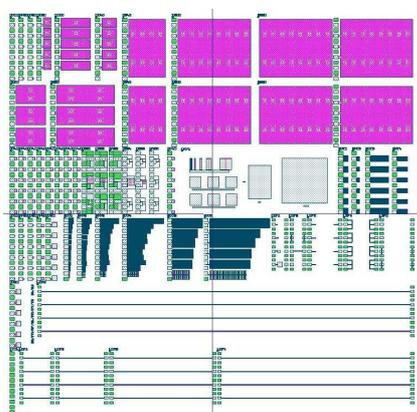


Figure 2.2 : vue d'ensemble du masque MOCA (**M**etal **O**xide **C**apacitor).

Seules les capacités de surface carrée, allant de 25 à 320 000  $\mu\text{m}^2$  seront étudiées dans de cette étude. L'effet supplémentaire lié au périmètre ne sera donc pas pris en compte dans cette étude, afin de simplifier les paramètres du problème [Hook1986].

### 2.1.2 – Cartographie

Les mesures électriques de l'échelle micrométrique ont été réalisées à l'aide d'une station Hewlett-Packard 4192 quatre pointes. Elle permet de réaliser des tests automatiques de courant et de capacité sur l'ensemble d'un wafer de 200 mm.

A titre d'exemple, nous présentons une cartographie du wafer (figure 2.3) représentant la répartition des tensions de claquage sur l'ensemble de la surface. Plus la surface des carrés est élevée, plus la tension de claquage au point de mesure est élevée.

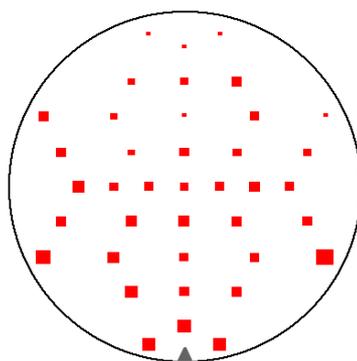


Figure 2.3 : cartographie des tensions de claquage à la surface d'un wafer de 200 mm.

Comme vu au § 1.2.2, la tension de claquage est la tension à partir de laquelle le courant augmente brusquement. On peut représenter la probabilité cumulée de ces tensions de claquage pour différentes surfaces de capacité comme le montre l'exemple de la figure 2.4. Dans ce cas précis il s'agit de la probabilité cumulée de tension de claquage pour deux types de matériaux, Si (type  $N^{++}$ ) /  $\text{SiO}_2$  (3 nm) et TiN (recuit) /  $\text{HfO}_2$  (4 nm), pour des surfaces de 2500  $\mu\text{m}^2$ .

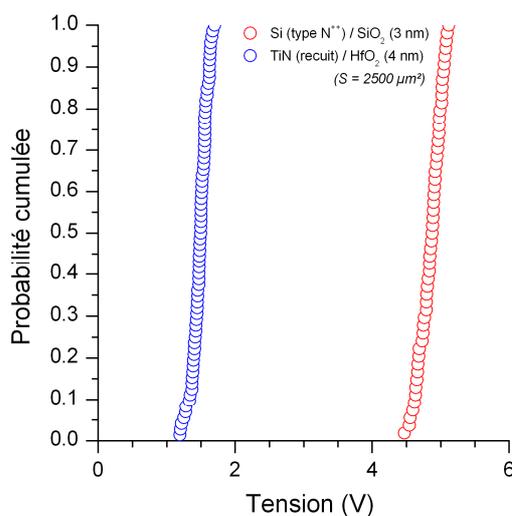


Figure 2.4 : distribution des tensions de claquage, sur Si (type  $N^{++}$ ) /  $\text{SiO}_2$  (3 nm) et TiN /  $\text{HfO}_2$  (4 nm), pour une surface de 2500  $\mu\text{m}^2$ .

## 2.1.3 – Mesures de courant

Les caractéristiques I-V menées à l'échelle micrométrique ont pu être testées sur différentes surfaces de capacités, la plus petite étant de  $25 \mu\text{m}^2$ . La figure 2.5 représente une mesure effectuée sur TiN /  $\text{HfO}_2$  d'épaisseur 4 nm, pour une capacité de surface  $2500 \mu\text{m}^2$ .

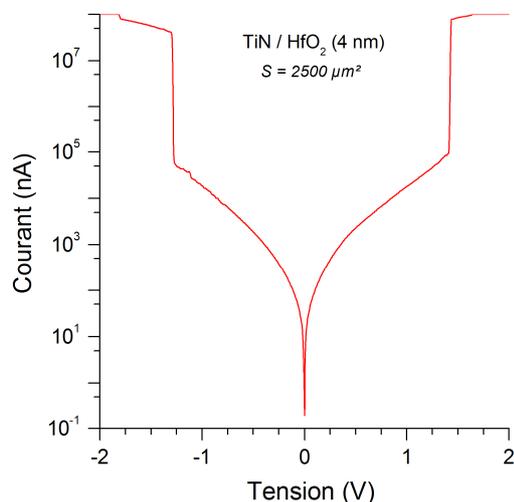


Figure 2.5 : caractéristique I-V sur TiN /  $\text{HfO}_2$  de 4 nm pour une capacité de surface  $2500 \mu\text{m}^2$ .

Le courant mesuré augmente de manière continue et de manière symétrique avec la tension, puis augmente brutalement avec une pente quasi infinie. C'est la tension pour laquelle l'augmentation brutale du courant a lieu qui définit la tension de claquage.

Dans la suite par abus de langage il nous arrivera d'évoquer l'échelle macroscopique pour ces tailles d'électrodes micrométriques qui sont grandes devant l'échelle du  $\text{nm}^2$ .

Nous allons à présent entreprendre les mêmes mesures avec l'AFM sous ultravide. L'expérience naïve de poser la pointe et de mesurer le courant s'est avérée extrêmement optimiste. La suite de ce chapitre décrit les différentes étapes nécessaires pour établir un protocole de mesure fiable.

## 2.2 – AFM – Modifications instrumentales

L'étude a été menée sur un AFM du constructeur allemand Omicron® (voir figure 2.6), fonctionnant sous ultravide ( $10^{-9}$  Torr). L'avantage de l'ultravide est de pouvoir s'assurer de l'intégrité de la surface. Les contaminations particulières et l'humidité de l'air sont des facteurs d'incertitude qui peuvent rendre les mesures de courant ininterprétables. Par contre, l'inconvénient de l'ultravide réside dans le temps de préparation et dans le protocole expérimental qui est bien plus contraignant que sur les AFM standards.

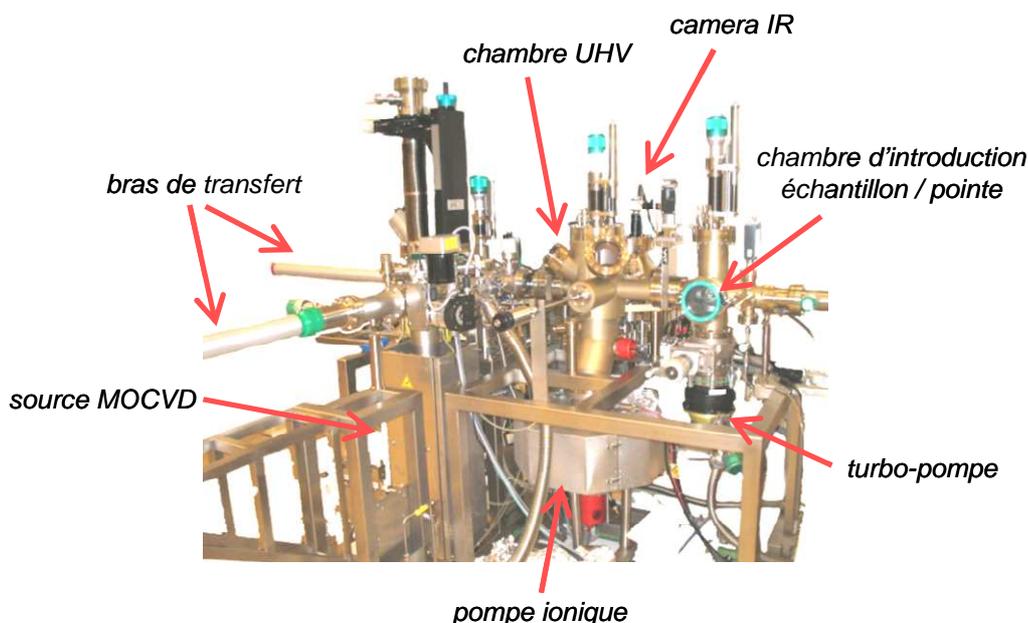


Figure 2.6 : microscope à force atomique (AFM) sous ultravide Omicron®, avec son module MOCVD et les pompes à vide.

Diverses modifications ont été apportées afin de réaliser des mesures électriques fiables et reproductibles. Tout d'abord, il a fallu rendre l'AFM facile d'utilisation étant donné qu'il sera l'objet principal de cette étude, et ensuite il a fallu optimiser la qualité des mesures électriques effectuées. Les points suivants recouvrent l'ensemble des modifications apportées pour et au cours de cette étude.

### 2.2.1 – Contacts électriques

Les premières mesures électriques n'étant que peu reproductibles et souffrant d'un bruit important, une optimisation de la plupart des contacts électriques a été menée. Afin de garantir un contact électrique parfait entre l'échantillon et son support, une soudure à l'indium a été utilisée. Cette soudure est également appliquée directement sur la couche métallique (électrode inférieure) dans le cas des échantillons de type MIM, comme l'indique le schéma de la figure 2.7.

L'indium est un excellent candidat pour tous les types de contacts électriques sous ultravide car d'une part il tient parfaitement le vide, et d'autre part ses propriétés de diffusion et de pénétration assurent un contact ohmique de très bonne qualité entre les matériaux soudés. Les premiers essais de dépôt d'aluminium sur la face arrière du substrat n'ont pas donné entière satisfaction, tout en compliquant la préparation des échantillons mais également en polluant légèrement leur face avant.

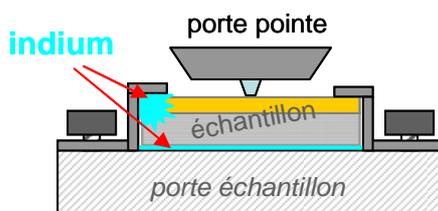


Figure 2.7 : amélioration des contacts électriques avec des soudures à l'indium.

### 2.2.2 – Recuit et dégazage

Nous nous sommes ensuite attachés à améliorer le contact électrique entre la pointe et la surface. Contrairement aux mesures effectuées sur des capacités de taille macroscopiques, où l'électrode supérieure est un métal directement déposé sur la surface de l'oxyde, la pointe de l'AFM est ici simplement posée à la surface, et seules les forces de Van Der Waals maintiennent ce contact.

Cependant des organiques ou de l'eau sur la surface de l'échantillon peuvent réduire le contact direct entre la pointe et l'oxyde. Aussi, il a fallu installer et calibrer un système de chauffage in situ, dans le sas d'introduction, dans le but de nettoyer les surfaces par un recuit sous vide et ainsi dégazer l'eau ou les organiques pouvant être présents sur la surface de l'échantillon.

Ce système utilise un filament par lequel traverse un courant continu contrôlé à l'aide d'un générateur de courant et de tension placé à l'extérieur. Etant sous ultravide, et le filament se trouvant à environ  $\sim 1$  mm de la face arrière du porte échantillon, l'échange de chaleur se fait par radiation. La fabrication d'un porte échantillon muni d'un thermocouple a permis d'effectuer une calibration précise de la température locale de l'échantillon en fonction de la tension et du courant appliqué, comme le montre la figure 2.8.

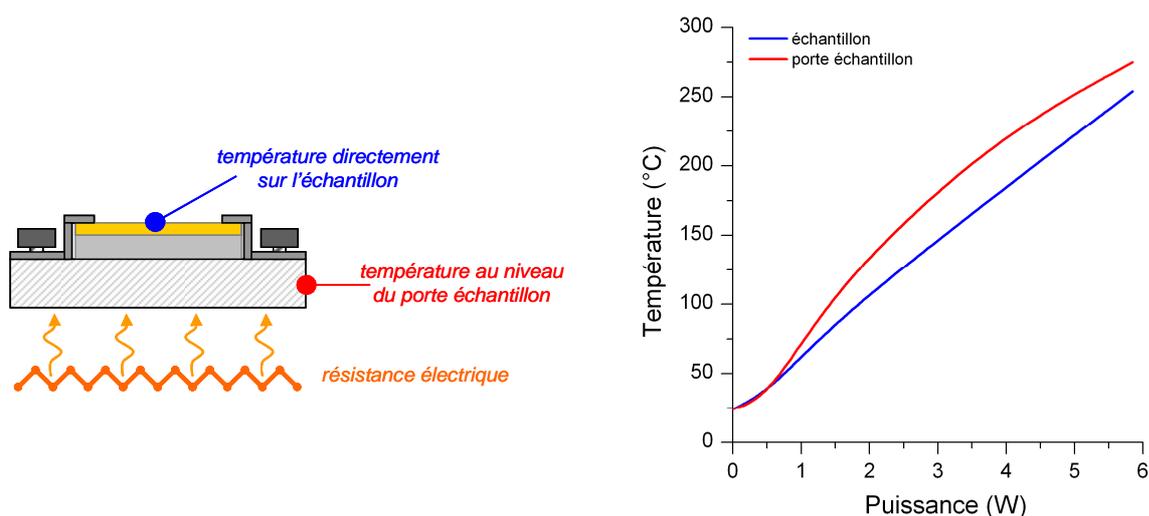


Figure 2.8 : courbes de calibration de la température in situ.

## 2.2.3 – Utilisation de pointes diamantées

Il existe différentes pointes conductrices pour effectuer des mesures électriques. Toutes sont fabriquées à partir de silicium, et la bonne conductivité est alors assurée par un dépôt métallique.

Les premières mesures électriques sur des surfaces conductrices n'ont pas été totalement satisfaisantes malgré l'utilisation de pointes conductrices en silicium recouvertes d'un alliage de platine et d'iridium (PtIr). La figure 2.9 représente trois caractéristiques I-V aux bornes de la résistance en série de  $110\text{ M}\Omega$ , sur une surface conductrice de graphite (HOPG, **H**ighly **O**rdere**D** **P**yrolytic **G**raphite).

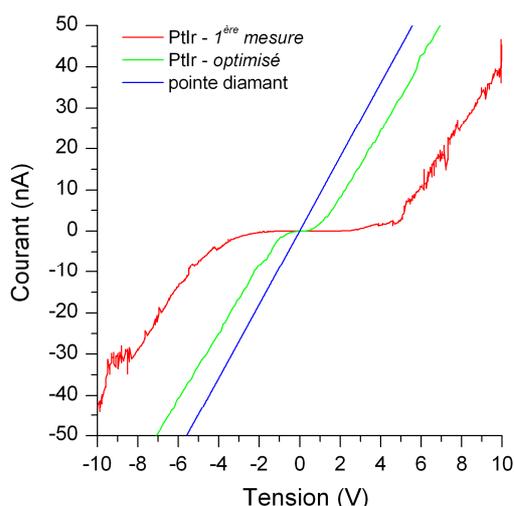


Figure 2.9 : caractéristiques I-V sur HOPG pour les deux types de pointes (PtIr et diamant), aux bornes de la résistance  $R = 110\text{ M}\Omega$ .

En rouge, il s'agit de la toute première mesure effectuée à l'aide d'une pointe PtIr. Un large palier autour de la tension nulle est observé, laissant penser à l'effet semiconducteur du silicium présent dans la pointe.

En vert, la même pointe PtIr après les différentes optimisations (soudures indium, recuit et dégazage) est utilisée. Ces pointes sont cependant moins résistantes que celles recouvertes de diamant, allant vers une dégradation plus rapide de l'apex [Pétry2004].

En bleu, la mesure est cette fois-ci réalisée avec une pointe diamant, donnant un résultat parfaitement reproductible et mesurant avec précision la résistance placée en série.

Dans le cas des pointes recouvertes d'un dépôt de PtIr, un petit plateau autour de la tension nulle est observé, indiquant l'effet lié au semiconducteur. Celui-ci a donc été comparé avec un courant théorique de type Schottky, mettant en jeu le contact entre le métal et le semiconducteur [Oh2002]. La figure 2.10 représente ce courant mesuré à l'aide d'une pointe de silicium recouverte de PtIr sur un échantillon conducteur de HOPG, ainsi que le courant Schottky associé dont l'expression est donnée par :

$$I_{\text{Schottky}} = s \cdot \frac{4\pi \cdot q \cdot m^* \cdot k^2}{h^3} \cdot T^2 \cdot e^{\frac{-q \cdot \phi_b}{n \cdot k \cdot T}} \cdot \left( e^{\frac{q \cdot V}{n \cdot k \cdot T}} - 1 \right) \quad [2.1]$$

, où  $s$  est la surface de contact,  $q$  la charge de l'électron,  $m^*$  la masse effective de l'électron,  $k$  la constante de Boltzmann,  $h$  la constante de Planck,  $T$  la température et  $\phi_b$  la hauteur de barrière. Le paramètre  $n$  est un coefficient d'idéalité.

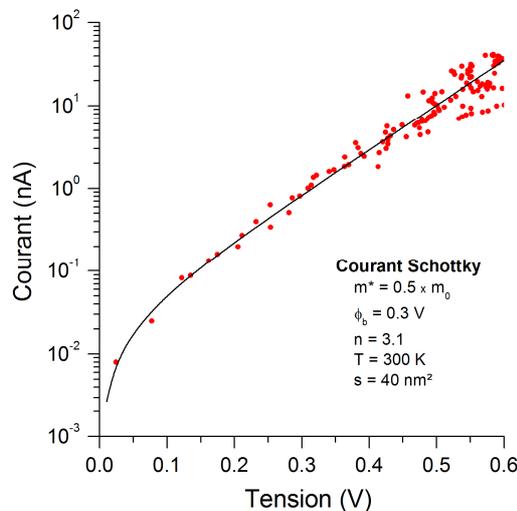


Figure 2.10 : courbe I-V mesurée sur HOPG avec une pointe de silicium recouverte de PtIr, et la régression associée du courant Schottky théorique.

On retrouve bien l'effet du silicium dont la pointe est faite, comme si la fine couche de PtIr ne suffisait pas à obtenir une conductivité parfaite. Ceci a définitivement porté notre choix vers l'utilisation de pointes diamantées.

Néanmoins, ces pointes sont recouvertes de cristaux de diamant dopés au bore, ce qui leur donne un apex plus large qu'une pointe silicium ou PtIr, mais nous obtenons une très bonne conductivité. Elles offrent une grande résistance à l'usure contrairement à celles dotées d'un dépôt de PtIr, qui lui a tendance à s'usiner au fil des mesures en mode contact. Deux photos d'une pointe diamant prise à l'aide d'un MEB sont visibles sur la figure 2.11.

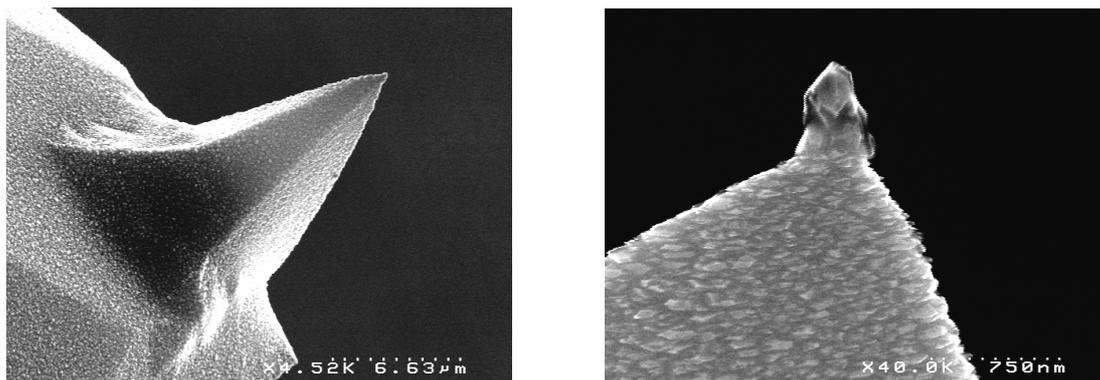


Figure 2.11 : photos MEB de la pointe sur son cantilever (à gauche), ou de son apex (à droite).

On peut identifier à gauche une vue de la pointe diamant entière sur son cantilever. Et à droite, zoom sur l'apex d'une pointe diamant, où un unique cristal de diamant fait office de pointe qui sera en contact avec la surface à étudier. La surface est entièrement recouverte de cristaux de diamants déposés par évaporation. Des améliorations sur de telles pointes, afin de leur offrir une meilleure résolution spatiale tout en gardant leur excellent caractère conducteur, ont été menées par le passé. Un canon à ion permet de sculpter l'apex de la pointe, le rendant beaucoup plus fin [Olbrich1999].

### 2.2.4 – Modification des portes échantillons

La fixation des échantillons sur leur support utilise deux vis, et ces dernières viennent parfois toucher le porte pointe avant même d'être en contact avec l'échantillon ou limitant la surface accessible de balayage. Ce contact créé également un court circuit dans la mesure du courant entre la pointe et l'échantillon.

La fabrication de nouveaux portes échantillons mieux adaptés (voir figure 2.12) a donc été nécessaire.

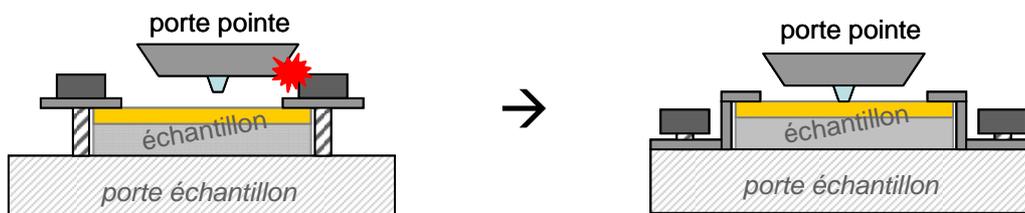


Figure 2.12 : vue en coupe des modifications apportées au porte échantillon.

### 2.2.5 – Découplage du module MOCVD

Le bâti comprend un module MOCVD (**M**etal-**O**rganic **C**hemical **V**apor **D**eposition), relié via un tube sous vide à la chambre de l'AFM, afin de permettre des dépôts métalliques suivis de mesures AFM sans ressortir l'échantillon sous atmosphère.

Ce module, directement fixé sur une partie du bâti de l'AFM, occasionne des secousses et vibrations lors d'injections de gaz par impulsions contrôlées, utilisées pour le dépôt d'oxyde des capacités MIM [Kahn2007]. Le découplage du module a donc été nécessaire pour assurer un bon contact entre la pointe et la surface à étudier, afin de garantir une force de contact constante.

### 2.2.6 – Ajout d'une résistance en série

Les mesures de calibration ont été menées sur des échantillons connus, comme par exemple sur des surfaces conductrices. L'ajout d'une résistance en série de  $110\text{ M}\Omega$  dans le circuit (voir figure 2.13) a donc été nécessaire pour les mesures de courant sur ces surfaces conductrices, et a ainsi augmenté la gamme de tension applicable avant saturation en courant des appareils. Un interrupteur permet désormais de décider de la prise en compte ou non de cette résistance lors des mesures.

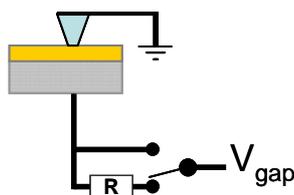


Figure 2.13 : ajout d'une résistance en série dans le circuit.

### 2.2.7 – Augmentation des gammes en tension et en courant

Certaines épaisseurs d'oxydes étant trop grandes, aucun courant n'a pu être mesuré dans la gamme des tensions applicables (-10 à +10 V). C'est le cas par exemple du SiO<sub>2</sub> de 5 nm d'épaisseur.

Une modification du circuit électronique a permis de faire varier la gamme en tension entre -13 et +13 V. Un gain de 1.3 a été appliqué, augmentant également le pas minimum en tension à 6.5 mV au lieu de 5 mV. Un interrupteur permet désormais de régler la valeur de ce gain.

Enfin, le courant mesurable par défaut était limité à 50 nA suite à son traitement et filtrage. Aussi, un plot de mesure du courant situé avant filtrage a permis de garder toute la dynamique offerte par le préamplificateur, sur une gamme allant de -150 à +150 nA. Le bruit de cette mesure non filtrée n'est que très faiblement supérieur à celui de la mesure filtrée, de l'ordre de quelques picoampères.

### 2.2.8 – Application de la tension sur la pointe

Par défaut, la tension applicable se trouve sur le substrat de l'échantillon, puisque la pointe est reliée à la masse. Mais lors d'une étude liée au chargement de nanocristaux déposés sur un oxyde épais et rentrant dans le cadre des mémoires [*Gordon2005*], la possibilité d'un chargement directement par la pointe s'est imposée et la mise en place d'un circuit permettant d'appliquer la tension par la pointe est devenu nécessaire.

La création puis l'ajout d'un circuit électronique permet désormais d'appliquer la tension soit sur le substrat, soit sur la pointe (voir figure 2.14), à condition de mettre à l'air le préamplificateur initialement placé sous ultravide. Les tests n'ont révélé aucune perturbation supplémentaire des mesures électriques suite à cette importante modification du circuit électronique.

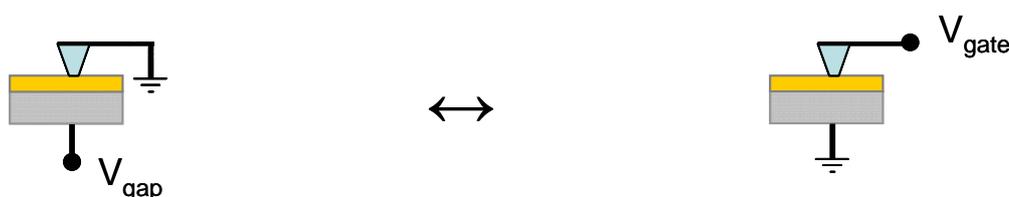


Figure 2.14 : modification du circuit pour permettre l'alimentation sur les deux électrodes.

### 2.2.9 – Ajout du mode EFM (Electrostatic Force Microscopy)

Le mode EFM, par l'excitation du cantilever à sa fréquence de résonance, permet de relever certaines forces électrostatiques présentes à la surface d'un échantillon, en particulier si des charges ont été piégées [*Thèse-Dianoux2004*]. En effet, la variation de la fréquence de résonance de la pointe, ou plus précisément de sa phase, permet d'estimer la quantité de charges qui vient perturber ce signal [*HDR-Bertin2006*]. Ce mode est également utilisé et préféré dans le cadre de la calibration et du positionnement de la diode laser sur la pointe.

Un générateur de fréquence DS345 (Stanford Research System<sup>®</sup>) ainsi qu'un Lock-in 7280 (Ametek<sup>®</sup>) ont été par ailleurs ajoutés et branchés par GPIB (General Purpose Interface Bus), donc contrôlable par l'extérieur. Le lock-in permet de mesurer d'une part

l'amplitude du signal et d'autre part la phase à laquelle le signal est renvoyé après excitation de la pointe par le générateur de fréquence. Ces signaux sont captés sur le photodétecteur 4 cadrans après réflexion du laser sur la face arrière du cantilever (voir figure 2.15).

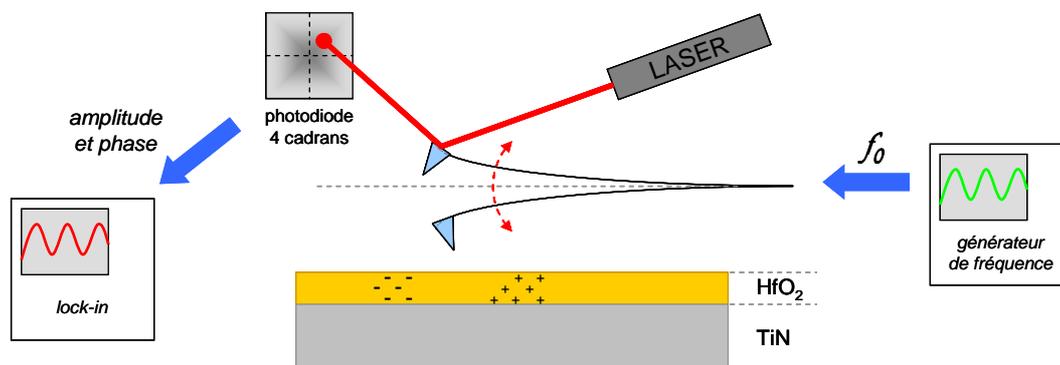


Figure 2.15 : schéma de principe du mode EFM.

### 2.2.10 – Contrôle extérieur complet

Par défaut, le logiciel Scala Pro<sup>®</sup> livré avec l'AFM permet d'effectuer des mesures de topographie ainsi que des mesures électriques basiques. Mais il n'est ni totalement contrôlable ni vraiment facile d'utilisation. En conséquence, le choix d'un contrôle extérieur complet à l'aide d'un autre ordinateur équipé d'une carte d'acquisition a été privilégié pour mener à bien cette étude.

La carte d'acquisition est une DAQCard 6062<sup>E</sup> (National Instruments<sup>®</sup>), munie de 8 entrées et de 2 sorties analogiques, ainsi que de 8 entrées ou sorties numériques, le tout fonctionnant à la fréquence d'échantillonnage de  $500 \times 10^6 \text{ éch.s}^{-1}$  (500 MHz). Les convertisseurs 12 bits permettent une gamme en tension entre -10 et +10 V, avec un pas en résolution de 5 mV.

Ensuite, j'ai conçu une série de programmes à l'aide de LabVIEW<sup>®</sup> afin de piloter l'AFM et lui permettre d'effectuer des mesures électriques selon des paramètres très précis, via la carte d'acquisition. C'est également à l'aide d'un programme spécialement conçu que l'on peut contrôler la fréquence d'excitation de la pointe et ainsi effectuer des mesures EFM. Le générateur de fréquence et le lock-in deviennent ainsi contrôlables depuis un ordinateur tiers grâce aux branchements GPIB (USB).

Scala Pro<sup>®</sup> permet par ailleurs l'utilisation de macro, par lesquelles les deux ordinateurs peuvent s'échanger tour à tour le contrôle de l'AFM, l'un contrôlant la position de la pointe à la surface ainsi que son asservissement, l'autre contrôlant tous les appareils extérieurs ainsi que les tensions et courants à appliquer ou mesurer.

L'un des principaux programmes qui a été conçu lors de cette étude permet de mener une étude statistique des mesures électriques (caractéristiques I-V et tensions de claquage) selon un quadrillage automatique de la surface. A partir de ces mesures, de nombreuses propriétés du matériau ont été mises à jour, en particulier autour du claquage et des densités de défauts associées.

Enfin, les résultats des mesures ont été également traités à l'aide de programmes spécialement créés afin de garantir une emprise totale des données mesurées et ainsi mettre en évidence certains phénomènes.

## 2.3 – Protocole expérimental à l'échelle nanométrique

Les mesures à l'échelle nanométrique sont très dépendantes de l'endroit où est réalisée la mesure, car plus la sonde locale est de petite taille, plus la dispersion des mesures liée aux variations locales est importante, ce qui nécessite d'effectuer un très grand nombre de mesures afin de définir une moyenne exploitable.

Il a donc fallu mettre au point une méthode statistique, fiable et reproductible, permettant de mesurer les propriétés électriques du matériau testé, au regard des mesures électriques bien connues de l'échelle macroscopique. La présente étude compare les mesures du champ de claquage, les mesures de la densité de courant, et aussi des mesures de l'évolution et de la dégradation du matériau après plusieurs passages de courant.

Ces mesures seront comparées à celles faites à l'échelle macroscopique, sur des capacités MIM élaborées sur des wafers de 200 mm, à l'aide du masque MOCA (**M**etallic **O**xide **C**apacitor). Plusieurs capacités sur l'ensemble du wafer ont été testées afin de garder une comparaison de type statistique entre les deux échelles.

La mise au point du protocole expérimental se décompose en trois étapes :

- **la préparation et calibration**, qui demande une grande expérience des équipements utilisés et optimisés afin d'offrir des résultats de bonne qualité,
- **les mesures statistiques**, menées à l'aide de programmes créés puis configurés de façon optimale afin d'obtenir des mesures fiables et reproductibles,
- **le traitement des données**, étudié d'un point de vue statistique puis comparé aux mesures macroscopiques selon les diverses propriétés observées.

### 2.3.1 – Préparation et calibration

Dans la perspective d'obtenir des mesures électriques fiables et reproductibles à l'échelle nanométrique, la préparation des échantillons à tester, en particulier leur surface, doit être extrêmement propre et préparée à l'identique d'un matériau à l'autre.

Les pointes sont également contrôlées par MEB puis testées sur des surfaces témoins avant chaque mesure. Ensuite les différents outils sont paramétrés de façon identique et optimale avant d'être mis en œuvre lors des mesures statistiques.

#### 2.3.1.a – Préparation des échantillons

Chaque échantillon est clivé à partir d'un wafer de 200 mm non patterné (sans motifs), pris en son centre. Les dimensions de l'échantillon sont d'environ ~ 10 mm x 5 mm.

L'échantillon est fixé sur son support à l'aide d'une soudure à l'indium par la face arrière (substrat) et par la face avant grâce à deux ergots métalliques venant maintenir l'échantillon contre son support (cf. figure 2.7). Dans ce dernier cas une soudure à l'indium facilite la mise en contact électrique directe du porte échantillon avec la couche métallique présente sous l'oxyde, c'est-à-dire avec l'électrode inférieure de la capacité. Une pointe en tungstène suffit pour arracher les quelques couches d'oxyde déposées et atteindre

l'électrode inférieure depuis la face avant de l'échantillon. Cette préparation doit être rapide afin de réduire au maximum les risques de suroxydation sous atmosphère, et l'insertion sous ultravide s'avère nécessaire.

Une fois l'échantillon sous ultravide ( $\sim 10^{-9}$  Torr), il est placé dans le compartiment permettant un recuit sous température contrôlée. Ainsi l'échantillon est dégazé à une température de 250 °C pendant une durée de 3 h, à l'aide d'un filament émettant la chaleur par radiation et placé près de la face arrière du porte échantillon (cf. figure 2.8). Cette température est obtenue par l'application d'un courant de 1.0 A et d'une tension de 5.7 V aux bornes du filament, soit une puissance de 5.7 W. La température désirée est atteinte en 5 min.

Durant ce recuit, il n'est pas surprenant que le niveau de vide remonte à près de  $\sim 10^{-7}$  Torr, aux alentours d'une température de 100 °C. On assiste au dégazage par évaporation de l'eau présente sur l'échantillon et son support. C'est-à-dire, les organiques ou poussières présentes à la surface seront détruits, assurant une surface propre et plane. Aussi, il n'y a pas de risque de contamination supplémentaire ni de reconstruction des atomes de la surface de l'échantillon, puisque ce recuit ne dépasse pas les 250 °C et est sous ultravide. Lorsque cette étape se termine, l'échantillon est placé dans la chambre de mesure sous un vide à  $\sim 10^{-10}$  Torr.

### 2.3.1.b – Préparation et calibration de la pointe

La préparation des pointes nécessite le même soin octroyé à la préparation des échantillons. Tout d'abord il faut les coller sur leur support, puis contrôler leur apex à l'aide d'un MEB, positionner et calibrer le laser sur le cantilever, et enfin effectuer quelques mesures sur des échantillons témoins afin de garantir une reproductibilité entre les différentes pointes utilisées lors de l'étude.

Les pointes doivent en premier lieu être collées sur leur support, et pour cela une colle d'époxy d'argent est utilisée afin de garantir un bon contact électrique. Une soudure à l'indium a été testée, mais aucun avantage n'a été observé en terme de conductivité ou de praticité de mise en œuvre.

La pointe doit être parfaitement alignée sur son support, comme le montrent les schémas de la figure 2.16. Sur les schémas de gauche sont visibles les portes pointes ainsi que leur support pour permettre le transfert sous ultravide. Un angle de 15° est requis afin de garder l'apex de la pointe seul en contact avec la surface. Le schéma de droite représente le pochoir utilisé (à l'aide d'une caméra grossissante placé au-dessus du porte pointe) pour garantir un bon alignement de la pointe sur son porte pointe.

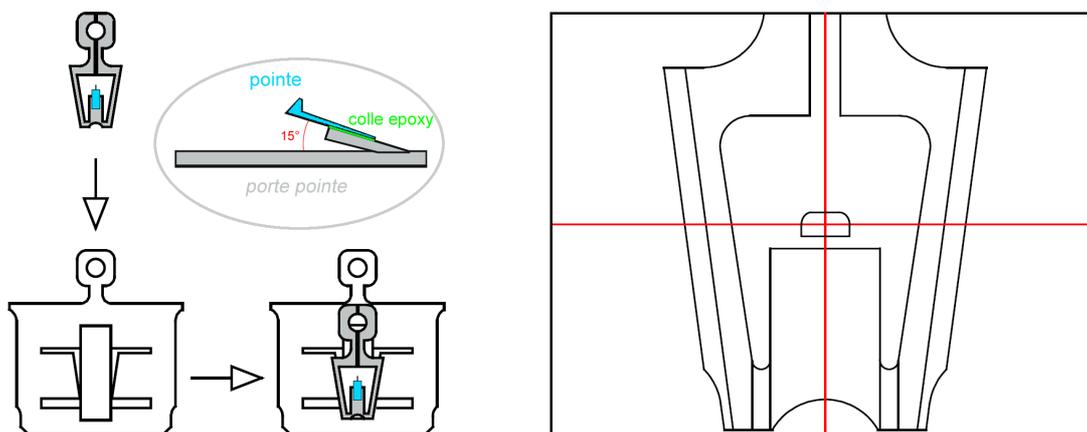


Figure 2.16 : à gauche, schéma de la pointe collée à l'époxy d'argent sur son porte pointe puis insérée sur son support. A droite, pochoir utilisé pour l'alignement de la pointe.

Ensuite, chacune des pointes est contrôlée à l'aide d'un MEB, d'une part pour contrôler le bon état de celle-ci et de son apex, et d'autre part pour obtenir l'estimation de la surface qui sera en contact avec l'oxyde. La photo MEB de la figure 2.17 montre l'exemple d'un apex dont un cristal s'est détaché, et venant perturber les mesures topographiques ou électriques, fait reconnu pour les pointes recouvertes de simples cristaux de diamant [Alvarez2004] [Koo-Hyun2007].

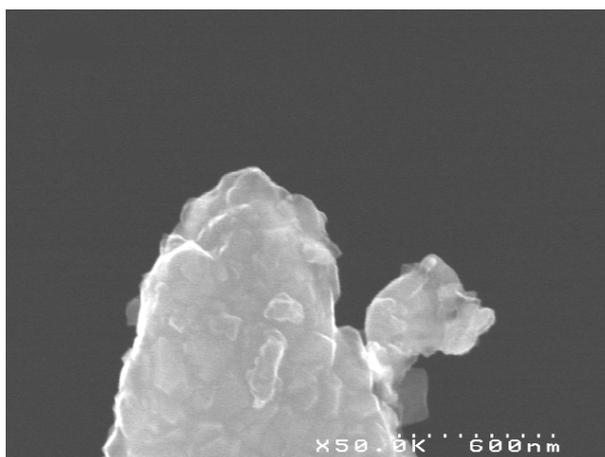


Figure 2.17 : photo MEB de l'apex cassé d'une pointe diamant.

Après insertion de la pointe sous ultravide, le laser est positionné sur l'arrière du cantilever, de sorte à obtenir une intensité maximum de sa réflexion vers le photodétecteur 4 cadrans.

La diode laser utilisée émet un faisceau de longueur d'onde égale à 880 nm, donc dans les proches infrarouges. L'utilisation d'une caméra infrarouge devient donc nécessaire pour pouvoir positionner à l'œil le laser sur la face arrière du cantilever. Comme le montre le schéma de la figure 2.18, deux miroirs permettent de positionner correctement le laser, d'abord sur le cantilever à l'aide du miroir 1, puis en réglant cette première réflexion vers le photodétecteur à l'aide du miroir 2.

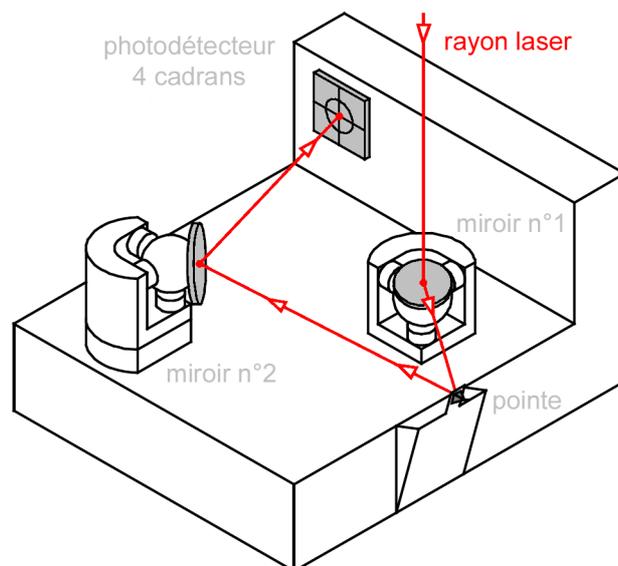


Figure 2.18 : schéma de principe du trajet du laser à travers l'AFM.

Les mouvements de la pointe à la surface, ou lors de l'utilisation du mode EFM pour faire vibrer le cantilever, sont directement relevés sur le photodétecteur 4 cadrans. Plus précisément, les forces de friction latérales (FL, **F**orce **L**atérale) de la pointe sur la surface testée modifient la position du laser sur le photodétecteur selon l'horizontale, alors que les forces normales (FN, **F**orce **N**ormale) dues à la rugosité en Z sont perçues selon la verticale.

Il convient donc de déplacer les deux miroirs pour garantir un signal réfléchi d'intensité maximum, centré sur le photodétecteur. Celui-ci permet de mesurer l'intensité du signal mais il ne suffit pas pour s'assurer du bon positionnement du laser sur le cantilever, à cause des diverses réflexions parasites du laser à travers le système. Aussi l'utilisation du mode EFM est pertinente car ce dernier est beaucoup plus précis pour juger de la qualité de l'alignement lorsqu'un balayage de la fréquence de vibration du cantilever est effectué autour de la fréquence de résonance de ce dernier.

Grâce au mode EFM on peut obtenir un pic résonant du cantilever à sa fréquence de résonance et d'amplitude maximale en fonction de la position du laser sur ce dernier. Le faisceau sera assuré d'être parfaitement positionné, de sorte que la réflexion sur le cantilever soit optimale. Le graphique de la figure 2.19 superpose les mesures de la phase (en bleu), de l'amplitude (en rouge) et de sa régression (trait continu noir) selon une fonction Lorentzienne.

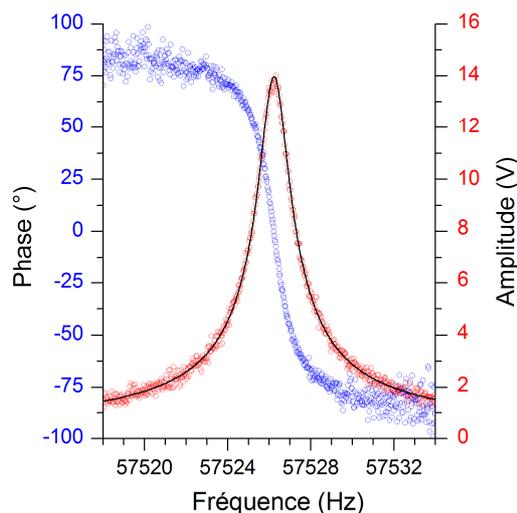


Figure 2.19 : mesures de la phase et de l'amplitude en fonction de la fréquence de vibration appliquée sur le cantilever.

Dès lors que le laser est parfaitement calibré avec la pointe, le contact avec une surface est possible. Il s'agit désormais de calibrer les appareils de mesure en fonction de la raideur du cantilever, afin que les variations enregistrées sur le photodétecteur correspondent aux mouvements réels de la pointe sur la surface.

Pour ce faire, il faut placer la pointe en contact avec la surface, et effectuer une courbe de force. Les mouvements du piézoélectrique contrôlant la pointe étant parfaitement calibrés par défaut, un mouvement de celui-ci en  $Z$  de 10 nm doit correspondre à une mesure relevée de 10 nm également. On y parvient en convertissant le signal électrique mesuré par le photodétecteur en une unité de longueur, en fonction de la constante de raideur du cantilever. La figure 2.20 représente une courbe de force de la pointe sur la surface.

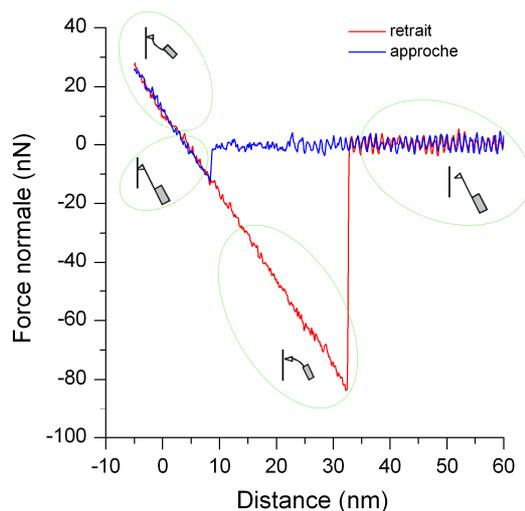


Figure 2.20 : courbe de force d'une pointe s'approchant puis s'écartant de la surface.

Les forces d'attraction de Van Der Waals sont nettement visible lorsque la pointe s'approche à moins de 10 nm de la surface, ou bien lorsqu'elle essaie de s'en écarter alors même que la force nécessaire au décrochage est très forte. D'ailleurs cette force dépend de

la surface en contact, c'est-à-dire qu'elle augmente lorsque l'apex de la pointe possède un grand rayon de courbure, ce qui permet en outre d'avoir une idée de la finesse de la pointe [Westra1995]. Aussi, une légère résonance du cantilever au dessus de la surface est observée dans chacune des deux courbes. Cela correspond à l'excitation transmise par le piézoélectrique responsable du mouvement d'approche / retrait (en Z).

Cette courbe permet ensuite de calibrer les appareils de mesure pour avoir une relation correcte entre la force normale mesurée (en nN), et la véritable distance de la pointe par rapport à la surface (en nm). La relation de conversion entre l'intensité mesurée par le photodétecteur et la véritable déflexion du cantilever peut être déterminée à partir de la pente mesurée (en  $\text{nN.nm}^{-1}$ ) lors du contact, puis à l'aide de la constante de raideur du cantilever (fournie par le constructeur, et qui est de l'ordre de  $\sim 1$  à  $10 \text{ N.m}^{-1}$ ). Pour un microlevier de raideur de  $1 \text{ N.m}^{-1}$ , une force de 1 nN permet son déplacement de 1 nm.

A partir de là, les mesures topographiques peuvent débuter avec l'assurance d'obtenir des résultats fiables.

### 2.3.1.c – Autres paramètres

Le calibrage de l'AFM ne s'arrête néanmoins pas ici, puisque d'autres paramètres sont également à appliquer, toujours dans le but d'obtenir des mesures fiables, reproductibles et comparables d'un échantillon et d'une pointe à l'autre.

Ainsi, la force de contact entre la pointe et la surface est maintenue à 20 nN grâce à un asservissement automatique des piézoélectriques. Il apparait optimal de déterminer une force de maintien supérieure au bruit mesuré lors de la courbe de force. Une étude sur la dépendance de cette force par rapport aux mesures électriques ou de topographie a été nécessaire, le résultat étant qu'aucune variation de ces mesures n'a été observée dans une gamme allant de 5 à 100 nN.

D'autres paramètres ont été testés, notamment la vitesse de balayage de la pointe à la surface, ou la vitesse d'asservissement de montée ou descente de la pointe lorsque cette dernière rencontre un relief.

Enfin, dans le but de minimiser le bruit, qu'il provienne des vibrations mécaniques extérieures ou de la lumière parasite extérieure pouvant frapper le photodétecteur, des mesures ont respectivement été effectuées lors des créneaux horaires les plus calmes vis-à-vis de la fréquentation de la salle blanche et à l'ombre de toute source extérieure de lumière en obturant chacun des hublots de l'AFM.

### 2.3.2 – Mesures statistiques

Afin de réaliser une série de mesures électriques de façon reproductible d'un échantillon à l'autre, il a été nécessaire de piloter l'AFM depuis un ordinateur équipé d'une carte d'acquisition, et de créer des programmes adaptés sous LabVIEW<sup>®</sup> pour mener cette étude statistique.

#### 2.3.2.a – Programme de mesure

Les mesures électriques à réaliser avec l'AFM seront à comparer avec celles faites pour l'échelle macroscopique, en particulier autour des claquages électriques. Ainsi, le principal programme sera la mesure d'une caractéristique I-V, jusqu'à la mesure de la tension de claquage.

Divers paramètres de mesures ont été testés dans le but d'en rechercher les valeurs optimales. Ainsi, la fréquence d'échantillonnage, la vitesse de la rampe en tension, la durée d'application de la tension entre chaque mesure, le pas en tension ou la mise en place de limites en tension ou courant, ont été testés sur divers échantillons témoins puis définis de la même manière pour toutes les mesures. Après plusieurs caractéristiques I-V de test, il a été décidé d'opter pour une caractéristique suivant un aller puis un retour. C'est-à-dire que la tension sera augmentée (ou diminuée) jusqu'au claquage, puis redescendue (remontée) à la tension nulle. En effet, les premières mesures réalisées montrent pour la plupart un sens retour très différent du sens aller, dont le courant est toujours plus élevé et où le claquage est rarement irréversible (destructeur, ou HBD). Il s'agit du CNAC (Courant Nanoscopique Après Claquage). La figure 2.21 représente une caractéristique I-V, mesurée à l'échelle nanométrique sur un échantillon de TiN / HfO<sub>2</sub> de 4 nm d'épaisseur.

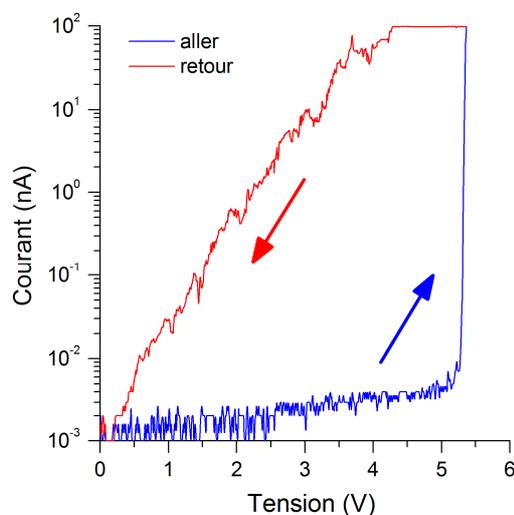


Figure 2.21 : caractéristique I-V aller et retour, sur TiN / HfO<sub>2</sub> d'épaisseur 4 nm.

Cet effet de « dégradation du matériau » survenant après le claquage (défini par une montée brusque du courant) remet en question la notion d'historique des mesures, et donc des propriétés électriques du matériau avant et après la mesure.

Ainsi le choix d'effectuer deux aller-retour consécutifs, l'un vers les tensions positives et le suivant aux négatives, a été retenu pour permettre d'identifier les raisons d'un tel comportement, apparemment sensible au sens d'injection. Ce type d'étude bidirectionnelle a déjà été utilisé dans le but d'étudier les dégradations selon le sens d'injection et après plusieurs mesures en un même point [ElHdiy2005].

La mesure complète prend donc l'allure du schéma de la figure 2.22 : un début (1) vers les tensions positives (ou négatives), puis un retour (2) à la tension nulle, et enfin la même mesure (3 et 4) vers le coté des tensions négatives (ou positives). La tension de claquage est relevée lorsque le courant augmente brusquement.

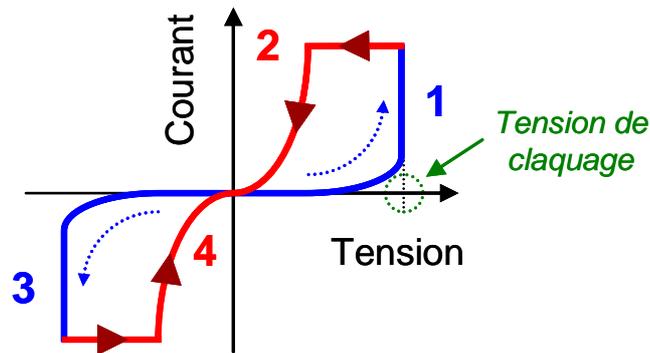


Figure 2.22 : schéma de principe des mesures I-V aller et retour complètes.

Les effets électriques perçus à l'échelle nanométrique seront donc mesurés selon le sens d'injection, mettant à jour la notion d'historique ou de dégradation du matériau.

Cette mesure complète sera répétée selon une matrice carrée de 9 x 9 points de mesures (81 mesures), recouvrant une surface du matériau de  $\sim 1 \mu\text{m}^2$ , soit une distance inter-mesures de  $\sim 125 \text{ nm}$ . L'expérience a prouvé qu'à cette distance aucun effet lié à la mesure voisine ne vient perturber la nouvelle mesure. Ce dernier point est en accord avec certaines études réalisées par le passé, affirmant une surface affectée par la mesure de près de  $\sim 10^4 \text{ nm}^2$  (soit une surface circulaire de rayon  $< 60 \text{ nm}$ ) par propagation des charges ou des défauts dans l'oxyde [Porti2001-c].

Ce programme, créé sous LabVIEW<sup>®</sup> et fonctionnant depuis l'ordinateur muni de la carte d'acquisition, contrôlera la tension à appliquer tout en relevant à divers points du circuit la tension réelle appliquée et le courant.

Parallèlement, le programme Scala Pro<sup>®</sup> sur l'ordinateur principal exécutera une macro pour, soit maintenir la pointe à la surface le temps d'une mesure provenant de l'ordinateur extérieur, soit prendre le contrôle de la pointe et continuer le balayage jusqu'au prochain point de mesure. Il relèvera également les mesures topographiques de la surface.

### 2.3.2.b – Mesures électriques et topographiques relevées

Avant chaque mesure, un relevé topographique de la surface est effectué, d'une part pour s'assurer du bon état de propreté et de planéité de la surface, et d'autre part pour relever la rugosité locale qui sera ensuite corrélée avec les mesures électriques et leur dispersion.

L'expérience a aussi montré un effet topographique suite aux mesures électriques, en particulier après les claquages. En effet, une tâche claire (représentant une bosse à la surface) est parfois visible à l'endroit même de la mesure électrique, comme le montre l'image topographique en Z de la figure 2.23. Dans cet exemple, deux caractéristiques I-V ont été menées jusqu'à obtention du claquage, sur un échantillon de TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> d'épaisseur 4 nm. Le profil en Z passant sur ces deux points de mesure est également représenté sur la droite.

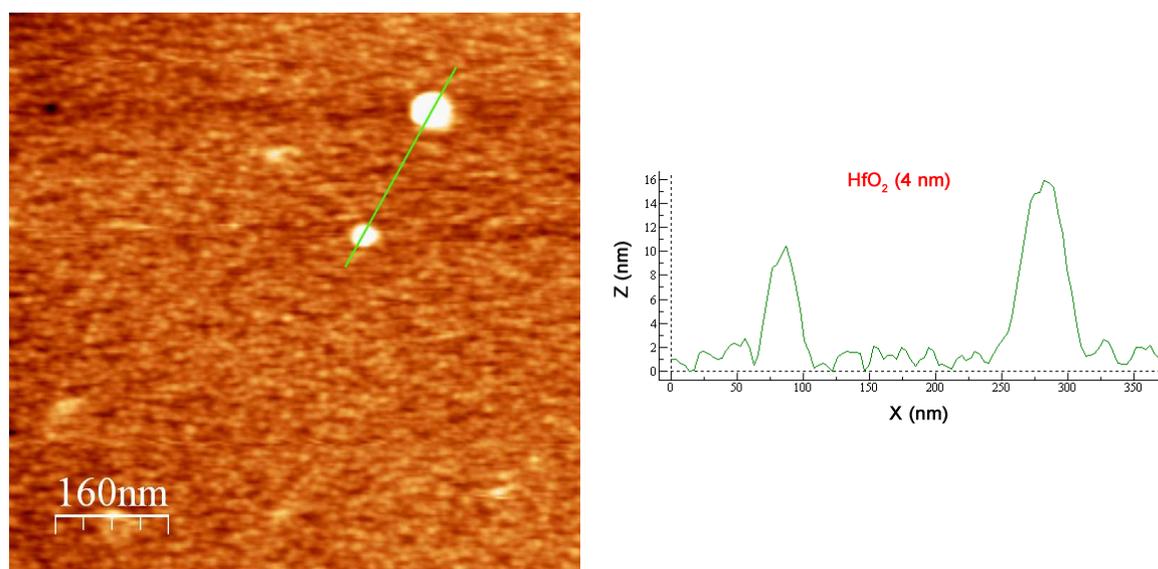


Figure 2.23 : à gauche, topographie AFM d'une surface de TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4 nm) après 2 mesures électriques. A droite, profil en Z passant sur ces deux points de mesure.

Par conséquent l'image topographique relevée après mesures électriques sera également nécessaire, et corrélée avec les mesures de claquage pour mettre à jour la relation entre les deux.

Bien évidemment, les caractéristiques I-V seront enregistrées, chacune dépendant du sens d'injection, mais également de leur notion d'historique selon si c'est une mesure aller ou retour. Ainsi les mesures d'avant puis d'après claquage pourront être étudiées séparément. La mesure de la tension de claquage sera prise lors de ces caractéristiques, et définie comme étant la tension où le courant augmente brusquement.

Le traitement de ces données relevées, faisant également partie du protocole mis en place, devra alors traiter en masse ces mesures statistiques afin de mettre à jour les propriétés observées à cette échelle nanométrique, puis de les comparer avec celles de l'échelle macroscopique.

### 2.3.3 – Traitement des données

Afin de faciliter le traitement des nombreuses données relevées lors de l'étude statistique précédente, la mise au point d'autres programmes a été nécessaire, et LabVIEW<sup>®</sup> a une fois encore été utilisé.

Ainsi, le principal programme mis en place permet le traitement de toutes les caractéristiques I-V effectuées de façon automatique. Il en ressort les valeurs des tensions de claquage, les courants d'avant et d'après claquage ainsi que leur moyenne, des cartographies de la surface en fonction des tensions de claquage ou de la dispersion des mesures, mais également diverses corrélations entre topographie observée et mesure électrique locale, le tout sans devoir regarder une à une les très nombreuses mesures réalisées.

### 2.3.3.a – Topographie et rugosité

Tout d'abord, chaque surface d'échantillon sera comparée en terme de rugosité. La moyenne quadratique de la rugosité, nommée RMS (**R**oot **M**ean **S**quare), sera ainsi mesurée à partir d'une mesure topographique réalisée avec l'AFM sur une surface de  $256 \times 256 \text{ nm}^2$ , et exprimée en nm.

La définition de cette rugosité RMS est donnée par l'expression suivante :

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Z_i - Z_{moyen})^2}{n}} \quad [2.2]$$

, où  $Z_{moyen}$  et  $Z_i$  définissent respectivement la hauteur moyenne de la surface caractérisée puis sa hauteur locale, et  $n$  correspond au nombre de points mesurés (dans notre cas,  $256 \times 256 = 65536$  points de mesures).

Compte tenu de la taille de la sonde locale, c'est-à-dire de l'apex de la pointe de l'AFM, la rugosité locale en surface jouera un rôle important dans les mesures de dispersion.

### 2.3.3.b – Dispersion des mesures

La dispersion sera représentée par l'écart-type moyen, calculé autour d'une mesure moyenne, entre toutes les mesures effectuée sur un échantillon. Elle concernera les mesures de courant et de tension de claquage, et sera aussi étudiée en fonction des différentes épaisseurs d'oxyde déposées.

Aussi, compte tenu de l'effet historique et de la dégradation du matériau durant la mesure électrique ou après le claquage, les différents écart-types liés au sens d'injection et à l'ordre des mesures effectuées (aller, retour, 1<sup>er</sup> passage vers les tensions positives, 2<sup>nd</sup> vers les négatives, ou l'inverse) seront comparés, comme le montre la figure 2.24 dans le cas du TiN / HfO<sub>2</sub>.

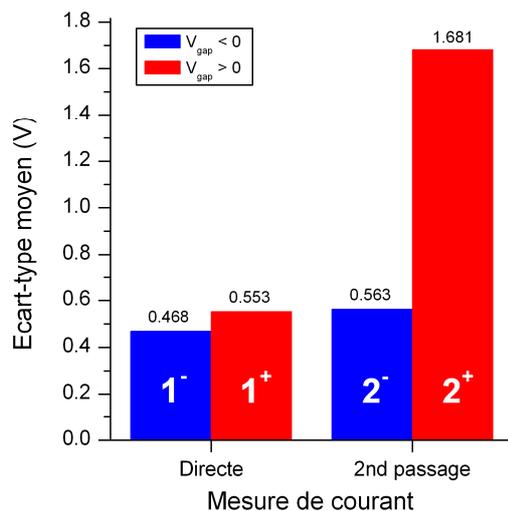


Figure 2.24 : histogramme représentant les dispersions des mesures électriques, comparées selon le sens d'injection et selon l'ordre dans lequel les mesures ont été réalisées.

Dans cet exemple, l'écart-type calculé (représentant donc la dispersion des mesures) est nettement plus faible lorsqu'il s'agit des mesures directes, c'est-à-dire lors du 1<sup>er</sup> passage du courant. Tandis qu'au second passage (donc après un premier aller-retour aux tensions opposées) la dispersion observée est très forte, ce qui laisse penser à une certaine dégradation du matériau durant la première mesure ou le claquage.

Le schéma de la figure 2.25 permet de mieux comprendre l'histogramme (cf. figure 2.24) des écarts-types en fonction du sens d'injection et de l'ordre des mesures. L'écart-type moyen est calculé sur la dispersion du courant aller et retour.

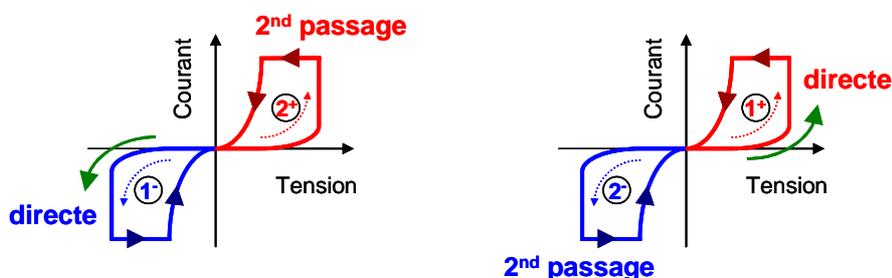


Figure 2.25 : schéma de principe du sens et de l'ordre des mesures, ici dans le cas d'une première injection d'électrons depuis la pointe ( $V_{gap} > 0$ ).

Nous pouvons ainsi comparer les dispersions des caractéristiques I-V en regardant l'écart-type moyen des mesures directes positives  $1^+$  ou négatives  $1^-$ , et indirectes positives  $2^+$  ou négatives  $2^-$ .

### 2.3.3.c – Claquage

Comme énoncé précédemment, la tension correspondant au claquage est déterminée à l'instant où le courant augmente de façon brutale. Les valeurs relevées pour chacune des mesures seront étudiées en terme de champ de claquage, c'est-à-dire selon l'épaisseur de diélectrique déposée.

Une représentation de la dispersion de ces tensions de claquage sera exprimée selon la probabilité cumulée que le claquage intervienne, en fonction de la tension. La figure 2.26 présente cette probabilité cumulée de claquage pour le TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> d'épaisseur 4 nm.

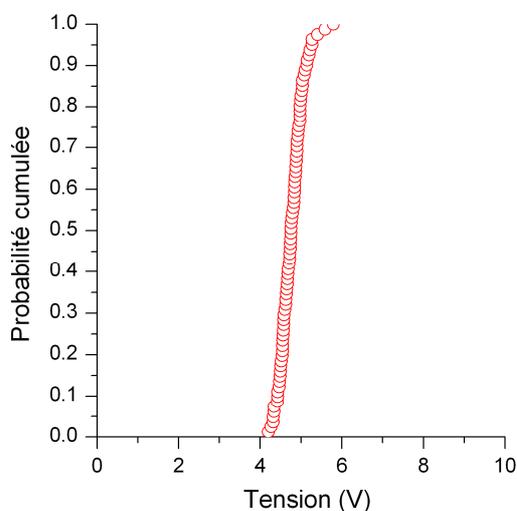


Figure 2.26 : distribution des tensions de claquage sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm).

Cette dispersion des tensions de claquage, ou plutôt distribution, sera comparée aux deux échelles (nanométrique et micrométrique), par l'utilisation de la distribution statistique de Weibull, et permettra de remonter à la surface effective de contact entre la pointe et la surface.

Aussi, deux types de courants après claquage peuvent être observés. Ils seront définis comme étant les courants d'après claquages irréversibles (destructeurs, HBD), ou réversibles (CNAC). Les caractéristiques I-V de la figure 2.27, réalisées sur TiN / HfO<sub>2</sub> d'épaisseur 4 nm, superposent deux mesures dont chacune mène vers un type claquage différent.

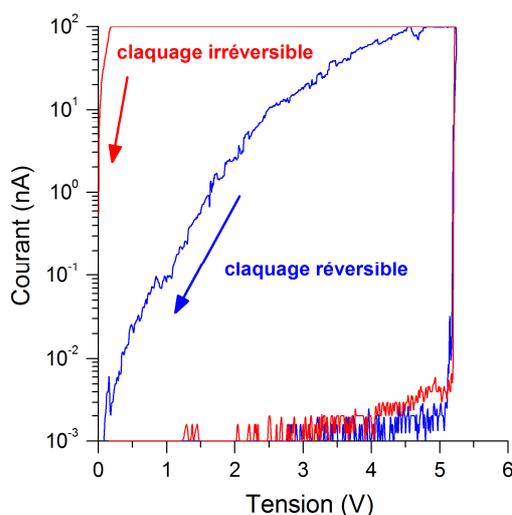


Figure 2.27 : caractéristiques I-V mesurées sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm), l'une amenant vers un claquage HBD (rouge), l'autre vers un CNAC (bleue).

Le claquage irréversible (HBD) correspond au claquage observé à l'échelle macroscopique, et où le court-circuit en est la conséquence. Le terme de réversibilité représente quant à lui la capacité du matériau à garder certaines de ses propriétés électriques après claquage, ici ses propriétés d'isolant.

Ces deux types de claquages seront étudiés plus en détails lorsque les différentes mesures seront présentées dans la suite. Leur implication ainsi que les conséquences seront discutées en terme d'injection de charge, de création de chemin conducteur à travers l'oxyde, autant du point de vue de l'épaisseur d'oxyde que de la densité de défauts présents dans le diélectrique ou aux interfaces.

### 2.3.3.d – Courant

Le courant sera étudié de plusieurs façons. Tout d'abord, il sera décomposé en deux courants distincts : celui d'avant claquage, puis celui d'après claquage. Ce dernier étant différencié selon le type de claquage intervenu, réversible (menant au CNAC) ou non (HBD).

Plusieurs modèles interviendront dans la simulation de ces derniers, dont principalement les courants tunnels direct et Fowler-Nordheim. Le courant d'après claquage HBD étant assimilé à celui traversant une résistance, tandis que le CNAC sera étudié selon les modèles de percolation d'un chemin conducteur à travers l'oxyde.

Le courant d'avant claquage, dont la gamme de mesure et de détection est nettement plus faible, sera tout de même directement comparé aux mesures de l'échelle macroscopique, puisque dans ce dernier cas les claquages sont uniquement irréversibles (HBD).

Pour chacun de ces courants une moyenne des mesures statistiques sera calculée à l'aide d'une application spécialement conçue avec LabVIEW®. Les prochaines simulations des modèles théoriques seront comparées à ces valeurs moyennes. La figure 2.28 superpose une série de 81 mesures réalisées sur Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (3 nm), avec sa valeur moyenne (courbe noire).

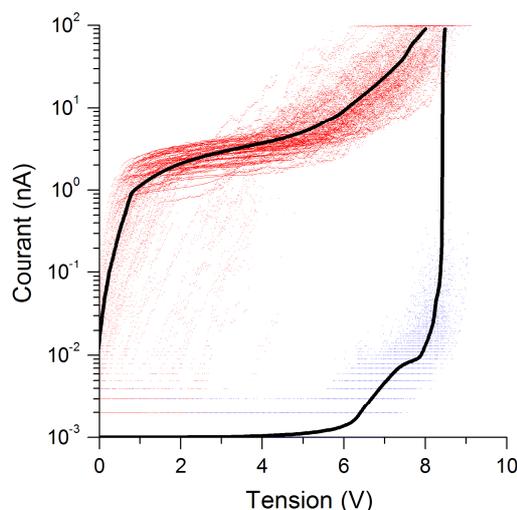


Figure 2.28 : 81 caractéristiques I-V mesurées sur Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (3 nm) et sa valeur moyenne.

## 2.4 – Conclusion

Il a été nécessaire d'apporter des modifications à l'appareil de mesure initial, l'AFM. Les premières mesures électriques n'étant pas convaincantes, l'ajout de nouvelles fonctionnalités ainsi que diverses optimisations ont été menées durant la première année de cette étude. Elles concernent pour la plupart une amélioration des contacts électriques ainsi que des conditions nécessaires à l'obtention de mesures fiables et reproductibles.

Il s'en est ensuite suivi le besoin de mettre au point un protocole expérimental permettant de réaliser des mesures comparables et analysables pour tous les types d'échantillons testés à l'échelle nanométrique. C'est sur le choix d'une étude statistique que c'est porté ce protocole, par la réalisation d'un très grand nombre de mesures électriques et d'en tirer des moyennes et des comportements physiques pouvant être ensuite comparés avec l'échelle micrométrique.

La suite présentera les diverses observations des mesures réalisées sur une large gamme d'échantillons, utilisant des matériaux, épaisseurs ou substrats de différents types.

## Chapitre 3 – Résultats expérimentaux

3.1 – Echantillons et matériaux étudiés .....	57
3.2 – Observations et résultats de l'échelle micrométrique .....	58
3.2.1 – Permittivité diélectrique .....	58
3.2.2 – Claquage .....	58
3.2.3 – Courant de fuite .....	60
3.3 – Observations et résultats de l'échelle nanométrique .....	63
3.3.1 – Si / SiO <sub>2</sub> .....	63
3.3.1.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	63
3.3.1.b – Courant .....	63
3.3.1.c – Claquage .....	65
3.3.1.d – Effet du dopage .....	66
3.3.1.e – Effet de l'épaisseur .....	67
3.3.1.f – Topographie après claquage .....	69
3.3.1.g – Dispersion des mesures .....	72
3.3.1.h – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	74
3.3.2 – TiN / HfO <sub>2</sub> .....	76
3.3.2.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	76
3.3.2.b – Courant .....	79
3.3.2.c – Claquage .....	80
3.3.2.d – Effet du recuit du TiN .....	82
3.3.2.e – Effet de l'épaisseur .....	82
3.3.2.f – Topographie après claquage .....	83
3.3.2.g – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	85
3.3.2.h – Dispersion des mesures .....	86
3.3.3 – TiN / ZrO <sub>2</sub> .....	88
3.3.3.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	88
3.3.3.b – Courant .....	88
3.3.3.c – Claquage .....	89
3.3.3.d – Effet de l'épaisseur .....	90
3.3.3.e – Topographie après claquage .....	91
3.3.3.f – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	91
3.3.3.g – Dispersion des mesures .....	92
3.3.4 – TiN / HfSiO .....	94
3.3.4.a – Topographie, rugosité et épaisseur .....	94
3.3.4.b – Courant .....	94
3.3.4.c – Claquage .....	95
3.3.4.d – Topographie après claquage .....	96
3.3.4.e – Sens d'injection et effet d'après claquage .....	96
3.3.4.f – Dispersion des mesures .....	97
3.4 – Conclusion .....	99

## Chapitre 3 – Résultats expérimentaux

### 3.1 – Echantillons et matériaux étudiés

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent les mesures de courant par C-AFM ne sont simples, ni à réaliser ni à interpréter. Une fois obtenue la certitude de la qualité conductrice de la pointe diamant et de la qualité des contacts, il est nécessaire de s'assurer de la validité des mesures. Cela peut être en partie vérifié en procédant à une comparaison systématique entre mesures sur des capacités damascènes standards micrométriques (décrites au § 2.1.1) et des mesures par C-AFM de couches identiques mais sans motifs. Les structures étudiées, qui sont répertoriées dans le tableau de la figure 3.1, concernent d'une part des capacités MOS avec quatre dopages différents dont l'oxyde est du SiO<sub>2</sub> thermique obtenu par RTO (**R**apid **T**hermal **O**xidation). Pour les substrats de silicium de type N les taux de dopage sont de  $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  et de  $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . Pour les substrats de type P, les dopages sont de  $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  et de  $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . Les échantillons présentant les dopages les plus élevés ont été obtenus par épitaxie d'une couche de 500 nm de silicium dopé, sur le substrat. Pour les structures MOS micrométriques la grille a été formée par une couche de 10 nm de TiN PVD (**P**hysical **V**apor **D**eposition).

Echantillon	Permittivité	Épaisseur nominale (nm)	EOT (nm de SiO <sub>2</sub> )
<b>SiO<sub>2</sub></b> (MOS avec substrat N, N <sup>++</sup> , P, P <sup>++</sup> )	~ 3.9	1.2	1.2
		2.0	2.0
		3.0	3.0
<b>HfO<sub>2</sub></b> (MIM avec électrodes TiN, avec et sans recuit)	~ 16	4	0.98
		6	1.47
		8	1.95
		10	2.44
<b>ZrO<sub>2</sub></b> (MIM avec électrodes TiN)	~ 34.3	4	0.45
		5	0.57
		6	0.68
		7	0.80
		10	1.14
<b>HfSiO</b> (MIM avec électrodes TiN) (75 % Hf / 25 % Si)	~ 16	15	1.71
		6	1.47
		8	1.95
		10	2.44
		12	2.93
		15	3.66
20	4.88		

Figure 3.1 : tableau récapitulatif des matériaux et épaisseurs étudiés à l'échelle micrométrique. Les permittivités diélectriques ont été mesurées par C-V.

Outre le SiO<sub>2</sub> thermique de référence, des capacités MIM TiN/ HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, et HfSiO / TiN [Mondon2003] pour lesquelles les oxydes métalliques sont déposés par ALD (Atomic Layer Deposition) ont été étudiées. Dans le cas du HfO<sub>2</sub> le précurseur est du HfCl<sub>4</sub> et le réactant H<sub>2</sub>O. Dans les autres cas les précurseurs sont des organométalliques, le réactant de l'ozone, et les dépôts ont été réalisés par la société Jusung Engineering (Corée). Il faut noter que ces procédés de dépôt sont effectués à des températures de l'ordre de 200 à 300 °C, relativement basses par rapport à la MOCVD (**M**etal-**O**rganic **C**hemical **V**apor **D**eposition). Finalement l'effet du recuit du TiN de l'électrode inférieure sera aussi étudié.

## 3.2 – Observations et résultats de l'échelle micrométrique

### 3.2.1 – Permittivité diélectrique

Les constantes diélectriques sont mesurées à partir de la pente de l'EOT, qui provient des mesures de capacité, en fonction de l'épaisseur physique mesurée par ellipsométrie. On a représenté sur la figure 3.2 la valeur moyenne de l'EOT, inversement proportionnelle à la capacité, qui varie donc linéairement avec l'épaisseur. Numériquement la capacité surfacique en  $\text{nF}\cdot\text{nm}^{-2} = 34.515 / \text{EOT (nm)}$ . Les pentes des droites de la figure 3.2 sont bien inversement proportionnelles à la permittivité diélectrique. Il faut noter que la linéarité persiste sur une grande gamme d'épaisseur.

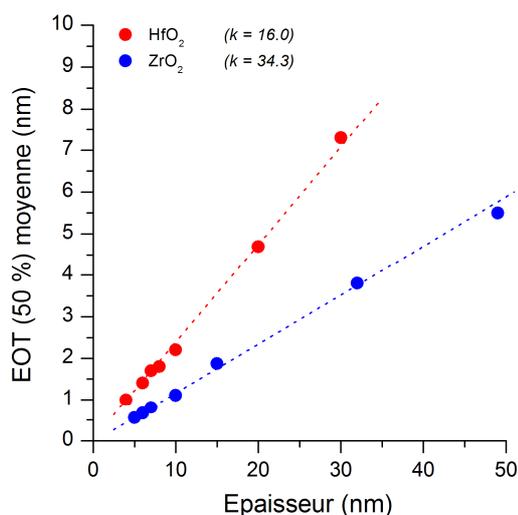


Figure 3.2 : variation de l'EOT moyenne en fonction de l'épaisseur physique de l'oxyde. La pente permet de retrouver la valeur des constantes diélectriques.

Les oxydes HfO<sub>2</sub> et ZrO<sub>2</sub> possèdent des permittivités diélectriques variant du simple au double. Une explication très naïve consisterait à dire que la constante diélectrique doit diminuer quand la force de rappel inter-ionique croît. Comme les forces de rappel des ions métalliques croissent avec leur masse, les trois voisins dans la colonne IV de la table de Mendeleïev que sont Ti, Zr, et Hf devraient former des oxydes de permittivité respectivement décroissante. L'oxyde de titane déposé à basse température, donc dans des conditions thermiques comparables aux nôtres (sputtering), présente une constante diélectrique de 45 [Brassard2006] ce qui est cohérent avec nos mesures pour Hf et Zr.

### 3.2.2 – Claquage

Les claquages électriques (BD, breakdown) sont définis par la brusque augmentation du courant (cf. § 1.2.2). A titre d'exemple, nous montrons sur la figure 3.3 la probabilité cumulée de claquage en fonction de la tension pour des structures Si / SiO<sub>2</sub> / TiN de plusieurs surfaces. Les mesures similaires ont été effectuées sur les divers échantillons du tableau de la figure 3.1. Le cas cette fois-ci de la dépendance des tensions de claquage en fonction des surfaces des capacités, est représenté sur la figure 3.3 pour le Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (3 nm), aux capacités de surfaces allant de 400 à 80 000  $\mu\text{m}^2$ .

L'observation principale est la diminution de la tension de claquage pour les plus grandes surfaces de capacité. Ceci s'explique par le fait que plus la surface est grande, plus la probabilité de rencontrer un site défectueux est grande, si on suppose que la densité de défauts est indépendante de la surface de mesure. Ceci est bien exprimé par la statistique de Weibull décrite au § 1.3.

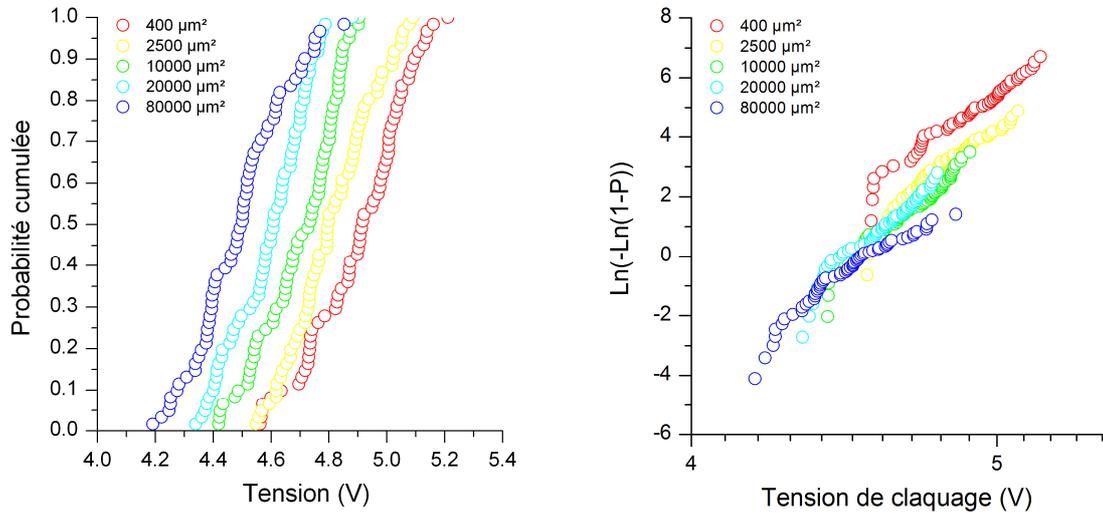


Figure 3.3 : probabilité cumulée qu'un claquage intervienne en fonction de la tension appliquée, sur Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (3 nm), pour différentes surfaces de capacités. Le graphique de droite est représenté selon le repère de Weibull.

La dépendance du champ de claquage avec l'épaisseur d'oxyde est représentée sur la figure 3.4, dans le cas des structures MIM TiN / ZrO<sub>2</sub> / TiN et TiN / HfO<sub>2</sub> / TiN pour des capacités de surface 2500 μm<sup>2</sup>. On remarque la dépendance du champ de claquage avec l'épaisseur jusqu'à un peu plus de 10 nm. Cette dépendance existe aussi pour la silice (cf. figure 1.7) [Solomon1977]. Cependant comme le montre la figure 3.4, et à la différence de la silice, on observe un champ de claquage indépendant de l'épaisseur au-delà des ~ 10 à 15 nm. L'autre effet remarquable est la faible dépendance, voire l'indépendance du champ de claquage avec la constante diélectrique (HfO<sub>2</sub> = 16, ZrO<sub>2</sub> = 34.3), ce qui est en désaccord avec le modèle de McPherson [McPherson2002] (cf. § 1.2.2).

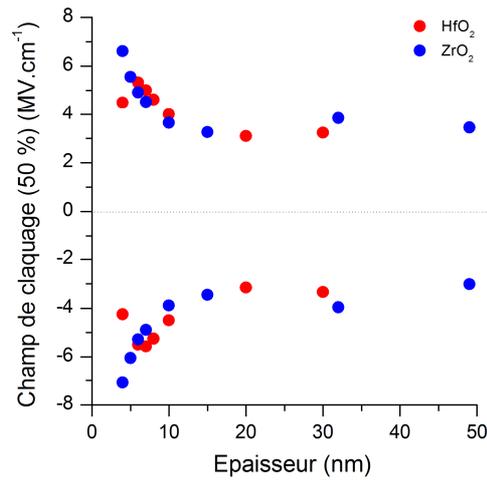


Figure 3.4 : champ de claquage du TiN / HfO<sub>2</sub> / TiN et TiN / ZrO<sub>2</sub> / TiN pour une capacité de surface 2500 μm<sup>2</sup>, en fonction de l'épaisseur d'oxyde.

### 3.2.3 – Courant de fuite

La figure 3.5 superpose plusieurs caractéristiques I-V mesurées sur Si (type N et N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub>, dans le cas de plusieurs épaisseurs d'oxyde (1.2, 2.0 et 3.0 nm), et pour une surface de 2500 μm<sup>2</sup>.

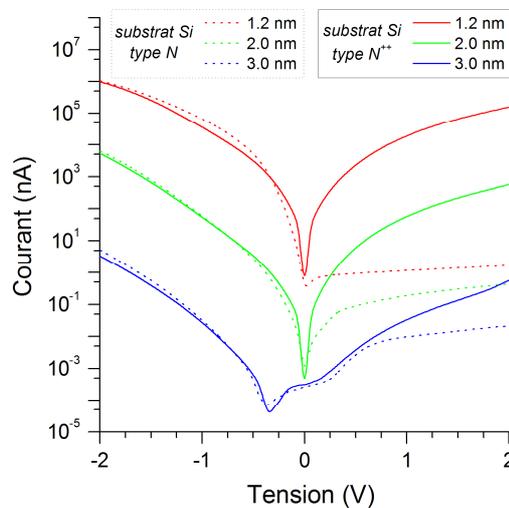


Figure 3.5 : superposition de caractéristiques I-V sur Si (type N et N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (1.2, 2.0 et 3.0 nm), pour une surface de 2500 μm<sup>2</sup>.

Il y a près de trois ordres de grandeur du courant entre chacune des épaisseurs, comme le prédit la relation exponentielle des courants de type tunnel direct ou Fowler-Nordheim en fonction de l'épaisseur d'oxyde (donnée au § 1.2.1). On observe que le courant en inversion, qui est dû au courant tunnel des porteurs minoritaires générés dans la charge d'espace du silicium, présente un plateau. En effet le bilan des porteurs minoritaires résulte du courant Fowler-Nordheim à travers l'oxyde et de la génération dans la charge d'espace qui croît avec le dopage. La densité de porteurs résultant de ce bilan fixe le

champ dans l'oxyde qui ne peut plus augmenter à cause du théorème de Gauss. Par suite, le courant Fowler-Nordheim sature à son tour d'autant plus que le dopage est faible.

La figure 3.6 superpose désormais plusieurs caractéristiques I-V pour différentes surfaces de capacités, dans le cas de capacités MIM TiN / HfO<sub>2</sub> (6 nm) / TiN. A droite, le même graphique est représenté en densité de courant (exprimée en A.cm<sup>-2</sup>).

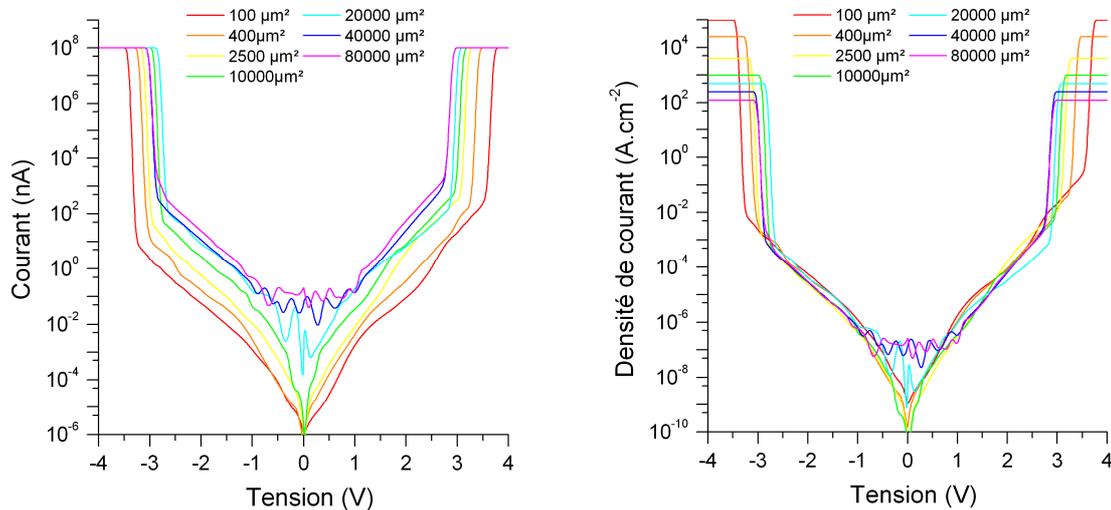


Figure 3.6 : superposition de caractéristiques I-V (à gauche) et J-V (à droite) sur TiN / HfO<sub>2</sub> (6 nm), pour différentes surfaces de capacité (100 à 80 000 μm<sup>2</sup>).

La densité de courant est bien entendu indépendante de la surface, ce qui n'est pas le cas de la tension de claquage qui diminue lorsque la surface augmente.

Enfin, nous avons montré sur la figure 3.7 les caractéristiques I-V (courant-tension) après claquage, toujours pour des capacités MIM TiN / HfO<sub>2</sub> / TiN. On observe alors que cette caractéristique linéaire correspond à la loi d'Ohm avec une résistance qui croît avec l'épaisseur. Cette résistance est de l'ordre de 10 à 25 Ω.

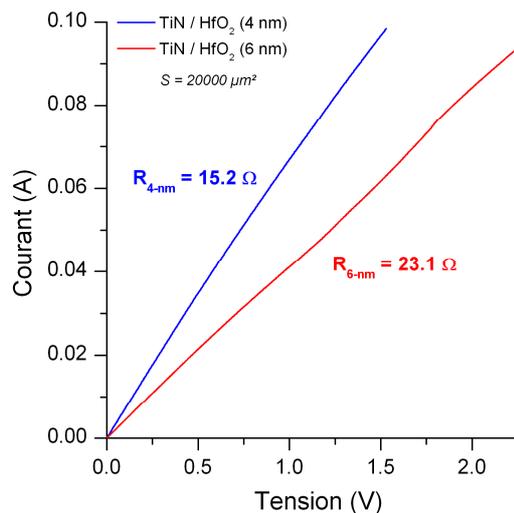


Figure 3.7 : caractéristiques I-V mesurées après claquage (HBD) sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 et 6 nm), pour une capacité de surface 20 000 µm<sup>2</sup>.

La résistance mesurée après claquage sur l'épaisseur de 6 nm est ~ 52 % plus élevée par rapport à celle mesurée pour l'épaisseur de 4 nm, ce qui correspondrait bien à l'augmentation de 50 % de l'épaisseur d'un matériau résistif. Ce point sera discuté dans le prochain chapitre (§ 4.4.2).

## 3.3 – Observations et résultats de l'échelle nanométrique

3.3.1 – Si / SiO<sub>2</sub>

## 3.3.1.a – Topographie, rugosité et épaisseur

L'empilement Si / SiO<sub>2</sub> est celui qui a été le plus étudié dans le monde de la microélectronique ces dernières décennies. L'expérience acquise assure donc une grande qualité de l'oxyde thermique et de ses interfaces avec le silicium. Une mesure de la topographie de l'oxyde avec l'AFM confirme la très faible rugosité de la surface, comme le montre la figure 3.8.

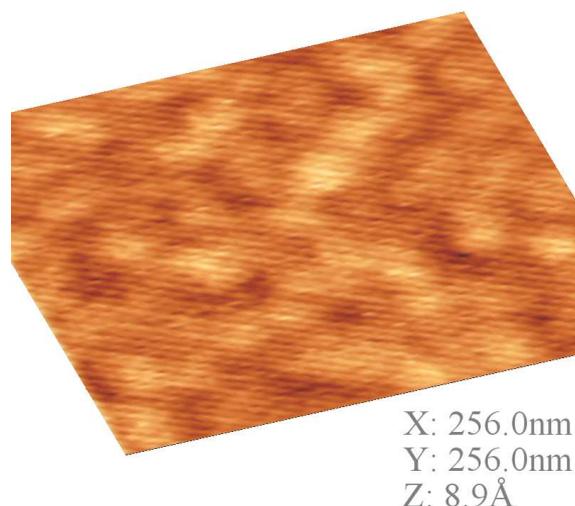


Figure 3.8 : topographie 3D de la surface du SiO<sub>2</sub> thermique.

La mesure de la rugosité moyenne, faite à l'AFM sur une surface de 256 x 256 nm<sup>2</sup>, indique une valeur de la rugosité RMS à ~ 0.1 nm. Comparée à la surface du HOPG (**H**ighly **O**rded **P**yrolytic **G**raphite), dont la rugosité RMS mesurée avec la même pointe AFM est de l'ordre de ~ 0.05 nm, la surface du SiO<sub>2</sub> est assurément une surface très plane, confirmant l'excellente qualité de la croissance thermique.

De plus, l'état de surface du SiO<sub>2</sub> n'est pas modifié suite à plusieurs mesures topographiques avec la pointe. Les risques de détérioration de la pointe à cause de défauts présents à la surface sont donc très faibles. Enfin, aucune différence particulière entre les diverses épaisseurs d'oxyde, ou fonction de la nature des substrats utilisés (type P, type N, fortement dopés ou non), n'a été observée d'un point de vue topographique.

## 3.3.1.b – Courant

Nous allons maintenant décrire les résultats des mesures de courant par C-AFM sur les mêmes échantillons que ceux décrits précédemment, la fabrication des électrodes en moins. Comme cela a été introduit, les graphiques des caractéristiques I-V seront notés selon le choix des couleurs bleues / rouges, respectivement pour les mesures des sens aller puis retour.

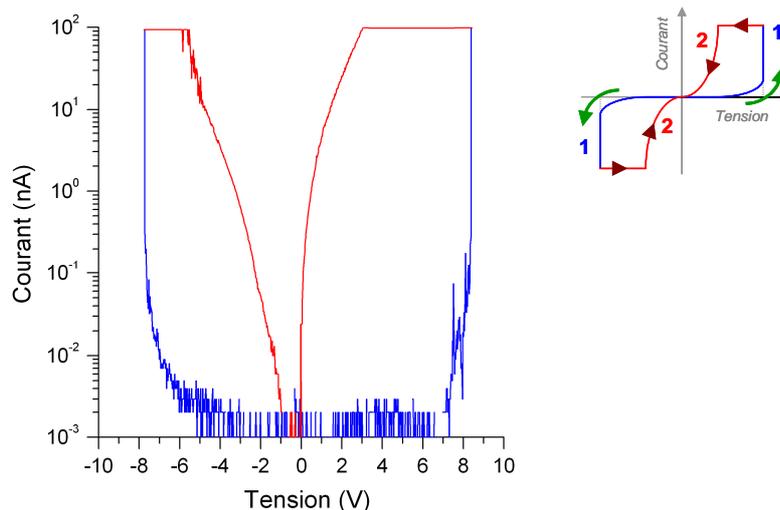


Figure 3.9 : caractéristique I-V (aller puis retour) sur Si (type  $N^{++}$ ) /  $SiO_2$  (3 nm).

Comme nous pouvons le constater sur la figure 3.9, il existe une différence importante entre les caractéristiques I-V mesurées par C-AFM et les caractéristiques standards. Dans ce dernier cas le courant augmente avec la tension jusqu'au claquage à la tension  $V_{bd}$ . Lorsqu'on diminue ensuite la tension la caractéristique devient linéaire avec une pente très élevée. Nous reviendrons plus loin sur ce point. Par contre comme le montre la figure 3.9 précédente, la caractéristique I-V diffère de ce dernier cas. En effet lorsqu'on diminue la tension après claquage on observe dans la plupart des cas une caractéristique I-V non linéaire (en rouge). On peut schématiser les caractéristiques I-V par C-AFM comme suit (voir figure 3.10).

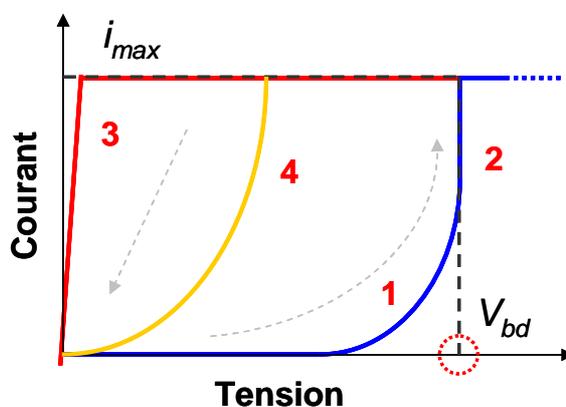


Figure 3.10 : représentation des courants mesurés lors d'un I-V (aller puis retour).

Les courants identifiables lors d'une mesure I-V complète (aller, puis retour) se portent au nombre de deux. Tout d'abord, il y a le courant juste avant que le claquage (à la tension  $V_{bd}$ ) ne survienne (figure 3.10, courant 1 et 2), puis le courant mesuré après ce claquage (courant 3 ou 4). Le courant 3 est similaire à la caractéristique après claquage obtenu sur une capacité standard, alors que la caractéristique 4 n'a pas d'équivalent macroscopique. Une interprétation peut-être donnée dans le cadre du modèle filamentaire.

Dans le cas où à la suite du claquage la caractéristique est du même type que la caractéristique 3 (cf. figure 3.10), la situation est comparable au cas standard. Dans le cas où la caractéristique est de type 4, nous appellerons ce courant le Courant Nanoscopique Après Claquage (CNAC). Ce courant est du type exponentiel, comme le courant tunnel ou

Fowler-Nordheim, mais très élevé compte tenu de l'épaisseur initiale d'oxyde [Wu2006] [Wu2006-b]. Ceci pourrait en outre indiquer une forte réduction de l'épaisseur d'oxyde durant le phénomène du claquage, au cours duquel une forte montée de la température peut être imaginée [Tung2003]. Il a en outre été observé que celle-ci n'avait qu'un effet négligeable dans les mesures du courant de type tunnel ou Fowler-Nordheim, surtout lorsque l'épaisseur d'oxyde diminue [Schuegraf1994].

### 3.3.1.c – Claquage

Les claquages observés sur l'empilement Si / SiO<sub>2</sub>, comparés à ceux mesurés sur TiN / HfO<sub>2</sub> et qui seront présentés par la suite (§ 3.3.2), sont tous réversibles (non destructeurs), c'est-à-dire avec l'apparition du CNAC (Courant Nanoscopique Après Claquage). C'est-à-dire qu'après le claquage, qui pour rappel est défini comme étant une brusque augmentation du courant après l'application d'une certaine tension (la tension de claquage  $V_{bd}$ ), alors la mesure du courant à travers l'oxyde et suivant ce claquage n'est pas une simple conduction ohmique à travers un chemin conducteur. Il est à différencier du claquage irréversible (destructeur, ou HBD), qui une fois survenu crée simplement un chemin conducteur entre les deux électrodes de la capacité qui se retrouve court-circuitée et donc inutilisable en tant que telle.

La caractéristique électrique retrouvée après claquage semble liée à une épaisseur d'oxyde entre la pointe et le substrat qui serait énormément réduite suite à la venue du claquage. La totalité des mesures du courant « retour » garde son comportement exponentiel, propre à un courant de type tunnel ou Fowler-Nordheim, et donc à la présence d'une fine couche d'oxyde. Ceci peut être attribué à la très bonne qualité de l'oxyde thermique, dont le procédé de croissance est aujourd'hui très bien maîtrisé. Peut-être aussi que l'une des deux interfaces reste inaltérée suite au claquage, laissant alors une faible épaisseur d'oxyde.

En ce qui concerne les valeurs des tensions de claquage, et donc des champs de claquage si l'épaisseur d'oxyde est prise en considération, ces derniers augmentent lorsque l'épaisseur de SiO<sub>2</sub> diminue (voir figure 3.12), ce qui va dans le sens des observations trouvées dans la littérature [Shatzkes1976].

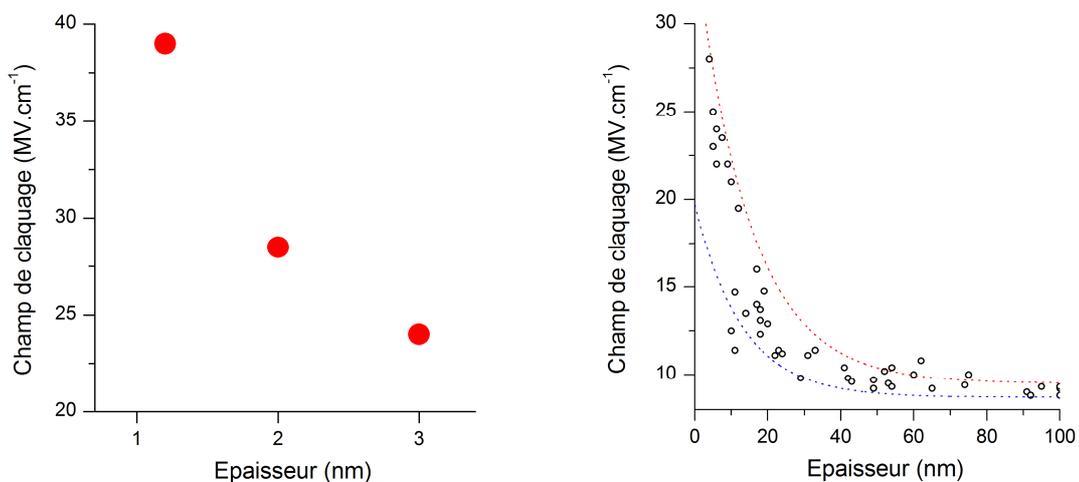


Figure 3.12 : à gauche, champ de claquage mesuré à l'AFM pour les échantillons de Si (type N ou P) / SiO<sub>2</sub> (1.2, 2.0 et 3.0 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde. A droite, mesures issues de la littérature [DiStefano1976] [Sze].

Les tensions de claquage observées avec l'AFM sont beaucoup plus grandes que celles mesurées à l'échelle macroscopique, de plusieurs volts. La comparaison entre les deux échelles, via la représentation de la distribution statistique de Weibull [Degraeve1998], sera discutée en détail par la suite (§ 4.1.1).

Une précédente étude a également permis de mettre en valeur le rôle de la température sur le claquage électrique, survenant plus rapidement pour des températures plus élevées [Schuegraf1994] [Chaparala1996]. Cet effet peut être dû à l'affaiblissement des liaisons inter-atomiques sous haute température [Bécu2006] [Voronkov2006].

### 3.3.1.d – Effet du dopage

Différents types de substrats ont été testés afin de recouvrir différentes mesures bien connues de l'échelle macroscopique, et donc permettre une comparaison plus large entre les mesures faites aux deux échelles.

L'effet du type de dopant et de leur concentration a été testé : utilisation de substrats de type P dopés au bore (B), et des substrats de type N dopés au phosphore (P). Chacun couvrant deux densités de dopage, de  $\sim 10^{16}$  à  $\sim 10^{19}$  atomes. $\text{cm}^{-3}$ . Comme attendu, les mesures électriques sur ces différents substrats apportent une dissymétrie autour de la tension nulle, l'un des sens étant toujours plus conducteur que l'autre, parfois bloquant. Par contre, un fort dopage ( $\sim 10^{19}$ ), qu'il soit de type  $\text{N}^{++}$  ou  $\text{P}^{++}$ , donne une très bonne conduction sur toute la gamme de tension, positive ou négative (voir figure 3.13). Ceci s'explique par la considération qu'un fort dopage entraîne un comportement quasi-métallique du semiconducteur (ici le silicium).

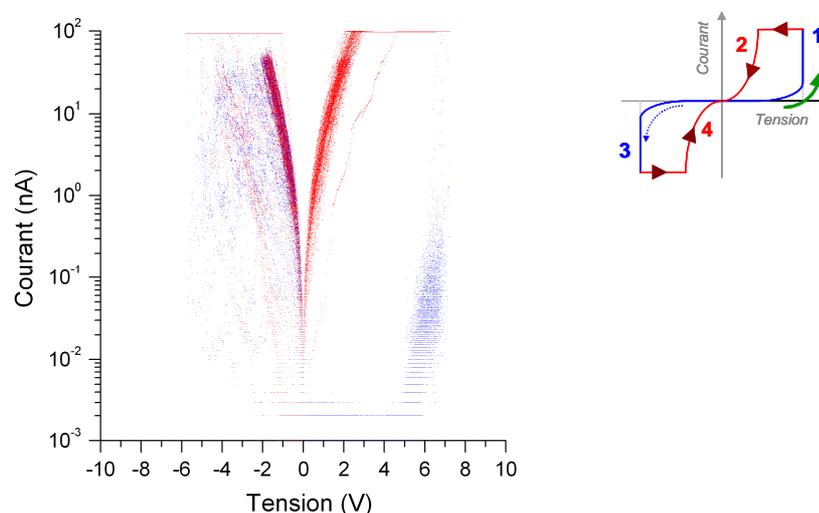


Figure 3.13 : caractéristiques I-V sur Si (type  $\text{N}^{++}$ ) /  $\text{SiO}_2$  (2.0 nm).

Quant au dopage faible à  $\sim 10^{16}$  atomes. $\text{cm}^{-3}$ , un côté saturant se fait remarquer pour les tensions positives ou négatives, selon le type de dopant utilisé. En effet pour les substrats de type N une saturation du courant est visible vers les tensions positives, c'est-à-dire dans le cas d'une injection d'électrons depuis la pointe. L'inverse est bien sûr observé pour les substrats de type P (voir figure 3.14).

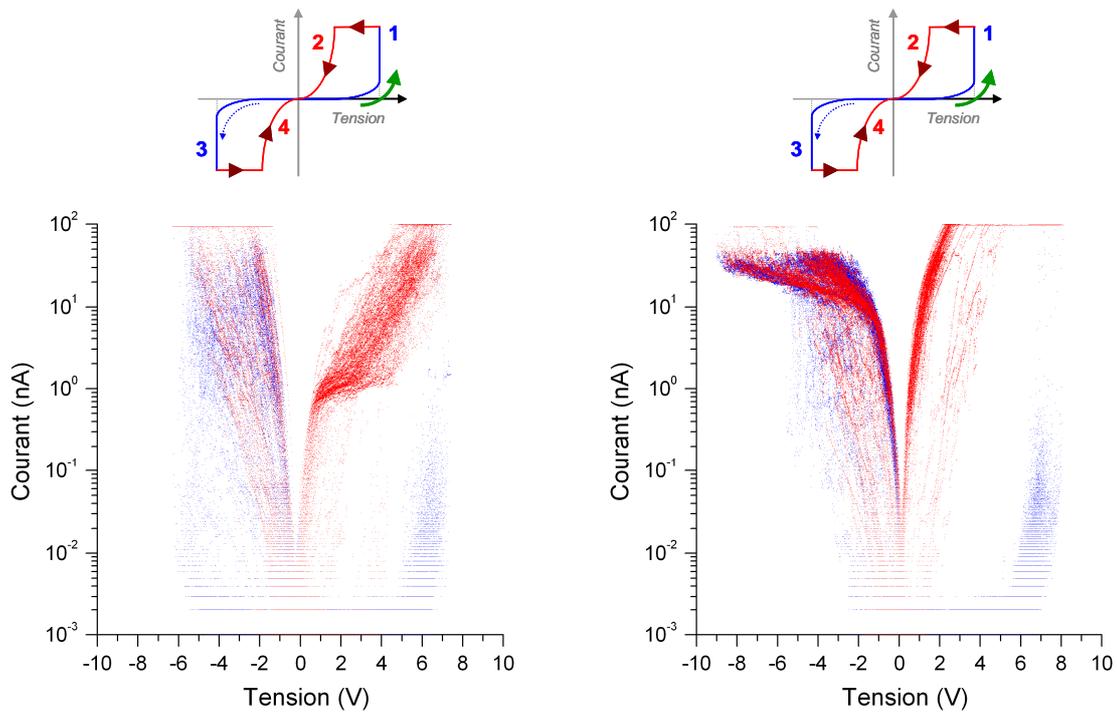


Figure 3.14 : caractéristiques I-V sur Si (type N à gauche, P à droite) /  $\text{SiO}_2$  (2.0 nm).

Nous retrouvons donc à cette échelle les effets déjà connus du type de substrat utilisé dans une capacité MOS. L'effet du dopage du substrat a donc un rôle majeur dans la conduction d'un empilement MOS comme il était prévisible et comparativement aux surfaces macroscopiques. La suite montrera que l'épaisseur d'oxyde accentue d'autant plus cet effet, lorsqu'elle augmente.

### 3.3.1.e – Effet de l'épaisseur

La première observation sur la comparaison des mesures réalisées pour différentes épaisseurs d'oxyde, est cette dépendance exponentielle du courant résultant, en fonction de l'épaisseur (voir figure 3.15). En effet, le courant est d'autant plus élevé que l'épaisseur d'oxyde sera faible [Vogel1998] [Jiménez-Molinos2002]. De même, les tensions de claquage sont plus élevées pour les plus grandes épaisseurs. L'effet tunnel est théoriquement moins présent aux grandes épaisseurs, le courant Fowler-Nordheim devenant prépondérant.

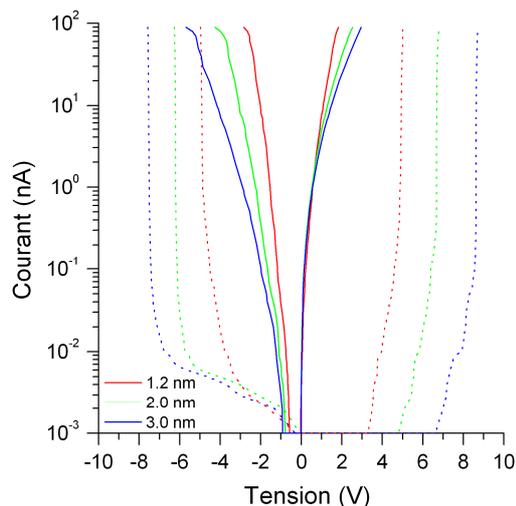


Figure 3.15 : I-V moyens pour 3 épaisseurs de Si (type  $N^{++}$ ) /  $SiO_2$  (1.2, 2.0 et 3.0 nm). Les mesures du sens aller sont en pointillés, le sens retour en trait continu.

L'effet du type de dopage du substrat est également plus visible pour les grandes épaisseurs, où cette fois-ci le côté bloquant sera amplifié, la saturation en courant étant portée sur une plus large gamme de tension (voir figure 3.16).

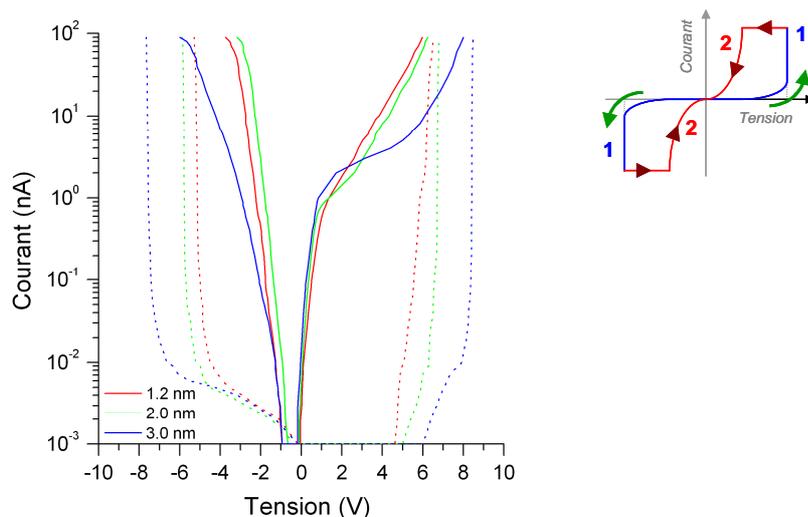


Figure 3.16 : I-V moyens pour 3 épaisseurs de Si (type N) /  $SiO_2$  (1.2, 2.0 et 3.0 nm). Les mesures du sens aller sont en pointillés, le sens retour en trait continu.

Dans ce dernier graphe, il est intéressant d'observer le comportement du courant entre les épaisseurs de 1.2 et 2.0 nm du  $SiO_2$  (courbes rouge et verte). En effet, il apparaît que les mesures sur l'échantillon le plus mince soient des courants proches voire plus faibles que pour l'épaisseur supérieure, en particulier ceux d'après claquage. Cela dit, les tensions de claquage augmentent toujours avec l'épaisseur. Mais les tensions de claquage pour l'épaisseur de 1.2 nm restent toutefois anormalement proches de celles de l'épaisseur de 2.0 nm. Cette observation pourrait être la conséquence que l'échantillon de 1.2 nm était resté plus longtemps à l'air libre, laissant donc une surcroissance naturelle du  $SiO_2$ . Ensuite, les différences de comportement avant / après claquage, et après recroissance de l'oxyde, permettent de penser que la dégradation de l'oxyde durant le claquage a été

différente selon s'il y a eu ou non cette recroissance naturelle sous atmosphère. L'oxyde naturel de surcroissance semble alors plus résistant au claquage.

La dispersion des mesures est également plus élevée pour les grandes épaisseurs, du fait d'une rugosité potentiellement plus élevée aux grandes épaisseurs, mais également des défauts volumiques potentiellement plus nombreux sous la pointe. Ceci touche autant les mesures de courant, que les valeurs des tensions de claquage.

Il sera également intéressant de préciser que des tests à une épaisseur de 5 nm de SiO<sub>2</sub> ont été effectués, mais aucun courant de fuite n'a été mesuré, la tension de claquage n'étant jamais atteinte, d'où la modification du circuit électronique permettant désormais l'application d'un gain x 1.3 au niveau de la tension (-13 V → +13 V).

Enfin, le décalage du potentiel de bande plate a été observé dans le cas des faibles dopages du substrat, et qui est d'autant plus important que l'épaisseur d'oxyde augmente [Hosoi1984]. Ainsi, la symétrie des mesures ne se fait plus autour de la tension nulle, comme l'illustre la figure 3.17.

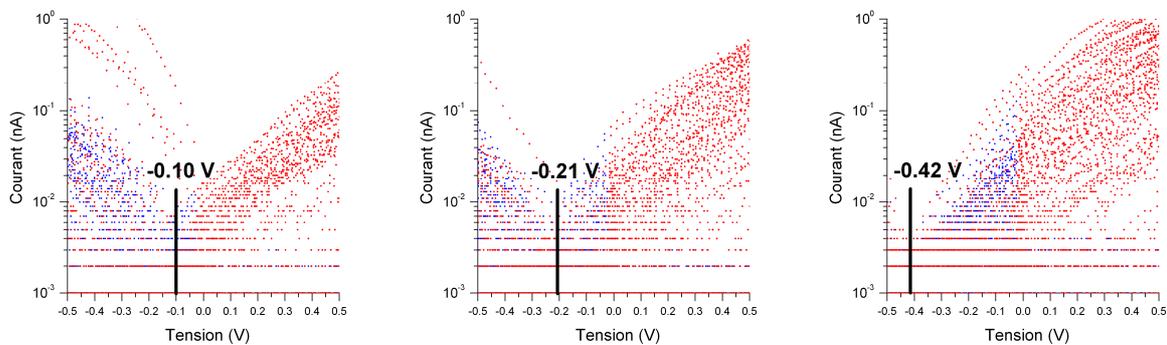


Figure 3.17 : zoom sur les I-V autour de  $V_{gap} = 0$  V, pour 3 épaisseurs de Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (de gauche à droite, 1.2, 2.0 et 3.0 nm).

On retrouve ainsi les mêmes propriétés électriques que pour l'échelle macroscopique, puisque l'on sait que la tension de bande plate dépend de la valeur de la capacité, donc de l'épaisseur d'oxyde.

### 3.3.1.f – Topographie après claquage

Lors des mesures des caractéristiques I-V à l'AFM, les topographies suivant les nombreuses mesures ont montré que l'état de la surface avait été modifié, à l'endroit même de la mesure [Wu2006-b]. En effet la formation d'une bosse en chaque endroit apparaît à la surface [Porti2002], comme le montre la figure 3.18 (l'échelle en Z a été volontairement augmentée). Le rapport de la hauteur sur la base de ces bosses ne représente que 5 %, ce qui paraît dérisoire. Néanmoins compte tenu de l'effet lié à la géométrie de l'apex de la pointe, nous pouvons admettre un rapport bien plus élevé et considérer ces bosses comme extrêmement localisées.

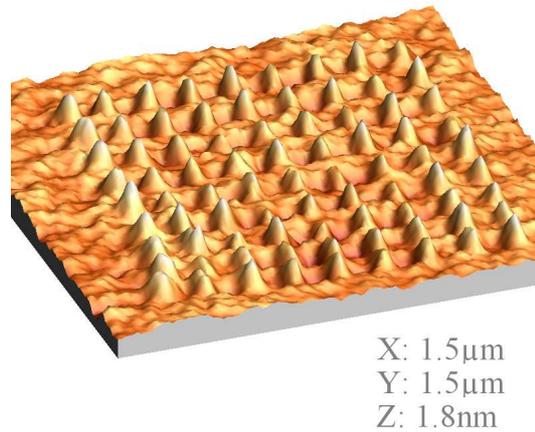


Figure 3.18 : topographie 3D de la surface après 81 mesures I-V (carré de 9 x 9), sur Si (type P<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (2.0 nm).

Cet effet dépend directement de l'épaisseur du diélectrique. En effet, les bosses observées sont d'autant plus grandes que l'épaisseur d'oxyde augmente (voir figure 3.19). Si l'on considère un chargement de l'oxyde par piégeage de charges, celui-ci se ferait donc de façon volumique dans le diélectrique. Dès lors qu'un courant circule à travers l'oxyde, celui-ci se charge par piégeage [Zhang2006]. Les bosses apparentes sont plus élevées lorsque le claquage intervient, en particulier pour les HBD, où la bosse peut atteindre plusieurs fois l'épaisseur d'oxyde initiale. Cependant le cas de claquages de type HBD n'a été observé que dans le cas de l'oxyde high-k HfO<sub>2</sub> sur TiN.

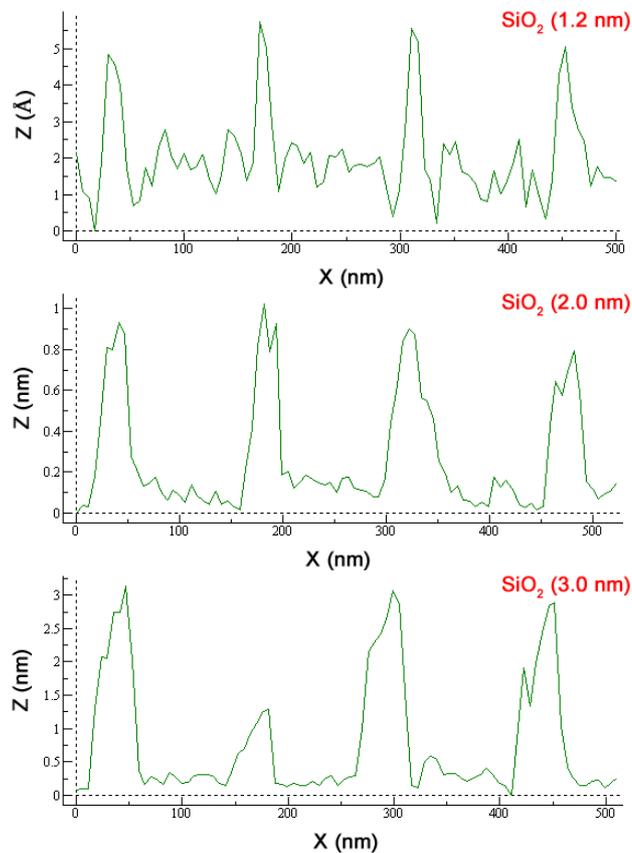


Figure 3.19 : profils de 4 bosses après 4 claquages, sur Si (type N) / SiO<sub>2</sub> (1.2, 2.0 et 3 nm).

Ces bosses sont peut-être un effet électrostatique ressenti par la pointe, au regard de la charge injectée dans l'oxyde. La pointe serait repoussée par cette force électrostatique (la charge image au sein de la pointe étant de même signe que celle injectée), et agit comme au passage d'une bosse à la surface. C'est également ce qui explique l'élargissement des bosses avec l'épaisseur d'oxyde, puisque la pointe sera en face d'une charge locale toujours plus élevée en fonction de l'épaisseur de  $\text{SiO}_2$ . Cette observation suit bien les recherches déjà réalisées dans ce domaine, où il est même parfois déterminé le nombre de charges injectées à plusieurs dizaines d'électrons [Porti2003] [Porti2004].

Une autre hypothèse concerne une modification du substrat de silicium sous très haute température, au moment du claquage et à de très fortes densités de courant [Zhang2006-b]. Une migration des atomes du substrat vers la surface formerait ainsi une bosse de quelques nanomètres de haut. Il pourrait également en résulter la formation d'un chemin de percolation conducteur, lui-même étant une conséquence du claquage.

Tous les points de mesure, après claquage, forment des bosses quasi-identiques en surface et hauteur. La dispersion est assez faible ce qui permet de dire que l'injection de charge se déroule de manière équivalente en tout endroit de la surface du  $\text{SiO}_2$ . La surface affectée apparente est de l'ordre de la centaine à plusieurs centaines de nanomètres carrés, ce qui suit les différentes observations réalisées jusque là [Olbrich1998-b] [Porti2001-c].

Une telle modification de la surface m'a amené à réaliser différents tests d'écriture sur l'oxyde afin d'en mesurer la portée pour de potentielles applications. Les domaines d'écriture localisée ou par exemple de gravure sélective pourraient être intéressés par un tel procédé, compte tenu de la facilité et de l'excellente résolution qu'offre le C-AFM. Les topographies de la figure 3.20 sont des exemples d'écriture par C-AFM. Sur ces images, le contraste a été inversé pour permettre une meilleure visibilité du dessin. Les bosses sont alors représentées en sombre.

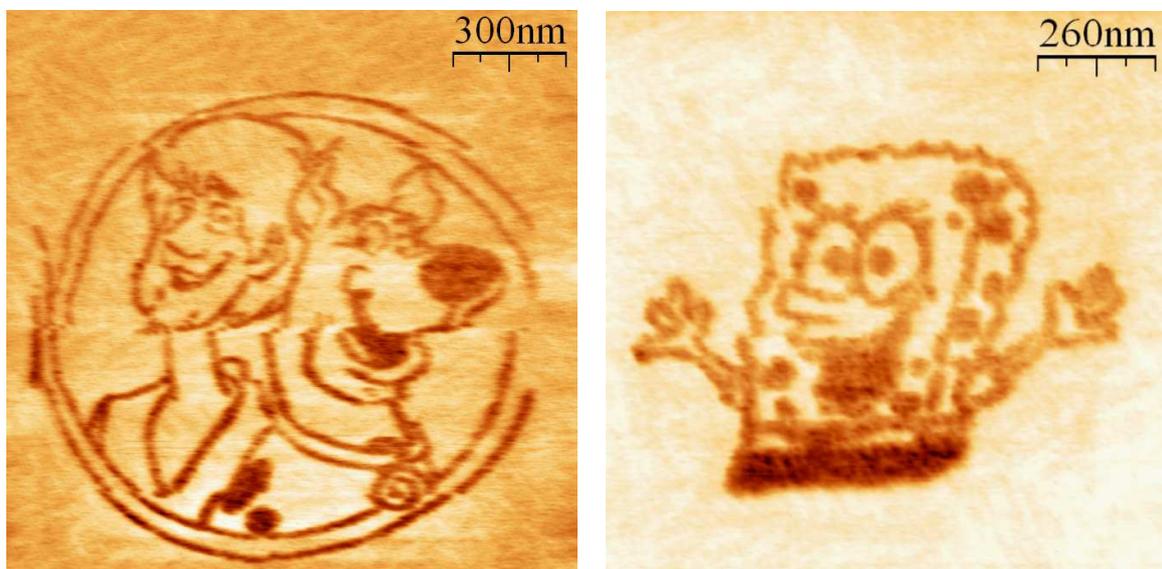


Figure 3.20 : topographies après écriture ( $V_{\text{gap}} = 10 \text{ V}$ ) sur  $\text{Si}$  (type P) /  $\text{SiO}_2$  (2.0 nm).

L'écriture de ces images a été réalisée par un programme spécialement conçu sous LabVIEW®. Les bosses font suite au claquage systématique de l'oxyde lors de l'application d'une tension  $V_{\text{gap}} = 10 \text{ V}$  pendant une durée d'une demie seconde.

Comme vu précédemment, les propriétés électriques de l'oxyde sont modifiées lorsqu'une seconde mesure au même endroit est faite, et cette injection de charges dans l'oxyde vient appuyer la théorie selon laquelle ces charges joueraient un rôle dans la modification des dites propriétés électriques locales.

## 3.3.1.g – Dispersion des mesures

La première observation des mesures électriques effectuées à l'AFM indique une forte dispersion en courant et en tension entre les différentes mesures faites à plusieurs endroits de la surface, ce qu'illustre la figure 3.21 pour un grand nombre de caractéristiques I-V.

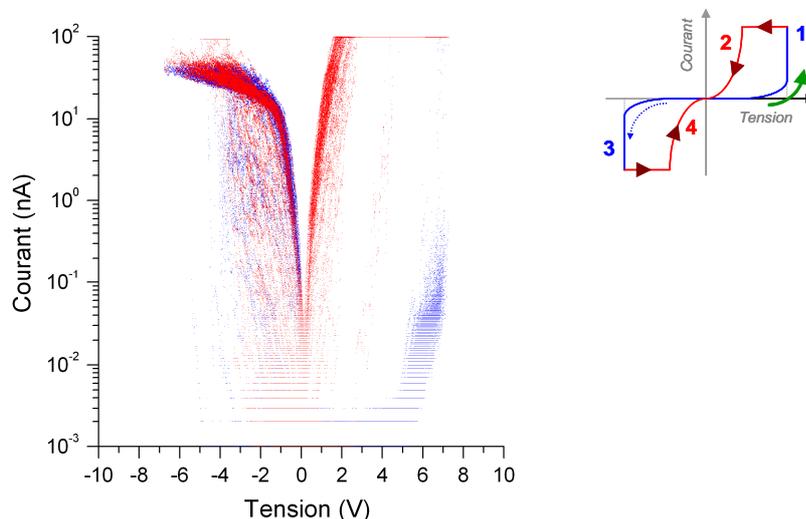


Figure 3.21 : caractéristiques I-V sur Si (type P) / SiO<sub>2</sub> (2.0 nm), début des mesures vers les tensions positives.

La dispersion des mesures est d'autant plus grande que la surface de la pointe est petite, puisqu'elle devient extrêmement sensible à la moindre variation de la rugosité ou de l'épaisseur d'oxyde [Lai1999] [Luo2001]. Compte tenu de la rugosité locale d'une surface à l'échelle atomique, la dispersion des mesures réalisées avec l'AFM est nettement plus importante que pour les mesures effectuées à l'échelle macroscopique, dont les surfaces des capacités, supérieures au  $\mu\text{m}^2$ , ont un ordre de grandeur bien supérieur à la rugosité locale atomique d'une surface.

Une part de la dispersion peut également être attribuée à l'état de la pointe elle-même, dû à son inclinaison changeante par rapport à la surface ou à l'abrasion locale de son apex, menant à une évolution de la surface effective de contact entre la pointe et la surface. Cette dispersion reste toutefois plus faible que celle liée à la rugosité de la surface.

Ceci dit la surface du SiO<sub>2</sub> n'ayant qu'une faible rugosité, la dispersion reste très faible si elle est comparée aux surfaces plus rugueuses comme les high-k déposés sur TiN, étudiés par la suite.

Une autre observation étonnante sur la dispersion des mesures électriques (qui n'apparaît pas pour les mesures de l'échelle macroscopique) concernant les caractéristiques I-V, repose sur le sens d'injection des électrons et plus particulièrement sur la succession de mesures alternant vers un sens d'injection inverse. En effet, la méthode utilisée pour effectuer ces caractéristiques I-V repose sur la vérification que les mesures soient reproductibles, et ainsi chaque I-V a été mesuré dans le cas des deux types d'injections, l'un à la suite de l'autre et sur le même point de la surface.

Il a été observé, comme le montre les figures 3.21 et 3.22, une grande différence selon le sens d'injection du courant, en particulier selon le sens de la première injection qui semble modifier les propriétés électriques du matériau.

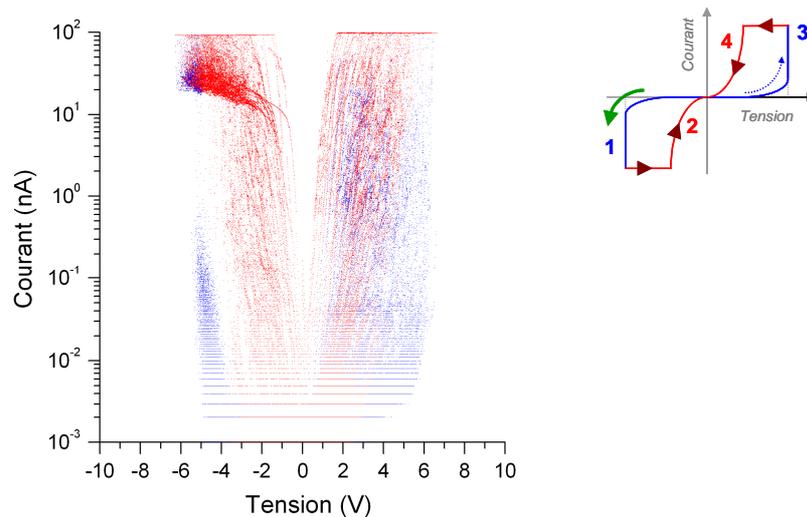


Figure 3.22 : caractéristiques I-V sur Si (type P) / SiO<sub>2</sub> (2.0 nm), début des mesures vers les tensions négatives.

Lors du départ des mesures vers les tensions négatives (injection des électrons depuis le substrat vers la pointe), la dispersion des mesures suivantes (donc aux tensions positives) est visiblement plus importante que dans le cas inverse (cas de la figure 3.21). La dispersion observée dans ces deux cas sera discutée ultérieurement.

Aussi, la cartographie en tension de claquage d'une surface sur laquelle il a été fait un grand nombre de mesures (carré de  $9 \times 9 = 81$  mesures) donne une indication des variations d'épaisseur locale du diélectrique, ou de la surface effective de la pointe en contact, puisqu'il est possible d'observer un gradient dans une certaine direction du plan que constitue la surface. La figure 3.23 illustre cette variation de la tension de claquage en fonction de l'endroit où a été faite la mesure, après 81 mesures (carré de  $9 \times 9$ ) qui ont été effectuées sur une surface de  $\sim 1 \mu\text{m}^2$  ( $1024 \text{ nm} \times 1024 \text{ nm}$ ).

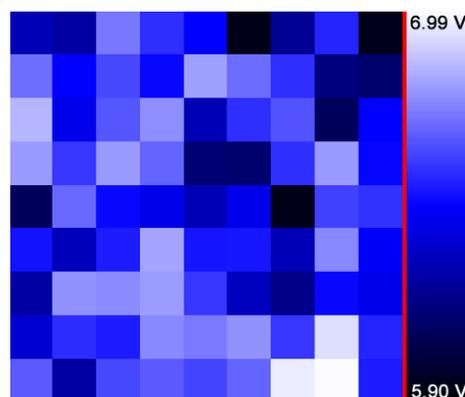


Figure 3.23 : cartographie des tensions de claquage ( $V_{\text{gap}} > 0$ ) mesurées sur une surface de  $1 \mu\text{m}^2$ , sur Si (type P) / SiO<sub>2</sub> (2.0 nm).

Enfin, il a été observé que la dispersion des mesures électriques, autant pour les caractéristiques I-V que pour les tensions de claquage, augmente avec l'épaisseur d'oxyde. Ceci semble logique compte tenu de la nature amorphe du SiO<sub>2</sub> et dont les épaisseurs de couches ne sont pas uniformes, ainsi les irrégularités en épaisseur s'additionnent au fur et à mesure que la couche croît. Le graphique de la figure 3.24 montre très bien cette évolution de la dispersion (calculée en fonction de l'écart-type moyen des I-V entre les différentes mesures), qui semble même linéaire en fonction de l'épaisseur.

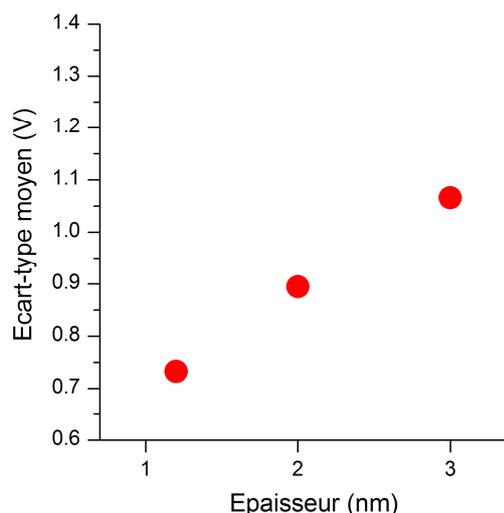


Figure 3.24 : écart-type moyen représentant la dispersion des caractéristiques I-V, pour les échantillons de Si / SiO<sub>2</sub> (1.2, 2.0 et 3.0 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde.

### 3.3.1.h – Sens d'injection et effet d'après claquage

Toutes les mesures de courant ont été effectuées de la manière suivante : en partant de  $V_{gap} = 0$  V, on augmente (ou diminue) la tension jusqu'au claquage (détecté automatiquement par le programme de mesure), puis on revient à  $V_{gap} = 0$  V. Ensuite on effectue le même parcours mais vers la tension opposée, toujours au même point de la surface. C'est ce deuxième passage qui sera étudié pour ses effets historiques, en fonction de la première mesure et de son influence sur la seconde.

Comme décrit précédemment lors des observations sur la dispersion, un des sens d'injection est plus destructeur que l'autre, du moins il altère ou modifie les propriétés électriques de l'oxyde plus facilement. Cet effet est néanmoins peu visible pour les échantillons de Si / SiO<sub>2</sub>, contrairement aux high-k qui seront décrits par la suite. Dans le cas présent des structures MOS étudiées (Si / SiO<sub>2</sub>), chacun des deux sens amène une forte dispersion des mesures lors du second passage (voir figure 3.25).

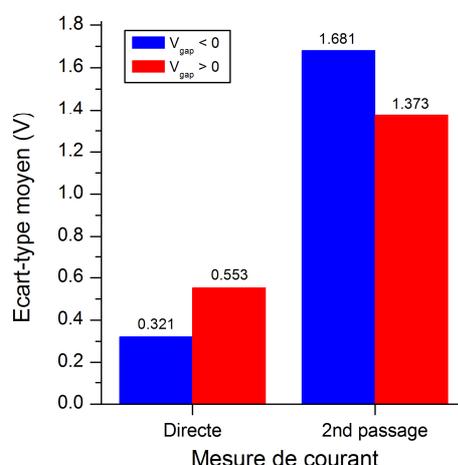


Figure 3.25 : écart-type moyen des mesures de courant, dès le premier passage (mesure directe) ou au second, sur Si (type N et N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (1.2, 2.0 et 3.0 nm).

Cette dernière figure est une autre représentation de la dispersion déjà visible sur les courbes I-V des figures précédentes 3.21 et 3.22, mais regroupant cette fois-ci le sens d'injection ( $V_{gap}$  positif ou négatif) avec l'historique des mesures (directe, ou second passage).

Il est donc évident que l'oxyde a subi une modification de ses propriétés électriques durant la première mesure de courant, et plus particulièrement lors du claquage. Ces derniers peuvent également être comparés historiquement parlant, comme le montre la figure 3.26.

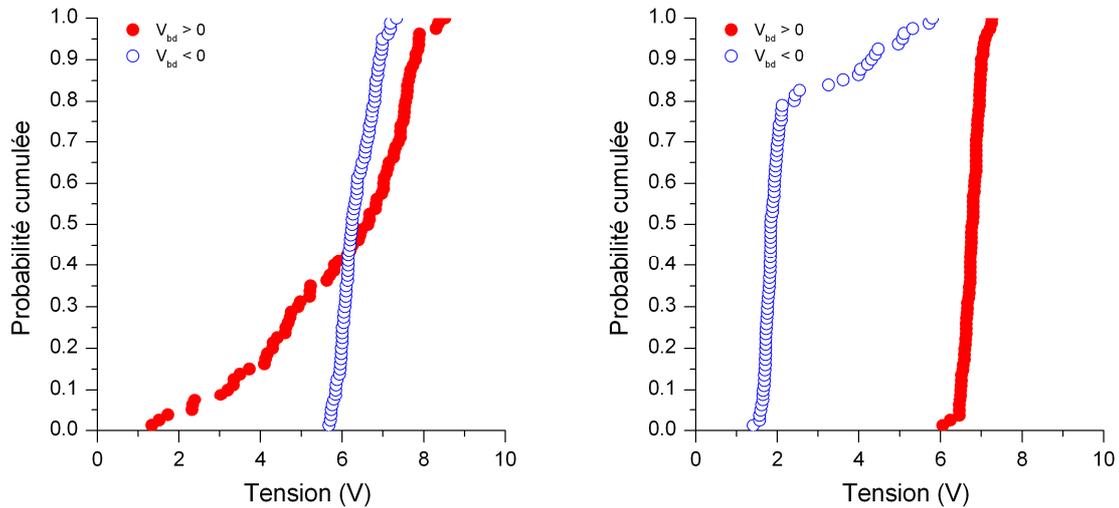


Figure 3.26 : probabilité cumulée de claquage, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur Si (type  $N^{++}$ ) /  $SiO_2$  (2.0 nm).

La première observation concerne la faible dispersion des tensions de claquage lors de la mesure directe (points bleus à gauche pour les tensions de claquage négatives, points rouges à droite pour les tensions de claquage positives).

Quant aux mesures des seconds passages, elles sont nettement plus dispersées ou altérées. En effet, après une mesure directe où l'injection d'électrons se fait par le substrat ( $V_{gap}$  négatif, graphique de gauche) alors les tensions de claquage positives (en rouge) se retrouvent étalées sur une très large gamme de tension.

Dans le cas du graphique de droite (première injection des électrons depuis la pointe) alors la dispersion des tensions de claquage pour le second passage (tensions négatives, points bleus) est plus faible voire quasi-nulle. Il est important de souligner que dans ce dernier cas, le claquage du second passage intervient à des tensions très inférieures, confirmant l'hypothèse d'une réduction quasi-identique de l'épaisseur d'oxyde à chacune des mesures.

Une autre représentation de cette dispersion des tensions de claquage, en fonction du sens d'injection de la première mesure est visible sur la figure 3.27, avec cette fois-ci la comparaison entre les différentes épaisseurs d'oxyde.

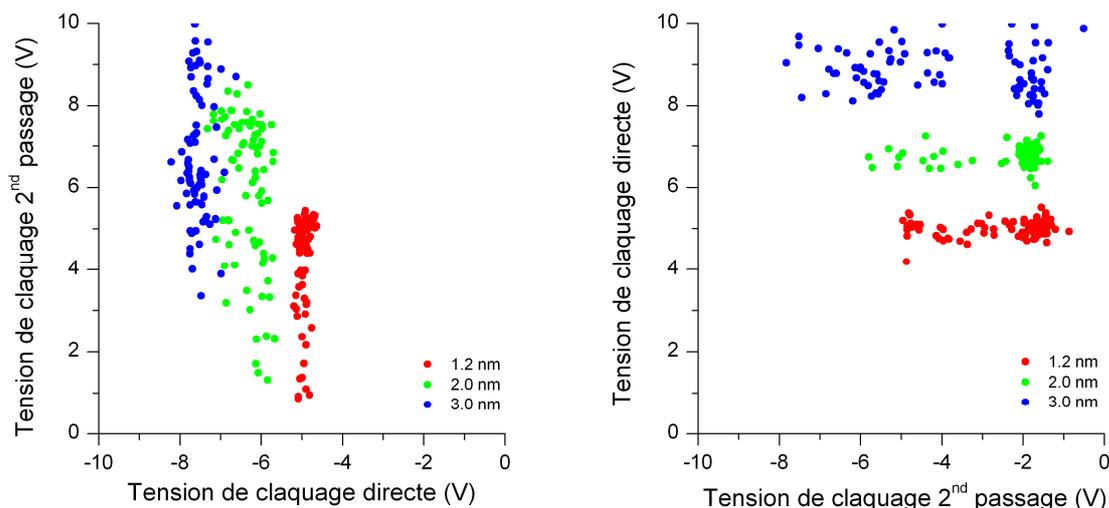


Figure 3.27 : tensions de claquage positives en fonction des négatives, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur Si (type  $N^{++}$ ) /  $SiO_2$  (1.2, 2.0 et 3.0 nm).

Il devient évident que le claquage modifie les propriétés de l'oxyde, peut-être même directement sa structure ou ses liaisons atomiques. Une différence notable entre les deux sens d'injection est observée dans le cas des tensions de claquage. Il en résulte que l'épaisseur d'oxyde est probablement réduite de façon uniforme, après un premier claquage vers les tensions positives. Le problème peut également être vu de la manière où un chemin conducteur serait uniformément créé à travers l'oxyde.

Désormais, la question est de savoir de quelle manière les propriétés de l'oxyde sont modifiées, à savoir si un chemin conducteur est créé à travers l'oxyde, si des charges sont effectivement piégées dans celui-ci ou aux interfaces [Fischetti1984], ou si l'une des deux interfaces est responsable du changement de la nature de l'oxyde. Une discussion plus détaillée aura lieu par la suite par comparaison entre les différents diélectriques.

### 3.3.2 – TiN / $HfO_2$

#### 3.3.2.a – Topographie, rugosité et épaisseur

Le dioxyde d'hafnium ( $HfO_2$ ) possède une rugosité en surface supérieure à celle du  $SiO_2$  (RMS  $\sim 0.1$  nm), puisqu'elle se situe vers  $\sim 0.75$  nm (rugosité RMS, calculée à partir d'une surface de  $256 \times 256$  nm<sup>2</sup>). La surface est uniformément recouverte de petites bosses, dont la hauteur et le diamètre sont respectivement de l'ordre de 4 et 20 nm. La figure 3.28 montre une topographie 3D de cette surface, où les échelles en X, Y, et Z ont été soigneusement respectées pour mettre en avant l'aspect assez rugueux de la surface.

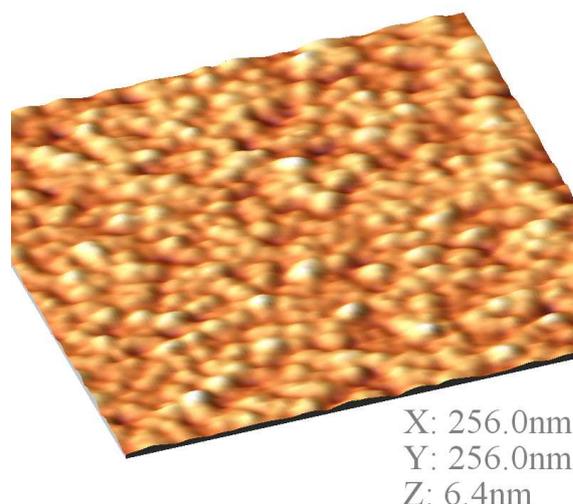


Figure 3.28 : topographie 3D de la surface du HfO<sub>2</sub>.

Il apparaît lors d'une photo MEB (prise avec un angle, ou tilt, de 45°) de la tranche de cet échantillon de Si / TiN / HfO<sub>2</sub>, que la rugosité est transmise par la couche de TiN elle-même organisée de façon colonnaire, d'où la transmission de la rugosité vers la surface de HfO<sub>2</sub> (voir figure 3.29).

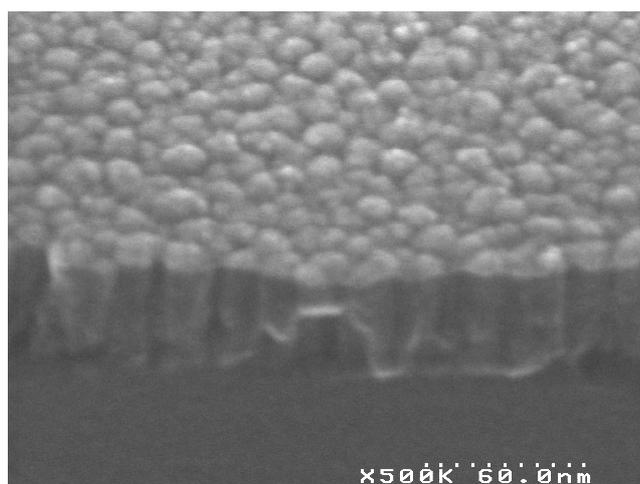


Figure 3.29 : photo MEB tiltée à 45° sur la tranche de l'empilement Si / TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm).

Ces colonnes de TiN, dont l'épaisseur déposée est de ~ 60 nm, forment des petites bosses de 2 à 5 nm de hauteur à la surface de l'oxyde. Une seconde observation MEB de la surface a été faite pour valider la mesure topographique faite à l'AFM, et en effet comme le prouve la figure 3.30, les dimensions relevées par l'une ou l'autre méthode s'avèrent identiques. Ainsi la pointe diamantée de l'AFM permet une aussi bonne résolution spatiale qu'à l'aide d'un MEB.

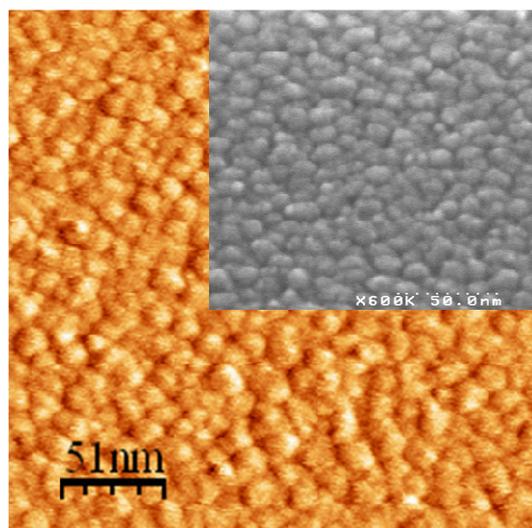


Figure 3.30 : photo MEB superposée à une image AFM, toutes deux représentées à la même échelle, pour une surface de TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm).

Ces deux images sont aussi strictement identiques à celles dans le cas d'une surface de TiN sans le dépôt d'oxyde high-k HfO<sub>2</sub>, ce qui conforte dans l'idée que la couche de TiN est bien responsable de la rugosité d'après dépôt d'oxyde [Thèse-Gaillard2006]. Cette rugosité à l'interface peut également jouer un rôle important dans la dégradation du diélectrique lorsqu'il est soumis à un champ électrique, comme le montre une étude sur la simulation du champ électrique local mesuré à l'interface en fonction de cette rugosité, dans le cas de capacité MIM en TiN / Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> / TiN [Gaillard2006].

Une autre observation qui n'apparaît que pour ce diélectrique, est la modification de la surface après plusieurs passages de la pointe en contact. En effet, il semble que parfois la pointe diamant vienne frotter à la surface, en regroupant ensuite de la matière au centre de la surface balayée (voir figure 3.31). La pointe diamant étant d'une dureté largement supérieure au HfO<sub>2</sub>, l'explication viendrait du fait qu'un peu d'oxyde est arraché à chaque passage de la pointe, mais peut également s'expliquer par la présence d'organiques sur la surface. Mais cette observation est rare et n'a été faite qu'après de très nombreux balayages sur une même surface. Ce phénomène n'a jamais été observé au cours d'une mesure de courant (3 balayages consécutifs de la surface).

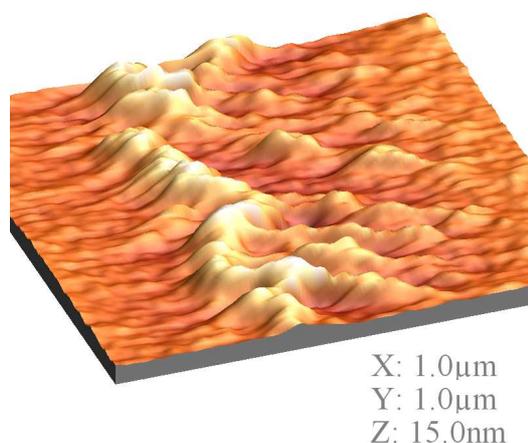


Figure 3.31 : topographie 3D après de très nombreux passages de la pointe diamant sur une surface de TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm).

De plus, la rugosité n'est que très légèrement modifiée selon l'épaisseur d'oxyde déposée, puisque qu'elle augmente peu avec l'épaisseur de  $\text{HfO}_2$  déposée. La figure 3.32 présente un récapitulatif des rugosités des différents échantillons et matériaux étudiés.

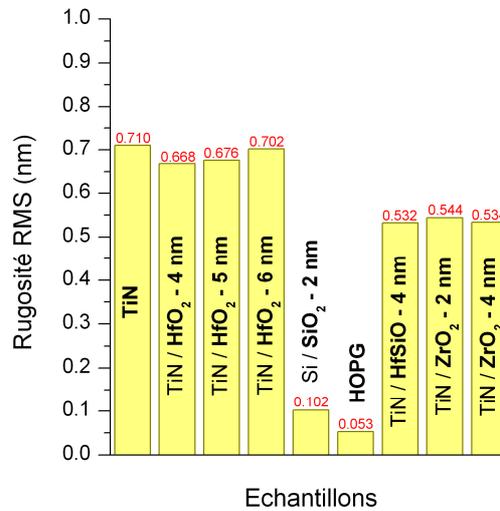


Figure 3.32 : rugosité RMS des différents échantillons étudiés.

Les mesures d'ellipsométrie destinées à mesurer l'épaisseur de  $\text{HfO}_2$  déposée et réalisées juste après dépôt donnent des valeurs moyennes d'épaisseur à 3.91 nm, 4.98 nm et 5.94 nm, pour des épaisseurs respectives de 4, 5 et 6 nm initialement souhaitées. Les écarts mini / maxi varient à  $\pm 2 \text{ \AA}$  autour de ces valeurs moyennes. Donc, il est juste de penser qu'en plus de la rugosité locale, une non uniformité globale du dépôt d'oxyde est présente sur le wafer entier.

### 3.3.2.b – Courant

La première observation se situe au niveau du courant d'avant claquage. Celui-ci est bien plus faible que pour le  $\text{SiO}_2$ , et le claquage survient très brusquement. Le CNAC conserve quant à lui une allure exponentielle laissant penser à un courant de type tunnel direct ou Fowler-Nordheim.

Une observation est aussi à souligner concernant la dissymétrie des caractéristiques I-V par rapport à la tension nulle. En effet dans le cas des mesures macroscopiques les deux électrodes sont en TiN, ce qui en fait des capacités symétriques en terme de barrière de potentiel. Mais dans le cas de l'AFM, il faut prendre en compte que l'électrode supérieure est la pointe en diamant, fortement dopée et très conductrice. Ainsi, un décalage proche du volt vers les tensions positives est observé pour les empilements de TiN /  $\text{HfO}_2$ . La figure 3.33 représente la superposition de caractéristiques I-V directes (premiers passages) pour une épaisseur de 6 nm de  $\text{HfO}_2$ .

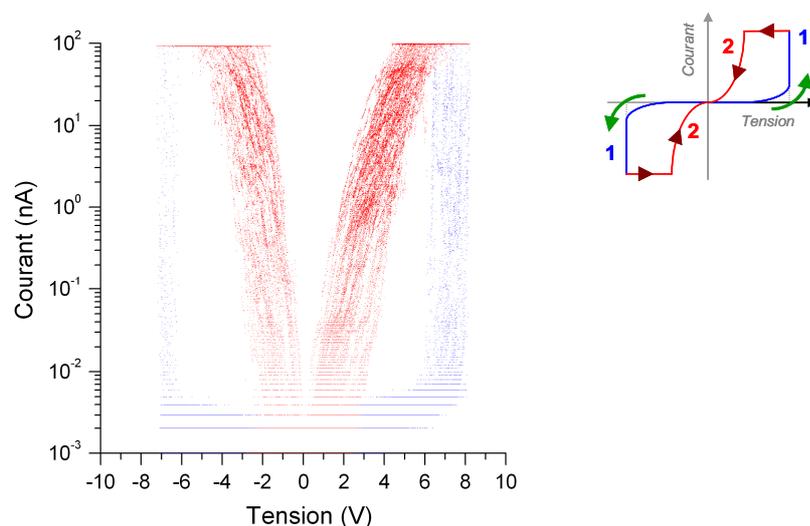


Figure 3.33 : caractéristiques I-V directes (premiers passages) sur TiN / HfO<sub>2</sub> (6 nm).

A cette épaisseur les tensions de claquage sont décalées de  $\sim 1$  V vers les tensions positives, et les mesures du CNAC subissent également ce décalage. Cette notion sera prise en compte lors des simulations sur le type de courant mesuré, en particulier concernant la hauteur de barrière entre la pointe diamant et l'oxyde (cf. § 4.1.3). Le type d'électrode est donc important et peut induire de forts décalages pour les tensions de claquage ou les courants de fuite [Perng2004] [Atanassova2006].

Une autre étude relève cette dissymétrie, par le biais de simulation du champ électrique local en fonction de la rugosité des interfaces [Gaillard2006]. Ces résultats correspondent aux observations précédentes si la rugosité de l'interface TiN / HfO<sub>2</sub> est considérée plus forte que pour l'interface pointe / HfO<sub>2</sub>.

### 3.3.2.c – Claquage

C'est sur les empilements de TiN / HfO<sub>2</sub> qu'il est observé le plus de claquages du type HBD. Sur un ensemble de 972 mesures du claquage, 13 % donnent lieu à un HBD. On a alors 95% de ces claquages HBD qui surviennent après une injection d'électrons à partir de la pointe, c'est-à-dire pour  $V_{gap}$  positif (voir figure 3.34). Cet effet peut être dû à la géométrie de la pointe et du champ local d'injection, tout comme dû à l'une des deux interfaces dont certains défauts seraient responsables de l'initiation d'un chemin conducteur à travers l'oxyde.

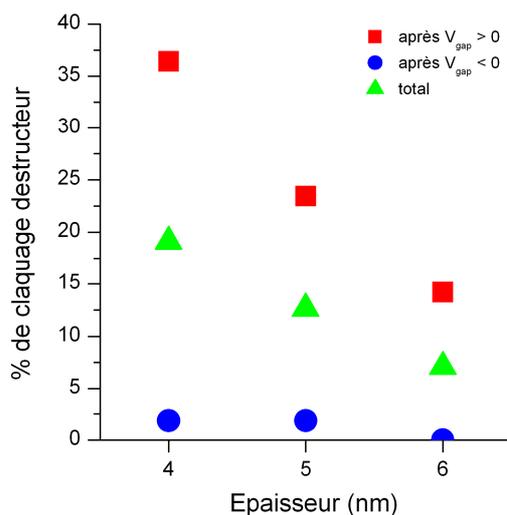


Figure 3.34 : pourcentage de claquages HBD, sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm) en fonction de l'épaisseur et du sens d'injection.

Les claquages destructeurs (HBD) sont également plus nombreux pour les faibles épaisseurs de diélectrique. Ceci peut vouloir signifier qu'il n'y a pas de dépendance volumique des défauts présents dans l'oxyde, sinon ces derniers seraient plus nombreux aux grandes épaisseurs, et donc les claquages HBD y seraient plus nombreux. Les défauts responsables de l'initiation des HBD peuvent donc se trouver sur les interfaces, et dotés d'un pouvoir de pénétration / dégradation à travers l'oxyde indépendant de l'épaisseur.

Concernant maintenant le champ de claquage, il devient constant à l'échelle nanométrique et approche  $\sim 12 \text{ MV.cm}^{-1}$ , comme le montre la figure 3.35. Nous rappelons cependant sa nature exponentielle pour des capacités de surface micrométrique.

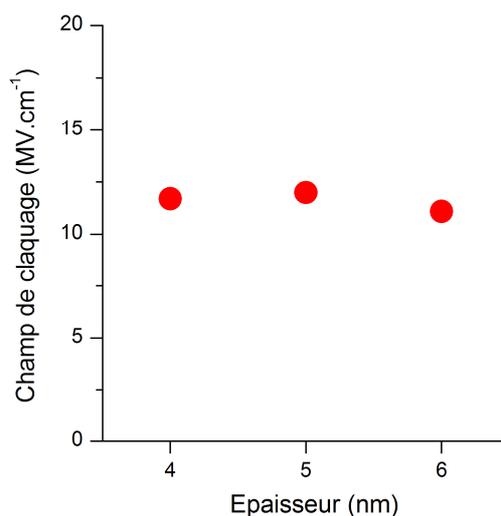


Figure 3.35 : champ de claquage mesuré au C-AFM pour les échantillons de TiN (recuit ou non) / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde déposée.

## 3.3.2.d – Effet du recuit du TiN

Qu'il soit recuit ou non, le TiN présente la même rugosité due à sa structure colonnaire. Mais rien ne permet vraiment de soutenir le budget thermique alloué pour ce recuit. Le nombre de claquages HBD, comme la valeur de leur tension, ou même la dispersion moyenne des mesures, ne permet pas d'affirmer qu'il existe une différence notable entre ces deux types d'électrodes.

Les seules différences observées parmi quelques mesures, peuvent être expliquées par la différence d'épaisseur déposée non uniforme sur un wafer. Mais dans l'ensemble, les mesures restent très identiques d'un TiN à l'autre.

## 3.3.2.e – Effet de l'épaisseur

Comme annoncé précédemment, plus l'oxyde est épais, moins les claquages HBD sont présents. La dispersion des mesures est aussi légèrement augmentée avec l'épaisseur. Et enfin, le champ de claquage est constant quelle que soit l'épaisseur testée. La figure 3.36 illustre la dispersion des tensions de claquage en fonction de l'épaisseur d'oxyde, mais également fonction des sens d'injection direct ou du second passage.

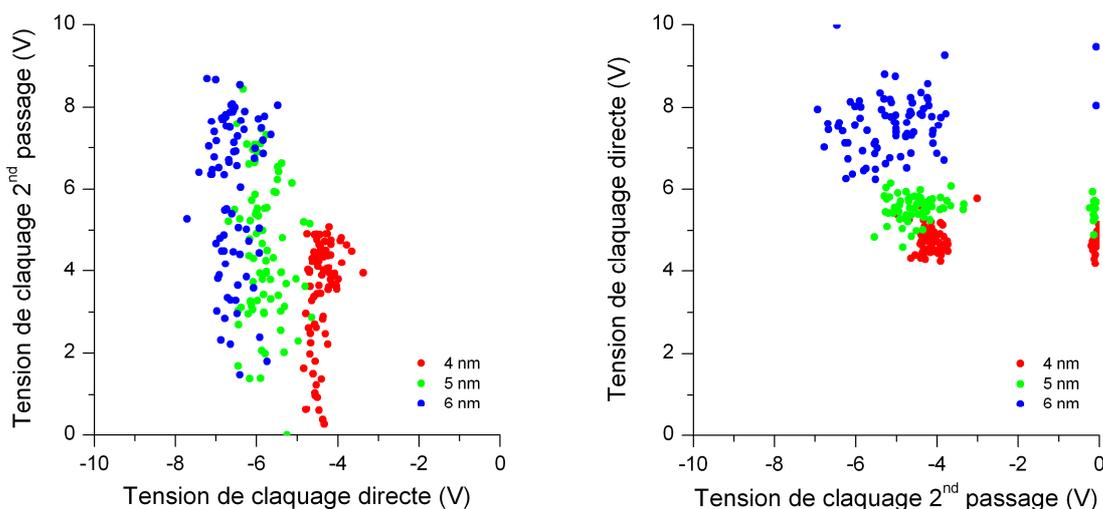


Figure 3.36 : tensions de claquage positives en fonction des négatives, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm).

La dispersion grandissante des tensions de claquage en fonction de l'épaisseur d'oxyde est mise en évidence sur le graphique de droite. De même en ce qui concerne le sens direct vers les tensions négatives (graphique de gauche), il engendre une très forte dispersion des claquages positifs lors d'un second claquage.

Ce phénomène, lié au sens d'injection des électrons, et bien plus fort pour le HfO<sub>2</sub> qu'il ne l'était avec le SiO<sub>2</sub>, peut s'expliquer dans la nature de l'interface TiN / HfO<sub>2</sub> moins bien contrôlée que pour Si / SiO<sub>2</sub>, mais aussi sur la structure du HfO<sub>2</sub> lui-même, c'est-à-dire polycristalline et dont les joints de grains sont parfois pointés du doigt en terme de défauts initiateurs du claquage [Thèse-Dabertrand2006].

Il est à noter que les points situés tout à droite correspondent aux claquages HBD survenus dès les premières mesures (vers les tensions positives). Leur dispersion confirme aussi que les claquages HBD ne dépendent pas d'un maximum atteint en tension.

A l'identique des mesures faites sur  $\text{SiO}_2$ , le CNAC dépend directement de l'épaisseur initiale d'oxyde. Le graphique de la figure 3.37 montre les caractéristiques I-V moyennes pour les trois épaisseurs de  $\text{HfO}_2$ .

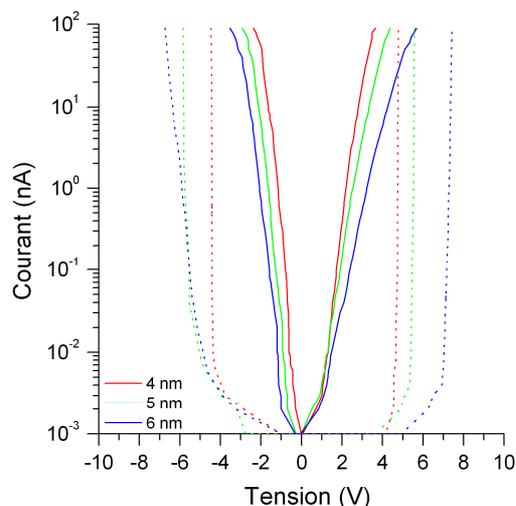


Figure 3.37 : I-V moyens pour trois épaisseurs de TiN (recuit) /  $\text{HfO}_2$  (4, 5 et 6 nm). Les mesures du sens aller sont en pointillés, le sens retour en trait continu.

Les CNAC sont plus forts pour les petites épaisseurs. Cependant la dépendance est très faible, alors que le courant devrait évoluer de façon exponentielle avec l'épaisseur. Cette observation appuie l'hypothèse d'une réduction de l'épaisseur d'oxyde vers une valeur seuil très peu dépendante de l'épaisseur initiale d'oxyde. Elle sera estimée dans les prochaines simulations (cf. 4.4.3), et selon différents modèles du courant.

### 3.3.2.f – Topographie après claquage

L'empilement de TiN /  $\text{HfO}_2$ , seul à mener vers des claquages HBD, est également celui où les modifications topographiques d'après claquage sont les plus importantes. C'est une observation qui a déjà été faite par le passé [*Porti2002*], où la bosse apparente est plus importante lorsque le claquage est lui aussi défini comme plus puissant. D'une part, seuls les claquages de type HBD forment une bosse à la surface du  $\text{HfO}_2$  (les autres sont noyées dans la rugosité locale de la surface), et qui peut parfois atteindre  $\sim 20$  nm de hauteur (voir figure 3.38). Il est à rappeler que ces mesures se font sous ultravide, et qu'aucun apport de matière n'est réalisé durant la mesure. Cette affirmation vient appuyer l'hypothèse de l'injection de charges dans l'oxyde, et donc de la force électrostatique répulsive qui représente en fait cette bosse virtuelle vis-à-vis de la pointe.

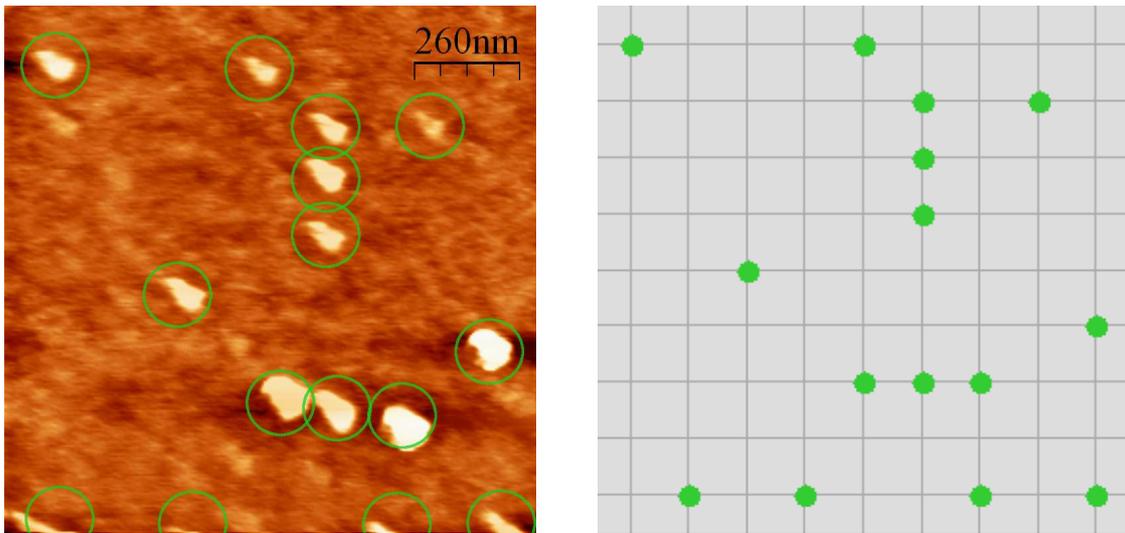


Figure 3.38 : topographie après 81 mesures I-V (carré de 9 x 9), sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (5 nm). Le schéma de droite est une cartographie logicielle des claquages HBD.

La cartographie logicielle des claquages HBD, créée à partir des mesures I-V (allant jusqu'à l'obtention du claquage), colle parfaitement à la topographie AFM de la surface relevée après mesures (carré de 9 x 9 mesures), et où chacun des claquages HBD apparaît sous la forme d'une bosse à la surface. Ainsi l'apparition de ces bosses, et leur hauteur, dépend directement du type de claquage survenant et de leur puissance [Blasco2005-c]. L'injection et le piégeage de charges serait alors un effet volumique, donc dépendant de l'épaisseur d'oxyde, exactement comme dans le cas du SiO<sub>2</sub> (voir figure 3.39).

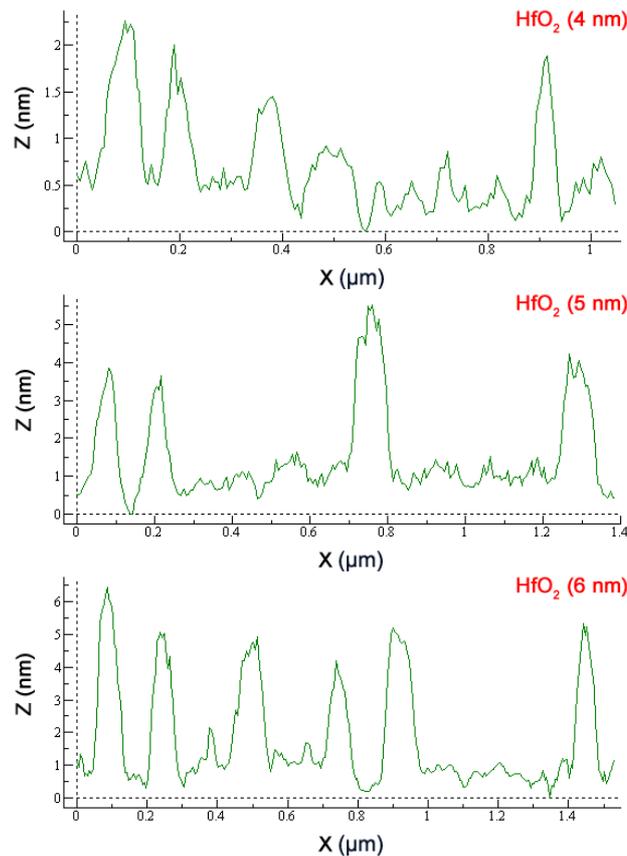


Figure 3.39 : profils de bosses après claquages HBD, sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm).

## 3.3.2.g – Sens d'injection et effet d'après claquage

Comme dans le cas du  $\text{SiO}_2$ , un des sens d'injection conduit à une modification plus nette des propriétés diélectriques de l'oxyde. Mais cette fois-ci et contrairement au  $\text{SiO}_2$ , un sens d'injection se démarque de l'autre autant dans les mesures de courant, que pour les tensions claquages.

On a vu précédemment que lors d'une première injection d'électrons par la pointe ( $V_{gap}$  positif), les claquages HBD étaient plus fréquents puisque 95% d'entre eux surviennent avec ce type d'injection. Mais la mesure opposée suivante (injection d'électrons par le substrat pour le second passage, au même point de la surface) n'est que très faiblement altérée.

Alors qu'un départ d'injection d'électrons par le substrat ( $V_{gap}$  négatif), donnera une mesure opposée suivante fortement altérée, avec une très forte dispersion des mesures de courant ou de claquage.

La figure 3.40 représente les écart-types moyens des caractéristiques I-V en fonction du type d'injection, mais aussi fonction de l'historique de la mesure à savoir si c'est lors d'une mesure directe ou au second passage dans le sens opposé.

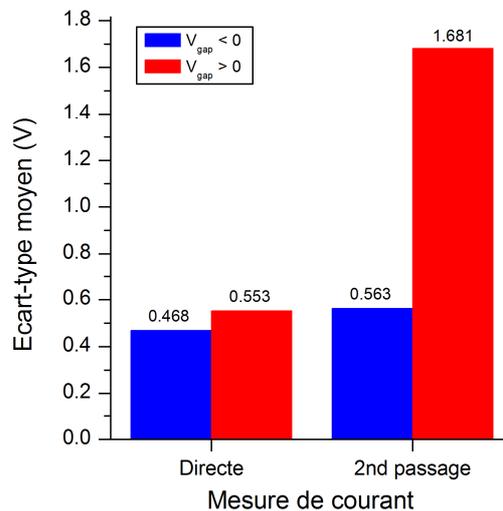


Figure 3.40 : écart-type moyen des mesures de courant, dès le premier passage (mesure directe) ou au second, sur TiN (recuit ou non) /  $\text{HfO}_2$  (4, 5 et 6 nm).

Il apparaît clairement qu'une première injection sous  $V_{gap}$  négatif conduit à une très forte dispersion des mesures suivantes, contrairement à l'empilement MOS de Si /  $\text{SiO}_2$  où chacune des deux injections entraînait une dispersion des seconds passages.

Dans le cas des tensions de claquage, cette même observation se répète puisque seules les tensions de claquage positives se retrouvent très fortement dispersées après une première mesure et un premier claquage du côté des tensions négatives (voir figure 3.41).

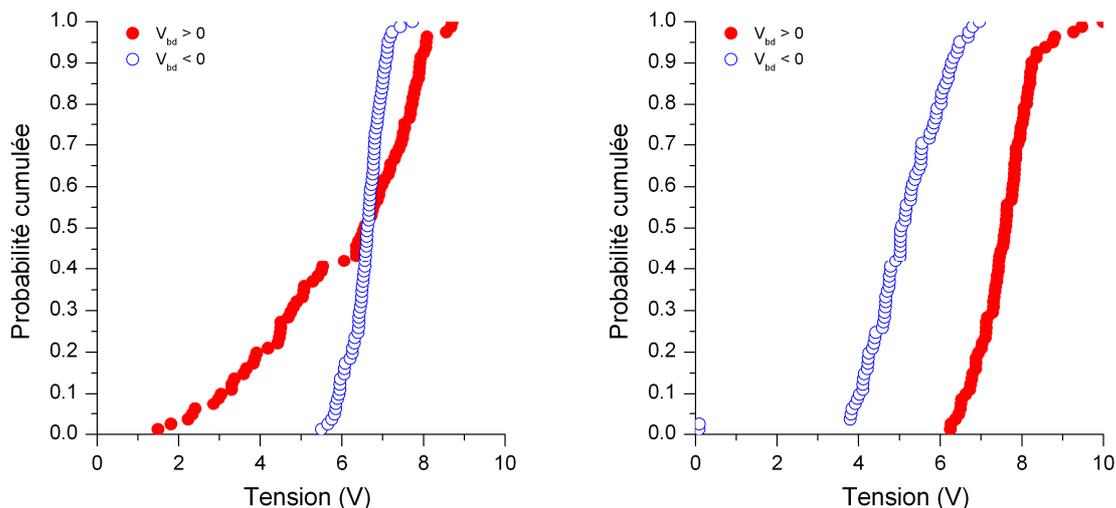


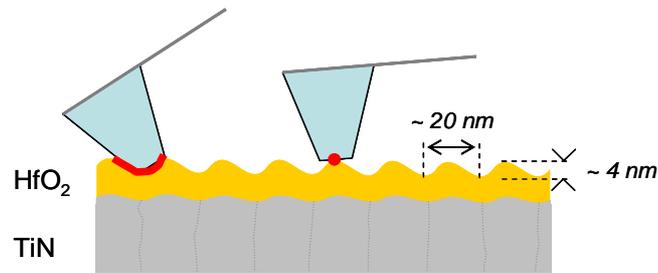
Figure 3.41 : probabilité cumulée de claquage, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (6 nm).

L'autre observation de ces précédents graphiques de la figure 3.41 concerne la probable réduction d'épaisseur de l'oxyde de façon uniforme, lorsqu'on se place dans le cas d'une première mesure vers les tensions positives (graphique de droite). En effet, les tensions de claquage du second passage (aux tensions négatives, points bleus) gardent une assez faible dispersion, et seule une baisse de cette tension moyenne est observée.

Le fait qu'un certain type d'injection se démarque de l'autre, soit par la venue de claquages HBD pour l'un, soit par une très forte dispersion pour l'autre, montre bien qu'il existe une dissymétrie des propriétés électriques de l'empilement TiN / HfO<sub>2</sub>. Il s'agira désormais de discuter de la provenance de cette dissymétrie, dont les premières hypothèses pointent soit le champ local dû à la géométrie de la pointe, soit la qualité de l'interface TiN / HfO<sub>2</sub> ou des joints de grain du HfO<sub>2</sub> polycristallin, soit encore la présence de défauts qui seraient plus ou moins influencés par le type de porteurs responsables de la conduction à travers l'oxyde high-k.

### 3.3.2.h – Dispersion des mesures

Compte tenu de la rugosité de la surface du HfO<sub>2</sub>, la dispersion des mesures effectuée s'en retrouve naturellement plus forte que par rapport aux échantillons de SiO<sub>2</sub>, ce qui va dans le sens des recherches faites par le passé [Blasco2005]. De plus, la nature vallonnée de la surface laisse le choix à la pointe de se positionner soit sur le haut d'une bosse, ou alors soit dans une vallée (creux). Dans ces deux cas, la surface effective de contact entre la pointe et la surface peut varier de ~ 1 à 100 nm<sup>2</sup> (voir figure 3.42).



$$S_{\text{effective}} \sim 1 - 100 \text{ nm}^2$$

Figure 3.42 : surface effective de contact entre la pointe et la surface.

Bien évidemment, la taille de l'apex de la pointe a été estimée de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde des vagues / bosses en surface. Cette estimation est juste si l'on considère que la pointe permet de faire la topographie d'une surface avec d'aussi petits motifs.

Typiquement la dispersion des mesures électriques est représentée sur la figure 3.43, où un grand nombre de caractéristiques I-V ont été superposées sur un même graphique. Les deux types de mesures sont également comparés, celles débutant avec une injection par la pointe, et celles par le substrat.

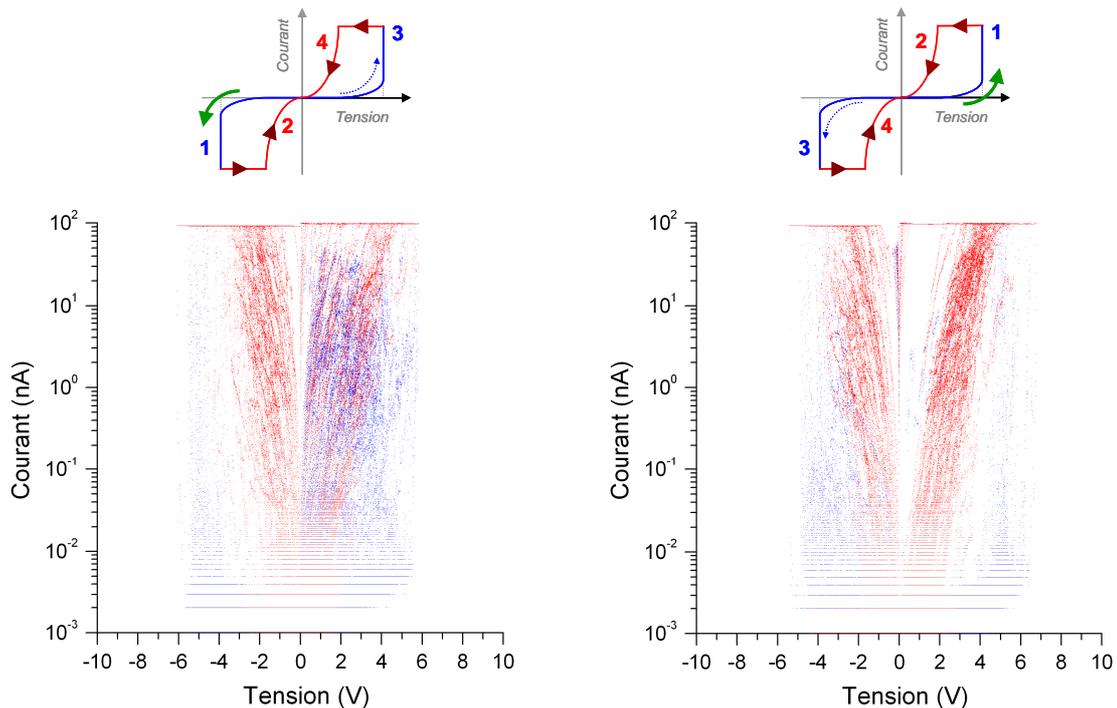


Figure 3.43 : caractéristiques I-V sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4 nm), début des mesures vers les tensions négatives (à gauche) et positives (à droite).

La différence entre les deux types d'injections est plus nette avec le HfO<sub>2</sub> qu'avec le SiO<sub>2</sub>. Ainsi après un premier claquage aux tensions négatives (graphique de gauche), la remontée du courant coté positif (en bleu, notée 3 sur le schéma) semble très dispersée, les fuites étant beaucoup plus importantes. Ce n'est pas le cas inverse (graphique de droite), où l'oxyde « re-claque » une seconde fois aux tensions négatives.

Comme pour le  $\text{SiO}_2$ , la dispersion moyenne des mesures de courant augmente avec l'épaisseur d'oxyde (voir figure 3.44), ce qui va également dans le sens de la rugosité RMS mesurée précédemment.

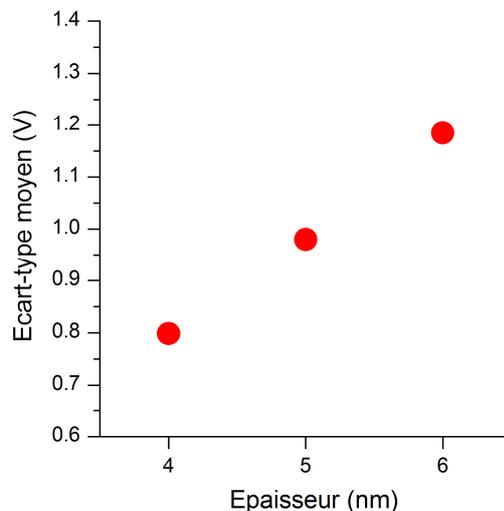


Figure 3.44 : écart-type moyen représentant la dispersion des caractéristiques I-V, pour les échantillons de  $\text{TiN} / \text{HfO}_2$  (4, 5 et 6 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde déposée.

Ici comme pour les mesures sur  $\text{SiO}_2$ , la dispersion des mesures (représentée par l'écart-type moyen en tension) est une fonction linéaire de l'épaisseur d'oxyde. Il en est de même pour les tensions de claquage où nous retrouvons également une dispersion dépendante de l'épaisseur d'oxyde (cf. figure 3.36) [*Kremmer2005*].

### 3.3.3 – $\text{TiN} / \text{ZrO}_2$

#### 3.3.3.a – Topographie, rugosité et épaisseur

Les wafers étudiés proviennent d'un lot de démonstration fourni par la société Jusung Engineering (Corée), dans le cadre d'une collaboration avec STMicroelectronics.

Tout comme les empilements de  $\text{HfO}_2$  précédents, le  $\text{ZrO}_2$  est déposé sur  $\text{TiN}$  et deux épaisseurs d'oxyde seront étudiées, 2 et 4 nm. La rugosité RMS est un peu plus faible que dans le cas du  $\text{HfO}_2$ , mais reste tout de même assez proche (0.5 nm contre 0.7 nm pour le  $\text{HfO}_2$ , cf. figure 3.32).

D'ailleurs la surface garde le même aspect rugueux que pour le  $\text{HfO}_2$ , c'est-à-dire avec des bosses à la surface. L'épaisseur d'oxyde n'a pas d'influence sur la rugosité en surface, et le reste des observations concernant l'état de surface est si proche des échantillons de  $\text{HfO}_2$  précédemment étudiés qu'il ne sera pas utile d'en rediscuter ici.

#### 3.3.3.b – Courant

Cette fois-ci, les mesures du courant d'avant claquage sont parfaitement exploitables puisqu'elles s'étalent sur une large gamme de tension, contrairement aux échantillons de  $\text{HfO}_2$  où ce courant atteignait de façon quasi-immédiate le claquage. Le

graphique de la figure 3.45 représente la superposition des deux types d'injections, chacune dans le sens direct, pour une épaisseur d'oxyde de 4 nm.

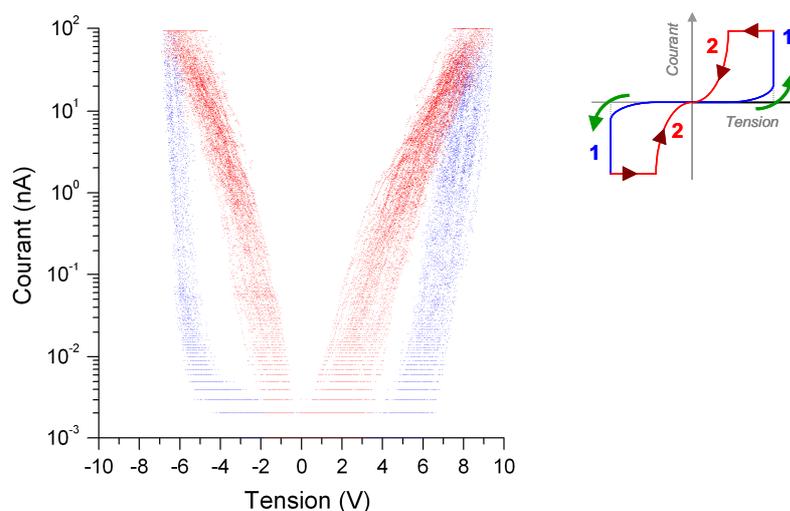


Figure 3.45 : caractéristiques I-V directes (premiers passages) sur TiN / ZrO<sub>2</sub> (4 nm).

Les courants d'avant et d'après claquage sont tous deux du type exponentiel (tunnel). Cependant, compte tenu que le claquage électrique au sens propre (rupture diélectrique) n'intervient pas, il est probable que l'épaisseur d'oxyde ne soit pas autant (voire pas du tout) diminuée, et que l'injection ou le piégeage des charges influe sur les propriétés électriques du matériau lors du simple passage du courant.

Aussi, une dissymétrie identique aux mesures sur TiN / HfO<sub>2</sub> est observée, probablement liée à la différence entre les deux électrodes (et donc des hauteurs de barrières), qui sont d'un côté le TiN et de l'autre la pointe diamant.

Enfin, il est utile de relever la large gamme en tension pendant laquelle l'oxyde conduit (sur près de 5 V) avant de mener au claquage (en bleu sur la figure 3.45). Cette observation permet d'une part de monter au rang d'oxyde résistant le ZrO<sub>2</sub> (face au champ électrique appliqué), mais également de le noter parmi les oxydes qui fuient assez fortement. Son utilité dans le domaine de la microélectronique dépendra donc des applications visées mais également des objectifs fixés par le cahier des charges.

### 3.3.3.c – Claquage

Le cas du ZrO<sub>2</sub> est particulier au niveau des claquages, à savoir qu'aucun n'a été réellement observé comme dans le cas du SiO<sub>2</sub> ou HfO<sub>2</sub>. En effet, aucune brusque augmentation du courant n'a été observée (cf. figure 3.45), seule une augmentation continue de celui-ci jusqu'à saturation des appareils de mesures a pu être mesurée. Toutefois, on considèrera dans cette étude que la valeur maximum atteinte correspondra à la tension de claquage du diélectrique, la pente du courant devenant néanmoins très élevée à l'approche de la saturation.

La dispersion un peu moins forte des mesures est probablement due à cette absence de claquage au sens propre, mais cela n'enlèvera pas la conclusion que le ZrO<sub>2</sub> est un oxyde très résistant lorsqu'il est soumis à un fort champ électrique. Une représentation de ce champ de claquage en fonction des deux épaisseurs d'oxyde étudiées (2 et 4 nm) est tracée sur le graphique de la figure 3.46.

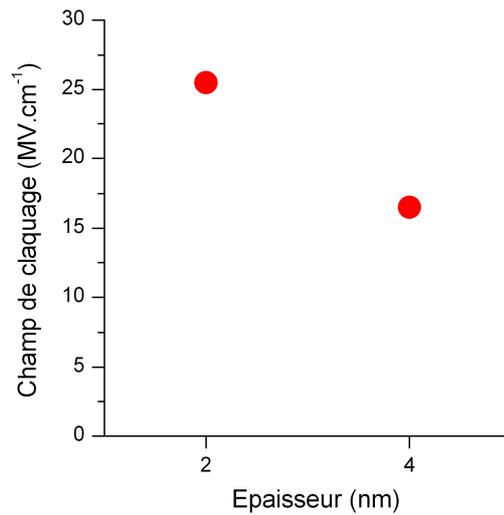


Figure 3.46 : champ de claquage mesuré à l'AFM pour les échantillons de TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 et 4 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde déposée.

Cette fois-ci on retrouve la dépendance du champ de claquage avec l'épaisseur comme ce fut le cas avec le SiO<sub>2</sub>. Le champ de claquage est plus fort pour les faibles épaisseurs de diélectrique. Ce champ de claquage est également plus élevé qu'il ne l'était pour l'oxyde high-k HfO<sub>2</sub> ( $E_{bd} \sim 12 \text{ MV.cm}^{-1}$ ), ce qui en fait un bon concurrent.

### 3.3.3.d – Effet de l'épaisseur

Comme pour les autres matériaux, la dispersion des tensions de claquage est légèrement augmentée avec l'épaisseur d'oxyde. De même la dispersion des seconds claquages du cycle complet se voit augmentée lorsqu'une première mesure est réalisée vers les tensions négatives (injection vers la pointe). Les graphiques de la figure 3.47 représentent cette dépendance avec l'épaisseur.

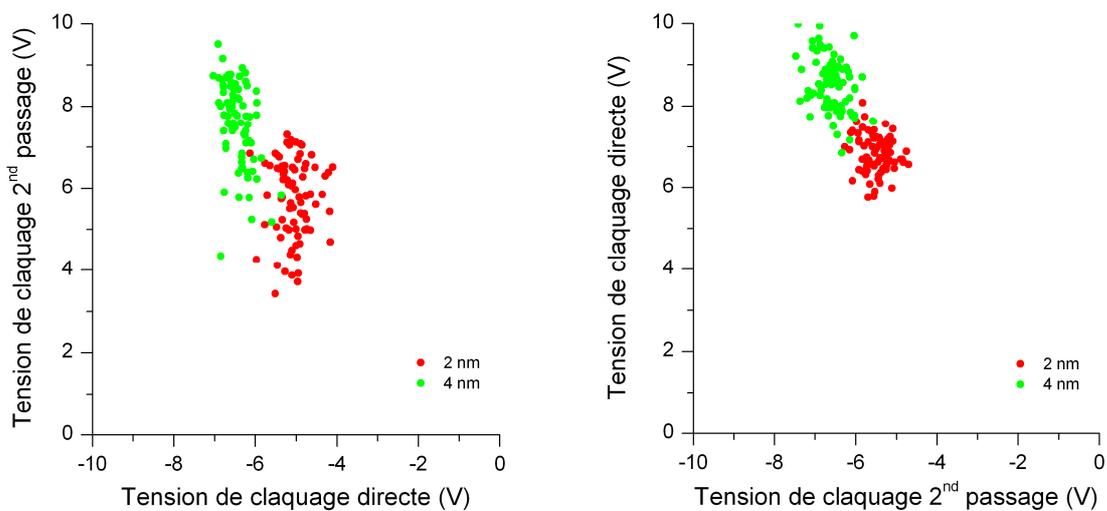


Figure 3.47 : tensions de claquage positives en fonction des négatives, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 et 4 nm).

Les courants moyens sont maintenant représentés sur la figure 3.48. L'épaisseur, comme dans les cas précédents du  $\text{SiO}_2$  ou  $\text{HfO}_2$ , joue un rôle primordial dans la valeur de ces courants, qui augmentent lorsque l'épaisseur diminue.

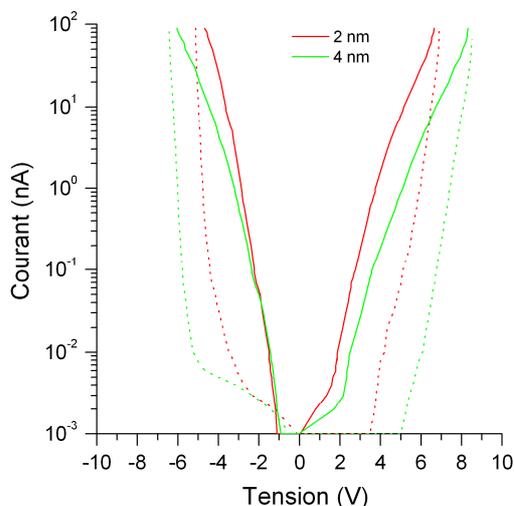


Figure 3.48 : I-V moyens sur  $\text{TiN}/\text{HfO}_2$  (2 et 4 nm). Les mesures du sens aller sont en pointillés, le sens retour en trait continu.

### 3.3.3.e – Topographie après claquage

Contrairement aux observations des échantillons précédents ( $\text{HfO}_2$ ), aucune bosse n'est apparue à la surface suite à un claquage. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'aucun claquage au sens propre n'a été observé sur le  $\text{ZrO}_2$ , et que l'injection seule de charges ne suffirait pas à observer de telles bosses.

### 3.3.3.f – Sens d'injection et effet d'après claquage

Comme pour les matériaux précédemment étudiés, la dispersion historique poursuit le même schéma, c'est-à-dire une dispersion plus forte des mesures du courant après une première injection vers les tensions négatives (voir figure 3.49). De plus, la dispersion moyenne du côté des tensions positives (injection d'électrons depuis la pointe) reste un peu plus forte que dans le sens inverse, comme c'est également le cas pour les échantillons précédents.

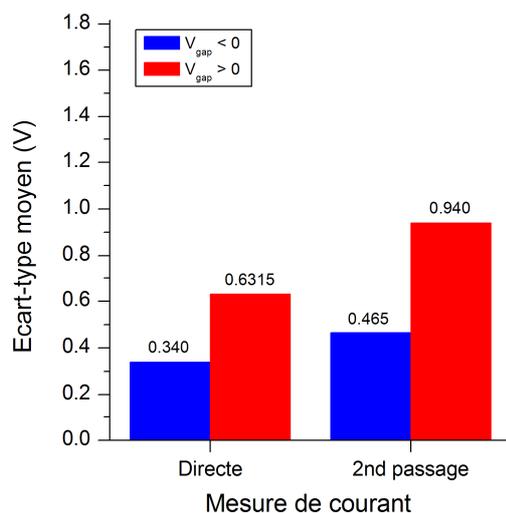


Figure 3.49 : écart-type moyen des mesures de courant, dès le premier passage (mesure directe) ou au second, sur TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 et 4 nm).

Ces mêmes observations se répètent encore une fois dans le cas des tensions de claquage, comme le prouvent les graphiques de la figure 3.50.

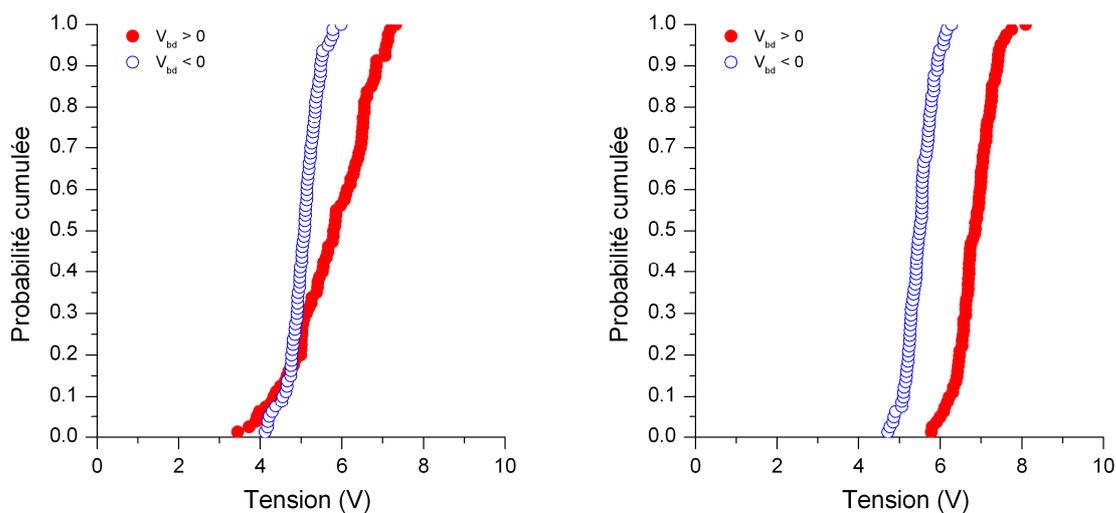


Figure 3.50 : probabilité cumulée de claquage, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 nm).

### 3.3.3.g – Dispersion des mesures

Compte tenu de la rugosité de la surface, on retrouve une assez forte dispersion des mesures de courant sur cet empilement TiN / ZrO<sub>2</sub>, tout en restant plus faible que dans le cas du HfO<sub>2</sub>. La figure 3.51 montre la superposition des caractéristiques I-V mesurées pour une épaisseur d'oxyde de 2 nm.

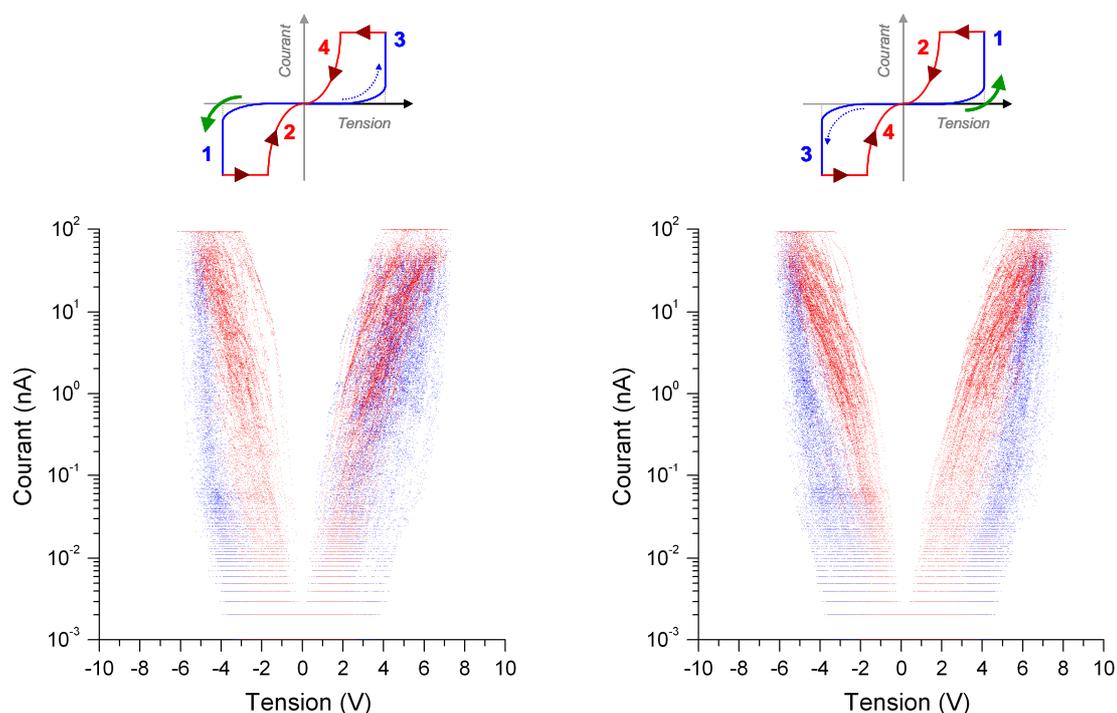


Figure 3.51 : caractéristiques I-V sur TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 nm), début des mesures vers les tensions négatives (à gauche) et positives (à droite).

Une fois encore, et à l'identique du HfO<sub>2</sub>, il semblerait que le sens d'injection aux tensions négatives entraîne une plus forte dispersion des mesures, lorsqu'un second passage vers les tensions positives est ensuite effectué.

Quant à la dépendance avec l'épaisseur d'oxyde déposée, l'écart-type moyen en tension est représenté sur la figure 3.52.

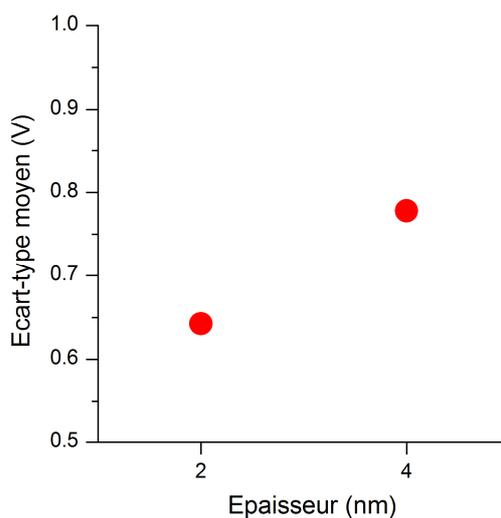


Figure 3.52 : écart-type moyen représentant la dispersion des caractéristiques I-V, pour les échantillons de TiN / ZrO<sub>2</sub> (2 et 4 nm) en fonction de l'épaisseur d'oxyde déposée.

Ce qui avait été observé pour les différentes épaisseurs de SiO<sub>2</sub> ou de HfO<sub>2</sub> reste identique ici, c'est-à-dire une augmentation de la dispersion des mesures électriques avec l'épaisseur d'oxyde [Kremmer2005].

## 3.3.4 – TiN / HfSiO

## 3.3.4.a – Topographie, rugosité et épaisseur

La topographie et la rugosité sont encore une fois du même type que celles des échantillons étudiés précédemment et dont l'électrode inférieure était en TiN. La rugosité RMS mesurée est de 0.53 nm, identique à celle du  $ZrO_2$  sur TiN (cf. figure 3.32). Cependant, une seule épaisseur (4 nm) a été étudiée dans le cas du HfSiO déposé sur TiN.

## 3.3.4.b – Courant

Le courant observé sur cet empilement de TiN / HfSiO est du même style que celui sur  $ZrO_2$ , avec un courant d'avant claquage encore bien exploitable puisqu'il augmente de façon exponentielle jusqu'au claquage sur près de 2 V. La figure 3.53 regroupe les caractéristiques I-V directes mesurées sur le HfSiO ainsi que la moyenne associée.

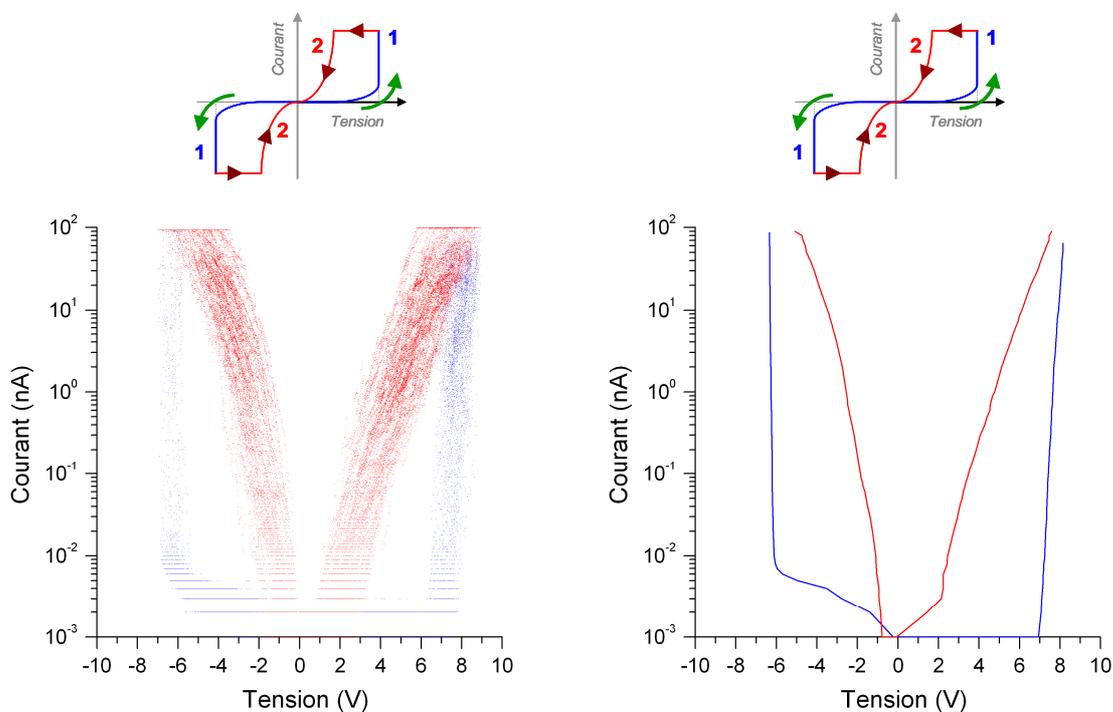


Figure 3.53 : caractéristiques I-V directes (premiers passages) sur TiN / HfSiO (4 nm). Le graphique de droite est la moyenne de ces mesures.

La dissymétrie en tension visible pour le  $HfO_2$  et le  $ZrO_2$  est encore ici présente, avec toujours ce décalage d'environ  $\sim 1$  V vers les tensions positives.

Afin de comparer les différentes tendances rencontrées du courant d'avant claquage, le schéma de la figure 3.54 regroupe une vision simplifiée de ce courant pour tous les échantillons étudiés jusque là.

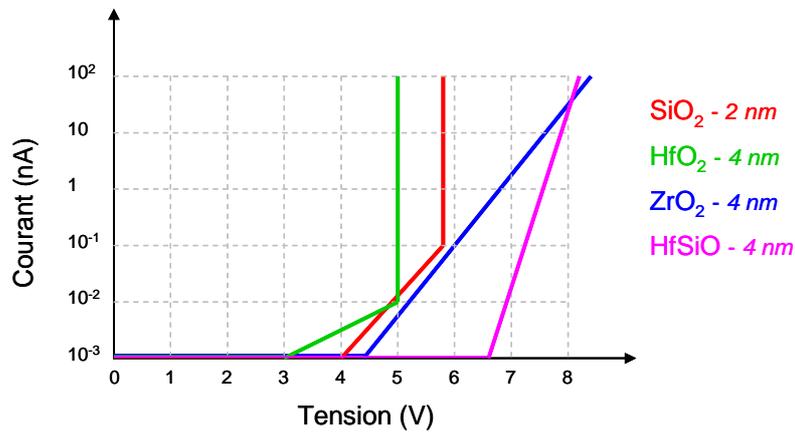


Figure 3.54 : schéma des courants d'avant claquage sur les différents diélectriques étudiés.

Ce schéma met en valeur les courants d'avant claquage, lorsqu'une tension positive est appliquée sur le substrat (injection d'électrons par la pointe). Cela illustre très bien le comportement des différents diélectriques, et il en ressort que le HfO<sub>2</sub> atteint le claquage de façon très brutale vers un seuil en courant de  $\sim 10$  pA. Le SiO<sub>2</sub> un peu moins ( $\sim 100$  pA), puis les derniers high-k étudiés ZrO<sub>2</sub> et HfSiO qui n'atteignent jamais le claquage sur les appareils de mesure utilisés. Cependant, le HfSiO en terme de fuites de courant est un bien meilleur isolant que le ZrO<sub>2</sub> puisque sa montée en courant se fait de façon beaucoup plus brutale.

### 3.3.4.c – Claquage

On retrouve pour le HfSiO le même comportement que pour le ZrO<sub>2</sub> vis-à-vis des claquages électriques. Aucun claquage au sens propre n'a été observé puisque le niveau de courant maximum atteint survient à saturation des appareils de mesure. La tension de claquage sera cependant déterminée par la tension maximum relevée à saturation, la pente devenant cette fois encore très élevée. Le graphique de la figure 3.55 montre la superposition des champs de claquage mesurés au C-AFM pour les différents diélectriques étudiés (SiO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> et HfSiO) et à chacune de leurs épaisseurs.

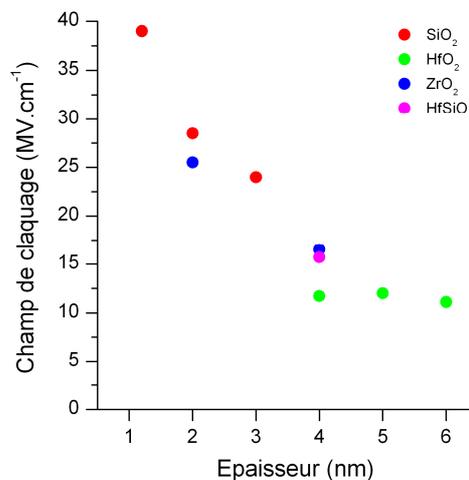


Figure 3.55 : champs de claquage mesurés au C-AFM pour tous les échantillons étudiés (SiO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> et HfSiO) en fonction de l'épaisseur d'oxyde déposée.

Le champ de claquage du HfSiO est équivalent à celui mesuré sur ZrO<sub>2</sub> pour la même épaisseur (4 nm).

Nous noterons également la tendance générale du champ de claquage qui va vers une augmentation de celui-ci lorsque les épaisseurs d'oxyde diminuent, sauf pour le HfO<sub>2</sub> qui semble garder un champ constant.

### 3.3.4.d – Topographie après claquage

Les observations sont identiques à celles faites pour le ZrO<sub>2</sub>, c'est-à-dire qu'il n'y a eu aucune bosse de visible suite aux mesures effectuées, confirmant ce qui avait été observé précédemment, c'est-à-dire que ces injections de charges / bosses ne surviennent qu'à la suite d'un claquage au sens propre, voire du HBD uniquement comme ce fût le cas pour le HfO<sub>2</sub>.

### 3.3.4.e – Sens d'injection et effet d'après claquage

Ce dernier échantillon montre les mêmes effets historiques liés à la dégradation de l'oxyde, en particulier après une première injection d'électrons depuis le substrat (voir figure 3.56).

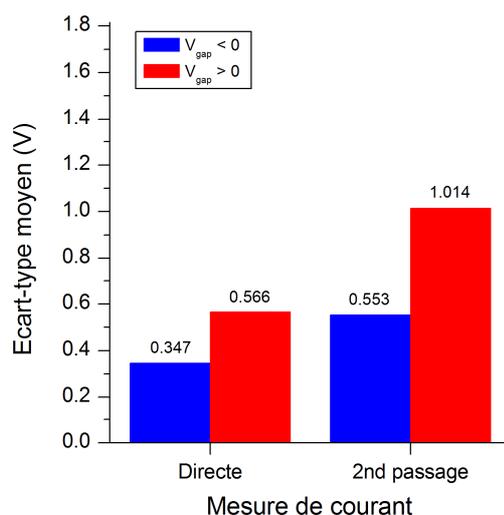


Figure 3.56 : écart-type moyen des mesures de courant, dès le premier passage (mesure directe) ou au second, sur TiN / HfSiO (4 nm).

De même en ce qui concerne les tensions de claquage, l'injection d'électrons par le substrat ajoute une légère dispersion dans les mesures suivantes (voir figure 3.57).

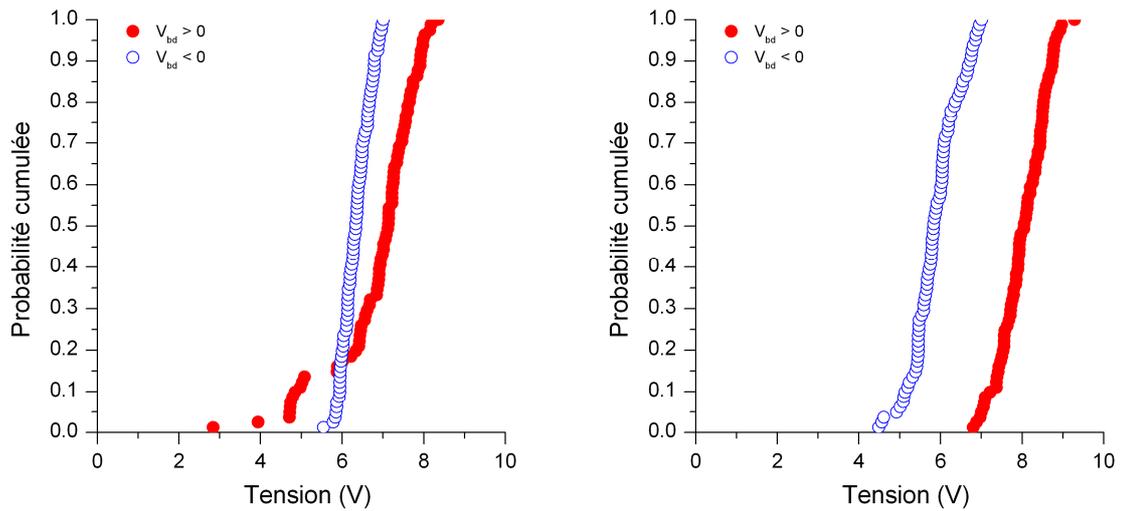


Figure 3.57 : probabilité cumulée de claquage, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN / HfSiO (4 nm).

L'autre façon de représenter cette dispersion des tensions de claquage en fonction de l'historique des mesures (1<sup>er</sup> ou 2<sup>nd</sup> passage) est visible sur la figure 3.58.

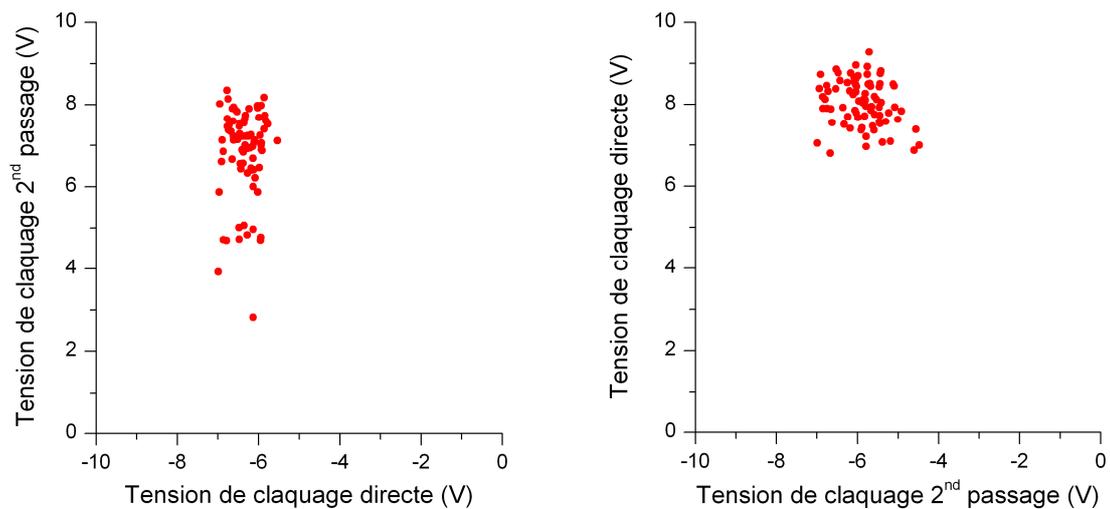


Figure 3.58 : tensions de claquage positives en fonction des négatives, après un premier passage dans le sens des tensions négatives (à gauche) ou positives (à droite), sur TiN / HfSiO (4 nm).

### 3.3.4.f – Dispersion des mesures

Encore une fois, les mesures de courant s'illustrent par une plus forte dispersion lorsqu'un premier passage est fait vers les tensions négatives, et dont les caractéristiques I-V de la figure 3.59 ressemblent énormément à celles mesurées sur le ZrO<sub>2</sub>.

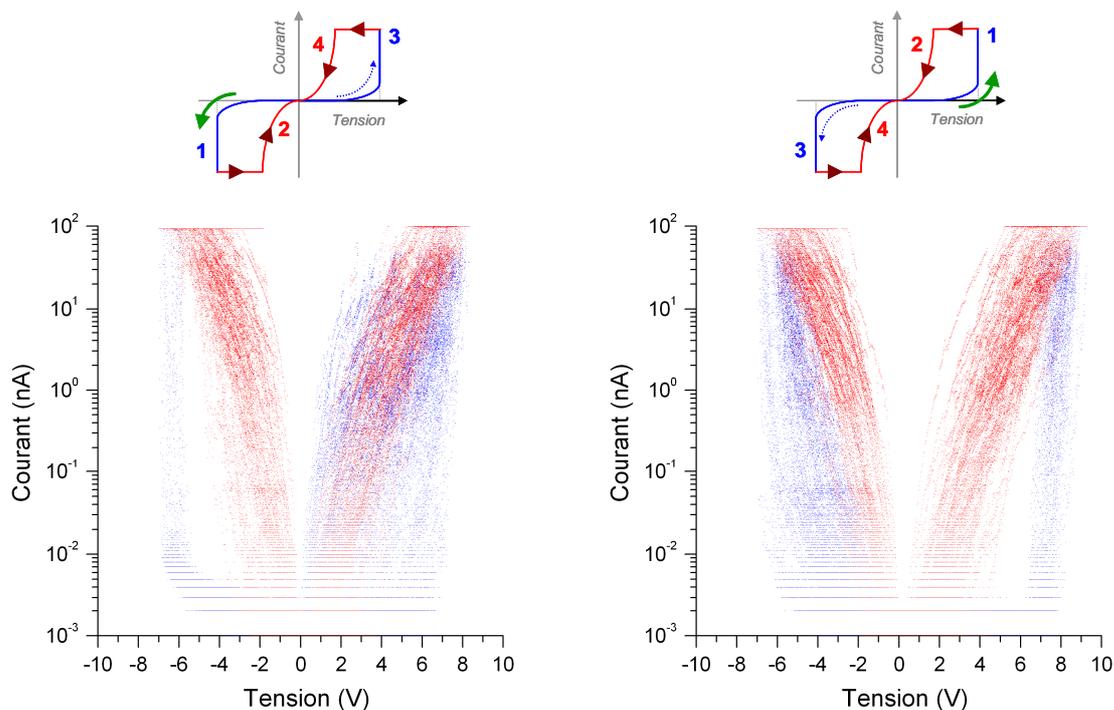


Figure 3.59 : caractéristiques I-V sur TiN/HfSiO (4 nm), début des mesures vers les tensions négatives (à gauche) et positives (à droite).

La dispersion en tension entre les différentes caractéristiques I-V reste encore de l'ordre de  $\sim 2$  V pour les courants d'après claquage (en rouge). L'écart-type moyen en tension, des mesures de courant pour la seule épaisseur étudiée (4 nm), donne une valeur de  $\sim 0.76$  V, très proche des précédentes mesures sur HfO<sub>2</sub> (0.80 V) et ZrO<sub>2</sub> (0.78 V) à la même épaisseur (4 nm). La dispersion des mesures de courant sur HfSiO reste donc la plus faible, ce qui en fait un matériau de choix parmi les oxydes high-k étudiés lors de cette étude.

### 3.4 – Conclusion

Les différentes observations des tests menés avec l'AFM sur les échantillons MOS et MIM offrent suffisamment d'éléments pour émettre des hypothèses et conclusions sur les phénomènes et propriétés électriques rencontrés à l'échelle nanométrique. Le chapitre suivant sera consacré aux modèles et simulations appliqués aux résultats obtenus ici. Il s'agira donc de regrouper dans cette conclusion, les différentes observations et hypothèses associées, pour ensuite comparer et valider les résultats en fonction des mesures faites à l'échelle macroscopique.

Tout d'abord, les mesures à l'échelle nanométrique réalisées à l'aide de l'AFM et de sa pointe diamant conductrice ont montré une grande dispersion des mesures de courant. Les mesures de la rugosité locale en surface prouvent que cette dernière est directement responsable de la dispersion observée. De plus cette dispersion dépend linéairement de l'épaisseur d'oxyde. Ceci s'explique par le fait que les électrons voient leur chemin de conduction à travers l'oxyde s'agrandir, et ainsi rencontrer un nombre croissant de défauts ou de perturbations liées aux atomes. La géométrie de la pointe et du champ électrique local rentrent également en considération pour la dispersion en fonction de l'épaisseur.

Cela renforce le choix de l'étude statistique qui a été menée, par les très nombreuses mesures effectuées pour chaque échantillon testé, afin d'en tirer des valeurs et courbes moyennes pouvant ensuite être comparées aux mesures de l'échelle macroscopique. Ainsi la dispersion apparente ne devient qu'un paramètre secondaire qui ne discrédite en aucun cas les résultats obtenus jusque là.

Ensuite, deux types de claquages ont été observés, à savoir un claquage irréversible (destructeur, ou HBD), ou réversible (laissant suite au CNAC). Dans le cas des mesures de l'échelle macroscopique, tous les claquages forment un court-circuit à travers l'épaisseur d'oxyde. A l'échelle nanométrique, la majorité des claquages est de l'autre type, c'est-à-dire laissant le CNAC apparaître. Mais néanmoins tout semble indiquer une réduction de l'épaisseur d'oxyde lors du claquage, où un chemin conducteur serait initié mais ne reliant pas complètement les deux électrodes puisqu'une partie des propriétés isolantes de l'oxyde persiste. Nous pouvons également parler de charges injectées à travers l'oxyde et venant perturber les mesures du courant. Notons toutefois que ces « charges » peuvent être de simples pièges ou défauts créés pendant la mesure ou le claquage.

Quant aux courants mesurables, il y a celui d'avant claquage où l'oxyde « frais » possède ses propriétés électriques inchangées, puis le CNAC où cette fois-ci une réduction de l'épaisseur peut être envisagée, mais également des modifications locales des propriétés électriques probablement dues à l'injection de charges dans l'oxyde et venant perturber la conduction des électrons à travers l'oxyde. Enfin il reste le courant d'après claquage HBD, celui-ci étant identique à une mesure aux bornes d'une résistance (loi d'Ohm).

Deux modèles seront étudiés afin de simuler au plus juste le CNAC qui garde toutefois l'allure exponentielle des courants de type tunnel direct ou Fowler-Nordheim.

Les mesures de test réalisées sur les empilements MOS à base de  $\text{SiO}_2$  ont joué efficacement leur rôle pour valider les mesures à l'AFM, puisque les effets du dopage et de l'épaisseur d'oxyde ont bien été retrouvés.

Le rôle de l'épaisseur d'oxyde étant parfaitement visible pour les mesures de courant mais surtout pour les tensions de claquage, ces dernières augmentant de manière significative avec l'épaisseur. La comparaison des mesures aux deux échelles par l'utilisation de la distribution statistique de Weibull permettra de remonter à la surface

effective de contact entre la pointe et la surface, mais également à la densité intrinsèque des défauts de l'oxyde si l'on considère ceux-ci comme précurseurs du claquage.

Les différentes préparations du TiN (recuit ou non) n'ont quant à elles pas donné de résultats très différents, menant à supprimer le recuit qui devient dès lors inutile. Il garde aussi sa structure colonnaire qui transmet d'est-à-dire une forte rugosité à l'oxyde déposé en sa surface.

L'observation de bosses à la surface des oxydes n'a été observée jusque là qu'à l'échelle nanométrique, et plus particulièrement dans le cas des claquages HBD. La bosse, pouvant atteindre plusieurs fois l'épaisseur initiale d'oxyde, est perçue ainsi par la pointe probablement à cause des forces électrostatiques répulsives de ces charges piégées. Cette observation laisse penser que l'oxyde voit ses propriétés électriques changer lors des injections de charges, créant localement des champs électriques intenses venant perturber la conduction du courant.

C'est également ce chargement d'oxyde qui serait responsable des effets historiques observés, c'est-à-dire de la modification dans le temps de la dispersion des mesures de courant et des tensions de claquage, après plusieurs mesures successives en un endroit précis de la surface.

Enfin, les résultats obtenus par les mesures électriques des différents matériaux étudiés permettent de les classer selon les propriétés recherchées, parmi lesquelles il se trouve la résistance à un fort champ électrique, des courants de fuite minimisés, ou une altération minimum des propriétés diélectriques face aux injections ou aux forts courants.

## Chapitre 4 – Interprétation et modélisation

4.1 – Comparaison des échelles .....	102
4.1.1 – Claquages et représentation de Weibull .....	103
4.1.2 – Surface de contact de la pointe .....	105
4.1.3 – Effet de la polarisation.....	106
4.1.4 – Effet de l'épaisseur .....	107
4.1.5 – Claquage et constante diélectrique .....	109
4.1.6 – Densité de défauts et champ de claquage .....	110
4.2 – Topographie après claquage .....	111
4.3 – Température du filament .....	112
4.4 – Courants.....	114
4.4.1 – Courant d'avant claquage .....	114
4.4.2 – Courant d'après claquage HBD.....	117
4.4.3 – Courant nanoscopique d'après claquage (CNAC).....	119
4.5 – Effet de la polarisation .....	125
4.5.1 – Cyclages expérimentaux.....	125
4.5.2 – Dispersion.....	126

## Chapitre 4 – Interprétation et modélisation

### 4.1 – Comparaison des échelles

La figure 4.1 illustre la différence entre les deux échelles de mesure : les mesures micrométriques effectuées statistiquement sur l'ensemble des motifs d'un wafer de 200 ou 300 mm (à gauche), puis les mesures statistiques de l'échelle nanométrique faites au C-AFM directement sur la surface de l'oxyde (à droite).

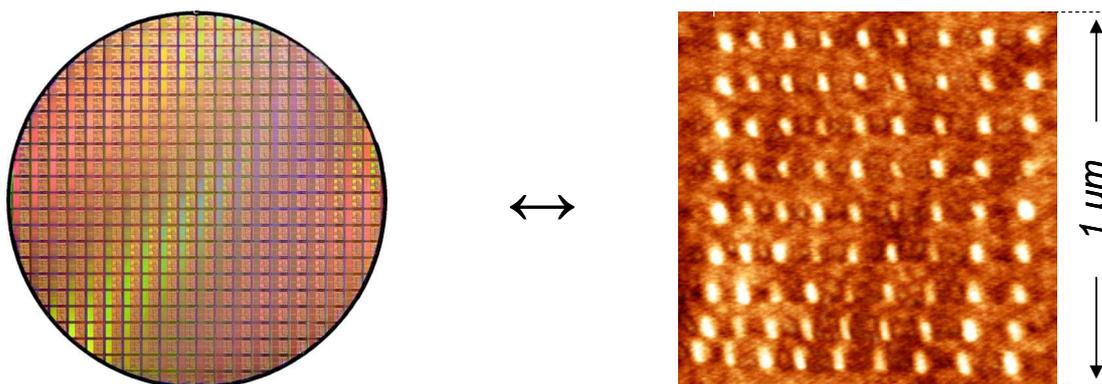


Figure 4.1 : comparaison statistique des deux échelles de mesure, micrométrique (à gauche) et nanométrique (à droite).

L'étude par C-AFM amène à comprendre les phénomènes physiques locaux qui ont lieu lors du claquage électrique de l'oxyde. Une comparaison des mesures aux deux échelles (nanométrique et macroscopique) est nécessaire pour assurer la validité des résultats obtenus par C-AFM.

Comme nous l'avons présenté au cours du premier chapitre, la représentation statistique de Weibull permet de comparer des mesures effectuées sur différentes surfaces entre elles. Imaginons que nous testions un dispositif dont la surface  $S$  se divise en  $N$  parties d'égales surfaces  $S_0$ . Pour chacune de ces surfaces la probabilité de claquage est donnée par la même distribution de Weibull  $F_0$ . La probabilité pour que le dispositif entier fonctionne est alors donnée par  $1 - F_N = (1 - F_0)^N$  [Chen2007], ce que l'on peut schématiser sur la figure 4.2.

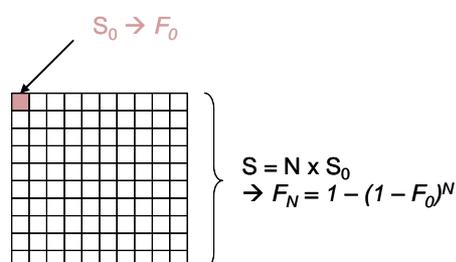


Figure 4.2 : schéma et loi de probabilité entre différentes surfaces.

Ainsi en reprenant l'équation [1.13] vue au § 1.3, il est alors possible de comparer statistiquement deux surfaces différentes entre elles au facteur  $\ln(S/S_0)$  près. D'un point de vue graphique, cela représente un simple décalage vertical de ce facteur pour les mesures d'une surface par rapport à l'autre.

Les graphiques de la figure 4.3 représentent la comparaison des tensions de claquage pour différentes surfaces de capacités sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm), avec à gauche une simple comparaison, et à droite avec l'utilisation du décalage entre les différentes surfaces.

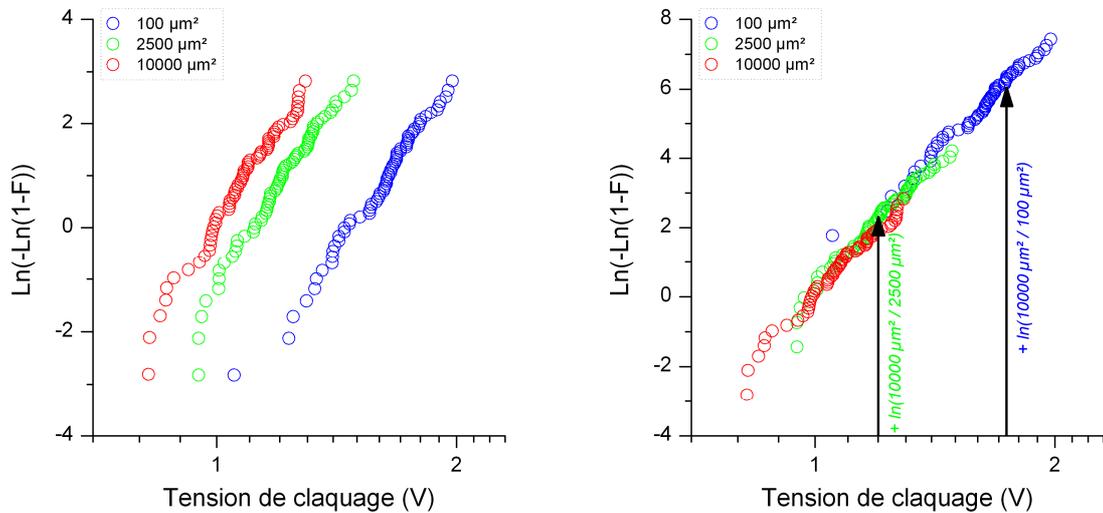


Figure 4.3 : représentation de Weibull des tensions de claquage sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm) pour différentes surfaces de capacité (100, 2500 et 10 000 μm<sup>2</sup>).

L'alignement observé sur le graphique de droite de la figure 4.3 montre qu'il existe une probabilité cumulée  $F_0$  commune aux trois surfaces. La diminution de la tension de claquage avec la surface s'explique par la plus grande probabilité de trouver un site défaillant sur une plus grande surface. L'alignement s'interprète alors par une origine identique du claquage pour toutes les surfaces. La question de savoir si un tel comportement persiste à l'échelle nanométrique se pose naturellement et constitue l'objet de la partie suivante.

#### 4.1.1 – Claquages et représentation de Weibull

A la différence des mesures sur des dispositifs fabriqués dont la surface  $S_{macro}$  est contrôlée, les mesures par C-AFM sont limitées par la surface de contact avec la pointe  $S_{AFM}$ , dont on ne connaît qu'un ordre de grandeur qui est de quelques nm<sup>2</sup> [Frammelsberger2007]. Nous allons pour nous affranchir de cette imprécision procéder de la manière suivante. Si nous supposons que la pente de Weibull est la même à toutes les échelles de surface, quelle sera alors la surface de contact avec la pointe AFM extrapolée. Pratiquement nous devons procéder de manière graphique. Sur la figure 4.4 nous avons reporté les mesures de champ de claquage par C-AFM sur les graphiques de Weibull des échantillons correspondants aux échelles macroscopiques. Le facteur d'échelle de la représentation de Weibull  $\ln(S_{AFM}/S_{macro})$  permet par ajustement d'obtenir la surface de la pointe. On constate sur la figure 4.4 que des écarts d'un ordre de grandeur sur la surface sont parfaitement distinguables. La précision de l'estimation est de l'ordre du nm<sup>2</sup>.

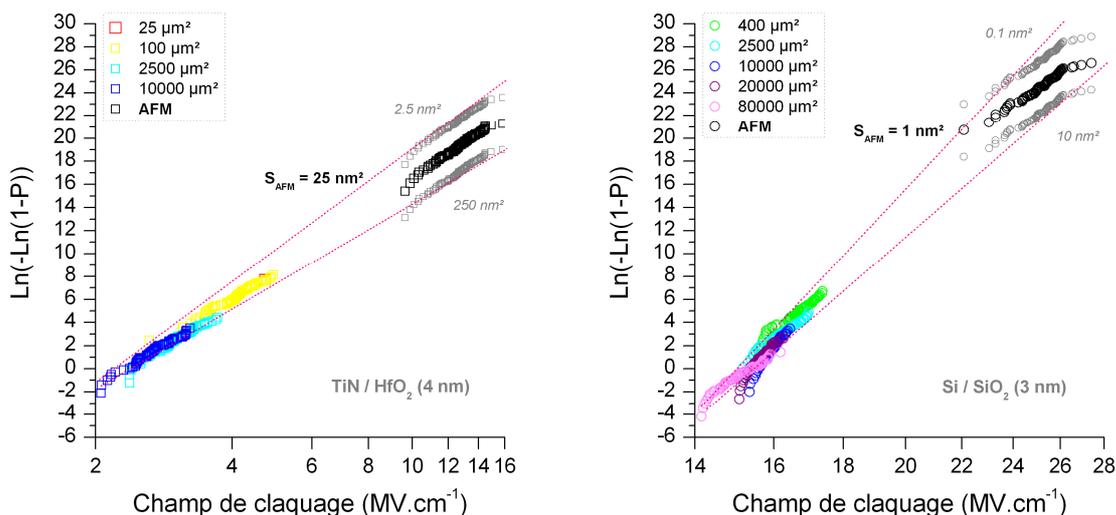


Figure 4.4 : représentation de Weibull des champs de claquage sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm) et Si (type N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (3 nm). L'estimation de la surface effective de la pointe se situe entre les deux droites.

De cette manière la surface effective en contact, dans le cas du TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm), est déterminée pour être de l'ordre de 25 nm<sup>2</sup>. Dans le cas du Si / SiO<sub>2</sub> (3 nm) la surface correspondante est de 1 nm<sup>2</sup>. Les erreurs relatives d'estimation sont certes importantes, mais l'ordre de grandeur que l'on en tire reste très réaliste. Ces meilleurs ajustements sont représentés sur la figure 4.5, pour la tension de claquage des deux empilements, TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm) et Si (type N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (3 nm).

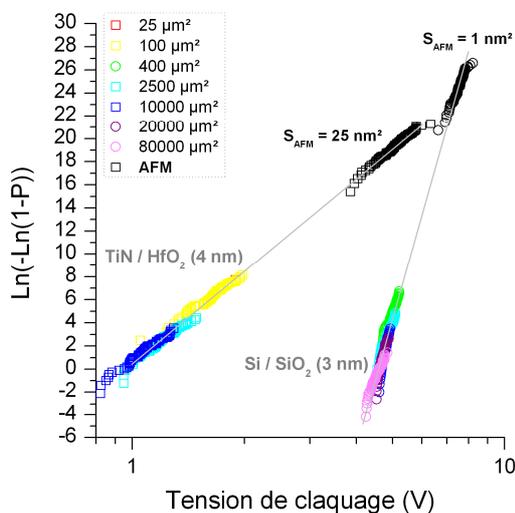


Figure 4.5 : représentation de Weibull des tensions de claquage sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm) et Si (type N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (3 nm) pour différentes surfaces de capacité et au C-AFM.

Ainsi l'hypothèse d'une origine commune à la rupture diélectrique depuis l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle nanométrique semble se vérifier. Notons que jusqu'à présent nous n'avons pas tenu compte de la différence de nature des électrodes aux deux échelles. En particulier l'influence de la différence des travaux de sorties des électrodes sera discutée dans la partie 4.1.3. Par ailleurs et comme le montre la figure 4.5 les surfaces extrapolées sont notoirement différentes selon les deux structures TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm) et Si (type N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> (3 nm).

## 4.1.2 – Surface de contact de la pointe

Les différences de surface observées entre les divers matériaux peuvent s'expliquer par la différence de rugosité locale perçue par la pointe lorsqu'elle est en contact avec la surface. La figure 4.6 illustre cette variation de surface en contact en fonction de la rugosité locale de la surface du matériau.

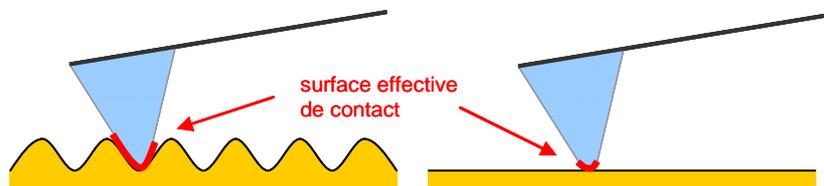


Figure 4.6 : schéma illustrant la variation de la surface effective de contact en fonction de la rugosité locale de la surface.

Ainsi, dans le cas d'une rugosité ayant une longueur d'onde du même ordre de grandeur que le rayon de l'apex de la pointe, cette dernière épouse plus largement les formes locales de la surface, se logeant plus facilement dans un creux que sur un sommet.

Les mesures de rugosité observées au § 3.3.2.a pour les échantillons dont l'électrode inférieure est en TiN donnent une longueur d'onde  $\lambda$  de l'ordre de 20 nm pour une hauteur de  $\sim 4$  nm, ce qui correspond parfaitement à cette hypothèse si l'apex de la pointe possède un rayon  $R$  d'environ  $\sim 10$  nm (voir figure 4.7).

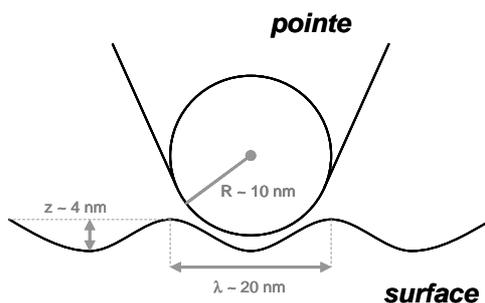


Figure 4.7 : schéma représentant les dimensions entre l'apex de la pointe et la rugosité locale d'une surface dont l'électrode inférieure est en TiN.

Cependant, les cristaux de diamant de la pointe possèdent des faces parfaitement planes avec des arêtes bien définies à cause de la nature cristalline du diamant, et non une forme sphérique comme la plupart des modèles utilisés pour la représentation de la pointe. L'obtention d'une surface de  $1 \text{ nm}^2$  dans le cas d'une surface plane comme le Si /  $\text{SiO}_2$  est donc plus compréhensible, si la pointe est posée exactement sur un des sommets du cristal de diamant.

Une étude a précédemment évalué la surface effective de contact entre les différents types de pointes, fonction du rayon de courbure de leur apex mais également de la force appliquée sur la surface [Frammelsberger2007]. Ces surfaces de contact s'étalent généralement de quelques nanomètres à plusieurs centaines de nanomètres carrés, et sont assez faibles compte tenu du rayon de courbure de l'apex. Selon nos paramètres de mesures, c'est-à-dire dans le cas d'une pointe diamantée, et pour une force normale appliquée de 20 nN, cette surface de contact est située entre 7 et  $40 \text{ nm}^2$ , ce qui correspond très bien à nos différentes estimations.

## 4.1.3 – Effet de la polarisation

Comme l'illustre la figure 4.8, il existe une différence notable de la valeur des tensions ou des champs de claquage en fonction du sens de la polarisation pour les mesures par C-AFM. Cette différence n'est pas mesurable dans le cas des dispositifs macroscopiques. Dans ce dernier cas les électrodes inférieures et supérieures sont du TiN qui est supposé avoir le même travail de sortie quel que soit sa position dans la structure.

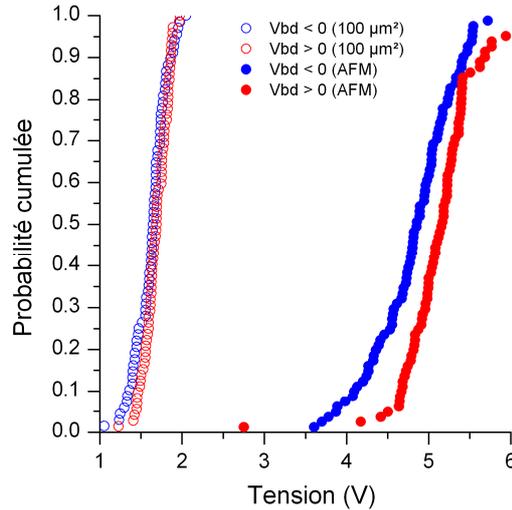


Figure 4.8 : superposition des tensions de claquage selon la polarisation et l'échelle de mesure (capacité de  $100 \mu\text{m}^2$  et C-AFM), sur TiN /  $\text{HfO}_2$  (4 nm).

Rappelons que dans une structure MIM la différence de tension de claquage entre les deux polarisations est égale à moins deux fois la différence des travaux de sortie des électrodes  $\phi_{top}$  (diamant) et  $\phi_{bottom}$  (TiN) divisée par la valeur absolue de la charge élémentaire de l'électron [Simmons1963] :

$$V_{top} - V_{bottom} = -\frac{2}{q} \cdot (\phi_{top} - \phi_{bottom}) \quad [4.1]$$

Pour nos mesures de la figure 4.8,  $V_{top} - V_{bottom} = -0.5 \text{ V}$ , car rappelons qu'au C-AFM la tension est appliquée sur le substrat. Le travail de sortie de la pointe diamant vaut donc  $\phi_{top} = \phi_{bottom} - 0.25 \text{ eV}$ . Le travail de sortie du TiN a été mesuré par sonde Kelvin et par capacité-tension sur MOS [Thèse-Gaillard2006] et vaut  $4.7 \text{ eV}$ . Le travail de sortie estimé du diamant dopé B utilisé ici serait donc de  $4.45 \text{ eV}$ . Cette valeur est tout à fait cohérente avec celles mesurées par spectroscopie de photoélectrons [Diederich1998], compte tenu des différences de travaux de sortie du diamant dopé B selon l'orientation de la face cristallographique.

Par ailleurs, Frammelsberger mesure la différence de potentiel introduite dans la mesure électrique en fonction du type de pointe et du substrat [Frammelsberger2005]. Ce décalage en tension s'étale de  $0.4$  à  $0.75 \text{ V}$  pour la pointe diamantée, selon le dopage du substrat de silicium, ce qui est proche de nos mesures. Dans le cas des capacités MOS (Si /  $\text{SiO}_2$  / TiN ou Diamant dopé B) il faut alors tenir compte du travail de sortie  $4.7 \text{ eV}$  pour TiN et  $4.45 \text{ eV}$  pour la pointe diamant. Le schéma de la figure 4.9 illustre cette différence de hauteur de barrière.

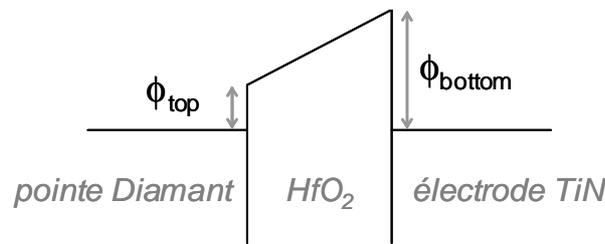


Figure 4.9 : schéma illustrant les différences de hauteur de barrière pour l'empilement étudié de TiN / HfO<sub>2</sub> / pointe Diamant.

#### 4.1.4 – Effet de l'épaisseur

Il a été observé dans le chapitre précédent la relation directe entre épaisseur d'oxyde et tension de claquage, cette dernière augmentant avec l'épaisseur. Comme le montre la figure 4.10, le champ de claquage lui-même augmente si l'épaisseur diminue, ce qui est une propriété bien connue. Les mesures de l'échelle nanométriques (à droite) montrent cette même propriété et cela quels que soient les oxydes considérés mis à part le HfO<sub>2</sub>. Il existe différentes interprétations de ce phénomène. Notons que la théorie du claquage par avalanche prévoit déjà un champ décroissant comme l'inverse du logarithme de l'épaisseur [O'Dwyer1969]. Une décroissance intervient aussi pour des modèles prenant en compte la charge d'espace [Shatzkes1978] [Solomon1977] ou même de percolation [Beale1988]. Cette question n'est donc pas propre aux mesures par AFM et nous n'entrerons donc pas plus en avant dans ce sujet. Notons que les mesures par C-AFM sont similaires de ce point de vue aux mesures micrométriques, ce qui confirme leur intérêt.

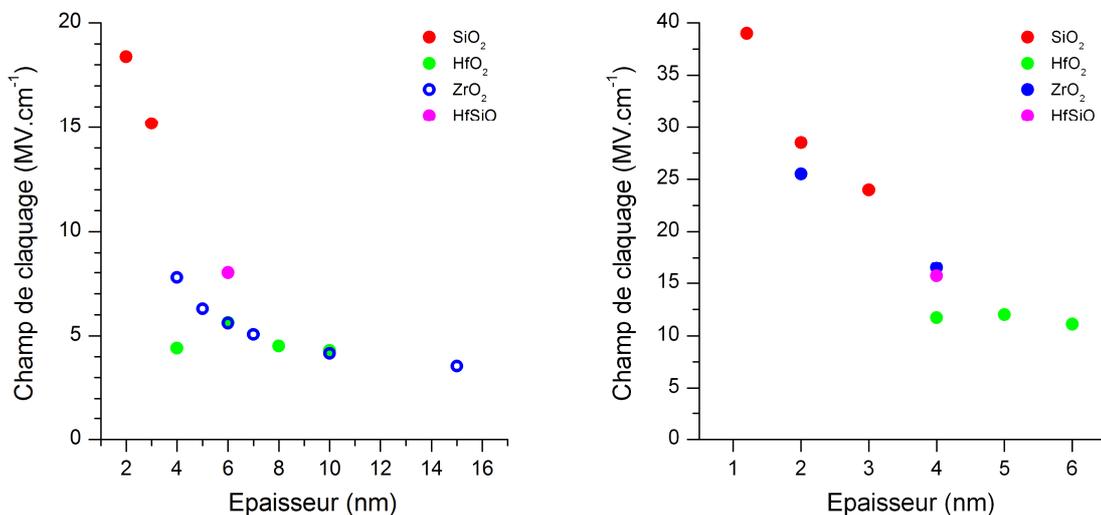


Figure 4.10 : champs de claquage macroscopiques à gauche ( $S = 100 \mu\text{m}^2$ ), et nanométriques à droite, mesurés pour tous les matériaux (SiO<sub>2</sub>, HfO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> et HfSiO) en fonction de l'épaisseur.

Concernant le HfO<sub>2</sub>, la mesure du champ de claquage pour la plus faible épaisseur (4 nm) diminue sensiblement, et ce pour les deux échelles de mesure. Il semble par ailleurs que la cristallinité du HfO<sub>2</sub> soit dépendante de l'épaisseur, au moins lorsqu'il est déposé par ALD [Thèse-Blin2003], ce qui est le cas pour les échantillons considérés dans ce travail. Le passage de la phase amorphe à la phase cristalline se produirait aux alentours de 6 nm [Thèse-Blin2003]. Le matériau n'étant alors pas dans la même phase on peut s'attendre à ce que le champ de claquage diffère.

Il est à noter par ailleurs que la pente de Weibull varie aussi avec l'épaisseur comme le montre la figure 4.11. Il est à noter que la pente de Weibull en champ est bien sûr différente de celle en durée de vie ou en charge ( $Q_{bd}$ ).

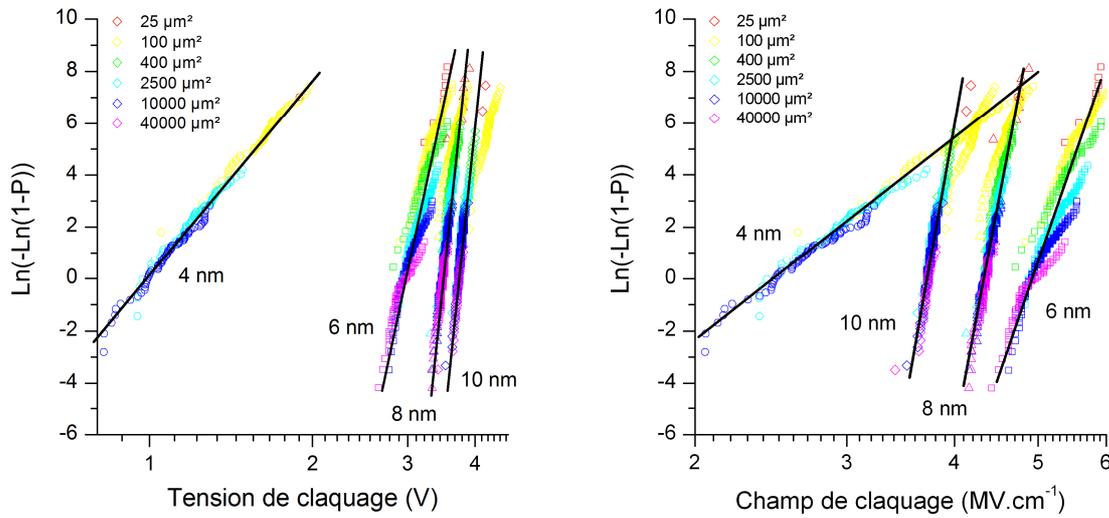


Figure 4.11 : représentation de Weibull des tensions et champs de claquage sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4, 6, 8 et 10 nm) pour différentes surfaces de capacité (de 25 à 40 000 μm<sup>2</sup>).

La figure 4.12 représente l'évolution du coefficient de Weibull  $\beta$  en fonction de l'épaisseur d'oxyde et de la polarisation, dans le cas des mesures macroscopiques sur TiN / HfO<sub>2</sub> (à gauche), puis des mesures positives de l'échelle nanométrique (à droite). La tendance va bien vers une augmentation de  $\beta$  avec l'épaisseur d'oxyde sauf pour le SiO<sub>2</sub> le plus fin.

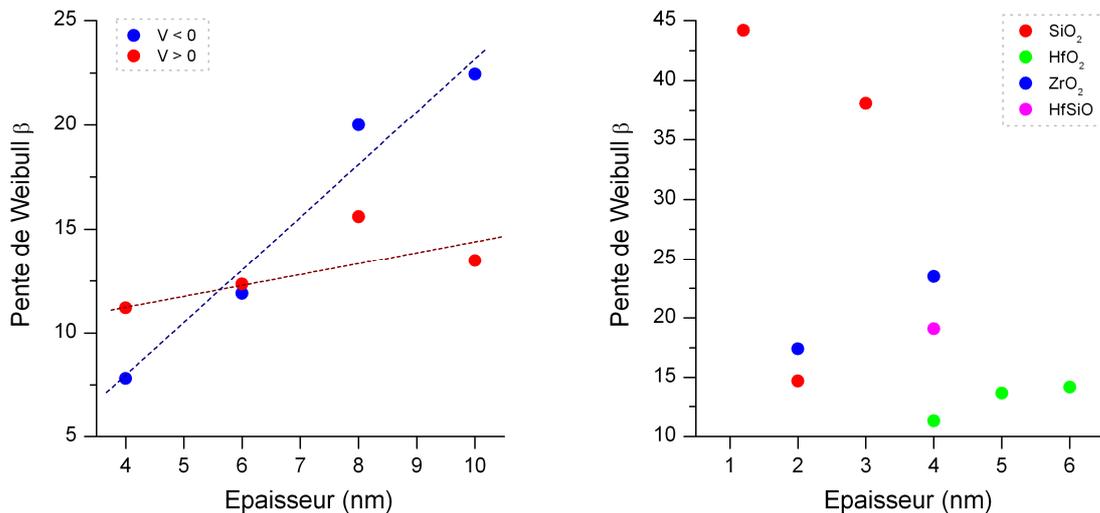


Figure 4.12 : coefficient de Weibull en fonction des différentes épaisseurs de HfO<sub>2</sub> sur TiN dans le cas des mesures macroscopiques (à gauche), et nanométrique (à droite) pour tous les matériaux.

Il existe différents modèles permettant d'expliquer la variation de la pente de Weibull selon la durée de vie, mais pas à notre connaissance selon le champ. Le plus simple et intuitif est sans doute celui de Suñe qui montre de manière analytique que la

penne de Weibull en charge au claquage  $Q_{bd}$  est proportionnelle à l'épaisseur du diélectrique [Suñé2001].

#### 4.1.5 – Claquage et constante diélectrique

Une relation entre le champ de claquage et la constante diélectrique du matériau a également été introduite par McPherson, discutant d'un modèle théorique basé sur l'arrangement géométrique des atomes constituant l'oxyde, et du champ local agissant sur ces liaisons atomiques [McPherson1997] [McPherson1998] [Bersuker2000] [McPherson2004] [Bécu2006]. Selon ce modèle, le champ de claquage augmente lorsque la constante diélectrique diminue [Jain2002], suivant une loi en  $E_{bd} \sim \epsilon^{-1/2}$ .

La figure 4.13 représente cette dépendance aux deux échelles. Dans le cas des mesures à l'échelle macroscopique ( $S = 100 \mu\text{m}^2$ ), l'épaisseur de comparaison a été choisie à 6 nm. Pour les mesures réalisées par C-AFM, c'est l'épaisseur de 4 nm qui a été comparée.

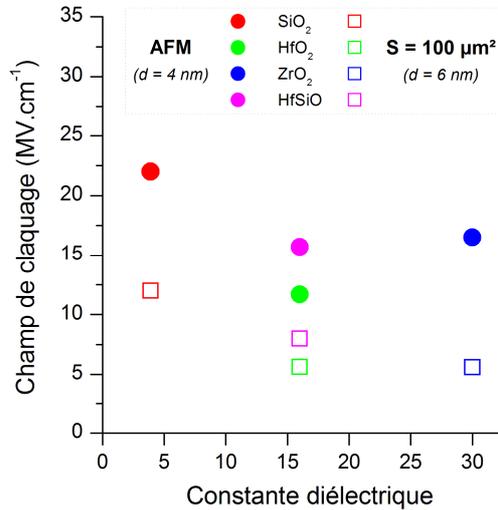


Figure 4.13 : champs de claquage mesurés aux deux échelles ( $S = 100 \mu\text{m}^2$  et à l'AFM), en fonction de la constante diélectrique de l'oxyde.

La déformation des liaisons moléculaires due au champ local  $E_{local}$  sur les molécules dipolaires (métal-oxygène) mène à la rupture de ces liaisons et donc au claquage intrinsèque du matériau. Le champ local est supposé être le champ de Lorentz, qui est défini par [Kittel] :

$$E_{local} = E_{appliqué} \cdot \frac{2 + \epsilon}{3} \quad [4.2]$$

C'est l'augmentation du champ local avec la permittivité qui expliquerait un champ de claquage appliqué plus faible pour les matériaux high-k.

Notons tout de même que l'approximation du champ de Lorentz est très sous-estimée pour les oxydes métalliques cristallins et particulièrement les pérovskites et que de plus la susceptibilité diélectrique est fortement non linéaire.

Il existe aussi d'autres approches donnant des résultats similaires. Dans le modèle de percolation si  $p$  désigne le taux de sites occupés le champ de claquage  $E_{bd}$  est donné par [Sahimi1998] :

$$E_{bd} \propto \frac{(p_c - p)^{\nu}}{\ln(L)} \quad [4.3]$$

, et la permittivité diélectrique  $\epsilon$  par :

$$\epsilon \propto (p_c - p)^{-s} \quad [4.4]$$

, où  $p_c$  désigne la valeur de  $p$  au seuil de percolation. Il s'en suit pour  $L \sim d$  l'épaisseur d'oxyde que :

$$E_{bd} \propto \frac{\epsilon^{-\frac{\nu}{s}}}{\ln(d)} \quad [4.5]$$

, avec  $\nu > s/2$ . Dans ce cas on retrouve le résultat de McPherson, la variation pour  $\nu \sim s/2$  avec de plus la dépendance logarithmique inverse en fonction de l'épaisseur.

#### 4.1.6 – Densité de défauts et champ de claquage

Comme nous l'avons vu dans les parties précédentes, l'hypothèse d'une origine commune du claquage aux deux échelles est expérimentalement vérifiée. La conséquence est qu'il existe un nombre de sites pouvant générer la rupture diélectrique qui est grand devant l'unité, même pour une surface nanométrique. Ce nombre de sites présents dans le volume de diélectrique, pour garder la loi statistique correcte (construite autour d'une série de 81 mesures), peut être estimé à environ une centaine. Dans le cas du Si / SiO<sub>2</sub> (3 nm) la surface a été estimée à 1 nm<sup>2</sup> et le volume d'oxyde sous la pointe est donc environ 3 nm<sup>3</sup>. On en déduit que la densité de défauts est d'environ  $\sim 3 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ , soit très proche d'une densité atomique typique d'un solide ( $\sim 5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ ). Il en résulte que l'on peut considérer que chaque site atomique est susceptible de générer le claquage. Autrement dit la valeur du champ de claquage mesuré à l'échelle nanométrique est bien plus proche du champ de claquage intrinsèque que celles mesurées à l'échelle micrométrique. Les champs de claquage sont en effet deux à trois fois supérieurs à l'échelle nanométrique qu'à l'échelle micrométrique (figure 4.10) quels que soient les matériaux. Ceci remet en cause les modèles de champ de claquage qui rendent compte de champs mesurés à l'échelle micrométriques qui sont largement sous estimés par rapport au champ intrinsèque. Notamment les champs de claquage mesurés sur des capacités micrométriques de quelques MV.cm<sup>-1</sup> dans le cas des matériaux high-k semblent faibles. Supposons que pour modifier une liaison inter-ionique dans un solide il soit nécessaire de déplacer de  $\delta \sim 0.1 \text{ \AA}$  la distance relative entre les deux ions. La force de rappel inter-atomique  $k$  ayant pour ordre de grandeur quelques eV.Å<sup>-2</sup> (16 J.m<sup>-2</sup>). Le champ  $E$  nécessaire pour assurer ce déplacement  $\delta$  est donné par :

$$E = \frac{k \cdot \delta}{q} \quad [4.6]$$

, et a pour ordre de grandeur quelques dizaines de MV.cm<sup>-1</sup>. Cet ordre de grandeur est bien plus proche de nos mesures de champ de claquage par C-AFM.

## 4.2 – Topographie après claquage

Comme nous l'avons montré dans le § 3.3.1, une bosse apparaît en surface à l'endroit même où un claquage a été atteint. Il a été avancé que l'origine de cette bosse était d'origine électrostatique. La charge piégée dans l'oxyde serait à l'origine de la bosse apparente [Porti2004]. R. Idrissi [Idrissi2008] a effectué des mesures topographiques après claquage sur un échantillon d'oxyde thermique  $\text{SiO}_2$  de 1.2 nm sur Si qui sont reportées sur la figure 4.14.

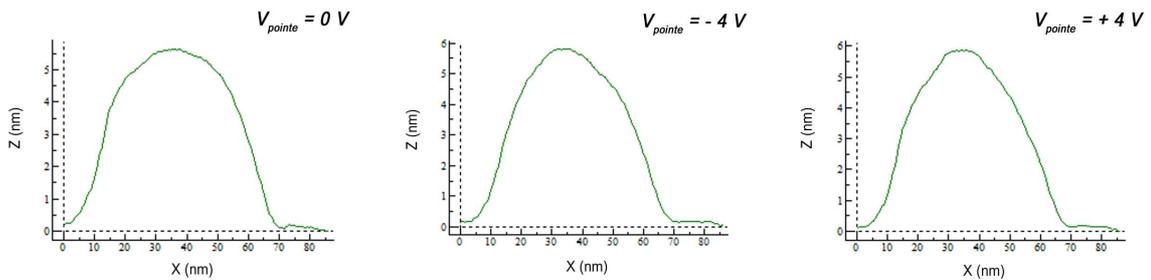


Figure 4.14 : coupes topographiques d'après claquage, selon différentes tensions appliquées sur la pointe durant le relevé de l'image.

On n'observe aucune différence de topographie avec la tension appliquée sur la pointe. On note par ailleurs que ces bosses sont très étalées, (70 nm de diamètre pour 5 nm de hauteur). L'interprétation électrostatique n'est donc plus tenable. Une autre explication a été envisagée. En effet Zhang et al. ont avancé un effet d'épitaxie assistée par claquage DBIE (**D**ielectric **B**reakdown **I**nduced **E**pitaxy) [Zhang2006]. Certains ont d'ailleurs pu observer par TEM (**T**ransmission **E**lectron **M**icroscopy) ces claquages [Radhakrishnan2002] [Condorelli2006].

Ainsi la bosse observée proviendrait d'une déformation du substrat de silicium en dessous du site de claquage comme le montre la figure 4.15. Il s'agirait probablement d'un effet d'électromigration du substrat induit par effet Joule durant le passage de porteurs énergétiques probablement dans le filament.

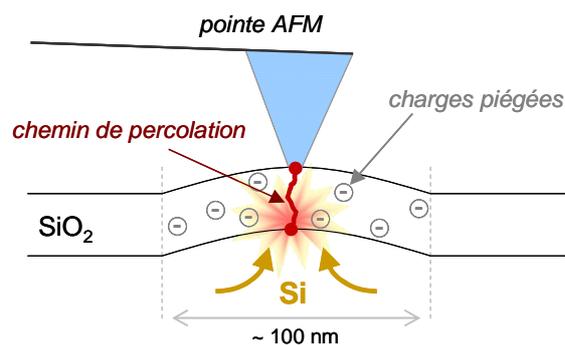


Figure 4.15 : mécanisme d'évolution du claquage et de la déformation du substrat [Zhang2006].

En dehors du fait que cette explication est en accord avec la topographie invariante vis-à-vis de la tension, elle donne aussi les bons ordres de grandeurs de taille des bosses. Toutefois, rappelons que nos mesures ont été réalisées sous ultraviolet et qu'aucun apport extérieur de matière n'a pu avoir lieu. Aussi nous avons parfois observé des bosses de plus de 10 nm de hauteur, ce qui représente un rapport hauteur sur diamètre de près de 10 %. En moyenne, ce rapport se situe autour de 5 %, tous échantillons confondus.

### 4.3 – Température du filament

Si l'évènement du claquage correspond à la formation d'un chemin de conduction, le courant dans le filament est égal au courant de l'électrode. La densité de courant dans le filament est proportionnelle au rapport des surfaces de l'électrode sur celle du filament. Dans le cas d'une capacité standard ce rapport est suffisamment élevé (typiquement  $10 \mu\text{m}^2 / 1 \text{nm}^2$ ) pour que la densité de courant transforme le filament par effet Joule. La température  $T$  du filament en fonction de la densité de courant  $J$  peut être calculée à l'aide d'une loi empirique [Knobel1995].

$$T = \left( T_0^4 + \frac{J^2 \cdot \rho \cdot r}{2P_w} \right)^{\frac{1}{4}} \quad [4.7]$$

L'équation [4.7] donne la température  $T$  ( $T_0$  étant la température ambiante soit 300 K) d'un filament conducteur de résistivité  $\rho$ , de rayon  $r$  et avec  $P_w = \varepsilon P$  (où  $\varepsilon$  est l'émissivité, et  $P$  la constante de Stefan-Boltzmann). L'estimation de la température, d'un courant de  $\sim 200 \text{nA}$  circulant à travers un filament de  $10 \text{nm}^2$  de section, est représenté sur la figure 4.16 (graphique de gauche) selon différentes valeurs de l'émissivité  $\varepsilon$  [Cleary1969]. Sur le graphique de droite est représenté la variation de cette température en fonction du courant, pour un filament conducteur ( $\rho \sim 1.10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$ ) de section  $S = 1$  ou  $10 \text{nm}^2$ . La température augmente avec la densité de courant parcourant le filament [Wang2005-c].

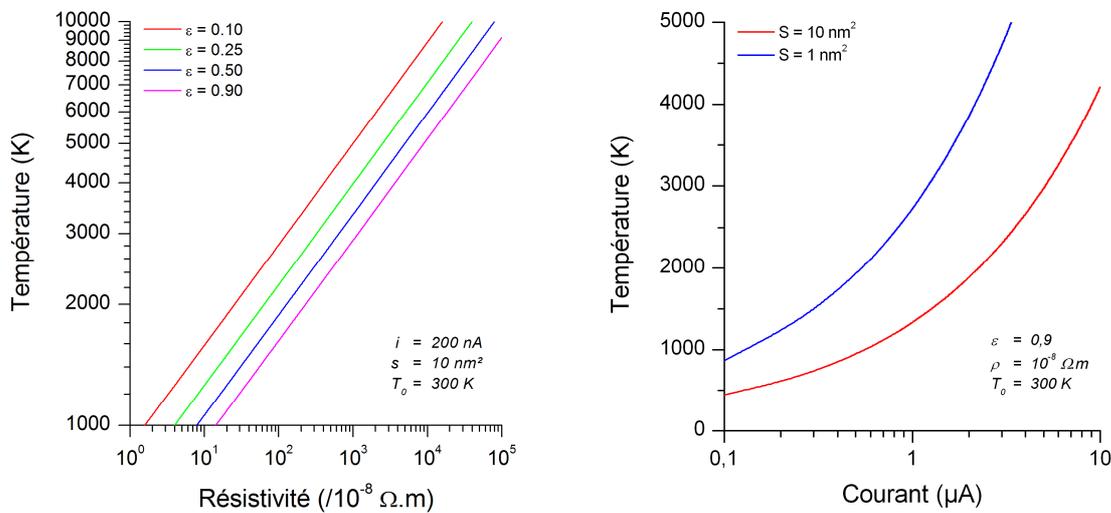


Figure 4.16 : estimation de la température d'un filament en fonction de sa résistivité (à gauche) ou du courant circulant à travers lui (à droite).

A gauche, la température est aussi représentée selon la résistivité du filament, ici allant du très bon conducteur ( $\rho \sim 1.10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$ ) jusqu'à la résistivité du silicium ( $\sim 100000.10^{-8} \Omega \cdot \text{m}$ ).

Ainsi il est facile d'imaginer des températures très élevées lors du claquage à de si faibles surfaces. Cependant, la nature du matériau constituant le filament n'a pas été déterminée. Mais dans le cas de l'oxyde initial, la résistivité est très élevée donc la température le sera également, pouvant dépasser les températures de fusion menant au cassage des liaisons atomiques de la couche d'oxyde, allant ainsi vers la création d'un

chemin conducteur [*Lombardo1999*] [*Lombardo2001*]. L'effet supplémentaire du champ électrique appliqué s'en ressent probablement plus fort localement [*Neugroschel2004*], les liaisons atomiques devenant moins stables sous haute température. La fiabilité des dispositifs et leur durée de vie est par conséquent diminuée lorsque la température augmente [*Kaczer2000*].

Par contre dans le cas du C-AFM, le rapport des surfaces pointe / filament est beaucoup moins élevé, raisonnablement de l'ordre de l'unité. Dans ce cas l'effet Joule est réduit voire négligeable et le courant mesuré après claquage (CNAC) peut être assimilé au courant filamentaire. C'est ainsi que peut être décrit le soft breakdown (SBD), comme étant un HBD incomplet puisque l'énergie dissipée à travers le chemin de percolation n'est pas suffisante pour son expansion thermique [*Cacciato2001*].

Ce courant est du type exponentiel, comme le courant tunnel ou Fowler-Nordheim, mais très élevé compte tenu de l'épaisseur initiale d'oxyde [*Wu2006*] [*Wu2006-b*]. Ceci pourrait en outre indiquer une forte réduction de l'épaisseur d'oxyde durant le phénomène du claquage, au cours duquel une forte montée de la température peut être imaginée [*Tung2003*]. Il a en outre été observé que celle-ci n'avait qu'un effet négligeable dans les mesures du courant de type tunnel ou Fowler-Nordheim, surtout lorsque l'épaisseur d'oxyde diminue [*Schuegraf1994*].

La température est également un paramètre influant sur les tensions de claquage, devenant plus faibles aux plus hautes températures [*Schuegraf1994*] [*Chaparala1996*] [*Eriguchi1998*] [*Kaczer1999*] [*Achanta2007*].

## 4.4 – Courants

Les mesures de courant ont été étudiées et comparées de différentes manières, comme cela a été précisé dans le chapitre précédent. Globalement, trois types de courants ont été observés lors des mesures à l'AFM comme le présente le schéma de la figure 4.17 au cours d'une mesure aller (en bleu) jusqu'à l'obtention du claquage électrique (2), puis retour (en jaune ou rouge) : le courant précédant le claquage électrique (1), puis celui d'après claquage HBD (3) et le CNAC (4).

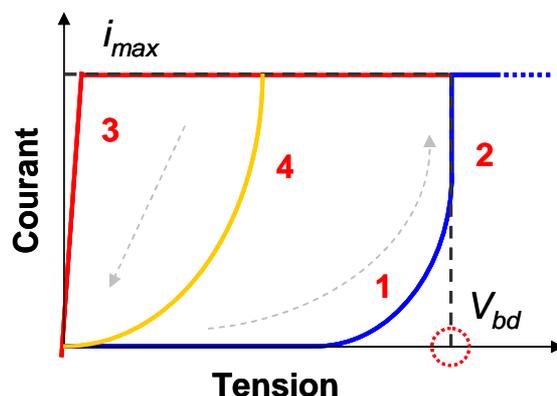


Figure 4.17 : schéma des courants observés lors d'une mesure de courant aller puis retour.

Ces courants seront comparés avec ceux mesurés dans le cas des mesures de l'échelle macroscopique, à l'exception du CNAC (4), puisque seuls les claquages HBD (3) surviennent dans le cas des mesures sur des capacités de surface macroscopique.

Le cas spécial des mesures électriques sur des surfaces conductrices a déjà été discuté au second chapitre puisqu'il a permis la validation de l'utilisation des pointes diamantées au lieu de celles recouvertes d'un dépôt de PtIr, ces dernières montrant l'effet du semiconducteur dont le cœur de la pointe est constitué.

## 4.4.1 – Courant d'avant claquage

Il s'agit du courant numéroté 1 de la figure 4.17. Ce courant peut être comparé aux deux échelles puisqu'il s'agit de la caractéristique I-V initiale. Cependant le dispositif électronique de l'AFM ne permet qu'une résolution en courant de l'ordre du picoampère, et compte tenu de la très faible surface en contact offerte par la pointe sur la surface, il ne permet pas de détecter avec précision les très faibles courants traversant l'épaisseur d'oxyde lorsque le champ électrique appliqué n'est pas suffisamment fort.

Le domaine en tension pour lequel le courant est mesurable est donc limité par la résolution de l'équipement. On peut cependant comparer les densités de courants en reprenant la surface extrapolée au § 4.1.1, qui était de  $1 \text{ nm}^2$  pour l'interface Si / SiO<sub>2</sub>. On représente donc sur la figure 4.18 les densités de courant pour les deux échelles, en reprenant la surface effective de contact entre la pointe et la surface de  $1 \text{ nm}^2$ , pour le Si (type N<sup>++</sup>) / SiO<sub>2</sub> à différentes épaisseurs (1.2, 2.0 et 3.0 nm).

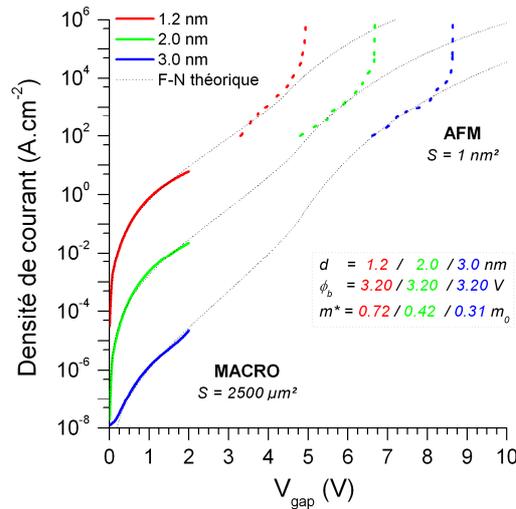


Figure 4.18 : caractéristiques J-V sur Si (type  $N^{++}$ ) /  $SiO_2$  (1.2, 2.0 et 3.0 nm) pour une capacité de surface  $2500 \mu m^2$  (traits pleins), et au C-AFM (pointillés) dont la pointe est estimée à  $1 nm^2$ .

D'après la figure 4.18 il semble que pour les trois épaisseurs de  $SiO_2$ , la densité de courant soit comparable, comme le montrent les régressions théoriques d'un courant de type tunnel puis Fowler-Nordheim [Simmons1963] [Simmons1963-b] [Murrell1992] [Porti2001] [Porti2001-b] reliant les mesures des différentes échelles [Olbrich1998]. Ce dernier est donné par l'expression suivante :

$$J = \frac{I}{S} = \frac{2.2 \cdot q^2}{8\pi \cdot h \cdot \phi_b} \cdot E^2 \cdot e^{\left[ \frac{-8\pi}{2.96 \cdot h} \cdot \sqrt{2 \cdot m^* \cdot q} \cdot \left( \frac{\phi_b^{\frac{3}{2}}}{E} - C_{FN} \cdot \frac{(\phi_b - V_i)^{\frac{3}{2}}}{E} \right) \right]} \quad [4.8]$$

, où  $q$  est la charge de l'électron,  $h$  la constante de Planck,  $\phi_b$  la hauteur de barrière entre Si et  $SiO_2$ ,  $m^*$  est la masse effective de l'électron dans l'oxyde, et  $E = V/d$  le champ électrique appliqué aux bornes de cet oxyde.  $C_{FN} = 1$  si la tension  $V$  est inférieure à la hauteur de barrière considérée (conduction de type tunnel direct), sinon  $C_{FN} = 0$  (conduction de type Fowler-Nordheim) [Halimaoui1997] [Vogel1998].

La surface effective de contact entre la pointe et la surface, estimée à  $1 nm^2$  au § 4.1.1 par la statistique du champ de claquage, permet donc aussi de retrouver les caractéristiques courant-tension aux deux échelles. Ceci vient donc confirmer la validité de notre approche.

Quant à l'évolution de la masse effective, qui diminue lorsque l'épaisseur augmente [Städle2003], ceci est une caractéristique pouvant être liée à la structure de l'oxyde proche des interfaces et donnant lieu à des contraintes géométriques entre les liaisons.

Dans le cas de la figure 4.18 (structure MOS), il faut tenir compte de la chute de potentiel  $\psi_s$  dans le substrat de silicium. La tension appliquée  $V_{gap}$  est liée à la tension  $V_i$  aux bornes de l'isolant [Sze].

$$V_{gap} = V_i + \psi_s + V_{fb} \quad [4.9]$$

, où  $V_{fb}$  est le potentiel de bandes plates. La chute de potentiel dans le semiconducteur se calcule classiquement en résolvant l'équation de Poisson :

$$\frac{d^2\psi}{dx^2} = -\frac{\rho(x)}{\epsilon_s} \quad [4.10]$$

, où  $\epsilon_s$  est la permittivité du semiconducteur et  $\rho(x)$  la densité de la charge d'espace donnée par :

$$\rho(x) = q(N_D^+ - N_A^- + p - n) \quad [4.11]$$

, avec  $N_D^+$  et  $N_A^-$  les densités des donneurs et accepteurs ionisés. La concentration  $n$  et  $p$  d'électrons et de trous, dans l'approximation de la statistique de Boltzmann, s'écrit alors en notant  $\beta = q/k.T$  :

$$\begin{aligned} n &= n_0 e^{\beta\psi_s} \\ p &= p_0 e^{-\beta\psi_s} \end{aligned} \quad [4.12]$$

, avec  $n_0$  et  $p_0$  les densités d'électrons et de trous dans le semiconducteur à l'équilibre. D'après la relation suivante entre champ électrique  $E$  et potentiel  $\psi$  :

$$E = -\frac{d\psi}{dx} \quad [4.13]$$

, et suite à l'intégration de l'équation de Poisson on obtient le champ  $E_s$  à la surface :

$$E_s = \pm \frac{\sqrt{2}.kT}{qL_D} \left[ \left( e^{-\beta\psi_s} + \beta\psi_s - 1 \right) + \frac{n_0}{p_0} \left( e^{\beta\psi_s} - \beta\psi_s - 1 \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad [4.14]$$

, où  $L_D$  représente la longueur de Debye (ici donnée pour les trous) :

$$L_D = \sqrt{\frac{\epsilon_s}{qp_0\beta}} \quad [4.15]$$

La charge  $Q_s$  en la surface est donnée par le théorème de Gauss :

$$Q_s = -\epsilon_s E_s \quad [4.16]$$

, ce qui permet de calculer le potentiel  $V_i$  aux bornes de l'isolant en fonction de sa constante diélectrique  $\epsilon_i$  :

$$V_i = \frac{|Q_s|d}{\epsilon_i} \quad [4.17]$$

Cette dernière relation entre  $V_i$  et  $\psi_s$  permet d'exprimer  $V_i$  en fonction de  $V_{gap}$  en utilisant [4.9]. Nous pouvons donc représenter sur la figure 4.19 le potentiel  $\psi_s$  en fonction de la tension appliquée  $V_{gap}$  (graphique de gauche), ou la tension  $V_i$  aux bornes de l'isolant en fonction de  $V_{gap}$  (graphique de droite). Les différentes épaisseurs de  $\text{SiO}_2$  (1.2, 2.0 et 3.0 nm) et dopages du substrat de silicium ( $5 \times 10^{16}$  et  $2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ) étudiés lors de cette étude sont représentés sur ces graphiques.

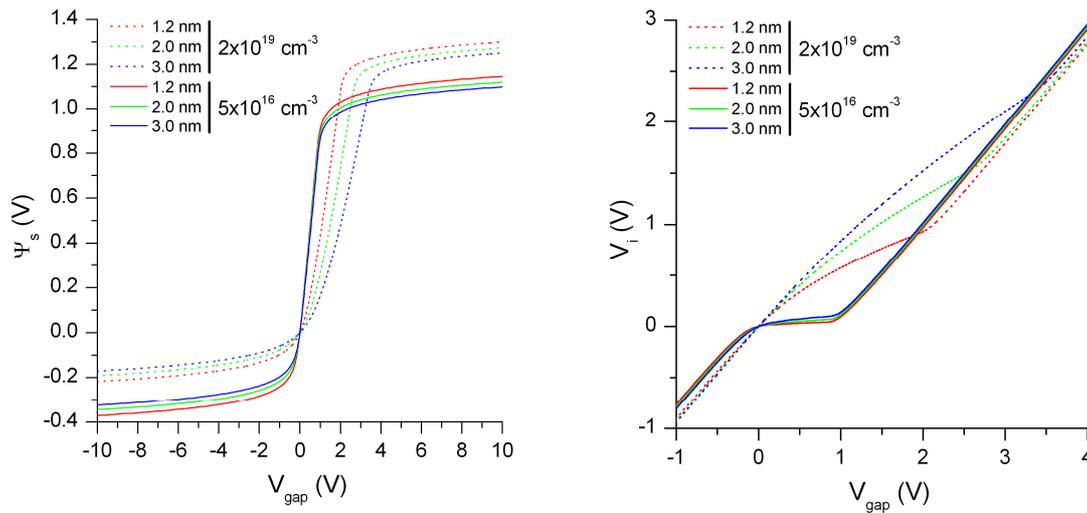


Figure 4.19 : chute de potentiel  $\psi_s$  dans le substrat (à gauche) et tension  $V_i$  aux bornes de l'isolant (à droite) en fonction de la tension  $V_{gap}$  appliquée sur l'empilement MOS.

De plus, les électrodes supérieures étant différentes à chacune des deux échelles (TiN pour le cas standard, diamant au C-AFM), nous devons prendre en considération cette différence du potentiel de bandes plates. Pour cela nous avons supposé l'absence de charges dans l'oxyde et des états d'interfaces. Pour un semiconducteur de type N, le potentiel de bandes plates  $V_{fb}$  est donné par l'équation suivante [Sze] :

$$V_{fb} = \phi_m - \left( \chi + \frac{E_g}{2q} - \frac{kT}{q} \cdot \ln\left(\frac{N_D}{n_i}\right) \right) \quad [4.17]$$

, où  $n_i$  est la concentration de porteurs intrinsèques,  $E_g$  le gap du silicium et  $\phi_m$  est le travail de sortie de la pointe diamant précédemment évalué à 4.45 eV au § 4.1.3. Le potentiel de bande plate pour la structure étudiée par C-AFM (électrode diamant) est donc de 0.39 V. Dans le cas standard (électrode TiN) ce potentiel vaut 0.64 V.

Nous avons donc corrigé le graphique de la figure 4.18 en décalant les mesures par C-AFM de la différence des deux potentiels  $\Delta V_{fb} = 0.25$  V par rapport au cas standard. Notons que la différence relative du potentiel de bandes plates n'est pas affectée par la charge dans l'oxyde ni par les états d'interfaces car ce sont les mêmes dans les deux cas. La seule différence supplémentaire pourrait donc provenir d'une charge entre la pointe AFM et la surface de l'oxyde. C'est la seule hypothèse faite ici et qui semble raisonnable grâce à l'utilisation de l'ultravide et la préparation minutieuse des échantillons.

#### 4.4.2 – Courant d'après claquage HBD

Ce courant, noté 3 sur la figure 4.17, peut s'interpréter dans le cadre de l'interprétation filamentaire à celui circulant à travers le chemin conducteur créé lors du claquage. Il est comparable au courant traversant une résistance  $R$  (conduction ohmique), dont la caractéristique en courant est linéaire avec la tension [Miranda2004-c]. Notons que cette caractéristique linéaire est commune aux échelles micrométriques et nanométriques. Nous avons comparé ces caractéristiques de la même manière que précédemment (§ 4.4.1). Le schéma de la figure 4.20 exprime la résistance  $R$  mesurée après claquage HBD, en

fonction de l'épaisseur  $d$  de l'oxyde, de la résistivité  $\rho$  et de la section  $S$  du filament conducteur traversé par une densité  $J$  de courant.

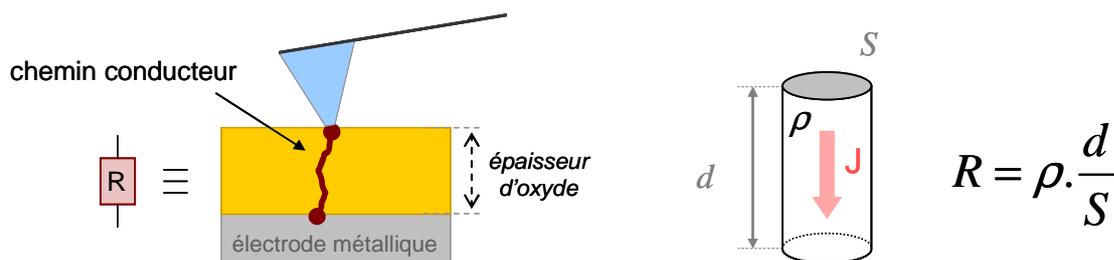


Figure 4.20 : schéma représentant le chemin conducteur créé après claquage HBD, avec à droite la correspondance théorique du calcul de la résistance du fil créé.

Notons qu'expérimentalement la résistance augmente proportionnellement à l'épaisseur d'oxyde ce qui va dans le sens de l'hypothèse d'un tel chemin conducteur. Aussi dans le cas du TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm), les mesures avec l'AFM donnent des mesures de résistances allant de 1 à 5 MΩ ( $\langle R_{AFM} \rangle \sim 3 \text{ M}\Omega$ ), tandis qu'avec les capacités de tailles macroscopiques cette résistance se situe plutôt entre 10 et 25 Ω ( $\langle R_{macro} \rangle \sim 15 \text{ }\Omega$ ). Notons également une quasi-indépendance de la valeur de la résistance  $R_{macro}$  avec la surface de la capacité, ce qui implique un filament de section bien inférieure à la surface des électrodes. Les graphes de la figure 4.21 montrent ces mesures de résistance.

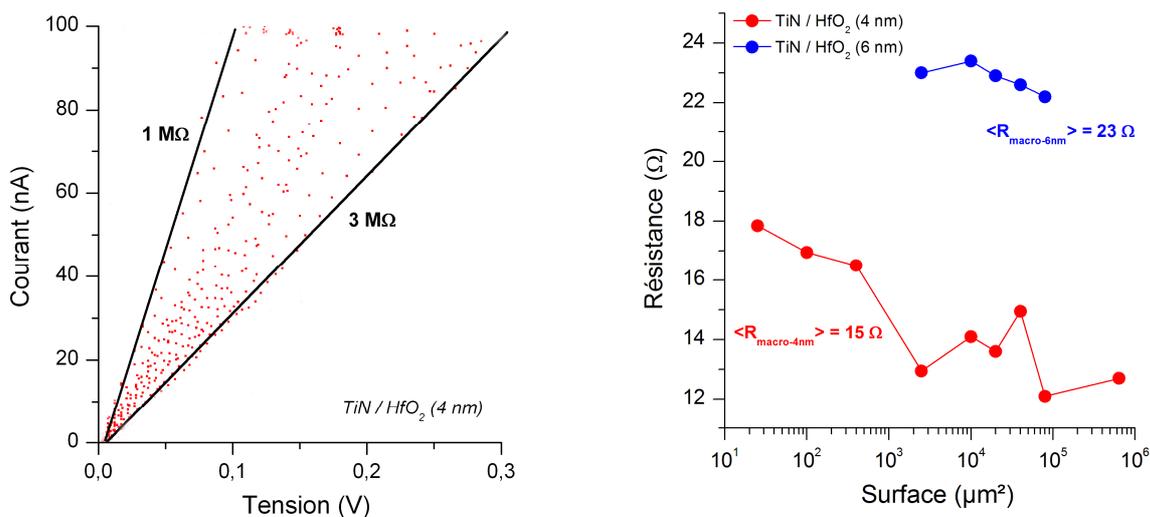


Figure 4.21 : à gauche, caractéristiques I-V après claquage HBD sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4 nm) par C-AFM. À droite, résistances mesurées sur des capacités de surfaces s'étalant de 25 à 640 000 μm<sup>2</sup> aux deux épaisseurs.

Le tableau de la figure 4.22 illustre les rapports entre les deux échelles et les épaisseurs d'oxyde dans le cas des claquages HBD sur TiN / HfO<sub>2</sub>.

$\langle R_{AFM} \rangle \sim 3 \text{ M}\Omega$	$\rightarrow$	$S_{AFM} \sim 5 \cdot 10^{-6} \times S_{macro}$	$R_{macro-4nm} \sim 15 \text{ }\Omega$	$\rightarrow$	+ 50 % épaisseur
$\langle R_{macro} \rangle \sim 15 \text{ }\Omega$			$R_{macro-6nm} \sim 23 \text{ }\Omega$		+ 50 % résistance

Figure 4.22 : dépendance de la surface et de l'épaisseur dans la mesure de la résistance du chemin conducteur créé après claquage HBD sur TiN / HfO<sub>2</sub>.

Si le rapport des résistances est l'inverse du rapport des surfaces on retrouve bien un ordre de grandeur entre les deux surfaces de près de 10<sup>6</sup> (μm<sup>2</sup>/nm<sup>2</sup>). Ainsi en

considérant le chemin créé ayant une surface de 1 à 50 nm<sup>2</sup> dans le cas des mesures au C-AFM, celle-ci serait alors comprise entre 0.2 et 10 μm<sup>2</sup> à l'échelle macroscopique, soit nettement inférieure à la surface initiale de la capacité macroscopique. Ceci correspond à l'idée que l'on se fait du claquage, un évènement localisé qui dépendrait du point le plus faible de l'oxyde situé sous la surface de l'électrode. Nous pouvons aussi en conclure que la résistivité du filament serait proche de celle du silicium.

Suñé a déterminé une section de filament inférieure à 100 nm<sup>2</sup> [Suñé1998] [Suñé1999] [Suñé2000], ce qui va dans l'ordre de grandeur de notre étude et de la littérature [Miranda1998] [Miranda2000] [Miranda2000-b] [Miranda2001] [Porti2001-e] [Ranjan2006].

Ceci correspond aux différentes études faites par le passé, concernant l'impact du claquage à la surface de l'oxyde. En effet, différentes observations conduisent à la création d'un chemin conducteur sur une plus faible surface que la capacité, de l'ordre de quelques μm<sup>2</sup> seulement. Ceci a été observé après suppression de l'électrode métallique, la surface de l'oxyde présentant alors un cratère à l'endroit même du claquage, celui-ci reliant auparavant les deux électrodes électriquement [Klein1966] [Lombardo1999] [Jain2002].

Selon ce constat, il existe donc une surface plus faible que la capacité initiale où le claquage s'initie plus rapidement, et c'est aussi selon cette hypothèse que la notion de pré-claquage, et donc du claquage réversible (menant au CNAC), sera abordée par la suite.

#### 4.4.3 – Courant nanoscopique d'après claquage (CNAC)

Ce courant (noté 4 sur la figure 4.17) peut formellement être ajusté par une caractéristique Fowler-Nordheim, mais est cependant plus élevé que le courant d'avant claquage, de plusieurs ordres de grandeur comme le montre la figure 4.23. Ces mesures sont comparables à celle de Wu et Cols [Wu2006] [Wu2008] qui les interprètent en supposant que l'épaisseur d'oxyde après le claquage ou suite à plusieurs passages du courant au même point de mesure [Wu2006-b] est réduite.

On compare sur la figure 4.23 les caractéristiques I-V moyennes sur TiN / HfO<sub>2</sub> aux trois épaisseurs (4, 5 et 6 nm). Les courbes en pointillées sont les premières mesures menant au claquage. Celles en traits pleins représentent le CNAC.

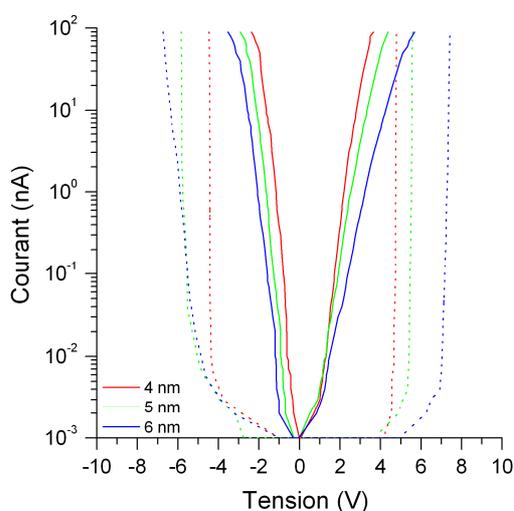


Figure 4.23 : caractéristiques I-V moyennes sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm). Les pointillés représentent le courant d'avant claquage, les traits pleins le CNAC.

On note sur ces caractéristiques qu’une importante augmentation du courant a lieu entre les mesures d’avant claquage et le CNAC. La seconde observation concerne le peu de différences entre les CNAC pour différentes épaisseurs. Un courant tunnel ou Fowler-Nordheim devrait dépendre de l’épaisseur de manière beaucoup plus importante (équation [4.8]). Cette quasi indépendance des caractéristiques courant-tension vis-à-vis de l’épaisseur n’est pas simplement cohérente avec une simple réduction d’épaisseur. On pourrait plutôt supposer qu’il existe une épaisseur minimale après l’avènement du chemin de conduction [Chen2000]. Cette idée n’est pas neuve et un modèle l’a déjà exprimé dans le cas des courants mesurés après stress (SILC) sur des condensateurs standards dès 1996 [Thèse-Brière1996] [Halimaoui1997].

C’est ce modèle qui est présenté sur la figure 4.24. On suppose que le courant est la superposition d’une part, d’un courant de fuite  $J_1$  traversant le diélectrique d’épaisseur  $d_1$  et de surface  $S_1$  et d’autre part d’un courant  $J_2$  entre l’extrémité du chemin de conduction de surface  $S_2$  située à la distance  $d_2$  de l’électrode.

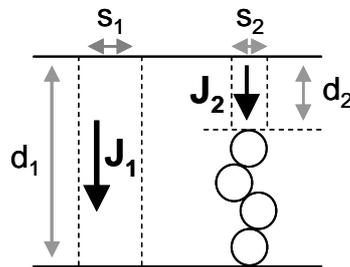


Figure 4.24 : schéma du modèle utilisé dans la simulation du CNAC, où un chemin conducteur est initié localement à travers l’oxyde.

Le courant total s’exprime comme la somme des deux courants :

$$(S_1 + S_2).J_{total} = S_1.J_1 + S_2.J_2 \quad [4.18]$$

Dans ce modèle, la conduction est supposée du type Fowler-Nordheim, dont la densité de courant s’exprime selon :

$$J = A.E^2.e^{\frac{-B}{E}} \quad [4.19]$$

Le champ électrique appliqué étant noté  $E$ , puis  $A$  et  $B$  deux constantes dépendant néanmoins la surface  $S$ , de la charge  $q$  et de la masse effective  $m^*$  de l’électron, de la barrière de potentiel  $\phi_b$ , et de la constante de Planck  $h$ . L’ensemble des contraintes du modèle sont résumées dans le tableau de la figure 4.25.

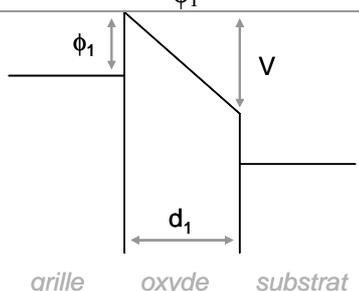
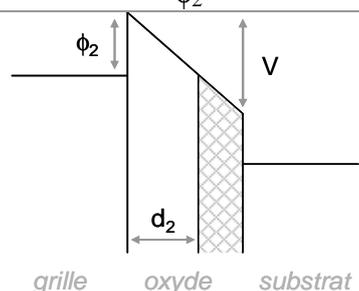
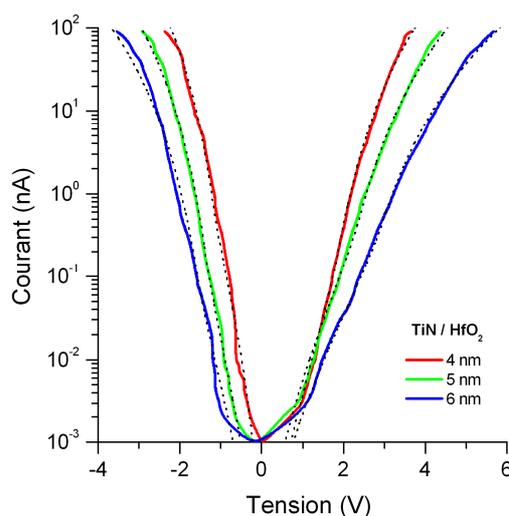
Surface	$S_1$	$S_2$
Epaisseur	$d_1$	$d_2 < d_1$
Barrière	$\phi_1$	$\phi_2$
Diagramme		
Courant	$I_1 = S_1 \cdot A_1 \cdot E_1^2 \cdot e^{-\left[ -B \cdot \left( \frac{\phi_1^3}{E_1} - C_{FN} \cdot \frac{(\phi_1 - V)^3}{E_1} \right) \right]}$	$I_2 = S_2 \cdot A_2 \cdot E_2^2 \cdot e^{-\left[ -B \cdot \left( \frac{\phi_2^3}{E_2} - C_{FN} \cdot \frac{(\phi_2 - V)^3}{E_2} \right) \right]}$
	$A_n = \frac{2 \cdot 2 \cdot q^2}{8 \pi \cdot h \cdot \phi_n}$ , où $q$ est la charge de l'électron, $h$ la constante de Planck, et $\phi_n$ la hauteur de barrière. $B = \frac{8 \pi}{2.96 \cdot h} \cdot \sqrt{2 \cdot m^* \cdot q}$ , où $m^*$ est la masse effective de l'électron dans l'oxyde. $C_{FN} = 1$ si la tension $V$ est inférieure à la hauteur de barrière considérée (conduction de type tunnel direct), sinon $C_{FN} = 0$ (conduction de type Fowler-Nordheim).	

Figure 4.25 : tableau récapitulatif des deux courants intervenants dans le modèle.

Nous cherchons les valeurs de  $S_2$  et  $d_2$  par ajustement du courant sur les 3 caractéristiques de la figure 4.26 pour les deux polarisations. Deux autres paramètres interviennent dans ce modèle, la masse effective et la hauteur de barrière. Cependant, les ordres de grandeur ainsi que la tendance du courant théorique obtenu collent presque parfaitement aux mesures expérimentales, suivant parfois les plus infimes variations du courant en fonction de la tension appliquée.

Figure 4.26 : superposition de la moyenne des CNAC mesurés sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub>, ainsi que les courants théoriques (en pointillés noir) pour chacun d'eux.

La figure 4.26 montre les meilleurs ajustements obtenus, dans le cas du TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> aux trois épaisseurs testées (4, 5 et 6 nm). Les valeurs des ajustements des différents paramètres de la figure 4.26 sont listées dans le tableau de la figure 4.27.

Surface	S <sub>1</sub> ~ 20 nm <sup>2</sup>						S <sub>2</sub> ~ 10 nm <sup>2</sup>			S <sub>2</sub> ~ 1 nm <sup>2</sup>		
	<i>Tension négative</i>			<i>Tension positive</i>			<i>Tension négative</i>			<i>Tension positive</i>		
Tension +/-												
Epaisseur (nm)	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	1.45	1.85	2.50	<b>1.45</b>	<b>1.85</b>	<b>2.50</b>
Barrière (V)	<b>2.50</b>	<b>2.50</b>	<b>2.50</b>	<b>2.25</b>	<b>2.25</b>	<b>2.25</b>	1.50	1.65	1.90	<b>1.86</b>	<b>2.40</b>	<b>2.90</b>
Masse effective	<b>0.22</b>	<b>0.22</b>	<b>0.22</b>	<b>0.22</b>	<b>0.22</b>	<b>0.22</b>	0.50	0.37	0.18	<b>0.50</b>	<b>0.18</b>	<b>0.08</b>

Figure 4.27 : tableau récapitulatif des valeurs des paramètres intervenants dans le modèle, pour les régressions du CNAC sur TiN (recuit) / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm).

Comme nous l’avons vu au § 4.1.3 le travail de sortie en tension positive doit être inférieur de ~ 0.25 eV à celui extrait en tension négative ( $\phi_{top} = \phi_{bottom} - 0.25 \text{ eV}$ ), ce qui explique la différence de hauteur de barrière extraite entre les deux polarisations. Pour l’interface Si / HfO<sub>2</sub> le décalage de bande de conduction est de 1.4 eV [Robertson2004]. Comme l’affinité électronique de Si est de 4.07 eV [Sze] et que le travail de sortie de TiN est de ~ 4.7 eV on s’attend à une hauteur de barrière de 2 à 2.5 eV. Comme le montre ce dernier tableau, les paramètres sont nombreux à déterminer, et la modification de l’un peut être corrigée par un ajustement de l’autre. Nous avons donc fixé les paramètres d’épaisseurs d’oxyde, de hauteurs de barrière et de la masse effective pour le courant  $I_1$ . Ceci détermine l’une des solutions possibles utilisant ce modèle théorique du courant.

Bien sûr dans le cas du courant traversant la nouvelle épaisseur, cette dernière se révèle diminuée de plus de la moitié de son épaisseur initiale. Les hauteurs de barrière sont ici dépendantes de l’épaisseur, tout comme pour la masse effective de l’électron à travers l’oxyde. Cette observation peut s’appuyer sur la modification locale de l’oxyde lors de l’injection puis du piégeage de charges dans ce dernier, venant modifier les propriétés électriques locales du matériau. Une théorie liant la hauteur de barrière à la température a aussi été l’objet d’une étude [Schroeder2003] [Avellan2004] [Avellan2005].

Cette réduction d’épaisseur est perçue selon deux hypothèses : une réduction physique de l’épaisseur, par création d’un début de chemin conducteur au travers de l’oxyde, ou alors par une injection de charges à travers ce dernier, permettant une meilleure conduction des porteurs à travers lui. Le réel mécanisme intervenant étant probablement l’association de ces deux phénomènes, l’un entraînant l’autre.

Un second modèle est cette fois-ci basé sur un chemin de percolation créé dans l’oxyde, et dont le courant évoluerait de site en site selon une loi en puissance [Roux1987] [Miranda1999] [Miranda1999-b] [Miranda2004] [Miranda2004-b] [Palumbo2005]. Ainsi, lorsque deux sites donneurs ou accepteurs (pièges à électron ou trou) sont voisins, la caractéristique en courant-tension entre ces deux sites peut être donnée par la relation suivante [Straley1984] [Houssa1998] [Houssa1998-b] [Houssa2000-b] :

$$v = r \cdot i^\alpha \quad [4.20]$$

, où  $r$  est la résistance de la liaison entre deux sites voisins, et  $\alpha$  une constante.

La caractéristique du système complet, c’est-à-dire de la capacité entière depuis une électrode vers la seconde, peut alors être décrite selon :

$$V = \rho_{eff} \cdot I^\alpha \quad [4.21]$$

, où  $\rho_{eff}$  est cette fois-ci la résistance effective de la couche d’oxyde.

Les différents matériaux ont ainsi été comparés selon cette loi de puissance de la caractéristique I-V, pour les CNAC. Les courbes de la figure 4.28 présentent les différents paramètres  $\rho_{eff}$  et  $\alpha$  utilisés pour les régressions. Nous avons noté la résistance effective  $\rho_{eff}$  comme étant une résistance en [ $\Omega$ ], alors que celle-ci est en fait exprimée en [ $V.A^{-\alpha}$ ].

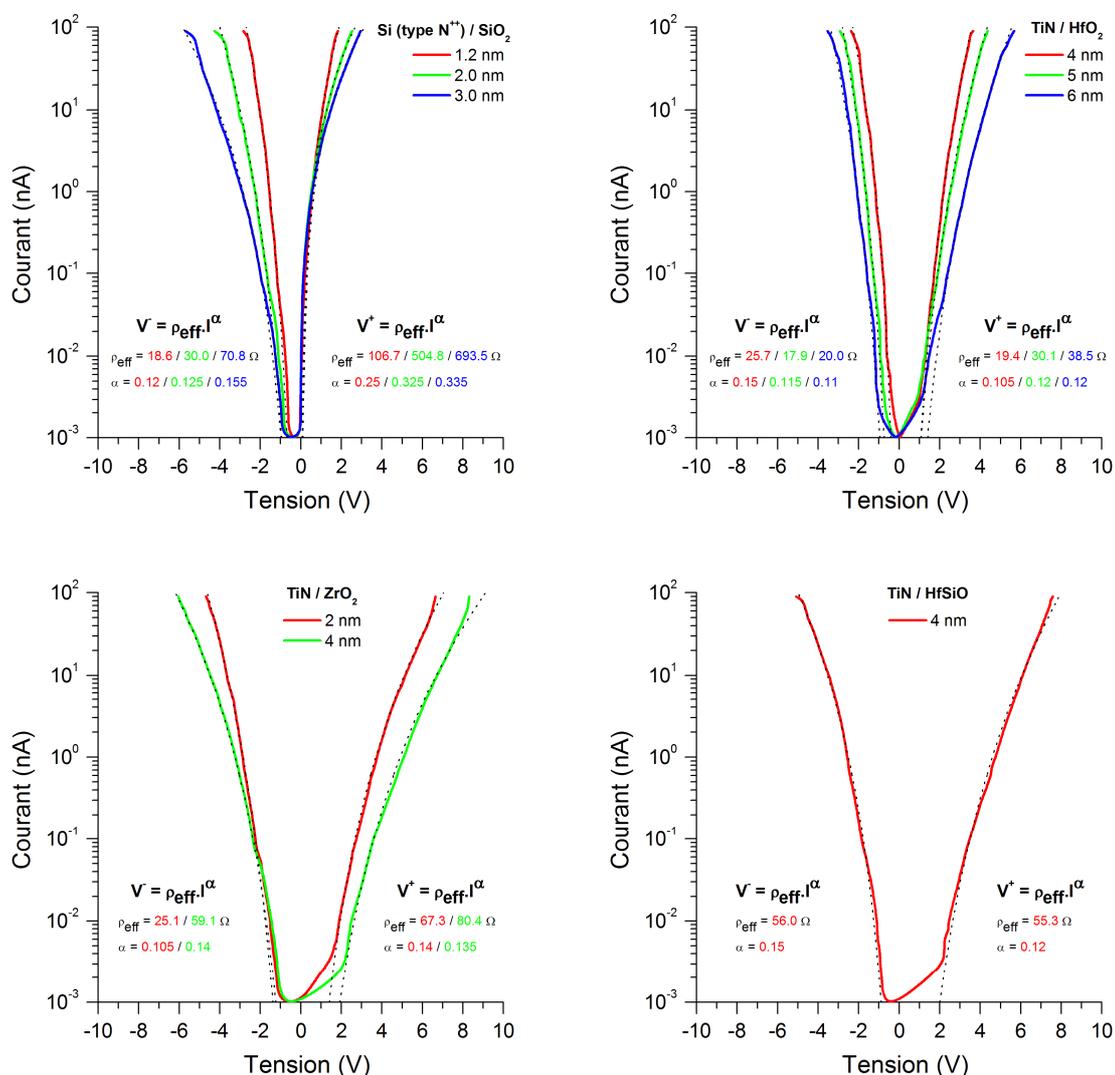


Figure 4.28 : caractéristiques I-V des CNAC pour les différents matériaux, ainsi que les régressions (en pointillés) utilisant la loi de puissance basée sur un modèle de percolation.

Cette loi suit très bien les courbes en courant-tension relevées avec l'AFM, ce qui appuie l'hypothèse de la création d'un chemin de percolation à travers l'oxyde [Porti2003], et dont les porteurs se déplacent d'un piège vers un autre voisin très proche [Wu2006-b] [Efthymiou2007]. Une variante de cette loi montre également son bon alignement avec les mesures de CNAC [Porti2005-b].

Les valeurs de  $\rho_{eff}$  et  $\alpha$  déterminées par Houssa et Miranda sur des dispositifs MOS dont l'oxyde est de 4.2 nm sont proches de nos mesures. Ainsi ils trouvent un paramètre  $\alpha$  compris entre 0.30 et 0.32, tandis que  $\rho_{eff}$  serait compris entre 200 et 700  $V.A^{-\alpha}$  (et serait fonction de la quantité de charges injectées). Notre échantillon se rapprochant le plus du leur nous indique  $\alpha \sim 0.33$  et  $\rho_{eff} \sim 693 V.A^{-\alpha}$ .

Cette loi en puissance basée sur la théorie d'un courant de percolation, traversant l'oxyde par saut de charge entre deux pièges voisins [Wu2006-b], reste néanmoins un

excellent modèle pour sa simplicité et la tendance générale du courant très bien suivie, pour plusieurs matériaux et à différentes épaisseurs.

Diverses études sur le piégeage de charges sous l'application d'un courant de type tunnel [*Chen1998*] ont été menées par le passé, et toutes conduisent vers la modification du courant traversant l'oxyde [*Shatzkes1978*] [*Zous1999*] [*Luo2006*]. Ce phénomène, parfois comparé au soft-breakdown par les différents auteurs, tiens compte de la densité de défauts présents dans l'oxyde (donneurs ou accepteurs de charges) mais également du temps de charge appliqué aux bornes de la capacité lors de mesures de TDDB, puisque le piégeage de charges pourrait modifier les propriétés électriques locales de l'oxyde, comme par exemple modifier la forme de la barrière selon le signe des charges injectées [*Lopez-Villanueva1991*] [*ElRharbi1994*] [*Rosenbaum1996*] [*Thèse-Aziz2006*]. La valeur de la permittivité peut également se voir modifiée localement [*Besset2003*].

## 4.5 – Effet de la polarisation

## 4.5.1 – Cyclages expérimentaux

La figure 4.29 représente différentes caractéristiques I-V. Les empilements de Si (type P et N) / SiO<sub>2</sub>, TiN / ZrO<sub>2</sub> et TiN / HfSiO sont ici succinctement représentés, permettant d'observer le cycle hystérésis de chacun selon le sens de départ du cycle. Le courant de fuite augmente après un claquage, laissant envisager une dégradation locale des propriétés isolantes de l'oxyde.

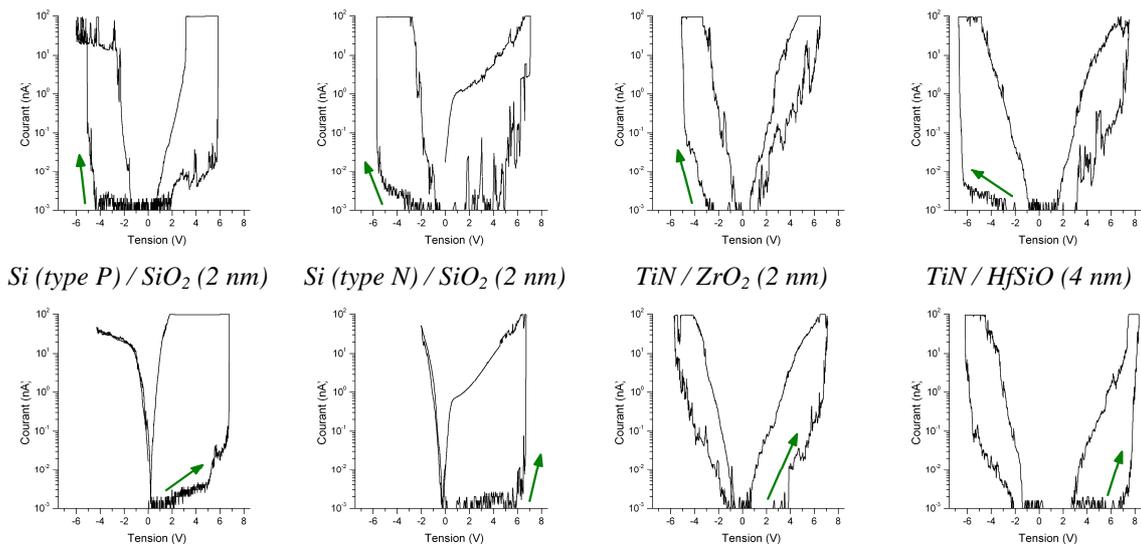


Figure 4.29 : cycles de caractéristiques I-V effectués sur plusieurs matériaux en fonction du sens de départ du cycle.

Nous noterons toutefois les caractéristiques particulières réalisées sur Si (type P ou N) / SiO<sub>2</sub> (2 nm) et dont le départ du cycle se déroule vers les tensions positives. Ainsi il n'y a pas de second claquage lors du cycle retour (indirect), et les nouvelles caractéristiques aller / retour se superposent. Il est possible que l'oxyde ait définitivement claqué (HBD), puis que l'on observe les propriétés semiconductrices d'un substrat de Si type P ( $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ ) ou N ( $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ).

La figure 4.30 expose cette fois-ci les différents cycles observés sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm), selon une échelle linéaire du courant. Ainsi sur le graphique de gauche nous pouvons voir que les claquages se succèdent sans destruction irréversible de l'oxyde, laissant chacun observer un CNAC. Le graphique de droite expose la situation où un claquage de type HBD se produit au milieu du cycle.

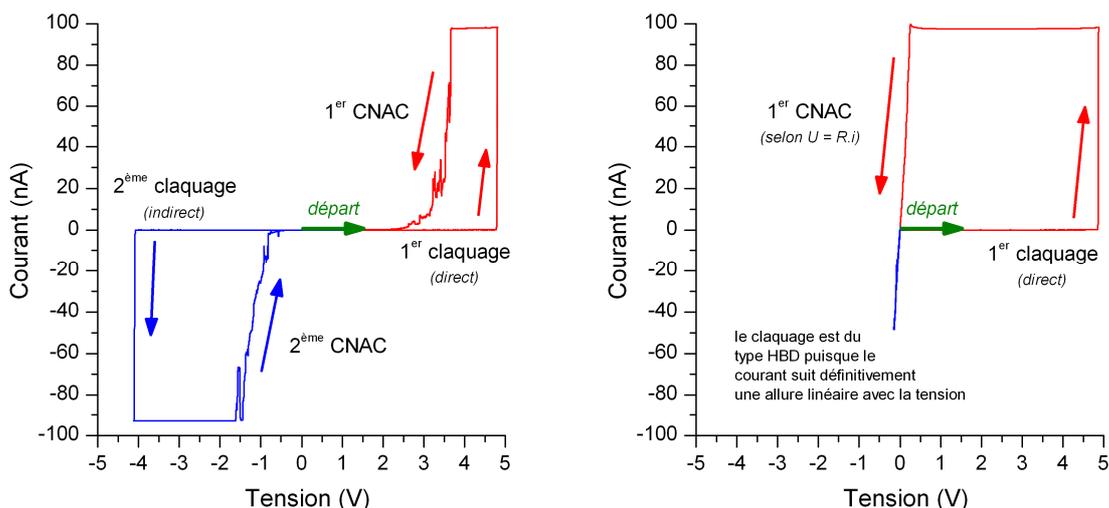


Figure 4.30 : cycles de caractéristiques I-V effectués sur TiN / HfO<sub>2</sub> (4 nm). A gauche le cycle se poursuit après chaque claquage, alors qu'à droite un claquage HBD est survenu.

Comme dans le cas des tensions de claquage, autant pour leur dispersion que pour leur nature réversible ou non, le sens d'injection premier influe beaucoup sur les propriétés électriques de l'oxyde ou sur la création de défauts et pièges [Buchanan1991] [DiMaria1996] [Mondon2003] [Aguilera2007]. Nous rappelons sur la figure 4.31 le principe des successions de mesures avec l'effet des différentes polarisations effectuées lors d'un cycle.

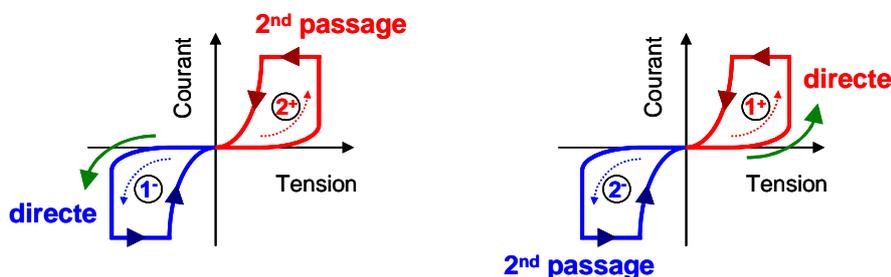


Figure 4.31 : schéma de principe du sens et de l'ordre des mesures, avec à gauche un début de cycle vers les tensions négatives, et à droite vers les tensions positives.

Dans le cas présent des mesures du courant, nous avons relevé la dispersion en tension des courants aller et retour notés 1<sup>-</sup>, 1<sup>+</sup>, 2<sup>-</sup> et 2<sup>+</sup>. Nous représentons cette fois-ci en rouge les mesures aux tensions positives, et en bleu celles négatives. L'indice 1 représente une mesure directe, l'indice 2 une mesure indirecte (2<sup>nd</sup> passage).

#### 4.5.2 – Dispersion

Ce cycle se faisant succéder deux claquages n'a pu être observé qu'à l'échelle nanométrique, où il semble que l'oxyde garde certaines propriétés isolantes. Rappelons que dans le cas standard (macroscopique) tous les claquages se terminent par un court-circuit des deux électrodes (HBD). Les graphiques de la figure 4.32 représentent, à gauche d'une part, les tensions de claquage pour des tensions négatives (injection d'électrons depuis le substrat), puis à droite celles aux tensions positives, pour le TiN / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm). Les cercles pleins correspondent aux mesures directes (tensions de claquage sur un oxyde

« frais »), tandis que les cercles vides sont les mesures indirectes (l'oxyde ayant déjà claqué à la tension inverse).

Nous noterons  $V_{bd1}$  la tension de claquage directe sur un oxyde « frais », et  $V_{bd2}$  la tension de claquage indirecte, mesurée après qu'un premier claquage ait eu lieu en sens opposé. Les exposants + ou – indiqueront ensuite le signe de la tension appliquée.

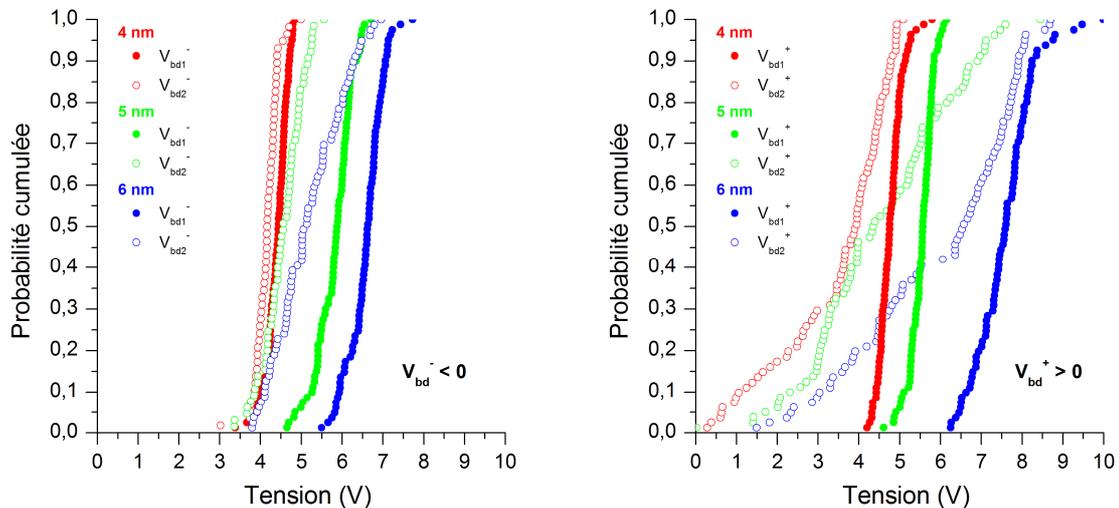


Figure 4.32 : distribution des tensions de claquage pour le TiN / HfO<sub>2</sub> (4, 5 et 6 nm). A gauche les mesures aux tensions négatives, à droite positives. Les courbes aux cercles vides correspondent aux secondes tensions de claquage ( $V_{bd2}$ ), après qu'un premier claquage ( $V_{bd1}$ ) à la tension inverse ait déjà été effectué.

Aux deux polarisations, nous observons des tensions de claquage directes  $V_{bd1}$  qui sont peu dispersées puisque l'oxyde est considéré comme « frais ».

Si l'on regarde le graphique de gauche de la figure 4.32 correspondant aux claquages négatifs ( $V_{bd}^-$ ), on s'aperçoit qu'il y a peu de différences entre les mesures directes ( $V_{bd1}^-$ ) et indirectes ( $V_{bd2}^-$ ). Par conséquent le premier claquage  $V_{bd1}^+$  n'influence que très peu le second  $V_{bd2}^-$  et seule une légère dispersion supplémentaire ajoutée à une baisse de la tension de claquage intervient dans ce cas là.

Par contre en regardant le graphique de droite de la figure 4.32 ( $V_{bd}^+$ ), on s'aperçoit que les tensions de claquage indirectes ( $V_{bd2}^+$ ) sont très fortement dispersées par rapport aux  $V_{bd1}^+$ . Par conséquent le premier claquage  $V_{bd1}^-$  dégrade énormément les propriétés diélectriques de l'oxyde.

Concernant maintenant la dispersion des mesures de courant, le chapitre précédent a montré une très forte dispersion du courant noté  $2^+$  (cf. figure 4.31). La figure 4.33 reprend cette observation dans le cas du TiN / HfO<sub>2</sub>. Les courants mesurés lors d'une mesure directe (notés  $1^-$  et  $1^+$ ) possèdent une très faible dispersion puisque l'oxyde est considéré comme « frais ».

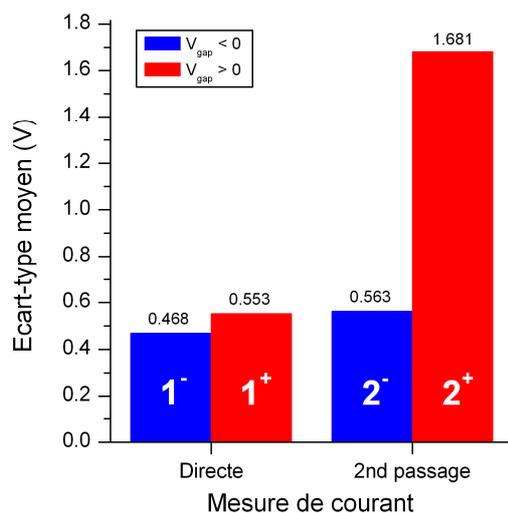


Figure 4.33 : écart-type moyen du courant selon la polarité et l'ordre historique d'injection (direct ou indirect), ici pour TiN / HfO<sub>2</sub>.

Rappelons qu'après un premier claquage  $V_{bd1}^+$ , le claquage suivant  $V_{bd2}^-$  conserve l'allure générale définissant la rupture diélectrique, c'est-à-dire subissant une brusque augmentation du courant (cf. figure 3.43). Cette caractéristique est semblable à celle observée sur un oxyde frais, mais il s'agit pourtant de la mesure notée 2<sup>-</sup> qui est très peu dispersée. Par ailleurs les claquages  $V_{bd2}^+$  ont une allure dégradée du modèle définissant la rupture diélectrique puisque la montée en courant se fait par sauts successifs, générant alors un plus grand niveau de fuite à travers l'oxyde (cf. figure 3.43). Cette fois-ci il s'agit de la mesure très dispersée notée 2<sup>+</sup> (figure 4.33).

Rappelons maintenant la proportion nettement plus importante de claquage HBD survenant aux tensions positives ( $V_{bd1}^+$ ). En effet, 95 % de ceux-ci surviennent après une telle polarisation (cf. § 3.3.2.c). De plus, chacun de ces claquages apporte une modification de la topographie puisque l'on y observe une bosse de quelques nanomètres de haut. D'après la théorie du DBIE (cf. § 4.2), une forte élévation de température localisée au point de claquage en serait la cause.

Notre étude est cependant limitée par l'absence de mesures successives pour une même polarisation. En effet, jusque là notre cycle se faisait se succéder une mesure positive puis négative (ou l'inverse). Néanmoins nous pouvons avec nos résultats exposer un point de vue intéressant sur la dégradation et la création du chemin conducteur à travers l'oxyde selon le sens d'injection des électrons, et pour cela nous devons poser certaines hypothèses.

Supposons que la dispersion des tensions de claquage  $V_{bd2}$  soit corrélée à la dispersion spatiale des chemins de conduction. Ces derniers sont causés par le transfert d'électrons au travers de l'interface diélectrique / électrode. Le nombre de chemins doit donc croître avec la surface concernée par ce transfert. Plus cette surface est grande, plus le nombre de chemins croît et donc la dispersion spatiale des chemins de conduction croît avec la surface de transfert, ce que l'on a représenté sur le schéma de la figure 4.34.

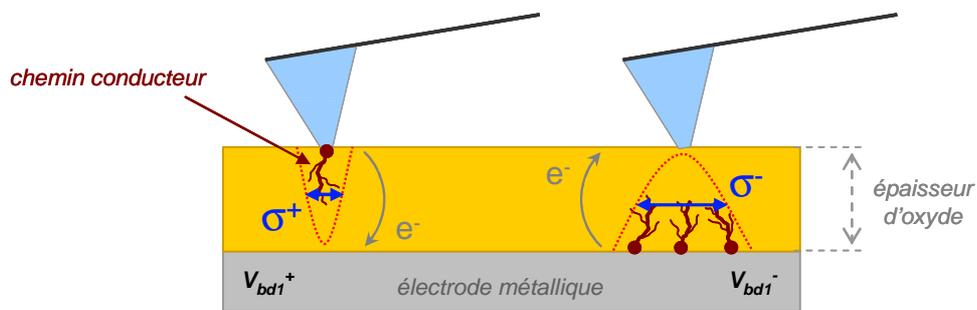


Figure 4.34 : schéma de la création de chemins de conduction à travers l'oxyde, en fonction du sens d'injection des électrons et de la polarisation des claquages directs ( $V_{bd1}$ ).

Dans le cas de l'oxyde frais,  $V_{bd1}$  présente une dispersion similaire quel que soit le sens de polarisation. Si désormais nous avons  $V_{bd1}^-$  (par définition on aura  $V_{bd2}^+$ ), on suppose que les chemins sont créés à partir de l'électrode inférieure et sont liés à l'injection d'électrons à partir du substrat (figure 4.34). Dans ce cas la surface concernée est probablement plus grande que celle de l'électrode supérieure (pointe), et il en résulte une dispersion spatiale  $\sigma^-$  des chemins de conduction. Dans le cas opposé c'est-à-dire pour  $V_{bd1}^+$ , les chemins sont cette fois créés à partir de la pointe qui présente une surface moindre et entraîne par conséquent une dispersion  $\sigma^+ < \sigma^-$  des chemins. Comme  $\sigma^-$  correspond à  $V_{bd1}^-$  et  $\sigma^+$  à  $V_{bd1}^+$  alors la dispersion de  $V_{bd2}^+$  doit être supérieure à la dispersion de  $V_{bd2}^-$ , ce qui se vérifie expérimentalement. Ce point de vue présente cependant une difficulté dans la compréhension des dispersions mesurées par rapport à l'hypothèse de la surface occupée par les chemins. En effet, en considérant une section des chemins non négligeable devant l'épaisseur d'oxyde, ceux-ci ne devraient pas être aussi nombreux qu'espéré pour atteindre une telle dispersion.

Nous pouvons cependant émettre d'autres hypothèses dans le but de comprendre cette dégradation de l'oxyde non symétrique du point de vue de la polarisation. Ainsi le problème de symétrie auquel nous faisons face pourrait cette fois-ci être corrélé à la nature différente des électrodes (diamant et TiN), plutôt que sur leur surface effective (pointe / oxyde, ou oxyde / substrat).

Reprenons nos premières observations et supposons qu'il reste après claquage une épaisseur d'oxyde « frais ». Il s'agirait du cas où l'on observe une tension  $V_{bd2} < V_{bd1}$ , et où la tension de claquage  $V_{bd2}$  se déclencherait selon le modèle classique de la rupture diélectrique, c'est-à-dire en subissant une brusque augmentation du courant. Nous ne retrouvons ces observations précises que dans le cas d'un claquage  $V_{bd1}^+$  puis  $V_{bd2}^-$  (cf. figure 3.43). Par contre dans le cas inverse ( $V_{bd1}^-$  puis  $V_{bd2}^+$ ) nous observons de fortes fuites du courant et la tension  $V_{bd2}^+$  est atteinte par sauts successifs du courant. Ceci nous amène à la seconde hypothèse, où des défauts auraient été créés dans le volume d'oxyde. Jouant le rôle de pièges à électrons ils favoriseraient une conduction par saut de proche en proche, et nous n'observerions plus de montée brusque du courant jusqu'au claquage. La dispersion traduirait alors le fait qu'un électron rencontre ou non un piège sur son parcours.

Bien que nous ne puissions déterminer la nature des dits défauts, le problème non symétrique observé pour le courant menant au claquage  $V_{bd2}$  laisse supposer que ces défauts soient injectés par l'une ou l'autre électrode. Dans notre cas ils auraient été induits lors d'un claquage  $V_{bd1}^-$  c'est-à-dire pour des électrons se déplaçant du substrat vers la pointe. Ils pourraient alors provenir du substrat de silicium, de l'électrode métallique, ou des différentes interfaces. Nous schématisons ce point de vue sur la figure 4.35.

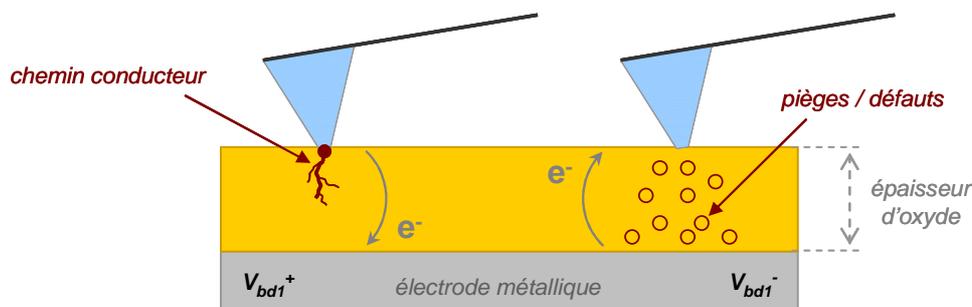


Figure 4.35 : schéma de la dégradation ou de la création d'un chemin conducteur à travers l'oxyde, en fonction du sens d'injection menant au premier claquage ( $V_{bd1}$ ).

Dans les deux cas (cf. figures 4.34 et 4.35), la création d'un « unique » chemin après  $V_{bd1}^+$  coïnciderait avec l'observation pour cette polarisation de 95 % des claquages HBD. La plus forte densité de courant apporterait un effet Joule plus important, d'où l'on en tire également le gonflement du substrat (DBIE) et l'apparition des bosses. Ceci pourrait s'expliquer soit par l'effet de pointe [Coelho], soit par la différence des travaux de sortie (cf. § 4.1.3), qui induisent une densité de courant supérieure en polarisation positive. Toutefois, ceci ne remet pas en cause la densité de défauts intrinsèques déterminée au § 4.1.6 puisque celle-ci a été calculée à partir des tensions de claquage directes ( $V_{bd1}$ ), c'est-à-dire obtenues sur un oxyde frais. La surface de la capacité micrométrique étant grande devant la section du filament, la densité de courant dans ce dernier est beaucoup plus grande que pour une capacité nanométrique. Ainsi c'est l'élévation de la température par effet joule qui serait responsable du HBD systématique lors des mesures micrométriques et occasionnel pour les capacités nanométriques.

Les courants nanométriques après claquage (CNAC) observés systématiquement pour tous les matériaux étudiés ici suggèrent un effet d'hystérésis (cf. figures 4.29 et 4.30). Une suite naturelle de ce travail serait donc d'entreprendre des balayages en tension répétés. L'explication de l'effet d'hystérésis dans l'hypothèse du chemin de percolation serait probablement la création du filament conducteur réversible tant que l'effet Joule reste limité du fait de la faible surface des électrodes. Cet effet de réversibilité peut probablement s'apparenter à un effet dit de forming [Deamaley1970] utilisé dans les ReRAM (**R**esistive **R**andom **A**ccess **M**emory).

## Conclusion générale

Cette étude s'inscrivait dans le cadre des mesures électriques par sonde locale. Celles-ci présentent en principe deux avantages. Du point de vue pratique il est intéressant de pouvoir évaluer la fiabilité et le courant de fuite des diélectriques sans la réalisation coûteuse de structures intégrées. D'un point de vue plus fondamental nous souhaitons pouvoir observer et mesurer la rigidité diélectrique et les courants de fuite à l'échelle nanométrique.

La question de départ de cette étude était donc d'évaluer à quel point les mesures effectuées aux deux échelles nanométrique et standard ( $\mu\text{m}^2$  au  $\text{mm}^2$ ) étaient comparables, et par la suite ce que les mesures à l'échelle nanométrique pourraient apporter par rapport au cas standard. Pour cela, nous avons utilisé un AFM en mode de conduction (C-AFM) fonctionnant sous ultravide, puis mis au point un protocole expérimental nécessitant l'optimisation de la préparation des échantillons, des contacts et des pointes. Par exemple nous avons vérifié la nécessité d'utiliser des pointes diamant dopé B (plutôt que des pointes PtIr) pour obtenir des mesures de courant cohérentes et reproductibles.

Nous avons ensuite effectué des comparaisons systématiques entre des échantillons standards de capacités MIM et MOS de qualité industrielle et des films minces correspondants par C-AFM. Les mesures aux deux échelles s'avèrent comparables si l'on considère que la surface de contact entre la pointe AFM et le diélectrique est de l'ordre du  $\text{nm}^2$ .

Nous nous sommes focalisés sur la comparaison des champs de claquage aux deux échelles en mettant au point des cartographies de courant à l'aide du C-AFM. Ces cartographies ont été ensuite comparées systématiquement aux cartographies de claquage effectuées sur des plaques de 200 et 300 mm comportant les structures MIM et MOS standards correspondantes.

Nous avons pu démontrer expérimentalement que l'ensemble des mesures de valeurs des tensions de claquage suivait la même loi de probabilité de Weibull, pour une surface de contact entre pointe et surface de l'oxyde variant entre 1 et  $10 \text{ nm}^2$  selon la rugosité du substrat. Ce résultat concerne aussi bien les structures MOS (Si type P et N /  $\text{SiO}_2$ ) que MIM  $\text{TiN} / \text{HfO}_2$ ,  $\text{TiN} / \text{HfSiO}$  et  $\text{TiN} / \text{ZrO}_2$ . Autrement dit la distribution de champ de claquage entre les surfaces nanométrique et standard suit une loi d'échelle dont la puissance est le rapport des surfaces, et cela jusqu'à l'échelle du  $\text{nm}^2$ . En conséquence le nombre de sites pouvant donner lieu au claquage reste important même à l'échelle nanométrique car sinon la loi d'échelle ne serait pas vérifiée expérimentalement. Ainsi pour une surface de l'ordre du  $\text{nm}^2$ , on évalue à  $\sim 3 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$  la densité de défauts responsables du claquage qui est très proche de la densité atomique typique d'un solide. Le champ de claquage mesuré par C-AFM serait donc très proche du champ de claquage intrinsèque de l'oxyde. De fait, les champs de claquage moyens mesurés à l'échelle nanométrique sont typiquement deux à trois fois supérieurs à leurs équivalents mesurés sur des structures standards. Ces observations ont pour conséquence qu'une interprétation physique de la rupture diélectrique doit rendre compte des densités de sites et des valeurs de champs mesurées à cette échelle et non à l'échelle standard. Finalement le C-AFM se comporte comme un microscope statistique dont le grossissement est le rapport des échelles.

L'utilité du microscope réside aussi dans la possibilité d'observer des phénomènes inaccessibles aux échelles standards. Dans le cas présent l'observation est celle d'un

courant après claquage qui contrairement aux observations standards n'est pas ohmique (dans certains cas on observe bien un courant ohmique qui correspond au cas standard pour une résistance inversement proportionnelle à la surface de contact et qui suit donc l'échelle des surfaces). Ce courant que nous avons dénommé CNAC (Courant Nanoscopique Après Claquage) possède la propriété d'être quasi-indépendant de l'épaisseur d'oxyde. Les caractéristiques courants-tensions sont en effet pratiquement identiques pour des épaisseurs variant entre 4 et 6 nm de  $\text{HfO}_2$  par exemple. Pour ces épaisseurs le courant devrait fortement dépendre de l'épaisseur ce qui nous a poussé à considérer l'hypothèse d'un courant filamentaire. Deux modèles théoriques permettant de reproduire ce courant ont été utilisés. Dans les deux cas l'hypothèse d'un courant filamentaire s'est avérée en accord avec l'expérience. Ce courant est en partie réversible lorsque l'on inverse le sens de balayage en tension après claquage et cela pour toutes les structures MOS et MIM étudiées. Le fait qu'un courant filamentaire ne s'observe pas à l'échelle standard s'expliquerait par l'augmentation de la densité de courant dans le filament, supérieure dans le cas de structures standards, entraînant une augmentation considérable de sa température. Après les mesures de claquage, on observe une image qui correspond à des bosses en chaque point de mesure des cartographies. L'image de cette bosse demeure identique quel que soit la polarisation de la pointe, excluant un effet de charge. Cette observation a déjà été expliquée par un effet d'épitaxie du substrat assistée par claquage (DBIE) et nécessite le passage d'un courant dans un filament conducteur traversant l'oxyde jusqu'au substrat, ce qui confirme aussi l'hypothèse filamentaire. Finalement on peut conclure avec un degré de confiance raisonnable que le C-AFM sous ultravide permet de mettre en évidence et de caractériser un courant filamentaire qui est à l'origine de la rupture diélectrique et dont la réversibilité observée à l'échelle nanométrique reste à confirmer.

En résumé les objectifs de cette thèse ont été atteints. La loi d'échelle de la statistique des champs de claquage montre que l'utilisation de notre méthode à la fiabilité des oxydes de grille et des oxydes pour condensateurs MIM-DRAM sans étapes coûteuses de photolithographie et gravure est possible en principe. A condition d'étendre ces mesures sur des équipements industriels sans les contraintes de l'ultravide, cette méthode pourrait permettre des gains de productivité substantiels. Du point de vue de la compréhension des mécanismes de claquage, les mesures réalisées à l'échelle nanométrique nous ont apporté des valeurs de densités de sites de claquage et de champs de claquage jusqu'alors ignorées, permettant ainsi que de confirmer et de caractériser les courants filamenteux à l'origine de la rupture diélectrique.

La suite logique de ce travail serait d'étudier la réversibilité nanoscopique de ce courant filamentaire et d'étudier les possibilités de contourner les contraintes de l'ultravide.

## Références

- [Achanta2007] R. S. Achanta, J. L. Plawsky, W. N. Gill ; “A time dependent dielectric breakdown model for field accelerated low-k breakdown due to copper ions” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 234106 (2007).
- [Aguilera2006] L. Aguilera, M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Charge trapping and degradation of HfO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> MOS gate stacks observed with enhanced CAFM” ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 27, N° 3 (2006).
- [Aguilera2007] L. Aguilera, E. Amat, R. Rodriguez, M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Analysis of the degradation of HfO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> gate stacks using nanoscale and device level techniques” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 84 (2007).
- [Alexeev2006] A. Alexeev, J. Loos, M. M. Koetse ; “Nanoscale electrical characterization of semiconducting polymer blends by conductive atomic force microscopy (C-AFM)” ; *Ultramicroscopy*, Vol. 106 (2006).
- [Allers2004] K. H. Allers ; “Prediction of dielectric reliability from I-V characteristics : Poole-Frenkel conduction mechanism leading to VE model for silicon nitride MIM capacitor” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 44 (2004).
- [Alvarez2004] D. Alvarez, M. Fouchier, J. Kretz, J. Hartwich, S. Schoemann, W. Vandervorst ; “Fabrication and characterization of full diamond tips for scanning spreading-resistance microscopy” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 73-74 (2004).
- [Atanassova2006] E. Atanassova, D. Spassov, A. Paskaleva ; “Influence of the metal electrode on the characteristics of thermal Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> capacitors” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 83 (2006).
- [Avellan2004] A. Avellan, E. Miranda, D. Schroeder, W. Krautschneider ; “Consistent model for the voltage and temperature dependence of the soft breakdown conduction mechanism in ultrathin gate oxides” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 72 (2004).
- [Avellan2005] A. Avellan, E. Miranda, D. Schroeder, W. Krautschneider ; “Model for the voltage and temperature dependence of the soft breakdown current in ultrathin gate oxides” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 97, 014104 (2005).
- [Bae2003] J. H. Bae, T. Ono, M. Esashi ; “Boron-doped diamond scanning probe for thermo-mechanical nanolithography” ; *Diamond and Related Materials*, Vol. 12 (2003).
- [Bailon2006] M. F. Bailon, P. F. F. Salinas, J. P. S. Arboleda ; “Application of conductive AFM on the electrical characterization of single-bit marginal failure” ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 6, N° 2 (2006).
- [Bajolet2006] A. Bajolet, R. Clerc, G. Pananakakis, E. Picollet, N. Segura, S. Boret, S. Bruyère, J. P. Manceau, J. C. Giraudin, P. Delpech, L. Montès, G. Ghibaudo ; “Modeling and optimization of series resistance of planar MIM capacitors” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 50 (2006).
- [Beale1988] P. D. Beale, P. M. Duxbury ; “Theory of dielectric breakdown in metal-loaded dielectrics” ; *Physical Review B*, Vol. 37, 2785 (1988).
- [Bécu2006] S. Bécu, S. Crémer, J. L. Autran ; “Microscopic model for dielectric constant in metal-insulator-metal capacitors with high-permittivity metallic oxides” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 052902 (2006).
- [Belaidi1996] S. Belaidi, P. Girard, G. Leveque ; “Electrostatic forces acting on the tip in atomic force microscopy : Modelization and comparison with analytic expressions” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 81, N° 3 (1997).
- [Benstetter2002] G. Benstetter, W. Frammelsberger, T. Schweinboeck, R. J. Stamp, J. Kiely ; “Conducting atomic force microscopy studies for reliability evaluation of ultrathin SiO<sub>2</sub> films” ; *IEEE* (2002).
- [Berman1981] A. Berman ; “Time-zero dielectric reliability test by a ramp method” ; *IEEE-IRPS* (1981).
- [Bersuker2000] G. Bersuker, Y. Jeon, G. Gale, J. Guan, H. R. Huff ; “Modeling trap generation process in thin oxides” ; *IEEE* (2000).
- [Besset2003] C. Besset, S. Bruyère, S. Blonkowski, S. Crémer, E. Vincent ; « MIM capacitance variation under electrical stress » ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 43 (2003).

- [Beuret2000] C. Beuret, T. Akiyama, U. Staufer, N. F. de Rooij, P. Niedermann, W. Hänni ; “Conical diamond tips realized by a double-molding process for high-resolution profilometry and atomic force microscopy applications” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 76, N° 12 (2000).
- [Binnig1986] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel ; “Surface studies by Scanning Tunnelling Microscopy” ; *Physical Review Letters*, Vol. 49, 57 (1982).
- [Binnig1986] G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber ; “Atomic Force Microscopy” ; *Physical Review Letters*, Vol. 56, 930 (1986).
- [Blasco2005] X. Blasco, M. Nafria, X. Aymerich, W. Vandervorst ; “Comparison of SiO<sub>2</sub> and HfO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> gate stacks electrical behaviour at a nanometre scale with CAFM” ; *Electronics Letters*, Vol. 41, N° 12 (2005).
- [Blasco2005-b] X. Blasco, M. Nafria, X. Aymerich, J. Pétry, W. Vandervorst ; “Nanoscale post-breakdown conduction of HfO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> MOS gate stacks studied by enhanced-CAFM” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 52, N° 12 (2005).
- [Blasco2005-c] X. Blasco, M. Nafria, X. Aymerich, J. Pétry, W. Vandervorst ; “Breakdown spots of ultra-thin (EOT < 1.5 nm) HfO<sub>2</sub> / SiO<sub>2</sub> stacks observed with enhanced-CAFM” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 45 (2005).
- [Blonkowski2001] S. Blonkowski, M. Regache, A. Halimaoui ; “Investigation and behaviour of the electrical properties of metal-oxide-metal structures formed from chemical vapour deposited Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 90, N° 3 (2001).
- [Blonkowski2007] S. Blonkowski ; “Nonlinear capacitance variations in amorphous oxide metal-insulator-metal structures” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 172903 (2007).
- [Brassard2006] D. Brassard, D. K. Sarkar, M. A. El Khakani, L. Ouellet ; “Compositional effect on the dielectric properties of high-k titanium silicate thin films deposited by means of a cosputtering process” ; *Journal of Vacuum Science and Technology A*, Vol. 24, N° 3, 600 (2006).
- [Brisbin2002] D. Brisbin, P. Chaparala ; “Influence of test techniques on soft breakdown detection in ultra-thin oxides” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 42 (2002).
- [Buchanan1991] D. A. Buchanan ; “Polarity dependence of hot-electron-induced trap creation in metal-oxide-semiconductor capacitors” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 60, N° 2 (1992).
- [Cacciato2001] A. Cacciato, S Evseev, H. Valk ; “Evolution from soft to hard breakdown in thin gate oxides : effect of oxide thickness, capacitor area and stress current” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 45 (2001).
- [Callegari2001] A. Callegari, E. Cartier, M. Gribelyuk, H. F. Okorn-Schmidt, T. Zabel ; “Physical and electrical characterization of Hafnium oxide and Hafnium silicate sputtered films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 90, N° 12 (2001).
- [Campera2007] A. Campera, G. Iannaccone, F. Crupi ; “Modeling of tunnelling currents in Hf-based gate stacks as a function of temperature and extraction of material parameters” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 54, N° 1 (2007).
- [Chaparala1996] P. Chaparala, J. S. Suehle, C. Messick, M. Roush ; “Electric field dependent dielectric breakdown of intrinsic SiO<sub>2</sub> films under dynamic stress” ; *IEEE* (1996).
- [Chen1998] C. Chen, W. L. Wilson, M. Smayling ; “Tunneling induced charge generation in SiO<sub>2</sub> thin films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 83, N° 7 (1998).
- [Chen2000] M. J. Chen, T. K. Kang, C. H. Liu, Y. J. Chang, K. Y. Fu ; “Oxide thinning percolation statistical model for soft breakdown in ultrathin gate oxides” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 77, N° 4 (2000).
- [Chen2007] C. H. Chen, I. Y. K. Chang, J. Y. M. Lee, F. C. Chiu, Y. K. Chiouand, T. B. Wu ; “Reliability properties of metal-oxide-semiconductor capacitors using HfO<sub>2</sub> high-k dielectric” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 123507 (2007).
- [Chiu1997] F. C. Chiu, J. J. Wang, J. Y. M. Lee, S. C. Wu ; “Leakage currents in amorphous Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 81, N° 10 (1997).
- [Chuang2004] J. H. Chuang, J. C. Lee ; “Conductive atomic force microscopy application on leaky contact analysis and characterization” ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 4, N° 1 (2004).
- [Cleary1969] R. E. Cleary, C. Ammann ; “Testing of high-emittance coatings” ; *NASA* (1969).

- [Condorelli2006] G. Condorelli, S. A. Lombardo, F. Palumbo, K. L. Pey, C. H. Tung, L. J. Tang ; “Structure and conductance of the breakdown spot during the early stages of progressive breakdown” ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 6, N° 4 (2006).
- [Coelho] R. Coelho, B. Aladenize ; « Les diélectriques » ; *Hermes* (1993).
- [Crupi2005] F. Crupi, T. Kauerauf, R. Degraeve, L. Pantisano, G. Groeseneken ; “A novel methodology for sensing the breakdown location and its application to the reliability study of ultrathin Hf-silicate gate dielectrics” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 52, N° 8 (2005).
- [Darma2003] Y. Darma, S. Miyazaki ; “Characterization of electronic transport through Si dot with Ge core using AFM conducting probe” ; *International Microprocesses and Nanotechnology Conference, Tokyo* (2003).
- [Das2003] J. Das, R. Degraeve, G. Groeseneken, S. Stein, H. Kohlstedt, G. Borghs, J. De Boeck ; “Statistical model for prebreakdown current jumps and breakdown caused by single traps in magnetic tunnel junctions” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 94, N° 4 (2003).
- [Dearnaley1970] G. Dearnaley, A. M. Stoneham, D. V. Morgan ; “Electrical phenomena in amorphous oxide films” ; *Reports on Progress in Physics*, Vol. 33, 1129 (1970).
- [Degraeve1995] R. Degraeve, G. Groeseneken, I. De Wolf, H. E. Maes ; “Oxide and interface degradation and breakdown under medium and high field injection conditions : a correlation study” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 28 (1995).
- [Degraeve1995-b] R. Degraeve, G. Groeseneken, R. Bellens, M. Depas, H.E. Maes ; “A consistent model for the thickness dependence of intrinsic breakdown in ultra-thin oxides” ; *IEEE-IEDM*, 863 (1995).
- [Degraeve1996] R. Degraeve, P. Roussel, G. Groeseneken, H. E. Maes ; “A new analytic model for the description of the intrinsic oxide breakdown statistics of ultra-thin oxides” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 36, N° 11-12 (1996).
- [Degraeve1996-b] R. Degraeve, P. Roussel, J. L. Ogier, G. Groeseneken, H. E. Maes ; “A new statistical model for fitting bimodal oxide breakdown distributions at different field conditions” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 36, N° 11-12 (1996).
- [Degraeve1996-c] R. Degraeve, J. L. Ogier, R. Bellens, P. Roussel, G. Groeseneken, H. E. Maes ; “On the field dependence of intrinsic and extrinsic time-dependent dielectric breakdown” ; *IEEE* (1996).
- [Degraeve1998] R. Degraeve, J. L. Ogier, R. Bellens, P. J. Roussel, G. Groeseneken, H. E. Maes ; “A new model for the field dependence of intrinsic and extrinsic time-dependent dielectric breakdown” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 45, N° 2 (1998).
- [Degraeve1998-b] R. Degraeve, G. Groeseneken, R. Bellens, J. L. Ogier, M. Depas, P. J. Roussel, H. E. Maes ; “New insights in the relation between electron trap generation and the statistical properties of oxide breakdown” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 45, N° 4 (1998).
- [Degraeve1999] R. Degraeve, B. Kaczer, G. Groeseneken ; “Degradation and breakdown in thin oxide layers : mechanisms, models and reliability prediction” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 39 (1999).
- [Degraeve2000] R. Degraeve, B. Kaczer, G. Groeseneken ; “Ultra-thin oxide reliability : searching for the thickness scaling limit” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 40 (2000).
- [Deloffre2005] E. Deloffre, L. Montès, G. Ghibaudo, S. Bruyère, S. Blonkowski, S. Bécu, M. Gros-Jean, S. Crémer ; « Electrical properties in low temperature range (5 K – 300 K) of Tantalum oxide dielectric MIM capacitors » ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 45 (2005).
- [Diederich1998] L. Diederich, O. M. Küttel, P. Aebi, L. Schlapbach ; “Electron affinity and work function of differently oriented and doped diamond surfaces determined by photoelectron spectroscopy” ; *Surface Science*, Vol. 418, N° 1, 219 (1998).
- [DiMaria1993] D. J. DiMaria, E. Cartier, D. Arnold ; “Impact ionization, trap creation, degradation, and breakdown in silicon dioxide films on silicon” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 73, 3367 (1993).
- [DiMaria1996] D. J. DiMaria ; “Explanation for the polarity dependence of breakdown in ultrathin silicon dioxide films” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 68, N° 21 (1996).
- [DiMaria1997] D. J. DiMaria, J. H. Stathis ; “Explanation for the oxide thickness dependence of metal-oxide-semiconductor structures” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 70, N° 20 (1997).

- [DiMaria1997-b] D. J. DiMaria, J. H. Stathis ; “Ultimate limit for defect generation in ultra-thin silicon dioxide” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 71, N° 22 (1997).
- [DiMaria1997-c] D. J. DiMaria ; “Defect production, degradation, and breakdown of silicon dioxide films” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 41, N° 7 (1997).
- [DiStefano1976] T. H. DiStefano, M. Shatzkes ; “Dielectric instability and breakdown in SiO<sub>2</sub> thin films” ; *Journal of Vacuum Science and Technology*, Vol. 13, N°1, 50 (1976).
- [Dufourcq2007] J. Dufourcq, P. Mur, M. J. Gordon, S. Minoret, R. Coppard, T. Baron ; “Metallic nanocrystals for flash memories” ; *Materials Science and Engineering C*, Vol. 27 (2007).
- [Dufourcq2008] J. Dufourcq, S. Bodnar, G. Gay, D. Lafond, P. Mur, G. Molas, J. P. Nieto, L. Vandroux, L. Jodin, F. Gustavo, T. Baron ; “High density platinum nanocrystals for non-volatile memory applications” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 92, 073102 (2008).
- [Dumin1994] D. J. Dumin, J. R. Maddux, R. S. Scott, R. Subramoniam ; “A model relating wearout to breakdown in thin oxides” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 41, N° 9 (1994).
- [Duschl2007] R. Duschl, M. Kerber, A. Avellan, S. Jakschik, U. Schroeder, S. Kudelka ; “Reliability aspects of Hf-based capacitors : Breakdown and trapping effects” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 47 (2007).
- [Efthymiou2007] E. Efthymiou, S. Bernardini, S. N. Volkos, B. Hamilton, J. F. Zhang, H. J. Uppal, A. R. Peaker ; “Reliability nano-characterization of thin SiO<sub>2</sub> and HfSi<sub>x</sub>O<sub>y</sub> / SiO<sub>2</sub> gate stacks” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 84 (2007).
- [ElHdiy2005] A. El Hdiy, R. Khlil, Y. Jin, S. E. Tyaginov, A. F. Shulekin, M. I. Vexler ; “An aluminium-gate metal-oxide-silicon capacitor with a tunnel-thin oxide under the bidirectional electric stress” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, 024501 (2005).
- [ElKamel2007] F. El Kamel, P. Gonon, C. Vallée ; “Experimental evidence for the role of electrodes and oxygen vacancies in voltage nonlinearities observed in high-k metal-insulator-metal capacitors” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 172909 (2007).
- [ElRharbi1994] S. Elrharbi, M. Jourdain, A. Meinertzhagen ; “Effect of  $\square$ behaviour $\square$  electrons in Fowler-Nordheim regime on the current-voltage characteristics and model of degradation of metal-oxide-semiconductor capacitors” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 76, N° 2 (1994).
- [Eriguchi1998] K. Eriguchi, M. Niwa ; “Temperature and stress polarity-dependent dielectric breakdown in ultrathin gate oxides” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 73, N° 14 (1998).
- [Fiorenza2005] P. Fiorenza, R. Lo Nigro, V. Raineri, S. Lombardo, R. G. Toro, G. Malandrino, I. L. Fragalà ; “Breakdown kinetics of Pr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films by conductive-atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 87, 231913 (2005).
- [Fiorenza2006] P. Fiorenza, V. Raineri ; “Reliability of thermally oxidized SiO<sub>2</sub> / 4H-SiC by conductive atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 212112 (2006).
- [Fiorenza2007] P. Fiorenza, R. Lo Nigro, V. Raineri, D. Salinas ; “Breakdown kinetics at nanometer scale of innovative MOS devices by conductive atomic force microscopy” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 84 (2007).
- [Fischetti1984] M. V. Fischetti ; “Generation of positive charge in silicon dioxide during avalanche and tunnel electron injection” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 57, N° 8 (1985).
- [Fleming2000] R. M. Fleming, D. V. Lang, C. D. W. Jones, M. L. Steigerwald, D. W. Murphy, G. B. Alers, Y. H. Wong, R. B. van Dover, J. R. Kwo, A. M. Sergent ; “Defect dominated charge transport in amorphous Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> thin films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 88, N° 2 (2000).
- [Frammelsberger2007] W. Frammelsberger, G. Benstetter, J. Kiely, R. Stamp ; “C-AFM-based thickness determination of thin and ultra-thin SiO<sub>2</sub> films by use of different conductive-coated probe tips” ; *Applied Surface Science*, Vol. 253 (2007).
- [Gaillard2006] N. Gaillard, L. Pinzelli, M. Gros-Jean, A. Bsiesy ; “In situ electric field simulation in metal / insulator / metal capacitors” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 89, 133506 (2006).
- [Garcia1999] R. Garcia, A. San Paulo ; “Attractive and repulsive tip-sample interaction regimes in tapping-mode atomic force microscopy” ; *Physical Review B*, Vol. 60, N° 7 (1999).
- [Garcia2002] R. Garcia, R. Pérez ; « Dynamic atomic force microscopy methods » ; *Surface Science Reports*, Vol. 47 (2002).

- [Gonon2007] P. Gonon, C. Vallée ; “Modeling of nonlinearities in the capacitance-voltage characteristics of high-k metal-insulator-metal capacitors” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 90, 142906 (2007).
- [Gordon2005] M. J. Gordon, T. Baron ; “Amplitude-mode electrostatic force microscopy in UHV : Quantification of nanocrystal charge storage” ; *Physical Review B*, Vol. 72, 165420 (2005).
- [Haase2005] G. S. Haase, E. T. Ogawa, J. W. McPherson ; “Reliability analysis method for low-k interconnect dielectrics breakdown in integrated circuits” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, 034503 (2005).
- [Halimaoui1997] A. Halimaoui, O. Brière, G. Ghibaudo ; “Quasi-breakdown in ultrathin gate dielectrics” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 36 (1997).
- [Hantschel2000] T. Hantschel, P. Niedermann, T. Trenkler, W. Vandervorst ; “Highly conductive diamond probes for scanning spreading resistance microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 76, N° 12 (2000).
- [Hantschel2001] T. Hantschel, S. Slesazek, P. Niedermann, P. Eyben, W. Vandervorst ; “Integrating diamond pyramids into metal cantilevers and using them as electrical AFM probes” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 57-58 (2001).
- [HDR-Bertin2006] F. Bertin ; « De la caractérisation optique au champ électrique : des outils au service des micro et nanotechnologies » ; HDR, Habilitation à Diriger des Recherches (2006).
- [Hickmott2006] T. W. Hickmott ; “Formation of Ohmic contacts : A breakdown mechanism in metal-insulator-metal structures” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 100, 083712 (2006).
- [Hook1986] T. B. Hook, T. P. Ma ; “High-field  $\square$ behaviour $\square$  calculations in metal-oxide-silicon capacitors incorporating the perimeter effect” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 59, N° 11 (1986).
- [Hosoi1984] T. Hosoi, M. Akizawa, S. Matsumoto ; “The effect of Fowler-Nordheim  $\square$ behaviour $\square$  current on thin SiO<sub>2</sub> metal-oxide-semiconductor capacitors” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 57, N° 6 (1985).
- [Hourdakis2006] E. Hourdakis, G. W. Bryant, N. M. Zimmerman ; “Electrical breakdown in the microscale : Testing the standard theory” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 100, 123306 (2006).
- [Houssa1998] M. Houssa, T. Nigam, P. W. Mertens, M. M. Heyns ; “Soft breakdown in ultrathin gate oxides : Correlation with the percolation theory of nonlinear conductors” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 73, N° 4 (1998).
- [Houssa1998-b] M. Houssa, T. Nigam, P. W. Mertens, M. M. Heyns ; “Model for the current-voltage characteristics of ultrathin gate oxides after soft breakdown” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 84, N° 8 (1998).
- [Houssa2000] M. Houssa, A. Stesmans, M. Naili, M. M. Heyns ; “Charge trapping in very thin high-permittivity gate dielectric layers” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 77, N° 9 (2000).
- [Houssa2000-b] M. Houssa, P. W. Mertens, M. M. Heyns, J. S. Jeon, A. Halliyal, B. Ogle ; “Soft breakdown in very thin Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> gate dielectric layers” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 44 (2000).
- [Houssa2001] M. Houssa, V. V. Afanas’ev, A. Stesmans, M. M. Heyns ; “Polarity dependence of defect generation in ultrathin SiO<sub>2</sub> / ZrO<sub>2</sub> gate dielectric stacks” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 79, N° 19 (2001).
- [Houssa2001-b] M. Houssa, M. Naili, M. M. Heyns, A. Stesmans ; “Model for the charge trapping in high permittivity gate dielectric stacks” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 89, N° 1 (2001).
- [Houssa2006] M. Houssa, L. Pantisano, L. A. Ragnarsson, R. Degraeve, T. Schram, G. Pourtois, S. De Gendt, G. Groeseneken, M. M. Heyns ; “Electrical properties of high-k gate dielectrics : Challenges, current issues, and possible solutions” ; *Materials Science and Engineering R*, Vol. 51 (2006).
- [Hsu2006] C. H. Hsu, M. T. Wang, J. Y. M. Lee ; “Electrical characteristics and reliability properties of metal-oxide-semiconductor field-effect transistors with La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gate dielectric” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 100, 074108 (2006).
- [Hsu2007] D. C. Hsu, M. T. Wang, J. Y. M. Lee, P. C. Juan ; “Electrical characteristics and reliability properties of metal-oxide-semiconductor field-effect transistors with ZrO<sub>2</sub> gate dielectric” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 101, 094105 (2007).

- [Huang2001] C. H. Huang, J. G. Hwu ; “Anomalous low-voltage behaviour current characteristics of ultrathin gate oxide (~2 nm) after high-field stress” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 89, N° 10 (2001).
- [Huang2001-b] H. T. Huang, M. J. Chen, C. W. Su, J. H. Chen, C. S. Hou, M. S. Liang ; “A trap generation closed-form statistical model for intrinsic oxide breakdown” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 48, N° 6 (2001).
- [Hung2007] C. C. Hung, A. S. Oates, H. C. Lin, Y. E. P. Chang, J. L. Wang, C. C. Huang, Y. W. Yau ; “An innovative understanding of metal-insulator-metal (MIM)-capacitor degradation under constant-current stress” ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 7, N° 3 (2007).
- [Idrissi2008] R. Idrissi ; « Etude par sonde locale de la fiabilité d'oxydes minces » ; *Stage de Master Phymatec, Université Montpellier II, STMicroelectronics, CNRS-LTM* (2008).
- [Ielmini2004] D. Ielmini, A. S. Spinelli, A. L. Lacaita, M. J. van Duuren ; “Impact of correlated generation of oxide defects on SILC and breakdown distributions” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 51, N° 8 (2004).
- [Jain2002] P. Jain, E. J. Rymaszewski ; “Embedded thin film capacitors – Theoretical limits” ; *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, Vol. 25, N° 3 (2002).
- [Jeong2005] D. S. Jeong, C. S. Hwang ; “Tunneling-assisted Poole-Frenkel conduction mechanism in HfO<sub>2</sub> thin films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, 113701 (2005).
- [Jiménez-Molinos2002] F. Jiménez-Molinos, F. Gamiz, A. Palma, P. Cartujo, J. A. Lopez-Villanueva ; “Direct and trap-assisted elastic behaviour through ultrathin gate oxides” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 91, N° 8 (2002).
- [Ju-Hung2003] J. H. Hsu, H. W. Lai, H. N. Lin, C. C. Chuang, J. H. Huang ; “Fabrication of nickel oxide nanostructures by atomic force microscope nano-oxidation and wet etching” ; *Journal of Vacuum Science and Technology B*, Vol. 21, N° 6 (2003).
- [Kaczer1999] B. Kaczer, R. Degraeve, N. Pangon, T. Nigam, G. Groeseneken ; “Investigation of temperature acceleration of thin oxide time-to-breakdown” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 48 (1999).
- [Kaczer2000] B. Kaczer, R. Degraeve, N. Pangon, G. Groeseneken ; “The influence of elevated temperature on degradation and lifetime prediction of thin silicon-dioxide films” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 47, N° 7 (2000).
- [Kahn2007] M. Kahn, C. Vallée, E. Defray, C. Dubourdieu, M. Bonvalot, S. Blonkowski, J. R. Laussu, P. Garrec, T. Baron ; « Improved electrical properties using SrTiO<sub>3</sub> / Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilayer dielectrics for MIM capacitor applications » ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 47 (2007).
- [Kar2000] S. Kar ; “Ultimate gate oxide thinness set by recombination-tunneling of electrons via Si-SiO<sub>2</sub> interface traps” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 88, N° 5 (2000).
- [Kauerauf2002] T. Kauerauf, R. Degraeve, E. Cartier, C. Soens, G. Groeseneken ; “Low Weibull slope of breakdown distributions in high-k layers” ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 23, N° 4 (2002).
- [Kazuya2000] K. Unno, T. Shibata, E. Makino ; “Micromachining of diamond probes for atomic force microscopy applications” ; *Sensors and Actuators A*, Vol. 88 (2001).
- [Kim2003] Y. H. Kim, K. Onishi, C. S. Kang, H. J. Cho, R. Choi, S. Krishnan, M. S. Akbar, J. C. Lee ; “Thickness dependence of Weibull slopes of HfO<sub>2</sub> gate dielectrics” ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 24, N° 1 (2003).
- [Kim2006] D. C. Kim, S. Seo, S. E. Ahn, D. S. Suh, M. J. Lee, B. H. Park, I. K. Yoo, I. G. Baek, H. J. Kim, E. K. Yim, J. E. Lee, S. O. Park, H. S. Kim, U. I. Chung, J. T. Moon, B. I. Ryu ; “Electrical observations of filamentary conduction for the resistive memory switching in NiO films” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 202102 (2006).
- [Kittel] C. Kittel ; “Introduction to solid state physics – Eighth edition” ; *John Wiley & Sons* (2005).
- [Klein1966] N. Klein, H. Gafni ; “The maximum dielectric strength of thin silicon oxide films” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. ED-13, N° 12 (1966).
- [Knobel1995] M. Knobel, P. Allia, C. Gomez-Polo, H. Chiriac, M. Vasquez ; “Joule heating in amorphous metallic wires” ; *Journal of Physics D : Applied Physics*, Vol. 28 (1995).
- [Koo-Hyun2007] K. H. Chung, D. E. Kim ; “Wear characteristics of diamond-coated atomic force microscope probe” ; *Ultramicroscopy*, Vol. 108 (2007).

- [Kremmer2005] S. Kremmer, H. Wurmbauer, C. Teichert, G. Tallarida, S. Spiga, C. Wiemer, M. Fanciulli ; “Nanoscale morphological and electrical homogeneity of HfO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub> thin films studied by conductive atomic-force microscopy” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 97, 074315 (2005).
- [Lai1999] L. Lai, E. A. Irene ; “Si / SiO<sub>2</sub> interface roughness study using Fowler-Nordheim behaviour current oscillations” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, N° 3 (2000).
- [Landau2000] S. A. Landau, N. Junghans, P. A. Weib, B. O. Kolbesen, A. Olbrich, G. Schindler, W. Hartner, F. Hintermaier, C. Dehm, C. Mazuré ; “Scanning probe microscopy – a tool for the investigation of high-k materials” ; *Applied Surface Science*, Vol. 157 (2000).
- [Lewis1994] T. J. Lewis ; « Nanometric Dielectrics » ; *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 1, N° 5 (1994).
- [Lo2001] J. C. Lo, W. D. Armitage, C. S. Johnson III ; “Using atomic force microscopy for deep-submicron failure analysis” ; *IEEE Design and Test of Computers* (2001).
- [Lombardo1999] S. Lombardo, A. La Magna, C. Spinella, C. Gerardi, F. Crupi ; “Degradation and hard breakdown transient of thin gate oxides in metal-SiO<sub>2</sub>-Si capacitors : Dependence on oxide thickness” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 86, N° 11 (1999).
- [Lombardo2001] S. Lombardo, A. La Magna, I. Crupi, C. Gerardini, F. Crupi ; “Reduction of thermal damage in ultrathin gate oxides after intrinsic dielectric breakdown” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 79, N° 10 (2001).
- [Lombardo2005] S. Lombardo, J. H. Stathis, B. P. Linder, K. L. Pey, F. Palumbo, C. H. Tung ; “Dielectric breakdown mechanisms in gate oxides” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, 121301 (2005).
- [Lopez-Villanueva1991] J. A. Lopez-Villanueva, J. A. Jimenez-Tejada, P. Cartujo, J. Bausells, J. E. Carceller ; “Analysis of the effects of constant-current Fowler-Nordheim-tunneling injection with charge trapping inside the potential barrier” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 70, N° 7 (1991).
- [Luo2001] E. Z. Luo, S. K. Wong, A. B. Pakhomov, J. B. Xu, I. H. Wilson, C. Y. Wong ; “Tunneling current and thickness inhomogeneities of ultrathin aluminium oxide films in magnetic behaviour junctions” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 90, N° 10 (2001).
- [Luo2006] W. Luo, T. Yuan, Y. Kuo, J. Lu, J. Yan, W. Kuo ; “Charge trapping and dielectric relaxation in connection with breakdown of high-k gate dielectric stacks” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 202904 (2006).
- [Mahapatra2007] R. Mahapatra, A. K. Chakraborty, A. B. Horsfall, S. Chattopadhyay, N. G. Wright, K. S. Coleman ; “Effects of interface engineering for HfO<sub>2</sub> gate dielectric stack on 4H-SiC” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 102, 024105 (2007).
- [Malavé1998] A. Malavé, E. Oesterschulze, W. Kulisch, T. Trenkler, T. Hantschel, W. Vandervorst ; “Diamond tips and cantilevers for the characterization of semiconductor devices” ; *Diamond and Related Materials*, Vol. 8 (1999).
- [Manceau2007] J. P. Manceau, S. Bruyère, S. Jeannot, A. Sylvestre, P. Gonon ; “Metal-insulator-metal capacitors’ current instability improvement using stacks to prevent oxygen vacancies formation” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 132907 (2007).
- [Mazoyer2003] P. Mazoyer, S. Blonkowski, F. Mondon, A. Farcy, J. Torres, G. Reibold, F. Martin, J. F. Damlencourt, Y. Morand, N. Bicaïs, S. Descombes ; “MIM HfO<sub>2</sub> low leakage capacitors for eDRAM integration at interconnect levels” ; *IEEE* (2003).
- [McPherson1997] J. W. McPherson, V. K. Reddy, H. C. Mogul ; “Field-enhanced Si-Si bond-breakage mechanism for time-dependent dielectric breakdown in thin-film SiO<sub>2</sub> dielectrics” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 71, N° 8 (1997).
- [McPherson1998] J. W. McPherson, H. C. Mogul ; “Disturbed bonding states in SiO<sub>2</sub> thin-films and their impact on time-dependent dielectric breakdown” ; *IEEE* (1998).
- [McPherson1998-b] J. W. McPherson, H. C. Mogul ; “Underlying physics of the thermochemical E model in describing low-field time-dependent dielectric breakdown in SiO<sub>2</sub> thin films” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 84, 1513 (1998).
- [McPherson2002] J. W. McPherson, J. Kim, A. Shanware, H. Mogul, J. Rodriguez ; “Proposed universal relationship between dielectric breakdown and dielectric constant” ; *IEEE* (2002).

- [McPherson2003] J. W. McPherson, J. Y. Kim, A. Shanware, H. Mogul ; “Thermochemical description of dielectric breakdown in high dielectric constant materials” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 82, N° 13 (2003).
- [McPherson2003-b] J. W. McPherson, J. Kim, A. Shanware, H. Mogul, J. Rodriguez ; “Trends in the ultimate breakdown strength of high dielectric-constant materials” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 50, N°8 (2003).
- [McPherson2004] J. W. McPherson ; “Determination of the nature of molecular bonding in silica from time-dependent dielectric breakdown data” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 95, N° 12 (2004).
- [Meyer1988] G. Meyer, N. M. Amer ; “Novel Approach to atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 53, N° 12, 1045 (1988).
- [Miranda1998] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “Soft breakdown fluctuation events in ultrathin SiO<sub>2</sub> layers” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 73, N° 4 (1998).
- [Miranda1998-b] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “Switching behaviour of the soft breakdown conduction characteristic in ultra-thin (< 5 nm) oxide MOS capacitors” ; *IEEE* (1998).
- [Miranda1999] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “A function-fit model for the soft breakdown failure mode” ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 20, N° 6 (1999).
- [Miranda1999-b] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “Detection and fitting of the soft breakdown failure mode in MOS structure” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 43 (1999).
- [Miranda2000] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “Conduction properties of breakdown paths in ultrathin gate oxides” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 40 (2000).
- [Miranda2000-b] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich, L. Fonseca, F. Campabadal ; “Soft breakdown conduction in ultrathin (3-5 nm) gate dielectrics” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 47, N° 1 (2000).
- [Miranda2001] E. Miranda, J. Suñé, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich ; “Breakdown and anti-breakdown events in high-field stressed ultrathin gate oxides” ; *Solid-State Electronics*, Vol. 45 (2001).
- [Miranda2004] E. Miranda, J. Suñé ; “Electron transport through broken down ultra-thin SiO<sub>2</sub> layers in MOS devices” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 44 (2004).
- [Miranda2004-b] E. Miranda, E. Mallaina ; “Single-equation model for low and high voltage soft breakdown conduction” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 44 (2004).
- [Miranda2004-c] E. Miranda ; “A diodelike conduction model for the postbreakdown current in metal-oxide-semiconductor structures” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 96, N° 11 (2004).
- [Miranda2005] E. Miranda, J. Molina, Y. Kim, H. Iwai ; “Effects of high-field electrical stress on the conduction properties of ultrathin La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 86, 232104 (2005).
- [Mondon2003] F. Mondon, S. Blonkowski ; “Electrical characterisation and reliability of HfO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-HfO<sub>2</sub> MIM capacitors” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 43 (2003).
- [Monzio-Compagnoni2006] C. Monzio Compagnoni, A. S. Spinelli, A. Bianchini, A. L. Lacaita, S. Spiga, M. Fanciulli ; “Characterization of transient currents in HfO<sub>2</sub> capacitors in the short timescale” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 83 (2006).
- [Murrell1992] M. P. Murrell, M. E. Welland, S. J. O’Shea, T. M. H. Wong, J. R. Barnes, A. W. McKinnon, M. Heyns, S. Verhaverbeke ; “Spatially resolved electrical measurements of SiO<sub>2</sub> gate oxides using atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 62, N° 7 (1993).
- [Nafria1992] M. Nafria, J. Suñé, X. Aymerich ; “Exploratory observations of post-breakdown conduction in polycrystalline-silicon and metal-gated thin-oxide metal-oxide-semiconductor capacitors” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 73, N° 1 (1993).
- [Nafria1993] M. Nafria, J. Suñé, X. Aymerich ; “Characterization of SiO<sub>2</sub> Dielectric breakdown for reliability simulation” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 40, N° 9 (1993).
- [Nafria1996] M. Nafria, J. Suñé, D. Yélamos, X. Aymerich ; “Degradation and breakdown of thin silicon dioxide films under dynamic electrical stress” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 43, N° 12 (1996).
- [Neugroschel2004] A. Neugroschel, L. Wang, G. Bersuker ; “Trapped charge induced gate oxide breakdown” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 96, N° 6 (2004).

- [Novkovski2004] N. Novkovski, E. Atanassova ; “Injection of holes from the silicon substrate in  $Ta_2O_5$  films grown on silicon” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 85, N° 15 (2004).
- [O’Dwyer1969] J. J. O’Dwyer ; “Theory of dielectric breakdown in solids” ; *Journal of the Electrochemical Society*, Vol. 116, N° 2, 239 (1969).
- [O’Connor2005] R. O’Connor, G. Hughes, R. Degraeve, B. Kaczer ; “Progressive breakdown in ultrathin SiON dielectrics and its effect on transistor performance” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 45 (2005).
- [O’Connor2005-b] R. O’Connor, G. Hughes, R. Degraeve, B. Kaczer, T. Kauerauf ; “Reliability of HfSiON gate dielectrics” ; *Semiconductor Science and Technology*, Vol. 20, N° 1 (2005).
- [Oesterschulze1996] E. Oesterschulze, W. Scholz, C. Mihalcea, D. Albert, B. Sobisch, W. Kulisch ; “Fabrication of small diamond tips for scanning probe microscopy application” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 70, N° 4 (1997).
- [Oh2002] J. Oh, R. J. Nemanich ; “Current-voltage and imaging of  $TiSi_2$  islands on Si(001) surfaces using conductive-tip atomic force microscopy” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 92, N° 6 (2002).
- [Olbrich1998] A. Olbrich, B. Ebersberger, C. Boit ; “Nanoscale electrical characterization of thinoxides with conducting atomic force microscopy” ; *IEEE* (1998).
- [Olbrich1998-b] A. Olbrich, B. Ebersberger, C. Boit ; “Conducting atomic force microscopy for nanoscale electrical characterization of thin  $SiO_2$ ” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 73, N° 21 (1998).
- [Olbrich1999] A. Olbrich, B. Ebersberger, C. Boit, P. Niedermann, W. Hänni, J. Vancea, H. Hoffmann ; “High aspect ratio all diamond tips formed by focused ion beam for conducting atomic force microscopy” ; *Journal of Vacuum Science and Technology B*, Vol. 17, N° 4 (1999).
- [Olbrich2001] A. Olbrich, B. Ebersberger, C. Boit, J. Vancea, H. Hoffmann, H. Altmann, G. Gieres, J. Wecker ; “Oxide thickness mapping of ultrathin  $Al_2O_3$  at nanometer scale with conducting atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 78, N° 19 (2001).
- [Osburn1972] C. M. Osburn, D. W. Ormond ; “Dielectric breakdown in silicon dioxide films on silicon : I. Measurement and interpretation” ; *Solid-State Science and Technology*, Vol. 119, N° 5 (1972).
- [Osburn1972-b] C. M. Osburn, D. W. Ormond ; “Dielectric breakdown in silicon dioxide films on silicon : II. Influence of processing and materials” ; *Solid-State Science and Technology*, Vol. 119, N° 5 (1972).
- [Oussalah1999] S. Oussalah, F. Nebel ; “On the oxide thickness dependence of the time-dependent-dielectric-breakdown” ; *IEEE* (1999).
- [Palumbo2005] F. Palumbo, G. Condorelli, S. Lombardo, K. L. Pey, C. H. Tung, L. J. Tang ; “Structure of the oxide damage under progressive breakdown” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 45 (2005).
- [Pantisano2006] L. Pantisano, L. A. Ragnarsson, M. Houssa, R. Degraeve, G. Groeseneken, T. Schram, S. Degenadt, M. Heyns, V. Afanas’ev, A. Stesmans ; “Impact of defects on the high-k / MG stack : The electrical characterization challenge” ; *Materials Science in Semiconductor Processing*, Vol. 9 (2006).
- [Patel1994] N. K. Patel, A. Toriumi ; “Stress-induced leakage current in ultrathin  $SiO_2$  films” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 64, N° 14 (1994).
- [Perng2004] T. H. Perng, C. H. Chien, C. W. Chen, P. Lehnen, C. Y. Chang ; “High-density MIM capacitors with  $HfO_2$  dielectrics” ; *Thin Solid Films*, Vol. 469-470 (2004).
- [Pétry2004] J. Pétry, W. Vandervorst, X. Blasco ; “Effect of  $N_2$  anneal on thin  $HfO_2$  layers studied by conductive atomic force microscopy” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 72 (2004).
- [Phillips1968] J. C. Phillips ; “Dielectric definition of electronegativity” ; *Physic Review Letters*, Vol. 11, 550 (1968)
- [Pingree2005] L. S. C. Pingree, E. F. Martin, K. R. Shull, M. C. Hersam ; “Nanoscale impedance microscopy – A characterization tool for nanoelectronic devices and circuits” ; *IEEE Transactions on Nanotechnology*, Vol. 4, N° 2 (2005).
- [Porti2001] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Nanoscale observations of the electrical conduction of ultrathin  $SiO_2$  films with conducting atomic force microscopy” ; *IEEE* (2001).

- [Porti2001-b] M. Porti, X. Blasco, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich, B. Ebersberger ; “Local current fluctuations before and after breakdown of thin SiO<sub>2</sub> films observed with conductive atomic force microscope” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 41 (2001).
- [Porti2001-c] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich, B. Ebersberger ; “Propagation of the SiO<sub>2</sub> breakdown event on MOS structures observed with conductive atomic force microscopy” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 59 (2001).
- [Porti2001-d] M. Porti, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich, B. Ebersberger ; “Feasibility of the electrical characterization of single SiO<sub>2</sub> breakdown spots using C-AFM” ; *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 280 (2001).
- [Porti2001-e] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich, B. Ebersberger ; “Nanometer-scale electrical characterization of stressed ultrathin SiO<sub>2</sub> films using conducting atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 78, N° 26 (2001).
- [Porti2002] M. Porti, M. C. Blüm, M. Nafria, X. Aymerich ; “Imaging breakdown spots in SiO<sub>2</sub> films and MOS devices with a conductive atomic force microscope” ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 2, N° 4 (2002).
- [Porti2002-b] M. Porti, M. C. Blüm, M. Nafria, X. Aymerich ; “Imaging breakdown spots in SiO<sub>2</sub> films and MOS devices with a conductive atomic force microscope” ; *IEEE* (2002).
- [Porti2002-c] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich, B. Ebersberger ; “Electrical characterization of stressed and broken down SiO<sub>2</sub> films at a nanometer scale using a conductive atomic force microscope” ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 91, N° 4 (2002).
- [Porti2002-d] M. Porti, M. Nafria, M. C. Blüm, X. Aymerich, S. Sadewasser ; “Breakdown-induced negative charge in ultrathin SiO<sub>2</sub> films measured by atomic force microscopy” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 81, N° 19 (2002).
- [Porti2003] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Current limited stresses of SiO<sub>2</sub> gate oxides with conductive atomic force microscope” ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 50, N° 4 (2003).
- [Porti2004] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Nanometer-scale analysis of current limited stresses impact on SiO<sub>2</sub> gate oxide reliability using C-AFM” ; *IEEE Transactions on Nanotechnology*, Vol. 3, N° 1 (2004).
- [Porti2004-b] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich ; “Impact of conductivity and size of the breakdown spot on the progressive-breakdown of thin SiO<sub>2</sub> gate oxides” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 72 (2004).
- [Porti2005] M. Porti, S. Meli, M. Nafria, X. Aymerich ; “New insights on the post-BD conduction of MOS devices at the nanoscale” ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 26, N° 2 (2005).
- [Porti2005-b] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Cester, A. Paccagnella, S. Cimino ; “Electrical characterization at a nanometer scale of weak spots in irradiated SiO<sub>2</sub> gate oxides” ; *IEEE Transactions on Nuclear Science*, Vol. 52, N° 5 (2005).
- [Porti2005-c] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Cester, A. Paccagnella, S. Cimino ; “Irradiation induced weak spots in SiO<sub>2</sub> gate oxides of MOS devices observed with C-AFM” ; *Electronics Letters*, Vol. 41, N° 2 (2005).
- [Porti2007] M. Porti, L. Aguilera, X. Blasco, M. Nafria, X. Aymerich ; “Reliability of SiO<sub>2</sub> and high-k gate insulators : A nanoscale study with conductive atomic force microscopy” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 84 (2007).
- [Porti2007-b] M. Porti, S. Gerardin, M. Nafria, X. Aymerich, A. Cester, A. Paccagnella, P. Schiavuta, R. Pierobon ; “Systematic characterization of soft- and hard-breakdown spots using techniques with nanometer resolution” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 84 (2007).
- [Radhakrishnan2002] M. K. Radhakrishnan, K. L. Pey, C. H. Tung, W. H. Lin ; “Physical analysis of hard and soft breakdown failures in ultrathin gate oxides” ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 42 (2002).
- [Ranjan2005] R. Ranjan, K. L. Pey, C. H. Tung, L. J. Tang, B. Elattari, T. Kauerauf, G. Groeseneken, R. Degraeve, D. S. Ang, L. K. Bera ; “HfO<sub>2</sub> / spacer-interface breakdown in HfO<sub>2</sub> high-k / poly-silicon gate stacks” ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 80 (2005).
- [Ranjan2006] R. Ranjan, K. L. Pey, C. H. Tung, D. S. Ang, L. J. Tang, T. Kauerauf, R. Degraeve, G. Groeseneken, S. De Gendt, L. K. Bera ; “Ultrafast progressive breakdown associated with metal-like filament formation of a breakdown path in a HfO<sub>2</sub> / TaN / TiN transistor” ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 122907 (2006).

- [Ribes2005] G. Ribes, J. Mitard, M. Denais, S. Bruyère, F. Monsieur, C. Parthasarathy, E. Vincent, G. Ghibaudo ; "Review on high-k dielectrics reliability issues" ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 5, N° 1 (2005).
- [Richter2000] S. Richter, M. Geva, J. P. Garno, R. N. Kleiman ; "Metal-insulator-semiconductor  $\square$ unnelling microscope : Two-dimensional dopant profiling of semiconductors with conducting atomic-force microscopy" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 77, N° 3 (2000).
- [Riedo2003] E. Riedo, H. Brune ; "Young modulus dependence of nanoscopic friction coefficient in hard coatings" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 83, N° 10 (2003).
- [Rosenbaum1996] E. Rosenbaum, J. C. King, C. Hu ; "Accelerated testing of SiO<sub>2</sub> reliability" ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 43, N° 1 (1996).
- [Roux1987] S. Roux, H. J. Herrmann ; "Disordered-induced nonlinear conductivity" ; *Europhysics Letters*, Vol. 4, N° 11 (1987).
- [Ruskell1996] T. G. Ruskell, R. K. Workman, D. Chen, D. Sarid, S. Dahl, S. Gilbert ; "High resolution Fowler-Nordheim field emission maps of thin silicon oxide layers" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 68, N° 1 (1996).
- [Sahimi1998] M. Sahimi ; "Non-linear and non-local transport processes in heterogeneous media : From long-range correlated percolation to fracture and materials breakdown" ; *Physics Reports*, Vol. 306, 213 (1998).
- [Santinacci2001] L. Santinacci, T. Djenizian, P. Schmuki ; "Nanoscale patterning of Si(100) surfaces by scratching through the native oxide layer using atomic force microscope" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 79, N° 12 (2001).
- [Schroeder2003] D. Schroeder, A. Avellan ; "Physical explanation of the barrier height temperature dependence in metal-oxide-semiconductor leakage current models" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 82, N° 25 (2003).
- [Schuegraf1994] K. F. Schuegraf, C. Hu ; "Effects of temperature and defects on breakdown lifetime of thin SiO<sub>2</sub> at very low voltages" ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 41, N° 7 (1994).
- [Schuegraf1994-b] K. F. Schuegraf, C. Hu ; "Effects of temperature and defects on breakdown lifetime of thin SiO<sub>2</sub> at very low voltages" ; *IEEE* (1994).
- [Seo1999] J. H. Seo, J. C. S. Woo ; "An empirical breakdown model of the gate oxide under current stress" ; *IEEE* (1999).
- [Shatzkes1976] M. Shatzkes, M. Av-Ron ; "Impact ionization and positive charge in thin SiO<sub>2</sub> films" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 47, N° 7 (1976).
- [Shatzkes1978] M. Shatzkes ; "Injection into insulators in the presence of space charge" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 49, N° 9 (1978).
- [Simmons1963] J. G. Simmons ; "Electric tunnel effect between dissimilar electrodes separated by a thin insulating film" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 34, N° 9 (1963).
- [Simmons1963-b] J. G. Simmons ; "Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 34, N° 6 (1963).
- [Solomon1977] P. Solomon ; "Breakdown in silicon oxide – A review" ; *Journal of Vacuum Science and Technology*, Vol. 14, N° 5 (1977).
- [Städele2003] M. Städele, F. Sacconi, A. Di Carlo, P. Lugli ; "Enhancement of the effective tunnel mass in ultrathin silicon dioxide layers" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 93, N° 5 (2003).
- [Stathis1997] J. H. Stathis ; "Quantitative model of the thickness dependence of breakdown in ultra-thin oxides" ; *Microelectronic Engineering*, Vol. 36 (1997).
- [Stathis1999] J. H. Stathis ; "Percolation models for gate oxide breakdown" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 86, N° 10 (1999).
- [Straley1984] J. P. Straley, S. W. Kenkel ; "Percolation theory for nonlinear conductors" ; *Physical Review B*, Vol. 29, N° 11 (1984).
- [Suehle2002] J. S. Suehle ; "Ultrathin gate oxide reliability : Physical models, statistics, and characterization" ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 49, N° 6 (2002).
- [Suñé1990] J. Suñé, I. Placencia, N. Barniol, E. Farrés, F. Martin, X. Aymerich ; "On the breakdown statistics of very thin SiO<sub>2</sub> films" ; *Thin Solid Films*, Vol. 185, N° 2 (1990).

- [Suñé1998] J. Suñé, E. Miranda, M. Nafria, X. Aymerich ; "Point contact conduction at the oxide breakdown of MOS devices" ; IEEE (1998).
- [Suñé1999] J. Suñé, E. Miranda, M. Nafria, X. Aymerich ; "Modeling the breakdown spots in silicon dioxide films as point contacts" ; Applied Physics Letters, Vol. 75, N° 7 (1999).
- [Suñé2000] J. Suñé, G. Mura, E. Miranda ; "Are soft breakdown and hard breakdown of ultrathin gate oxides actually different failure mechanisms ?" ; IEEE Electron Device Letters, Vol. 21, N° 4 (2000).
- [Suñé2000-b] J. Suñé, M. Nafria, E. Miranda, X. Oriols, R. Rodriguez, X. Aymerich ; "Failure physics of ultra-thin SiO<sub>2</sub> gate oxides near their scaling limit" ; Semiconductor Science and Technology, Vol. 15, N° 5 (2000).
- [Suñé2001] J. Suñé ; "New physics-based analytic approach to the thin-oxide breakdown statistics" ; IEEE Electron Device Letters, Vol. 22, N° 6 (2001).
- [Suñé2001-b] J. Suñé, E. Wu ; "Modeling the breakdown and breakdown statistics of ultra-thin SiO<sub>2</sub> gate oxides" ; Microelectronic Engineering, Vol. 59 (2001).
- [Suyama1987] S. Suyama, A. Okamoto, T. Serikawa, H. Tanigawa ; "Electrical conduction and dielectric breakdown in sputter-deposited silicon dioxide films on silicon" ; Journal of Applied Physics, Vol. 62, N° 6 (1987).
- [Sze] S. M. Sze, K. K. Ng ; "Physics of Semiconductor Devices – Third Edition" ; Wiley-Interscience (2007).
- [Tanasa2003] G. Tanasa, O. Kurnosikov, C. F. J. Flipse, J. G. Buijnsters, W. J. P. van Enkevort ; "Diamond deposition on modified silicon substrates : Making diamond atomic force microscopy tips for nanofriction experiments" ; Journal of Applied Physics, Vol. 94, N° 3 (2003).
- [Teramoto1999] A. Teramoto, H. Umeda, K. Azamawari, K. Kobayashi, K. Shiga, J. Komori, Y. Ohno, H. Miyoshi ; "Study of oxide breakdown under very low electric field" ; IEEE (1999).
- [Thèse-Aziz2006] A. Aziz ; "Propriétés électriques des composants électroniques minéraux et organiques, conception et modélisation d'une chaîne photovoltaïque pour une meilleure exploitation de l'énergie solaire" ; Thèse de l'Université Toulouse III (2006).
- [Thèse-Bernardini2004] S. Bernardini ; "Modélisation des structures métal-oxyde-semiconducteur (MOS) : Applications aux dispositifs mémoires" ; Thèse de l'Université d'Aix-Marseille I (2004).
- [Thèse-Blin2003] D. Blin ; "Croissance et propriétés de films minces de HfO<sub>2</sub> déposés par ALD pour des applications microélectroniques" ; Thèse (2003).
- [Thèse-Brière1996] O. Brière ; "Contribution à l'étude des mécanismes de dégradation et de claquage des diélectriques de grille ultra minces pour les technologies MOS ULSI" ; Thèse (1996).
- [Thèse-Busani2006] T. Busani ; "Elaboration et caractérisation de quelques diélectriques à forte permittivité avec application en microélectronique : Influence de la structure du réseau sur les propriétés électriques" ; Thèse de l'Université Grenoble I (2006).
- [Thèse-Dabertrand2006] K. Dabertrand ; "Croissance de diélectrique à forte permittivité par la technique MOCVD en phase liquide pulsée : Elaboration et caractérisation de films de HfO<sub>2</sub>" ; Thèse de l'Université Grenoble I (2006).
- [Thèse-Dianoux2004] R. Dianoux ; "Injection et détection de charges dans des nanostructures semiconductrices par microscopie à force atomique" ; Thèse de l'Université Grenoble I (2004).
- [Thèse-Gaillard2006] N. Gaillard ; "Etude des propriétés morphologiques, électriques et chimiques de l'interface métal / isolant et de leur impact sur les performances de la capacité TiN / Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> / TiN" ; Thèse de l'Université Grenoble I (2006).
- [Thèse-Guillan2005] J. Guillan ; "Etude de capacités en couches minces à base d'oxydes métalliques à très forte constante diélectrique, BaTiO<sub>3</sub>, SrTiO<sub>3</sub> et SrTiO<sub>3</sub> / BaTiO<sub>3</sub> déposées par pulvérisation par faisceau d'ions" ; Thèse de l'Université Grenoble I, STMicroelectronics, CNRS-LTM (2005).
- [Thèse-Mazaleyrat2006] G. Mazaleyrat ; "Modélisation multi échelles de la croissance des oxydes à fortes permittivités : Simulation Monte-Carlo cinétique" ; Thèse de l'Université Toulouse III (2006).
- [Thèse-Monsieur2002] F. Monsieur ; "Etude des mécanismes de dégradation lors du claquage des oxydes de grille ultra minces : Application à la fiabilité des technologies CMOS sub-0.12 μm" ; Thèse de l'INPG, STMicroelectronics, IMEP (2002).

- [Tung2003] C. H. Tung, K. L. Pey, L. J. Tang, M. K. Radhakrishnan, W. H. Lin, F. Palumbo, S. Lombardo ; "Percolation path and dielectric-breakdown-induced-epitaxy evolution during ultrathin gate dielectric breakdown transient" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 83, N° 11 (2003).
- [Vogel1998] E. M. Vogel, K. Z. Ahmed, B. Hornung, W. K. Henson, P. K. McLarty, G. Lucovsky, J. R. Hauser, J. J. Wortman ; "Modeled tunnel currents for high dielectric constant dielectrics" ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 45, N° 6 (1998).
- [Voronkov2006] E. N. Voronkov, A. I. Popov, I. S. Savinov, A. R. Fairushin ; "Percolation breakdown of amorphous semiconductors" ; *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 352 (2006).
- [Wallace2002] R. M. Wallace, G. Wilk ; "High-k gate dielectric materials" ; *MRS Bulletin* (2002).
- [Wang2005] M. T. Wang, T. H. Wang, J. Y. M. Lee ; "Electrical conduction mechanism in high-dielectric-constant ZrO<sub>2</sub> thin films" ; *Microelectronics Reliability*, Vol. 45 (2005).
- [Wang2005-b] T. M. Wang, J. G. Hwu ; "Temperature-induced voltage drop rearrangement and its effect on oxide breakdown in metal-oxide-semiconductor capacitor structure" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 97, 044504 (2005).
- [Wang2005-c] J. C. Wang, D. C. Shie, T. F. Lei, C. L. Lee ; "Soft breakdown of hafnium oxynitride gate dielectrics" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 98, 024503 (2005).
- [Westra1995] K. L. Westra, D. J. Thomson ; "Effect of tip shape on surface roughness measurements from atomic force microscopy images of thin films" ; *Journal of Vacuum Science Technology B*, Vol. 13, N° 2 (1995).
- [Wilk2000] G. D. Wilk, R. M. Wallace, J. M. Anthony ; "Hafnium and zirconium silicates for advanced gate dielectrics" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, N° 1 (2000).
- [Wolborski2007] M. Wolborski, M. Rooth, M. Bakowski, A. Hallén ; "Characterization of HfO<sub>2</sub> films deposited on 4H-SiC by atomic layer deposition" ; *Journal of Applied Physics*, Vol. 101, 124105 (2007).
- [Wu2006] Y. L. Wu, S. T. Lin ; "Post-breakdown oxide voltage oscillation in thin SiO<sub>2</sub> under nano-scaled repetitive ramped voltage stress" ; *Electronics Letters*, Vol. 42, N° 2 (2006).
- [Wu2006-b] Y. L. Wu, S. T. Lin ; "Two-trap-assisted tunneling model for post-breakdown I-V characteristics in ultrathin silicon dioxide" ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 6, N° 1 (2006).
- [Wu2008] Y. L. Wu, S. T. Lin ; "Breakdown spots propagation in ultra-thin SiO<sub>2</sub> films under repetitive ramped voltage stress using conductive atomic force microscopy" ; *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol. 69 (2008).
- [Xing1993] X. Chu, Z. Ma, N. Liu, Z. Chang, T. Hu, Z. Xue, S. Pang ; "Hardness demonstration of diamond tips by nanometer-scale controlled scratching on metallic surfaces" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 63, N° 25 (1993).
- [Zhang2006] L. Zhang, Y. Mitani, H. Satake ; "Visualization of progressive breakdown evolution in gate dielectric by conductive atomic force microscopy" ; *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, Vol. 6, N° 2 (2006).
- [Zhang2006-b] L. Zhang, Y. Mitani ; "Structural and electrical evolution of gate dielectric breakdown observed by conductive atomic force microscopy" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 88, 032906 (2006).
- [Zhang2006-c] W. D. Zhang, J. F. Zhang, C. Z. Zhao, M. H. Chang, G. Groeseneken, R. Degraeve ; "Electrical signature of the defect associated with gate oxide breakdown" ; *IEEE Electron Device Letters*, Vol. 27, N° 5 (2006).
- [Zhao2004] C. Z. Zhao, J. F. Zhang, G. Groeseneken, R. Degraeve ; "Hole-traps in silicon dioxides - Part II : Generation mechanism" ; *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 51, N° 8 (2004).
- [Zhao2004-b] J. Zhao, K. Uosaki ; "Electron transfert through organic monolayers directly bonded to silicon probed by current sensing atomic force microscopy : Effect of chain length and applied force" ; *Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 108 (2004).
- [Zous1999] N. K. Zous, T. Wang, C. C. Yeh, C. W. Tsai, C. Huang ; "Transient effects of positive oxide charge on stress-induced leakage current in tunnel oxides" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 75, N° 5 (1999).

## Publications de l'auteur

- Publication APL* C. Sire, S. Blonkowski, Michael Gordon, Thierry Baron ; "Statistics of electrical breakdown field in  $\text{HfO}_2$  and  $\text{SiO}_2$  films from millimeter to nanometer length scales" ; *Applied Physics Letters*, Vol. 91, 242905 (2007).
- Publication JAP* S. Blonkowski, C. Sire, Michael Gordon, Thierry Baron ; "Comparison of current-voltage characteristics observed via Conductive-AFM in Ultra-High Vacuum and macroscopic testing of standardized capacitors" ; *Journal of Applied Physics* (en cours de publication).
- Conférence MRS* C. Sire, S. Blonkowski, Michael Gordon, Thierry Baron ; "Statistics of electrical breakdown in high-k materials from millimeter to nanometer length scales: macroscopic testing vs. Conductive-AFM" ; *Materials Research Society, Fall Meeting 2007, Boston (USA)*.

## Glossaire et abréviations

<b>AFM</b>	<i>Atomic Force Microscopy</i>
<b>ALD</b>	<i>Atomic Layer Deposition</i>
<b>C</b>	<i>Capacité</i>
<b>C-AFM</b>	<i>Conductive Atomic Force Microscopy</i>
<b>CNAC</b>	<i>Courant Nanoscopique Après Claquage</i>
<b><math>C_{ox}</math></b>	<i>Capacité surfacique de l'oxyde</i>
<b>C-V</b>	<i>Caractéristique capacité-tension</i>
<b>d</b>	<i>Épaisseur d'oxyde</i>
<b>DBIE</b>	<i>Dielectric Breakdown Induced Epitaxy</i>
<b>DRAM</b>	<i>Dynamic Random Access Memory</i>
<b>E</b>	<i>Champ électrique</i>
<b><math>E_{appliqué}</math></b>	<i>Champ électrique appliqué aux bornes de la capacité</i>
<b><math>E_{bd}</math></b>	<i>Champ de claquage</i>
<b><math>E_c</math></b>	<i>Energie de la bande de conduction</i>
<b><math>E_F</math></b>	<i>Energie du niveau de Fermi</i>
<b>EFM</b>	<i>Electrostatic Force Microscopy</i>
<b><math>E_g</math></b>	<i>Energie du gap</i>
<b><math>E_{loc}</math></b>	<i>Champ électrique local</i>
<b>EOT</b>	<i>Equivalent Oxide Thickness</i>
<b><math>E_v</math></b>	<i>Energie de la bande de valence</i>
<b>f</b>	<i>Fréquence</i>
<b>FL</b>	<i>Force Latérale</i>
<b>FN</b>	<i>Force Normale</i>
<b>GPIB</b>	<i>General Purpose Interface Bus</i>
<b>h</b>	<i>Constante de Planck</i>
<b>HBD</b>	<i>Hard BreakDown</i>
<b>HOPG</b>	<i>Highly Ordered Pyrolytic Graphite</i>
<b>I</b>	<i>Courant</i>
<b>IC</b>	<i>Integrated Circuit</i>
<b>IR</b>	<i>Infra-Rouge</i>
<b>ITRS</b>	<i>International Technology Roadmap for Semiconductors</i>
<b>I-V</b>	<i>Caractéristique courant-tension</i>
<b>J</b>	<i>Densité de courant</i>
<b>k</b>	<i>Constante de Boltzmann</i>
<b><math>L_D</math></b>	<i>Longueur de Debye</i>
<b>LETI</b>	<i>Laboratoire d'Electronique et des Technologies de l'Information</i>
<b><math>m^*</math></b>	<i>Masse effective de l'électron</i>
<b>MEB</b>	<i>Microscopie Electronique à Balayage</i>
<b>MIM</b>	<i>Metal-Insulator-Metal</i>
<b>MOCA</b>	<i>Metal Oxide CApacitor</i>
<b>MOCVD</b>	<i>Metal-Organic Chemical Vapor Deposition</i>
<b>MOS</b>	<i>Metal-Oxide-Semiconductor</i>
<b>MOSFET</b>	<i>Metal-Oxide-Semiconductor-Field-Effect-Transistor</i>
<b><math>n_0</math></b>	<i>Densité d'électrons à l'équilibre</i>
<b><math>n_i</math></b>	<i>Concentration de porteurs intrinsèques</i>
<b><math>N_A</math></b>	<i>Densité d'accepteurs</i>
<b><math>N_D</math></b>	<i>Densité de donneurs</i>
<b>P</b>	<i>Constante de Stefan-Boltzmann</i>
<b><math>p_0</math></b>	<i>Densité de trous à l'équilibre</i>
<b>PVD</b>	<i>Physical Vapor Deposition</i>

$q$	<i>Charge de l'électron</i>
$Q_{bd}$	<i>Charge au claquage</i>
$Q_{ox}$	<i>Charge dans l'oxyde</i>
$R$	<i>Résistance</i>
<b>ReRAM</b>	<i>Resistive Random Access Memory</i>
<b>RF</b>	<i>Radio-Fréquence</i>
<b>R-L-C</b>	<i>Résistance-Inductance-Capacité</i>
<b>RMS</b>	<i>Root Mean Square</i>
<b>RTO</b>	<i>Rapid Thermal Oxidation</i>
$S$	<i>Surface de la capacité</i>
<b>SBD</b>	<i>Soft BreakDown</i>
<b>SILC</b>	<i>Stress Induced Leakage Current</i>
<b>STM</b>	<i>Scanning Tunneling Microscopy</i>
$T$	<i>Température</i>
$t$	<i>Temps</i>
<b>TDDB</b>	<i>Time Dependent Dielectric Breakdown</i>
<b>TEM</b>	<i>Transmission Electron Microscopy</i>
<b>UHV</b>	<i>Ultra High Vacuum</i>
$U_{LN}$	<i>Potentiel de Lennard-Jones</i>
<b>USB</b>	<i>Universal Serial Bus</i>
$V$	<i>Tension</i>
$V_{bd}$	<i>Tension de claquage</i>
$V_{fb}$	<i>Tension de bande plate</i>
$V_{gap}$	<i>Tension de substrat</i>
$V_{gate}$	<i>Tension de grille</i>
$V_i$	<i>Tension aux bornes de l'isolant</i>
$\beta$	<i>Pente de Weibull</i>
$\chi$	<i>Affinité électronique de l'oxyde</i>
$\epsilon$	<i>Constante diélectrique</i>
$\epsilon_0$	<i>Permittivité du vide</i>
$\phi_b$	<i>Hauteur de barrière</i>
$\phi_{bottom}$	<i>Travail de sortie de l'électrode inférieure</i>
$\phi_m$	<i>Travail de sortie du métal</i>
$\phi_{sc}$	<i>Travail de sortie du semiconducteur</i>
$\phi_{top}$	<i>Travail de sortie de l'électrode supérieure</i>
$\rho$	<i>Résistivité</i>
$\rho_{eff}$	<i>Résistance effective</i>
$\psi_s$	<i>Chute de potentiel dans le semiconducteur</i>



## **Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS.**

Cette étude s'inscrit dans le cadre de la caractérisation électrique par sonde locale de dispositifs Métal-Oxyde-Semiconducteur et Métal-Isolant-Métal. L'enjeu est de comparer les caractéristiques de conduction et de rigidité diélectrique aux échelles nanométrique et macroscopique, dans le but d'évaluer ces caractéristiques sans la réalisation coûteuses de structures intégrées. Un microscope à force atomique en mode de conduction (C-AFM) fonctionnant sous ultravide a été utilisé, et un protocole expérimental couplant des mesures électriques standards de la microélectronique industrielle et les mesures à l'échelle nanométrique a été mis en œuvre. La méthode a été appliquée aux jonctions Silicium / oxyde de Silicium ainsi que Nitrure de Titane / oxydes d'Hafnium, de Zirconium et silicate d'Hafnium. La comparaison systématique des mesures s'avère fiable si l'on considère une surface de contact entre la pointe et le diélectrique de l'ordre du  $\text{nm}^2$ . Il a été démontré que l'ensemble des mesures des tensions de claquage suivait la même loi de probabilité de Weibull, impliquant une densité de défauts responsables du claquage proche de la densité atomique d'un solide. Les champs électriques de claquage mesurés qui sont de deux à trois fois supérieurs aux mesures standards sont alors voisins du champ de claquage intrinsèque de l'oxyde. Le C-AFM a également permis de mettre en évidence un courant après claquage à la caractéristique non ohmique, possédant la propriété d'être quasi-indépendant de l'épaisseur d'oxyde et partiellement réversible. Ce courant inaccessible à l'échelle standard a été interprété à l'aide de deux modèles reposant sur l'hypothèse d'un courant filamentaire en accord avec nos expériences. La topographie après claquage est en accord avec une épitaxie du substrat assistée par claquage (DBIE), due à la densité de courant élevée dans le filament.

**Mots-clés :** *caractérisation électrique, microscopie à force atomique par conduction, nanoélectronique, microélectronique, ultravide, fiabilité, rigidité diélectrique, Métal-Oxyde-Semiconducteur, Métal-Isolant-Métal.*