

Élaboration et caractérisation large bande de matériaux "high-k" en structure "MIM"

Thomas Bertaud

▶ **To cite this version:**

Thomas Bertaud. Élaboration et caractérisation large bande de matériaux "high-k" en structure "MIM". Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2010. Français. NNT : . tel-00555345

HAL Id: tel-00555345

https://theses.hal.science/tel-00555345

Submitted on 13 Jan 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE GRENOBLE

délivré par l'Institut National Polytechnique de Grenoble

Spécialité : Micro & Nano Electronique

dans le cadre de l'Ecole Doctorale *« Electronique, Electrotechnique, Automatique et Traitement du Signal (EEATS) »*

présentée par

Thomas BERTAUD

Elaboration et caractérisation large bande de matériaux « high-κ » en structure « MIM »

Présentée et soutenue publiquement le 9 novembre 2010 devant le Jury composé de :

M. CARRU Jean-Claude	*Prof. Univ. du Littoral*	**Président**
M^me^ MAZE-MERCEUR Geneviève	*Ing. HDR CEA Cesta*	**Rapporteuse**
M. GOULLET Antoine	*Prof. Univ. de Nantes*	**Rapporteur**
M. FLECHET Bernard	*Prof. Univ. de Savoie*	**Directeur de thèse**
M. VALLEE Christophe	*Prof. Univ. de Grenoble*	**Co-directeur de thèse**
M. BERMOND Cédric	*MdC Univ. de Savoie*	**Co-directeur de thèse**
M. BLONKOWSKI Serge	*Ing. STMicroelectronics*	**Invité**
M. DEFAY Emmanuel	*Ing. HDR CEA Leti*	**Invité**

Thèse préparée à l'Université de Savoie, au sein de l'Institut de Microélectronique d'Electromagnétisme et de Photonique et au LAboratoire d'Hyperfréquences et Caractérisation (IMEP-LAHC), en collaboration avec le Laboratoire des Technologies de la Microélectronique (LTM).

A ma famille,

A tous mes amis,…

« N'essayez pas de devenir un homme qui a du succès. Essayez de devenir un homme qui a de la valeur. »

Et…

« La valeur d'un homme tient dans sa capacité à donner et non dans sa capacité à recevoir. »

Albert Einstein

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'équipe « CHIPI » (pour Caractérisation Hyperfréquences, Interconnexions et Passifs Intégrés) de l'IMEP-LAHC, site de Chambéry, en collaboration avec l'équipe « Matériaux » du LTM, à Grenoble. L'entreprise STMicroelectronics à Crolles, le CEA-Leti à Grenoble et l'entreprise MHS à Nantes ont également participé à ces recherches. Cette thèse « multi-sites » (et donc « multi-objectifs » ou « multi-tâches » aussi) m'a permis de rencontrer énormément de personnes venant d'horizons et de cultures différents. La beauté d'une thèse scientifique, et surtout universitaire, n'est-elle pas justement de rencontrer d'autres confrères ou consœurs au-delà de considérations frontalières, culturelles, générationnelles ou financières ? Et de s'ouvrir tant scientifiquement que culturellement… Pour qui a le courage et la curiosité de découvrir et comprendre l'autre… Mais je ne vais malheureusement pas refaire le monde, moi pauvre naïf idéaliste, avant j'ai des remerciements à écrire en tachant de n'oublier personne…

Je tenais tout d'abord à remercier les membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail.

Merci au Professeur Jean-Claude Carru de l'Université du Littoral-Côte d'Opale à Calais de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury et pour ses nombreux conseils pour la finalisation de mon manuscrit, pendant 45 minutes de discussions assurément très intéressantes et pertinentes à la fin de ma soutenance… ☺

Je remercie Madame Geneviève Mazé-Merceur du CEA-CESTA à Le Barp et Monsieur Antoine Goullet, professeur à l'Université de Nantes d'avoir accepté de rapporter ce travail. Je tiens particulièrement à les remercier pour leur lecture attentive du manuscrit ainsi que pour leurs remarques pertinentes et discussions constructives en vue d'améliorer ce document.

Je remercie ensuite Monsieur Emmanuel Defaÿ pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail, les échantillons intégrant de l'AlN qu'il m'a fournis (et oui j'aurais bien pris une plaque de plus avec 10 nm de diélectrique…) et les discussions intéressantes sur ce matériau et les propriétés piézoélectriques en général.

Enfin, je tenais à dire un grand merci à Monsieur Serge Blonkowski pour sa disponibilité, sa gentillesse, l'intérêt porté à mes résultats, les échantillons intégrant du ZrO_2 ou de l'HfO_2 et les nombreuses discussions scientifiques. Ce fut un grand plaisir de travailler avec toi !

Je remercie vivement mon directeur de thèse, Monsieur Bernard Fléchet, professeur à l'Université de Savoie, pour m'avoir permis de découvrir San Diego, Los Angeles, Singapour, Agadir, etc. en acceptant dans l'équipe un novice du monde des micro-ondes… Pour avoir été présent dans les moments-clés de la thèse, merci beaucoup !

Je souhaite ensuite remercier mes encadrants « au quotidien », Messieurs Cédric Bermond, maître de conférences à l'Université de Savoie et Christophe Vallée, professeur à l'Université de Grenoble. Merci Cédric pour ton aide précieuse sur tous les aspects hyperfréquences totalement nouveaux pour moi, maintenant c'est à toi, j'attends ton HDR ! Merci Christophe pour tes conseils pertinents et tes nombreuses idées, même si elles ont tendance à partir dans tous les sens et qu'un tri s'impose !

Je remercie maintenant toutes les personnes, collègues ou amis qui m'ont aidé ou soutenu scientifiquement ou moralement au cours de ces trois années…

Je remercie tous les membres du LAHC à Chambéry, permanents, thésards, stagiaires : Thierry, Gwenael, Benjamin, Jérôme, Elie, Frédéric, Vanessa, Stéphane, Michel, Trang, Jean-Louis, Jean-François, Sylvain, Florent, Julie, Magalie, etc. Je n'oublie pas Fernanda, notre secrétaire sans qui tout ce système ne fonctionnerait pas… Et un dernier remerciement spécial pour Adriana, compagne de galère entre les sites grenoblois et chambérien de l'IMEP-LAHC, les grèves de la SNCF ou de la STAC, la neige, etc.

J'ai également eu la chance de pouvoir m'intégrer et connaître d'autres personnes au sein de la partie « grenobloise », à l'IMEP, surtout d'autres doctorants : William, Alina, Loan, Friedericke, le bureau 440 anciens et nouveaux : Zine, Claudio, Simon, Guillaume, Tuan, Fabien. Merci à tous et bonne chance pour la suite !

Enfin, je remercie les membres du LTM à Grenoble, mon autre laboratoire : la compagnie des Thierry, Jumana, Malou, Martin, Bassem pour ton aide précieuse à la PTA, les autres thésards, stagiaires ou CDD, Emmanuel, Sébastien (x2), Issam, Kévin, Marion, Mohammed, etc. Une pensée pour mon co-bureau Pierre des derniers mois : prend bien soin de notre ami Serge ! Et enfin un autre remerciement spécial pour Claire pour avoir partagé la période galère de rédaction, j'espère ne pas t'avoir mis trop la pression et avoir compensé par des pauses « petits-déjeuners » remotivantes… !

Merci enfin à tout le personnel de la PTA, le groupe technique et les autres doctorants travaillant à la plateforme pour leur soutien. Merci aussi aux personnes du CEA-Leti qui ont participé à mes travaux : Julie, Mathieu, Vincent. Merci à Siamak et Fatiha de MHS à Nantes pour ces quelques jours passés là-bas et les dépôts de TiTaO.

J'arrive maintenant presque à la fin de ces remerciements où j'ai une pensée pour toutes celles et ceux que j'ai croisé lors de mes 6 années à Grenoble… Lors de mes deux stages à Soitec et STMicroelectronics, Fred, Nico et Nico, Bébert, François, Nath puis Marina, Pierre, Luc, Emilie, Hélène, Julien, Florence, Greg et tous les habitué(e)s du Shannon ~~du jeudi~~ euh non du mardi maintenant, Julie, Florian, Seb, David… J'en oublie plein mais c'est juste que je n'ai pas la place d'écrire tout le monde !

Un très très grand merci à mes deux super colocs Romain et Xavier pour m'avoir supporté (mais l'inverse marche aussi…) pendant ces 4 années, j'espère que c'est quelque chose qu'on n'oubliera pas et qu'on aura l'occasion de se retrouver aux détours d'un sommet. Pour m'avoir initié aux plaisirs de la montagne, merci encore !

Enfin, les amis de toujours, quasiment des frères à ce niveau-là, Romain et Nicolas pour être là, avec moi dans les moments difficiles, les moments de joies et de tout partager ensemble… Une pensée aussi pour Julia, Ondine, Loïc, Gwen, Chris et le petit dernier HeineKentin qui, j'espère, lira ces pages plus tard… Et puis une thèse sans déboires amoureux ce n'est pas drôle alors je peux dire que je suis très heureux d'avoir trouvé, à la fin, quelqu'un d'aussi bête et gentil que moi ; Eli, j'espère que tu te reconnaitras…

Une dernière pensée, et la plus importante, pour mes parents, Annie et Dominique, que j'aime tant et qui, j'espère, sont fiers de leur fiston ! On peut dire que vous n'avez pas trop raté l'éducation de votre fils. Le premier docteur de la famille, c'est ma mamie qui va être contente aussi… ! « Mais finalement, c'est sur quoi que tu travailles, qu'est-ce que tu fais exactement… ? »

Et bien, si nous répondions à cette question tout de suite, pour les plus courageux… ?

Table des matières

Remerciements III
Table des matières VII

Introduction générale 1
Le contexte des travaux 1
Les objectifs des travaux 4
Le plan général des travaux 5

Chapitre Premier 7
I. Diversification des fonctionnalités 9
1. Un peu d'histoire… 9
a. La microélectronique 9
b. La microélectronique, gourmande en matériaux… 10
2. Une évolution planifiée ? 11
a. La loi de Moore 11
b. Futur : intégration 3D ? 13
3. Les passifs intégrés 13
a. Inductances 14
b. Résistances 15
c. Capacités 16
II. Les applications visées 18
1. Les diélectriques des condensateurs de mémoire DRAM 18
2. Diélectriques pour condensateurs de découplage et de liaison 20
(i) Condensateur de découplage 20
(ii) Condensateur de liaison 20
3. Diélectriques pour condensateurs MIM RF & analogiques 20
4. Diélectriques pour condensateurs MIM accordables « above IC » 21
5. Diélectriques dans des filtres à ondes acoustiques de volume 22
III. Les diélectriques utilisés et leurs propriétés 24
1. Les différentes catégories de diélectriques rencontrés 24
a. Faible permittivité 24
b. Permittivité moyenne 25
c. Forte permittivité 26
2. Propriétés électriques et physiques de ces diélectriques 28
a. Permittivité complexe et pertes diélectriques 28
b. Comportement fréquentiel : phénomènes de relaxation 29
c. Effet du champ électrique 30
(i) Linéarité 30
(ii) Courants de fuite 31
(iii) Tension de claquage 33
d. Piézoélectricité et ferroélectricité 33
(i) Piézoélectricité 33
(ii) Ferroélectricité 34

IV. Problématiques et objectifs de ce travail de thèse 35
1. Problématiques 35
2. Objectifs 37
3. Démarche générale suivie 37
Références du premier chapitre 39

Chapitre Deuxième 47
I. Dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande 49
1. Introduction 49
2. Motifs basses et moyennes fréquences 51
a. En basses fréquences… 51
b. En moyennes fréquences… 51
3. Lignes (coplanaires et micro ruban) 52
a. Lignes coplanaires 52
b. Lignes micro rubans 54
4. Capacités parallèles à un ou deux ports 56
a. Capacités parallèles à deux ports 57
b. Capacités parallèles à un port 57
5. Motifs de de-embedding 58
II. Procédés technologiques développés 59
1. Description de l'empilement souhaité et des différentes étapes de réalisation 59
2. Dépôt SiO_2 par PE CVD 60
3. Réalisation des niveaux métal 1 et 2 en Aluminium 60
a. Dépôts métal 60
b. Paramètres photolithographie 62
c. Gravure chimique vs lift-off 63
4. Dépôt du diélectrique sous test et réalisation des vias 67
a. Différentes voies de dépôt 67
b. Paramètres pour la photolithographie 68
c. Gravure IBE et suivi SIMS 68
III. Conclusion 70
Références du second chapitre 72

Chapitre Troisième 73
I. Caractérisations DC et basses fréquences 75
1. En statique 75
a. Agilent 4156C 75
b. Mesures courant-tension 76
2. En basses fréquences 77
a. Spectromètre diélectrique Novocontrol 77
b. Mesures en fréquence 79
c. Mesures avec un bias 80
d. Mesures en température 81
II. Caractérisations en moyennes fréquences 82
1. Présentation de l'impédance-mètre 82
2. Mesures 84
3. Extraction des résultats 85
III. Caractérisations en hautes fréquences 85
1. Description du processus de caractérisation 86
2. Présentation du VNA et des principes de mesure 87
3. Notions de calibrage 88
4. Première méthode de de-embedding 89

5. Seconde méthode de de-embedding, pour les lignes 92
a. Calcul de l'exposant de propagation γ de la ligne 92
b. Calcul de l'impédance caractéristique Z_C de la ligne 92
6. Confrontation des résultats 98
7. Extraction de la permittivité et des pertes 99
a. Avec des capacités parallèles 99
b. Avec des lignes coplanaires 100
c. Avec des lignes micro-ruban 101
IV. Conclusion 102
Références du troisième chapitre 104

Chapitre Quatrième 107
I. Validation de la méthodologie sur le nitrure de Silicium Si_xN_y 109
1. Échantillons avec du Si_xN_y réalisés 109
2. Caractérisation physico-chimique du Si_xN_y 110
3. Caractérisations électriques du Si_xN_y 112
a. Caractéristiques en statique 112
b. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences 113
c. Résultats très large bande 114
4. Comparaison avec l'état de l'art 115
5. Conclusion pour le Si_xN_y 115
II. Caractérisation du nitrure d'aluminium AlN 116
1. Présentation du matériau 116
2. Réalisation des échantillons avec de l'AlN 117
3. Comportement statique et en basses fréquences de l'AlN 119
a. Caractéristiques courant-tension 119
b. Effet de la température 120
4. Caractérisation large bande de l'AlN 121
a. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences 121
b. Résonances acoustiques 122
c. Résultats très large bande 124
5. Caractérisation large bande de capacités MIM 124
6. Tableau récapitulatif 126
III. Caractérisation du TiTaO 127
1. Introduction 127
a. Combinaison de diélectriques 127
b. L'oxyde de Titane Tantale, TiTaO 128
2. Réalisation des échantillons avec du TiTaO 129
3. Caractérisation physico-chimique du TiTaO 129
4. Caractérisations électriques du TiTaO 131
a. Caractéristiques large bande de la permittivité et des pertes 131
b. Relaxations diélectriques et impact de la température 133
c. Dépendance de la permittivité avec l'épaisseur 134
IV. Conclusions 135
Références du quatrième chapitre 136

Chapitre Cinquième 143
I. Mise en place des outils de caractérisation 145
1. Introduction 145
2. Échantillons et empilement 145
3. Dispositifs de test 146
a. Présentation des dispositifs 146

b. Méthodologie d'extraction 147
II. Caractérisation du dioxyde d'Hafnium HfO_2 148
1. Caractérisations électriques de l'HfO_2 149
a. Extraction du champ de claquage et des fuites 149
b. Calculs du mode de conduction du courant 151
c. Linéarité en tension des structures MIM 153
2. Caractéristiques en fréquences 154
a. Effet de la température en basses fréquences 154
b. Extraction très large bande de la permittivité et des pertes de l'HfO_2 155
c. Performances de la capacité MIM réalisée avec de l'HfO_2 156
3. Tableau récapitulatif 158
III. Caractérisation du dioxyde de Zirconium ZrO_2 158
1. Caractérisations électriques 159
a. Extraction du champ de claquage et des fuites 159
b. Calculs du mode de conduction du courant 161
2. Caractérisation fréquentielle du ZrO_2 162
a. Caractérisation très large bande du ZrO_2 via des lignes micro ruban 163
b. Effet de la température 164
c. Performances de la capacité MIM à base de ZrO_2 165
d. Estimation de la couche d'interface 167
3. Tableau récapitulatif 169
IV. Effet de la fréquence sur la linéarité en tension 170
1. Introduction 170
2. Caractéristiques $\Delta C(V)$ à différentes fréquences 171
3. Variation du VCC α avec l'épaisseur 173
4. Effet de la fréquence 173
V. Conclusions 178
Références du cinquième chapitre 178

Conclusion générale 183

Annexes I
I. Annexes 1 : Caractérisations physiques III
1. Mesure de rugosité (AFM) III
2. Mesure de profil de gravure (MEB) IV
3. Mesure de hauteur de marche (profilomètre) VI
4. Mesure d'épaisseur (ellipsométrie) VI
5. Caractérisation de surface par XPS VII
II. Annexes 2 : les différentes techniques de calibrage en mesures hautes fréquences IX
1. Calibrage OSTL IX
2. Auto-calibrage TRL X
III. Annexes 3 : modèle électrique d'une ligne de propagation XIII

Liste des publications XV

Introduction générale

Le contexte des travaux

Les nouveaux marchés ouverts à la microélectronique ne cessent de se diversifier : après la création de l'informatique avec ses ordinateurs de bureau et portables, la téléphonie mobile, les GPS, les baladeurs MP3, de nouvelles perspectives comme les smartphones, la TNT (« Télévision Numérique Terrestre »), les écrans plats, le cinéma 3D représentent les futurs développements technologiques de ce secteur. Avant de nouvelles inventions…

Les constantes de ces évolutions sont la miniaturisation, la diversification, la mobilité et l'interaction avec l'extérieur. La miniaturisation répond à une conséquence de la loi de Moore qui prévoyait un doublement du nombre de transistors dans un circuit intégré tous les 18 mois [1]. Il s'agit de l'aspect « More Moore ». Cette miniaturisation permet donc une augmentation des performances et une diversification des fonctionnalités. En effet, en diminuant les dimensions, la place libérée permet d'intégrer de nouvelles fonctionnalités dans la puce : des passifs, des capteurs, etc. On parle alors de « More Than Moore » pour cette diversification. La Figure 0-1 résume ces deux aspects de la loi de Moore. Ensuite, la plupart des dispositifs réalisés a une vocation à être mobile, c'est-à-dire une utilisation extérieure avec une autonomie importante. Plusieurs problématiques se posent ici, la consommation des circuits (l'intégration des composants passifs permet de diminuer cette consommation par exemple), la gestion de l'énergie stockée dans la batterie en améliorant le fonctionnement logiciel des instruments et la Recherche & Développement dans le domaine des nouvelles batteries afin d'augmenter leur capacité de stockage tout en diminuant leur temps de charge. Il s'agit là d'un problème très intéressant sur lequel de plus en plus d'équipes travaillent. Enfin, ces applications « nomades » doivent rester en contact avec le monde extérieur. L'exemple parfait est la géolocalisation utilisée pour les réseaux sociaux ou plus sérieusement pour les systèmes de navigation. Ces applications nécessitent ainsi de « dialoguer » avec un réseau extérieur via des ondes, comme pour la radio ou la télévision autrefois, mais à des fréquences de plus en plus élevées afin d'augmenter les taux de transfert.

La microélectronique ne se résume plus à une « science du silicium » mais à un domaine qui regroupe de plus en plus de compétences, allant de la science des matériaux, à la chimie et la biologie en passant par les hyperfréquences et l'informatique.

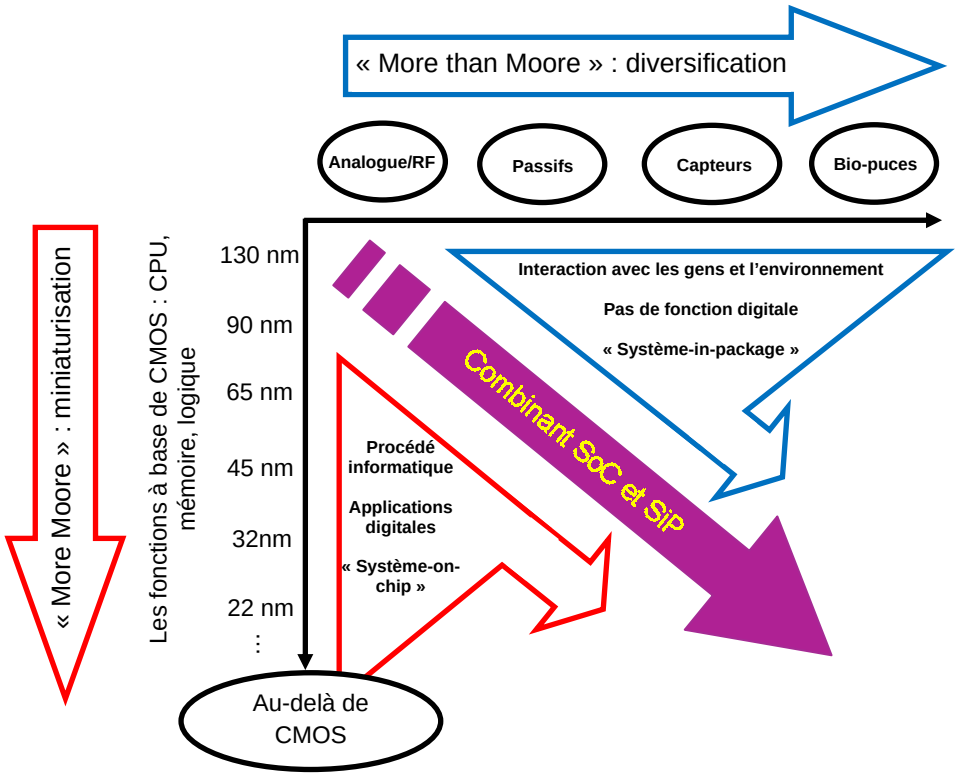


Figure 0-1 : Tendances et enjeux vers la miniaturisation et la diversification des circuits.

Pour répondre aux aspects de miniaturisation et de diversification, de nouveaux matériaux sont utilisés et notamment de nouveaux diélectriques afin d'intégrer des composants capacitifs de type « Métal / Isolant / Métal » (MIM) au sein même de la puce. Ces diélectriques sont intégrés dans une structure MIM et ils font l'objet de ce travail de thèse.

Le nombre de diélectriques utilisés au cours des années a fortement augmenté afin de rechercher des propriétés toujours améliorées : permittivité de plus en plus élevée tout en conservant d'autres caractéristiques électriques excellentes (fuites principalement). Du simple SiO_2 utilisé au départ comme diélectrique de grille des transistors MOS (« Métal Oxyde Semi-conducteur ») et comme isolant inter et intra niveaux métalliques, différentes catégories de diélectriques sont maintenant utilisés selon leur emploi. Des « low-k », permittivité entre 1 (« air-gap ») [2] et 4 (SiO_2) en passant par les dérivés de SiOCH [3] sont utilisés comme isolants inter ou intra niveaux afin de réduire le temps de propagation et la diaphonie le long des interconnexions ($\tau = RC$). Des « medium-k », permittivité entre 15 et 50 (HfO_2, ZrO_2, Ta_2O_5,…) sont utilisés comme diélectriques de grille des transistors MOS [4,5] ou pour des capacités MIM linéaires [6,7,8]. Les « high-k », permittivité entre 100 et 1000 ($SrTiO_3$ [9], $PbZrTiO_3$ [10], $BaSrTiO_3$

[11],…), et les « ultra high-k » ou « giant », avec une permittivité supérieure à 1000 ($CaCu_3Ti_4O_{12}$ [12,13] par exemple) sont plutôt destinés aux MEMS (« Micro Electro Mechanical Systems »). De plus, les propriétés de ces matériaux, notamment la permittivité, diffèrent entre des épaisseurs « massives » et submicroniques, nécessitant des analyses en couches minces.

La majeure partie des nouvelles applications qui utilisent ces diélectriques fonctionnent dans le domaine micro-ondes, voire même utilisent des signaux qui vont du continu à plusieurs dizaines de GHz (Figure 0-2). Par exemple, dans les différents standards de la téléphonie mobile, les plages de fréquences allouées à la transmission des signaux sont de plus en plus nombreuses et correspondent à des fréquences de plus en plus élevées. Les diélectriques doivent être performants à toutes ces fréquences.

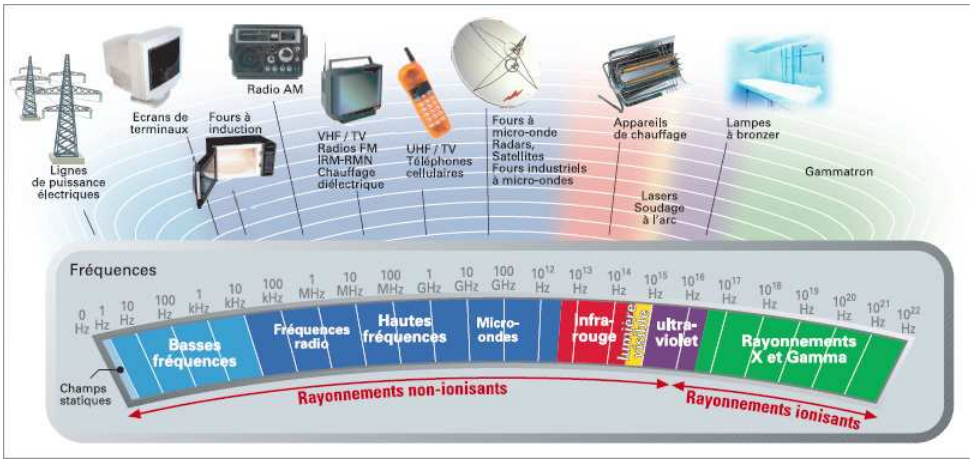


Figure 0-2 : Spectre électromagnétique liant les applications avec les fréquences utilisées.

Au final, nous avons d'un côté une multitude de diélectriques à intégrer dans des composants MIM et de l'autre de nombreuses propriétés ou applications visées ou éléments extérieurs qui interagissent avec ces matériaux, comme le schématise la Figure 0-3.

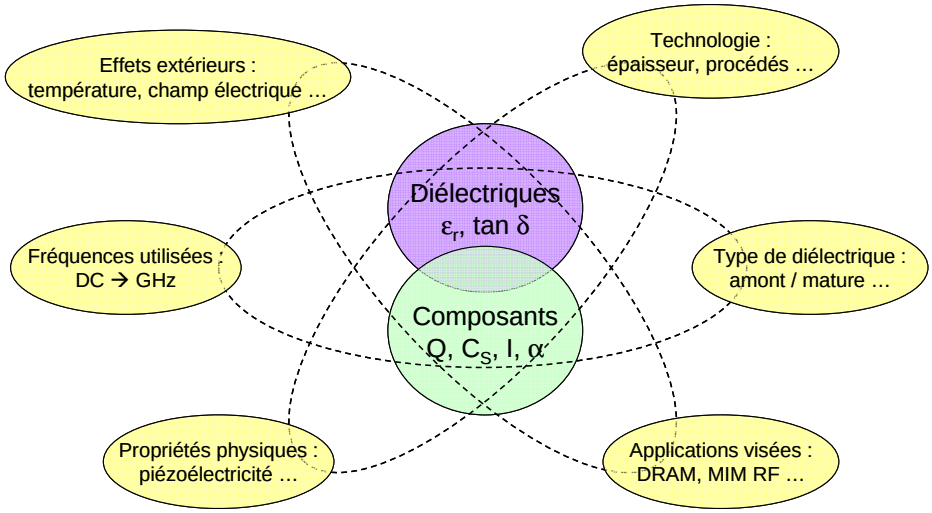


Figure 0-3 : Relations entre les diélectriques, les composants MIM et les propriétés « extérieures » intervenant dans le choix lors de l'étude ou de l'intégration.

Il devient nécessaire de caractériser le comportement de tous ces diélectriques sur une très large bande de fréquences, typiquement du continu à plusieurs dizaines de GHz. Afin de répondre aux différences de propriétés entre les grandeurs massives et nanométriques et aux incertitudes de mesures, surtout à hautes fréquences, ces études doivent être menées avec des diélectriques intégrés dans la même configuration que dans leur future utilisation dans le composant final, c'est-à-dire, de manière *in-situ*. Les couches doivent être de quelques dizaines de nanomètres, en configuration MIM et avec les mêmes procédés de fabrication.

Les objectifs des travaux

Afin de répondre à cette problématique de caractérisation très large bande et de manière « in-situ » de diélectriques en configuration MIM, plusieurs objectifs ont été définis.

Tout d'abord, la mise en place d'un outil générique permettant de caractériser et le matériau intégré et le composant capacitif sur une très large bande de fréquence. Pour cela, une méthodologie complète sera développée : du dessin des structures de test et des masques jusqu'à la réalisation en salle blanche. Les échantillons réalisés contiendront les diélectriques à caractériser, intégrés en structure MIM et en couches minces, indépendamment de leur valeur de permittivité et de leur technique de dépôt.

Après, la caractérisation très large bande du matériau et du composant, du continu à plusieurs GHz, sera effectuée en couplant trois gammes de fréquences correspondant à trois appareils de mesure distincts utilisés : spectromètre diélectrique, impédancemètre et analyseur de réseau vectoriel. Et la dernière étape consiste en la mise en place des procédures d'extraction de la permittivité et des autres caractéristiques électriques des matériaux (courants de fuite, linéarité,…) en basses et hautes fréquences.

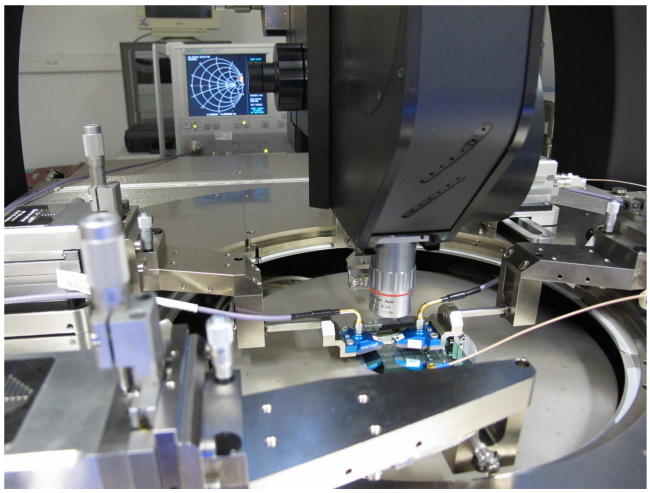


Figure 0-4 : Station sous pointes et analyseur de réseau vectoriel pendant une mesure à hautes fréquences (40 MHz à 40 GHz) sur un échantillon intégrant du TiTaO en structure MIM.

La Figure 0-4 montre la station sous pointes de l'IMEP-LAHC couplé à un analyseur de réseau vectoriel permettant la caractérisation à hautes fréquences sur un échantillon intégrant du TiTaO, réalisé à la Plateforme Technologique Amont (PTA) et à MHS à Nantes.

Le plan général des travaux

Afin de répondre aux objectifs décrits précédemment, les travaux effectués au cours de cette thèse sont présentés dans ce manuscrit qui s'articule autour de cinq chapitres.

Le premier chapitre, « Contexte de l'étude, problématiques et objectifs », met en place la situation des travaux en définissant le contexte microélectronique avec l'intégration de passifs et notamment des capacités MIM pour des applications en Radio Fréquences principalement, l'utilisation de nombreux diélectriques et le rappel de leurs principales propriétés. Il se termine par les problématiques posées, une définition plus détaillée des objectifs et des moyens utilisés.

Le second chapitre, « Les dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande « in-situ » et leur élaboration », détaille les différents dispositifs utilisés pour la caractérisation et la réalisation physique des échantillons en salle blanche. La technologie développée est présentée dans ce chapitre, ainsi que tous les dispositifs de test mesurés. Il répond au premier objectif.

Le troisième chapitre, « Méthodologies de caractérisation des Dispositifs Sous Test et extraction des paramètres matériau », a pour but de présenter les différentes techniques de caractérisation en basses, moyennes et hautes fréquences. En hautes fréquences, les méthodes de de-embedding et d'extraction seront présentées dans ce chapitre. Il répond au second objectif.

Le quatrième chapitre, « Résultats de caractérisation pour des matériaux amonts », montre les résultats obtenus grâce à la technologie mise en place pour des matériaux prospectifs dont la maturité technologique n'est pas encore démontrée ou destinés à des applications plus novatrices. Après avoir validé notre technologie sur du nitrure de Silicium Si_3N_4, déjà bien connu, le nitrure d'Aluminium AlN et l'oxyde de Titane Tantale TiTaO sont caractérisés.

Enfin, le cinquième chapitre, « Résultats de caractérisation pour des matériaux matures », présente les résultats obtenus pour des matériaux à priori déjà intégrables dans une technologie industrielle. Les oxydes d'Hafnium et de Zirconium, HfO_2 et ZrO_2, sont ainsi caractérisés. L'étude se termine par l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM, pour la première fois mis en évidence jusqu'à 1 GHz.

Une conclusion générale effectue un bilan de ces travaux, en termes de nouveautés apportées, de résultats probant et de possibilités futures. Ces travaux de thèse ont permis la publication de trois articles dans des revues internationales pour le moment. De nombreuses perspectives à ce travail sont possibles.

Chapitre Premier
Contexte de l'étude, problématiques et objectifs

Ce premier chapitre a pour objectifs de situer le contexte de ce travail et de présenter en détails les problématiques afin d'appuyer l'intérêt des études menées puis de définir clairement les travaux de recherche à réaliser.

Tout d'abord, le contexte microélectronique, il est dicté par les voies directrices issues de la fameuse « loi de Moore » : miniaturisation et diversification. L'évolution de ce marché nécessitant l'ajout et la découverte de nouvelles fonctionnalités et applications sera présentée. En effet, il devient nécessaire d'intégrer des composants passifs dans les circuits et toujours plus de nouveaux matériaux.

Ensuite, les nouvelles applications qui utilisent de plus en plus de matériaux intégrés dans les composants seront décrites. La majorité d'entre elles fonctionne avec des signaux dans le domaine hautes fréquences ou allant du continu à plusieurs GHz. Les diélectriques intégrés et leurs propriétés seront également présentés.

Enfin, les problématiques, notamment la nécessité de caractériser ces nouveaux matériaux dans le domaine micro-ondes afin de répondre à l'avancée des technologies, seront exposées. Une fois ces problématiques définies, les objectifs de ce travail de thèse pourront être énoncés ainsi que les moyens matériels mis à disposition ou à développer.



Sommaire du premier chapitre :

I. Diversification des fonctionnalités 9
1. Un peu d'histoire… 9
a. La microélectronique 9
b. La microélectronique, gourmande en matériaux… 10
2. Une évolution planifiée ? 11
a. La loi de Moore 11
b. Futur : intégration 3D ? 13
3. Les passifs intégrés 13
a. Inductances 14
b. Résistances 15
c. Capacités 16

II. Les applications visées 18
1. Les diélectriques des condensateurs de mémoire DRAM 18
2. Diélectriques pour condensateurs de découplage et de liaison 20
(i) Condensateur de découplage 20
(ii) Condensateur de liaison 20
3. Diélectriques pour condensateurs MIM RF & analogiques 20
4. Diélectriques pour condensateurs MIM accordables « above IC » 21
5. Diélectriques dans des filtres à ondes acoustiques de volume 22

III. Les diélectriques utilisés et leurs propriétés 24
1. Les différentes catégories de diélectriques rencontrés 24
a. Faible permittivité 24
b. Permittivité moyenne 25
c. Forte permittivité 26
2. Propriétés électriques et physiques de ces diélectriques 28
a. Permittivité complexe et pertes diélectriques 28
b. Comportement fréquentiel : phénomènes de relaxation 29
c. Effet du champ électrique 30
(i) Linéarité 30
(ii) Courants de fuite 31
(iii) Tension de claquage 33
d. Piézoélectricité et ferroélectricité 33
(i) Piézoélectricité 33
(ii) Ferroélectricité 34

IV. Problématiques et objectifs de ce travail de thèse 35
1. Problématiques 35
2. Objectifs 37
3. Démarche générale suivie 37

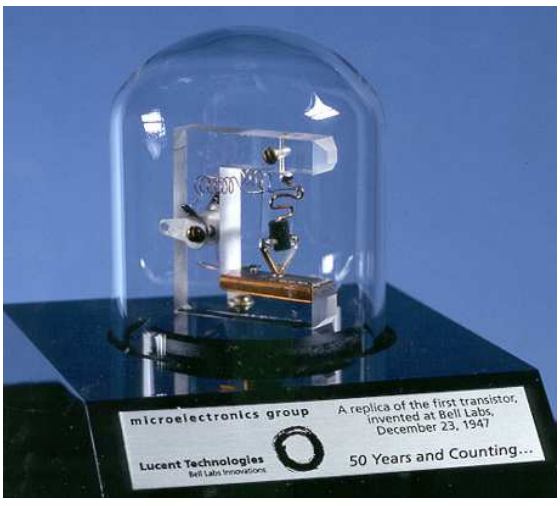
I. Diversification des fonctionnalités

L'évolution de la microélectronique se résume parfaitement en deux termes : après la miniaturisation, la nouvelle tendance est une diversification des fonctions électroniques intégrées. Toutes ces avancées ont été réalisées grâce à des découvertes et des études demandant de plus en plus d'efforts en termes de recherche et développement.

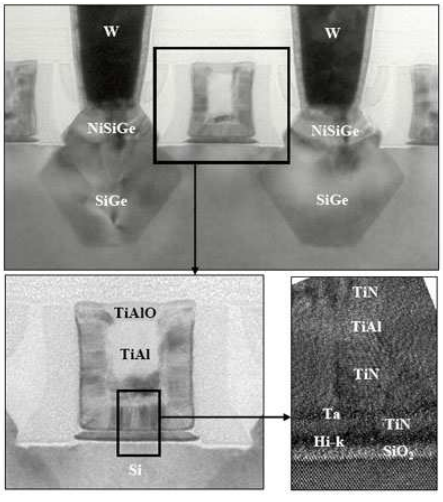
1. Un peu d'histoire…

a. La microélectronique

Pour bien résumer l'évolution des techniques, une comparaison entre le premier transistor, inventé en 1947 [14], et le dernier transistor 45 nm fabriqué par Intel® en 2008 [15] est très intéressante et révélatrice des avancées réalisées (Figure 1-1). D'un dispositif « massif », la réduction des dimensions a amené à fabriquer plusieurs millions de transistors sur une même puce (820 millions pour le dernier Penryn quad-core de chez Intel). Cette réduction des dimensions et l'augmentation du nombre de transistors intégrés au sein d'une puce ont été possibles par une amélioration continue des techniques de fabrication et des matériaux impliqués. De plus, les techniques de fabrication, le contrôle des procédés et des dimensions ont été de plus en plus précis grâce à l'augmentation de la puissance des ordinateurs du fait de cette réduction des dimensions des transistors et de cette intégration toujours plus grande de dispositifs actifs. Nous avons donc une évolution conjointe des techniques de fabrication et des dispositifs réalisés.



a)



b)

Figure 1-1 : Réplique du premier transistor réalisé chez Bell Labs Innovations en 1947 (a) et une coupe TEM du dernier transistor 45 nm fabriqué par Intel® en 2008 (b) intégrant un diélectrique de grille HfO_2 et une double grille métallique.

Dans son dernier transistor réalisé, Intel® annonce l'utilisation conjointe d'un diélectrique de grille à base d'un oxyde à forte permittivité (l'oxyde d'Hafnium HfO_2), dit « high-κ », et d'une

grille métallique. En effet, l'intégration de « high-κ » entraine une diminution de la mobilité des électrons dans le canal de conduction du transistor [16]. Cet effet est réduit en utilisant une grille métallique [17].

Après la réalisation des composants actifs dans la partie basse de la puce (« Front End Of Line » ou FEOL), la zone d'interconnexion (« Back End Of Line » ou BEOL) devient également une étape critique dans la réalisation du circuit intégré : les vias et les lignes connectant les composants actifs entrainent de réelles difficultés de conception et constituent au final la majeure partie de la puce, comme le montre la Figure 1-2. De plus, la surface inutilisée au-dessus de ces interconnexions permet d'intégrer des composants passifs au niveau de la puce au lieu de les connecter à l'extérieur. Un gain de place notable au niveau du composant final est ainsi obtenu.

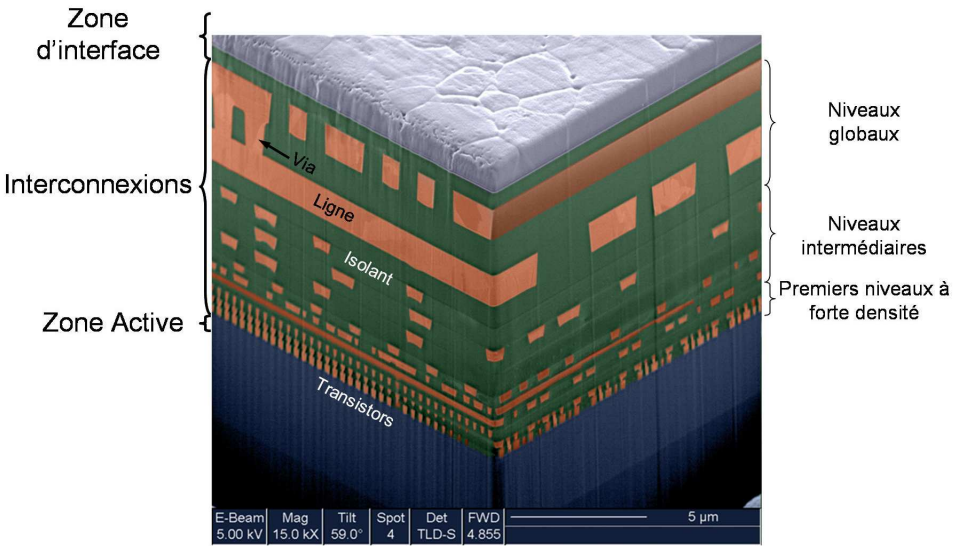


Figure 1-2 : Vue en coupe au microscope électronique à balayage (MEB) d'un circuit intégré en technologie 90 nm (source IBM).

Afin de réaliser toutes ces avancées technologiques, l'industrie microélectronique a eu besoin d'intégrer sans cesse de nouveaux matériaux et d'inventer de nouvelles solutions technologiques pour fabriquer des transistors de dimensions de plus en plus réduites avec une intégration toujours plus poussée.

b. La microélectronique, gourmande en matériaux…

Depuis l'invention du transistor en 1948 à base de germanium, le nombre de matériaux utilisés dans l'industrie de la microélectronique n'a jamais cessé d'augmenter, avec une très forte évolution depuis ces dernières années. Comme le montre la Figure 1-3, de 12 éléments utilisés en 1980, puis 16 dans les années 1990, ce nombre a explosé dans les années 2000 pour atteindre 61 éléments différents utilisés dans la fabrication d'une puce microélectronique ! Et cela sans compter toutes les combinaisons possibles de ces éléments…

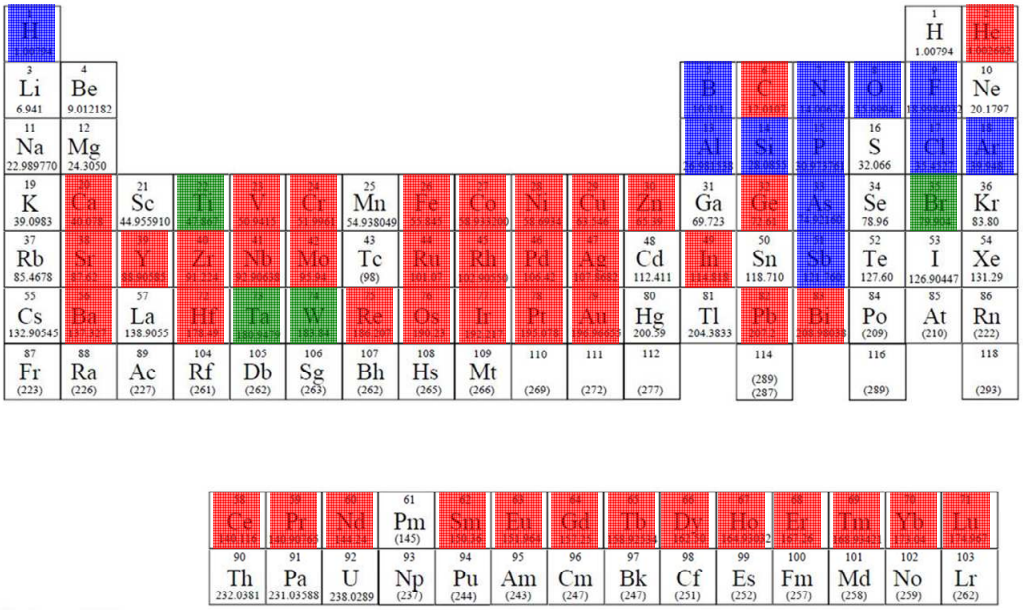


Figure 1-3 : évolution du nombre d'éléments utilisés dans l'industrie microélectronique au cours du temps, en bleu dans les années 1980, en vert dans les années 1990 et en rouge dans les années 2000 (source Intel).

De plus, pour arriver à trouver le bon matériau à utiliser (diélectrique et métal de grille, dopants, isolants inter ou intra niveaux, etc.) selon telle ou telle fonction à réaliser, de nombreux éléments doivent être pris en considération. En effet, ces matériaux doivent être caractérisés auparavant et leurs propriétés décrites sur toutes les plages d'utilisation des signaux : fréquence, température, etc. Leur compatibilité avec les procédés de salle blanche doit être démontrée. D'autres matériaux (comme le Plomb par exemple) sont amenés à ne plus être utilisés en raison de leur caractère polluant et dangereux pour la santé…

La science des matériaux et plus particulièrement celle des matériaux appliqués à la microélectronique est devenue essentielle pour l'évolution de cette industrie.

2. Une évolution planifiée ?

Un des aspects les plus spectaculaires dans l'évolution de l'industrie de la microélectronique est qu'elle a été, et qu'elle est toujours en partie, dictée par la fameuse « loi de Moore » énoncée en 1965 [1]. Une telle planification est unique en son genre.

a. La loi de Moore

Les lois de Moore sont des conjectures empiriques. Elles ont trait à l'évolution de la puissance des ordinateurs et de la complexité des circuits électroniques. Elles ne restent que des suppositions qui, même si elles ont pu se révéler vraies un certain temps, sont vouées à l'échec de manière certaine à moyen terme. Il existe plusieurs lois de Moore, deux authentiques (au sens où elles furent émises par Gordon E. Moore), et deux séries de simplifications.

La Loi de Moore a été exprimée en 1965 dans « Electronics Magazine » par Gordon Moore, ingénieur de Fairchild Semiconductor, un des trois fondateurs d'Intel. Constatant que la complexité des circuits électroniques doublait tous les ans à coût constant depuis 1959, date de leur invention, il postulait la poursuite de cette croissance. Cette augmentation exponentielle fut rapidement nommée Loi de Moore ou, compte tenu de l'ajustement ultérieur, Première loi de Moore. Ensuite, en 1975, Moore réévalua sa prédiction en indiquant que le nombre de transistors des microprocesseurs sur une puce de silicium double tous les deux ans. Bien qu'il ne s'agisse pas d'une loi physique mais juste d'une extrapolation empirique, cette prédiction s'est révélée étonnamment exacte. Entre 1971 et 2001, la densité des transistors a doublé chaque 1,96 année. En conséquence, les machines électroniques sont devenues de moins en moins coûteuses et de plus en plus puissantes. La Figure 1-4 montre l'évolution des processeurs Intel® en fonction du temps et en comparaison avec les énoncés de Moore.

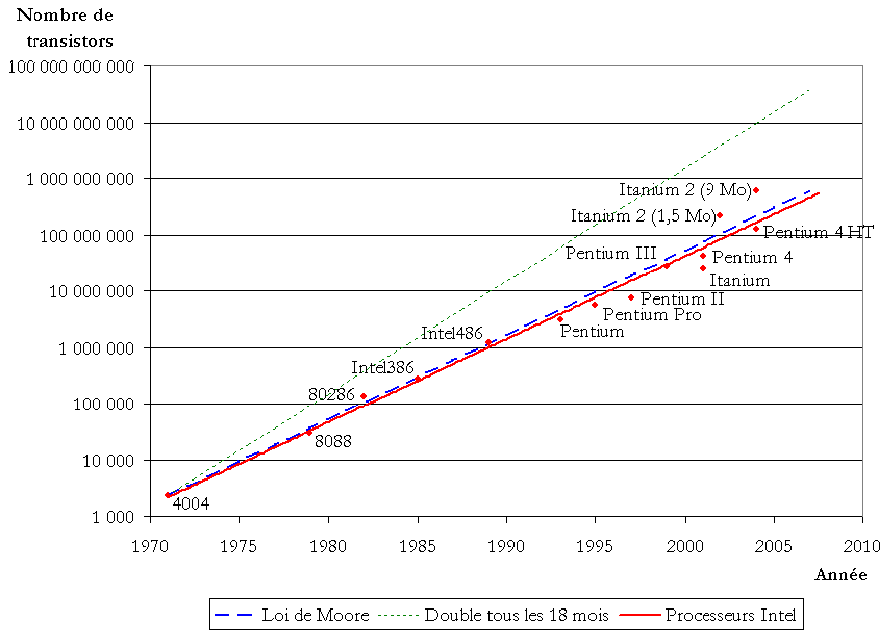


Figure 1-4 : Evolution du nombre de transistors intégrés dans les processeurs fabriqués par le groupe Intel®.

De plus, comme montré sur la Figure 0-1 présentée précédemment, la loi de Moore dicte également l'évolution transverse de l'industrie microélectronique par une diversification des fonctionnalités : « More Than Moore ». En intégrant dans le « Back End Of Line » (BEOL) des composants passifs, des capteurs ou des biopuces, des fonctions électroniques, médicales ou d'instrumentations complètes peuvent être réalisées au sein d'un même circuit. Le gain de place obtenu grâce à la miniaturisation des transistors permet d'augmenter la puissance de calcul à surface égale et donc d'utiliser ces possibilités de calcul pour intégrer ces nouvelles fonctions (capteurs d'images, de pression, accéléromètres,…). L'intégration de toutes ces fonctions constitue les principaux challenges technologiques actuels de l'industrie microélectronique.

b. Futur : intégration 3D ?

Face à la demande pour des dispositifs électroniques toujours plus rapides, puissants et nomades, comme les smartphones, PDA ou GPS, l'industrie microélectronique s'oriente vers une nouvelle tendance, à savoir l'empilement en trois dimensions de puces afin d'augmenter l'intégration globale, et l'ajout de fonctionnalités, tout en conservant une surface constante (Figure 1-5). Aujourd'hui, la puissance de calcul et la capacité en mémoire doivent faire face à de nombreux problèmes dans une intégration 2D : délais RC, échauffement thermique et consommation. L'intégration 3D, comportant des vias traversant le silicium (TSV pour « Through Silicon Vias »), attire une forte attention de nombreux centre de R&D qui pensent qu'il s'agit là de la nouvelle approche qu'ils doivent prendre pour améliorer les performances à moindre coût. Cette intégration 3D permet d'augmenter la densité d'intégration, la vitesse de transmission des signaux et de réduire les coûts de fabrication ainsi que la puissance consommée. Mais au-delà de tous ces bénéfices, l'empilement de substrats ou de circuits hétérogènes peut être aisément réalisable dans une technologie 3D, ce qui permettrait d'augmenter d'autant plus la sophistication et la diversité des circuits électroniques [18].

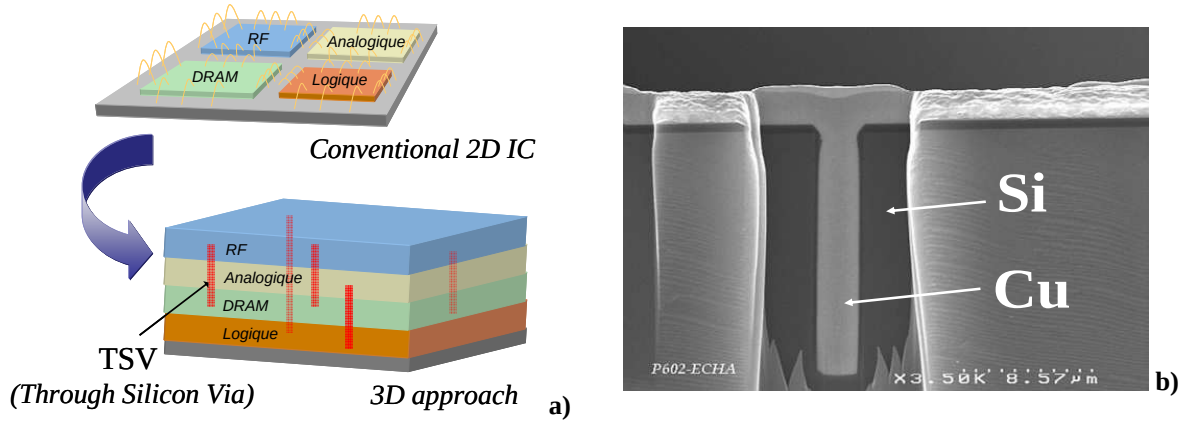


Figure 1-5 : Intérêt de l'intégration 3D par rapport à une approche « traditionnelle » 2D (a) et vue en coupe au MEB d'un TSV de 15 µm de profondeur et de 3 µm de large (b), cliché STMicroelectronics.

3. Les passifs intégrés

Afin d'augmenter les fonctionnalités possibles pour une puce, nous avons vu que l'intégration des composants passifs est devenue une obligation, notamment dans l'industrie de la téléphonie mobile. Nous présentons ci-après les différents composants directement intégrés. De plus, l'industrie microélectronique s'est dotée d'une feuille de route qui fixe des objectifs chiffrés pour les performances que doivent atteindre ces composants. Ces spécifications requises sont regroupées dans des tables fournis par l'ITRS, pour « International Technology Roadmap for Semiconductors » [19].

a. Inductances

Les inductances sont un vrai défi d'intégration d'un point de vue de leur densité surfacique (taille des boucles et nombre de spirales) et de la densité d'intégration métallique (règles de dessin pour le polissage). Ces composants étant assujettis à de fortes contraintes de conception et d'intégration, obtenir des inductances de haute qualité pour les applications RF demande beaucoup de développement. Les spécifications conditionnant les performances des inductances sont les suivantes :

- un haut facteur de qualité Q pour des valeurs d'inductance élevées,
- une fréquence de résonance propre élevée,

Il en résulte :

- des pertes ohmiques faibles,
- des courants de Foucault limités,
- des pertes diélectriques faibles (généralement dues au substrat en silicium).

Comme montré en Figure 1-6, le remplacement du métal utilisé (l'aluminium) par un métal moins résistif (le cuivre) permet d'améliorer les performances en termes de facteur de qualité et de pertes ohmiques.

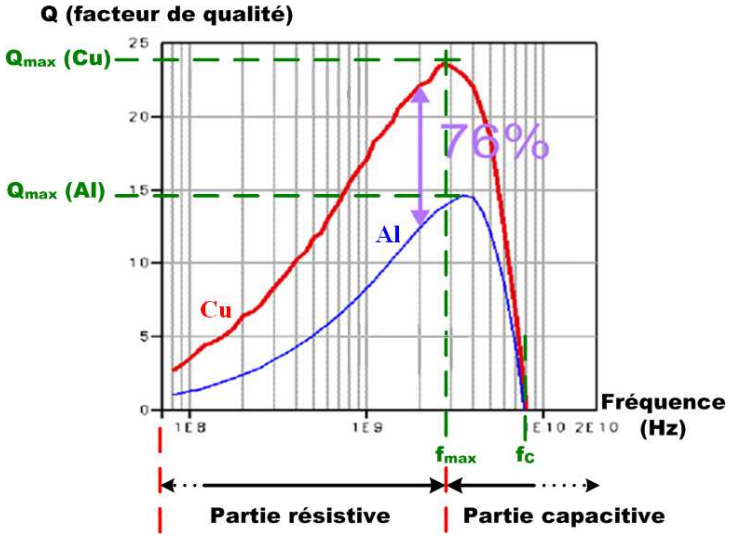


Figure 1-6 : Impact, dans un niveau épais, du remplacement de l'aluminium par du cuivre sur le facteur de qualité Q des inductances [20].

En s'appuyant sur plusieurs travaux de recherche orientés sur les inductances [21,22], le Tableau 1-1 donne quelques exemples de valeurs pour les critères de performances des inductances intégrées.

Les inductances sont couramment employées dans les filtres RF, les VCO (Voltage Control Oscillator : oscillateur commandé en tension), les amplificateurs de puissance et de faibles niveaux de bruit, ou pour réaliser des adaptations d'impédance.

Tableau 1-1 : Principaux critères de performance d'une inductance intégrée.

Critère de performance	Valeur
Valeur d'inductance	10 nH
Facteur de qualité Q	40
Fréquence de résonance	20 GHz
Pertes ohmiques	10 Ω
Capacités parasites	10 fF

Actuellement, les inductances planaires de forme spirale intégrées dans les niveaux supérieurs des métallisations sont les plus utilisées car elles présentent un facteur de qualité intéressant tout en étant facilement réalisables avec les processus standards de fabrication du BEOL [23]. La Figure 1-7 montre une réalisation d'une inductance intégrée sur deux niveaux.

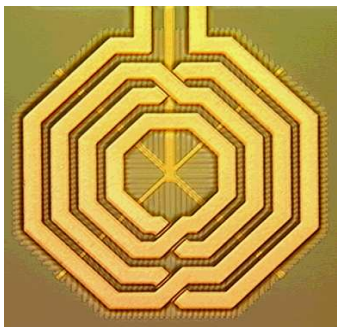


Figure 1-7 : Inductance sur deux niveaux de cuivre réalisée à STMicroelectronics, technologie B7PA pour les amplificateurs de puissance [20].

b. Résistances

Les résistances intégrées sont largement répandues dans les applications analogiques. Elles sont réalisées par le dépôt d'une fine couche de matériau résistif sur un substrat diélectrique puis connectées aux extrémités avec des électrodes métalliques. Les critères qui définissent leurs performances et qui signifient leur aptitude à être utilisées dans une application spécifique sont résumées ci-après.

- une capacité à maintenir leur valeur nominale de résistance, en fonction de l'environnement extérieur (température, humidité, champ électrique,…) : les deux paramètres caractéristiques sont les coefficients de linéarité en température (TCR pour « Temperature Coefficient of Resistance ») et en tension (VCR pour « Voltage Coefficient of Resistance »)
- un faible niveau de bruit en 1/f et une forte réjection des bruits dus au parasitage.

Le Tableau 1-2 donne les spécifications ITRS [19] pour les résistances intégrées en films minces dans le BEOL : résistance carrée $R_{\square}$, linéarité en température TCR et capacité parasite.

Ces résistances intégrées sont souvent utilisées au sein des diviseurs de tension, horloges, ou réseaux de résistances de précision.

Tableau 1-2 : Évolution par année des spécifications ITRS pour les résistances intégrées.

Spécifications ITRS :	2007	2010	2013	2020
Résistance nominale par carré $R_{\square}$ [$\Omega.\square^{-1}$]	50	50	50	50
Linéarité en température TCR [ppm.°C^{-1}]	< 100	40 - 80	30	20
Capacité parasite [fF.μm^{-2}]	0.03	0.05	0.08	0.08

Pour améliorer les performances de ce composant, les films résistifs sont intégrés dans les niveaux supérieurs des métallisations du BEOL de la puce pour se soustraire au bruit en 1/f apporté par le substrat de silicium. Le challenge actuel est de trouver des matériaux résistifs permettant d'obtenir des valeurs de résistance modérées et accordables, compatibles avec les architectures standards des circuits intégrés avec des métallisations en cuivre (procédé damascène). Le Nitrure de Tantale, TaN [24], ou l'oxynitrure de Titane, TiN_xO_y [25], apparaissent comme des candidats prometteurs pour ce genre de spécifications.

c. Capacités

Un condensateur est un composant électronique de stockage d'énergie électrique. Il est formé par un diélectrique de faible épaisseur placé entre deux électrodes conductrices. Lorsqu'une différence de potentiel est appliquée aux électrodes, les propriétés physiques du diélectrique n'autorisent pas la conduction des charges électriques. Aussi le courant de conduction est transformé en courant de déplacement qui correspond, en basses fréquences, au courant de charge du condensateur. Un phénomène de stockage de charges se produit aux interfaces des électrodes, l'une contenant des charges positives, l'autre des charges négatives. Il existe principalement deux types de condensateurs pour composants passifs : les capacités Métal/Isolant/Semi-conducteur (MIS), intégrées au niveau des transistors et les capacités Métal/Isolant/Métal (MIM), intégrées au niveau des interconnexions. Pour les composants actifs, nous rencontrons principalement des capacités de type MOS qui permettent de contrôler le canal de conduction des transistors de cette famille, la plus utilisée en microélectronique. Ici, nous nous focalisons principalement sur les condensateurs « passifs ».

Les électrodes métalliques présentant une résistivité très inférieure à celle du silicium ou du polysilicium, les résistances d'accès par rapport aux capacités sont plus faibles dans le cas des capacités MIM par rapport aux capacités MIS. De plus, la capacité est empilable : elle peut se trouver au-dessus des composants actifs ; deux capacités MIM peuvent être réalisées à deux niveaux de métal différents et être associées en parallèle. Ce type d'architecture permet un gain de place important. Enfin, sa position permet de diminuer les capacités parasites par rapport au substrat. Les architectures MIM sont les plus utilisées actuellement.

Les critères de performances les plus drastiques visés par l'ITRS [19] pour les capacités utilisées en Radio Fréquences sont donnés dans le Tableau 1-3 et explicités ci-après.

Tableau 1-3 : Évolution, par année, des spécifications ITRS pour les capacités MIM intégrées.

Spécifications ITRS :	2007	2010	2013	2020
Capacité surfacique C_S [fF.µm^{-2}]	5	5	7	12
Linéarité en tension α [ppm.V^{-2}]	< 100	< 100	< 100	< 100
Linéarité en température α_T [ppm.°C^{-1}]	< 100	< 100	< 100	< 100
Défectivité [défaut.cm^{-2}]	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01
Fuites @ 5 V et 125 °C [nA.cm^{-2}]	< 10	< 10	< 10	< 10
Tension de claquage V_{bd} [V]	> 10	> 10	> 10	> 10
Facteur de qualité Q @ 5 GHz et 1 pF	> 50	> 50	> 50	> 50

- la capacité surfacique, en [fF.µm^{-2}], définie par :

$$C_S = \frac{\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r}{e} \tag{1.1}$$

Avec : $\varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r$ la permittivité du diélectrique,

e l'épaisseur du diélectrique.

- la linéarité en tension α définie par :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{C(V) - C_0}{C_0} = \alpha \cdot V^2 + \beta \cdot V \tag{1.2}$$

Avec : C(V) la valeur de la capacité extraite à la tension V

C_0 la valeur de la capacité à 0 V

α, β les coefficients quadratique et linéaire de linéarité en tension en ppm.V^{-2} et ppm.V^{-1} ou « Voltage Coefficients Capacitance » ou « VCC ».

- la linéarité en température α_T définie par :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{C(T) - C_0}{C_0} = \alpha_T T \tag{1.3}$$

Avec : T la température en [°C],

C_0 la valeur de la capacité à température ambiante,

C(T) la valeur de la capacité à la température T.

α_T le coefficient de linéarité en température en ppm.°C^{-1}

- les courants de fuites *I*,
- le facteur de qualité Q,
- la tension de claquage V_{bd}
- la fréquence de résonance f.

Les objectifs sont donc une augmentation pour la densité surfacique de capacité C_S tout en conservant d'excellentes caractéristiques électriques en termes de fuites, facteur de qualité et linéarité en tension ou en température.

De nouvelles solutions technologiques permettant d'améliorer ces critères apparaissent. Afin d'augmenter la densité, deux voies sont possibles. Tout d'abord, utiliser des diélectriques à forte permittivité (Figure 1-8a) afin d'augmenter la constante diélectrique et la valeur de la capacité à surface constante. Ensuite, passer d'une architecture en deux dimensions à une architecture en trois dimensions (Figure 1-8b) afin d'augmenter notablement la surface entre électrodes tout en maintenant une surface constante d'occupation sur la tranche de silicium. Dans les deux cas, une épaisseur faible d'un diélectrique d'excellente qualité et uniforme permet d'améliorer les courants de fuites et d'augmenter encore la valeur de capacité. Les capacités doivent être réalisées dans les derniers niveaux métalliques afin de réduire les effets parasites associés au substrat. Par conséquent, la température de dépôt doit être faible (< 450 °C) afin d'être compatible avec les exigences de la technologie utilisée pour le BEOL.

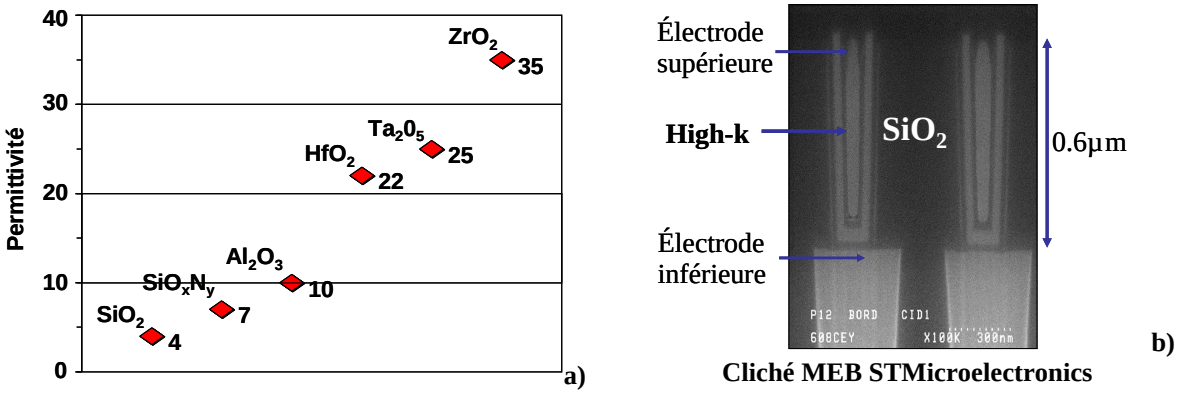


Figure 1-8 : Deux voies permettent d'augmenter la densité surfacique des capacités : augmentation de la permittivité du matériau intégré (a) ou de la surface développée en réalisant une architecture 3D (b).

II. Les applications visées

Ce travail de thèse se focalise sur les diélectriques utilisés dans des structures Métal/Isolant/Métal. Ces structures sont un enjeu pour les nouvelles générations de circuits intégrés, notamment dans les technologies sans fils comme la téléphonie mobile et les systèmes GPS avec l'intégration de condensateurs ou de résonateurs à ondes acoustiques. Cette partie détaille les principales utilisations de ces structures en termes d'applications visées.

1. Les diélectriques des condensateurs de mémoire DRAM

La mémoire dynamique à accès aléatoire DRAM (Dynamic Random Access Memory) a pour but de stocker des charges électriques. Comme l'indique la Figure 1-9, chaque cellule est formée par un condensateur relié à un transistor qui joue le double rôle de lecture - écriture, soit pour récupérer l'information contenue dans le condensateur, soit pour en modifier son état. Le

condensateur mémorise la présence ou l'absence de charge, et à chaque état correspond respectivement à un état logique « 1 » ou « 0 » d'un bit.

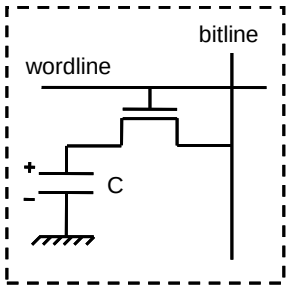


Figure 1-9 : Cellule élémentaire d'une mémoire DRAM.

La capacité de stockage de la mémoire est déterminée par le nombre de condensateurs dans le circuit et la valeur de capacité du condensateur. Chaque cellule doit occuper le minimum de place et chaque condensateur doit avoir une densité de capacité élevée. Le condensateur doit aussi conserver la charge pour minimiser la fréquence des rafraîchissements, aujourd'hui typiquement de l'ordre de 15 ns, et présenter de faibles courants de fuite.

Chronologiquement, le diélectrique utilisé dans ces capacités a été l'oxyde de Silicium SiO_2, puis l'oxynitrure de Silicium SiO_xN_y et enfin l'alumine Al_2O_3. Initialement les électrodes de ces condensateurs étaient en poly-silicium fortement dopé, c'est-à-dire des électrodes semi-conductrices aux propriétés proches de celles d'un métal. On parlait de condensateurs SIS, aujourd'hui elles sont devenues MIM. En effet pour des raisons de budget thermique le poly-silicium a ensuite été remplacé par des électrodes métalliques car les capacités DRAM sont situées « au-dessus » des transistors MOS, ce qui empêche la réalisation de recuits aux températures trop élevées. Pour les diélectriques inter-électrodes des condensateurs de mémoires DRAM les principaux critères de sélection sont rappelés dans le Tableau 1-4 suivant ; en rouge, les caractéristiques les plus drastiques.

Tableau 1-4 : Principaux critères exigés par l'ITRS pour des capacités MIM pour mémoires DRAM.

Capacité surfacique	Linéarité en tension	Courants de fuite
élevée	Pas importante	Très faibles :< 10 $nA.cm^{-2}$

Des courants de fuite très faibles à la tension de fonctionnement (quelques volts) éviteront les pertes et minimiseront les rafraîchissements suite à une bonne conservation de la charge. Une permittivité élevée (et donc une capacité surfacique) garantira une densité de capacité élevée et une intégration poussée.

A ce jour les diélectriques les plus fréquemment utilisés dans les mémoires DRAM restent l'oxyde de silicium et le nitrure de silicium mais leurs courants de fuite élevés au fur et à mesure que l'intégration augmente ont conduit à des études poussées en vue d'intégrer des matériaux

« médium-κ » tels que le ZrO_2, le Ta_2O_5 [26] et des matériaux à permittivité plus élevée tels que le $BaTiO_3$ ou le $BaSrTiO_3$ [27,28].

2. Diélectriques pour condensateurs de découplage et de liaison

(i) Condensateur de découplage

Ce condensateur a pour fonction de filtrer les signaux parasites sur les tensions d'alimentation entre deux blocs. Il est monté en parallèle du circuit d'alimentation. Les composantes sinusoïdales sont éliminées par filtrage et seule la tension continue est récupérée aux bornes du condensateur. Pour ce type de condensateur, une forte densité de capacité, une tension de claquage élevée et surtout une tenue en champ électrique très élevée sont requises.

(ii) Condensateur de liaison

Ces condensateurs ont un rôle inverse des condensateurs de découplage : ils sont cette fois utilisés pour éliminer la composante continue d'un signal. Il est monté en série dans le circuit. Les spécifications sont : une forte densité, une très faible valeur du coefficient α et une bonne tenue en fréquence afin de conserver la composante spectrale du signal.

Le Tableau 1-5 récapitule les principaux critères de performances pour les capacités MIM de découplage et de liaison : densité surfacique, linéarité en tension et courants de fuite.

Tableau 1-5 : Principaux critères exigés par l'ITRS pour des capacités MIM de filtrage.

Capacité surfacique	Linéarité en tension	Courants de fuite
élevée	Bonne : $\alpha < 1000$ ppm.V^{-2}	Faibles : < 100 nA.cm^{-2}

3. Diélectriques pour condensateurs MIM RF & analogiques

Ces condensateurs sont utilisés pour des applications de filtrage ou encore des systèmes oscillants comme les VCO (Voltage Controlled Oscillator). Les spécifications pour ce type de condensateurs sont très exigeantes sur les paramètres électriques des isolants, voire les plus exigeantes dans le domaine microélectronique : il faut une forte permittivité, de faibles courants de fuite, et surtout une très grande linéarité sous champ électrique et également un champ de claquage élevé. A ce jour le nitrure de silicium, Si_xN_y, est très souvent utilisé mais sa faible valeur de permittivité ne permet pas une intégration optimale. Le Tableau 1-6 donne les principaux critères de performances pour les condensateurs MIM RF et analogiques ; en rouge, les caractéristiques les plus drastiques.

Tableau 1-6 : Principaux critères exigés par l'ITRS pour des capacités MIM analogiques ou RF.

	Capacité surfacique	Linéarité en tension	Courants de fuite
MIM analogiques	Faible : < 5 fF.µm^{-2}	Excellente : < 100 ppm.V^{-2}	Faibles : < 100 nA.cm^{-2}
MIM RF	Très élevée : > 10 fF.µm^{-2}	Bonne : α < 1000 ppm.V^{-2}	Faibles : < 100 nA.cm^{-2}

De nombreuses recherches ont lieu actuellement afin d'optimiser les performances de ces condensateurs MIM RF et analogiques. Elles portent sur les architectures des condensateurs et sur les matériaux à intégrer en leur sein. Nos travaux s'inscrivent partiellement dans ce cadre [29].

4. Diélectriques pour condensateurs MIM accordables « above IC »

L'approche « Above IC », au-dessus des circuits intégrés en français, consiste à réaliser les composants passifs ou les MEMS directement au dessus du circuit intégré et de son réseau d'interconnexions mais sur le même substrat afin d'améliorer considérablement la miniaturisation. Cette approche globale du système électronique impose des contraintes d'élaboration, en particulier une température maximale d'élaboration de 400 °C afin de ne pas dégrader les couches sous-jacentes.

La valeur d'une capacité peut être modifiée de deux manières différentes, soit en jouant sur la distance entre les électrodes comme dans les technologies MEMS [30], soit en jouant sur la valeur de la permittivité du diélectrique.

Le principe des condensateurs accordables consiste à jouer sur la variation de la permittivité de l'isolant inter-électrodes en fonction d'un champ électrique, dit de commande, appliqué entre ces électrodes ou au travers de métallisations dédiées [31,32]. Ces condensateurs sont utilisés dans les applications micro-ondes accordables : résonateurs, filtres, déphaseurs pour la gamme allant du kHz au GHz [33,34,35,36]. Les diélectriques intégrés dans ces condensateurs sont généralement des oxydes de structure cristalline pérovskite présentant une permittivité élevée mais surtout une nature ferroélectrique : leur permittivité dépend d'un champ électrique appliqué [37,38]. Les spécifications requises sur l'isolant pour les applications accordables sont une forte valeur de permittivité, une « commandabilité » élevée et des faibles pertes diélectriques. En terme de capacité la « commandabilité » ou « accordabilité » ΔC est définie comme la différence relative entre la valeur de capacité avec et sans champ électrique appliqué, selon l'équation (1-4) :

$$\Delta C = \frac{C(E) - C_0}{C_0} \cdot 100\% \qquad (1.4)$$

Avec : C_0 et C(E) les valeurs de capacité avec et sans champ électrique appliqué.

Selon la littérature [34], cette grandeur peut atteindre 71 %. La même définition peut être utilisée en terme de permittivité et les matériaux envisagés sont principalement le $BaSrTiO_3$ et $SrTiO_3$ [34,39,40].

Les composants accordables et les MEMS ouvrent des perspectives nombreuses en termes d'applications. Beaucoup d'équipes de recherche travaillent sur ces sujets, les technologies restant à devenir plus matures et les matériaux devant encore être plus performants.

5. Diélectriques dans des filtres à ondes acoustiques de volume

Le filtrage RF est une fonction indispensable dans les dispositifs électroniques dédiés aux télécommunications à cause du nombre de standards de transmission (GSM, WiFi,…) utilisant différentes gammes de fréquence. Plusieurs dispositifs peuvent réaliser cette fonction :

- des circuits RLC ; mais cette solution, qui offre un bon niveau d'intégration, ne permet pas d'atteindre de bonnes performances (facteur de qualité et sélectivité faibles),
- des résonateurs basés sur une technique à onde acoustique de surface SAW (Surface Acoustic Wave) : cette solution est limitée à ce jour en fréquence (jusqu'à 2-3 GHz) et en puissance (1 W), de plus elle n'est pas intégrable directement dans les circuits intégrés à cause des dimensions importantes qu'elle impose aux composants,
- des résonateurs basés sur techniques à onde acoustique de volume BAW (Bulk Acoustic Wave) : cette dernière solution est la plus intéressante puisqu'elle permet d'associer de bonnes performances (facteur de qualité élevé, jusqu'à 1500, bande de fréquence s'étendant de la centaine de MHz à environ 13 GHz), des dimensions réduites et un faible coût de production (dispositifs intégrables).

Dans un résonateur BAW, la partie principale est une couche mince piézoélectrique comprise entre deux électrodes, cette couche jouant le rôle d'un transducteur électrique - mécanique - électrique. Quand cette couche est excitée, une onde acoustique est générée dans le volume du matériau. Les filtres RF sont généralement réalisés en couplant plusieurs résonateurs entre eux. La fréquence centrale du filtre est fixée par les fréquences des résonateurs qui sont généralement proches l'une de l'autre.

Les résonateurs BAW se classent en deux groupes : les FBAR (Film Bulk Acoustic Resonator) et SMR (Solidly Mounted Resonator). Leur empilement est représenté en Figure 1-10. Dans le cas des FBAR, le résonateur piézoélectrique est écarté du substrat pour éviter toute dissipation des ondes acoustiques. Cet écartement est obtenu soit par gravure de la face arrière du substrat, soit en suspendant le résonateur par l'utilisation d'une couche sacrificielle. Dans le cas

des SMR, on utilise un réseau de Bragg acoustique sous le résonateur en matériau piézoélectrique. Ce réseau dédié à réfléchir l'onde acoustique, est constitué de multicouches de matériaux, où chaque couche possède une épaisseur de λ/4 (λ étant la longueur d'onde correspondant à la fréquence du résonateur).

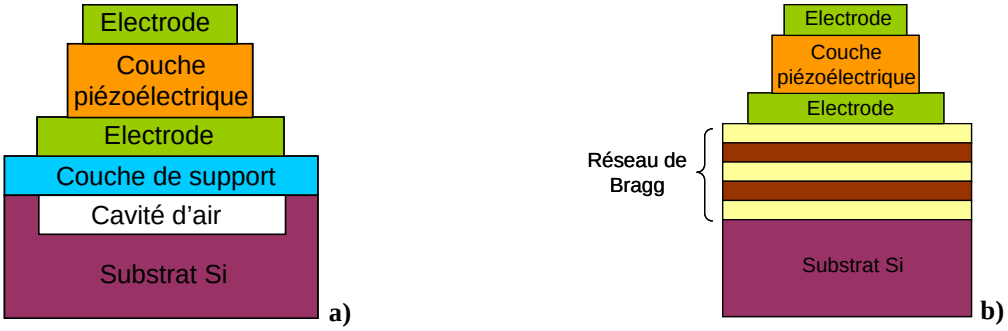


Figure 1-10 : Résonateur FBAR (a) et SMR (b).

Pour les applications BAW, les matériaux piézoélectriques sont choisis en fonction de leur coefficient de couplage électromécanique qui doit être élevé. Ce coefficient k_t^2 est défini avec l'équation (1-5) suivante [41].

$$k_t^2 = \frac{\pi}{2}\frac{f_S}{f_P}\tan\frac{\pi}{2}\left(\frac{f_P - f_S}{f_P}\right) \cong \frac{\pi^2}{4}\frac{f_P - f_S}{f_P} \qquad (1.5)$$

Avec : f_P et f_S les fréquences de résonance parallèle et série définies par les fréquences correspondant au maximum avant la résonance et au minimum après la résonance.

La fréquence de résonance du résonateur est déterminée par l'épaisseur du matériau diélectrique piézoélectrique, typiquement entre quelques centaines de nanomètres et quelques micromètres [42]. Une telle gamme d'épaisseur nécessite des techniques de dépôt en couches minces particulières (sol-gel, PVD …).

Les matériaux les plus prometteurs pour les applications BAW sont l'AlN, le PZT et le ZnO. Les deux premiers sont les plus appropriés pour travailler sur une bande de fréquence étroite et le dernier sur une large bande de fréquence. Le Tableau 1-7 résume les différentes caractéristiques de ces matériaux et leur possibilité d'intégration en salle blanche.

Tableau 1-7 : Principales caractéristiques des matériaux piézoélectriques utilisés.

Propriétés en couches minces	AlN	ZnO	PZT
k_t^2	7 %	7.5 %	8 à 15 %
Vitesse acoustique [m.s^{-1}]	10400	6400	4700
Compatibilité salle blanche	Oui	Oui	Non
Intégration CMOS	Oui	Non	Non

Comme pour les matériaux utilisés dans les capacités accordables, nos travaux concernent la caractérisation de matériaux avec des propriétés piézoélectriques ou d'électrostriction [9].

III. Les diélectriques utilisés et leurs propriétés

Nous avons vu que les caractéristiques électriques des diélectriques utilisés dans les structures Métal/Isolant/Métal sont primordiales pour les nouvelles applications visées. Cette partie se concentre sur ces diélectriques : d'abord, les différentes catégories rencontrées (en termes de gamme de permittivité : faible, moyenne ou forte) ; ensuite, les principales propriétés de ces matériaux seront rappelées. Un état de l'art plus détaillé des matériaux caractérisés au cours de ce travail de thèse sera fait dans les chapitres suivants.

1. Les différentes catégories de diélectriques rencontrés

Cette liste de matériaux, non exhaustive, permet de donner quelques exemples de diélectriques utilisés, étudiés, pressentis ou innovants, dont certains feront l'objet d'études plus approfondies. Une classification selon la gamme de permittivité comme présentée dans la Figure 1-11 est proposée.

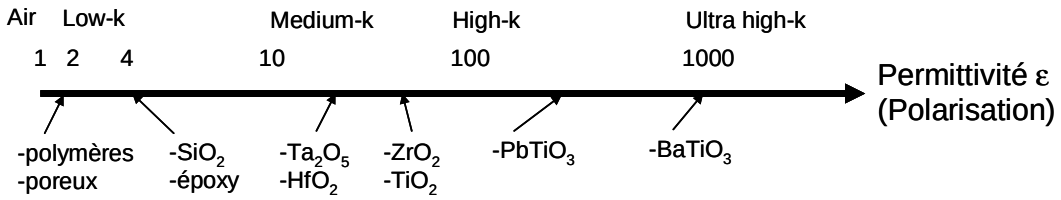


Figure 1-11 : Axe définissant l'échelle de permittivité utilisé, des « low-k » aux « Ultra high-k ».

a. Faible permittivité

L'oxyde de Silicium, SiO_2, avec une permittivité relative de 3,9, a été le premier à être intégré dans les technologies silicium. Il dispose naturellement d'une bonne stabilité thermique et chimique et avec une large bande interdite, de l'ordre de 9 eV, il a de bonnes propriétés isolantes [43]. Il présente également une faible non-linéarité [44]. Cette qualité et sa large bande interdite font que ce matériau a été longtemps utilisé dans les condensateurs MIM damascènes pour les applications RF avec une densité de 1 $fF.\mu m^{-2}$.

Le nitrure de Silicium, Si_3N_4, a ensuite remplacé le SiO_2 car il permet d'atteindre de plus fortes valeurs de capacités. En effet, ce diélectrique a une permittivité relative qui varie entre 6 et 8 selon le mode de dépôt, l'interface inférieure et le taux d'oxygène dans le film. Ceci permet d'atteindre des densités de capacité de l'ordre de 2 $fF.\mu m^{-2}$. Son gap de 5,1 eV, plus faible que celui du SiO_2, permet encore d'atteindre des courants de fuite réduit [45]. Il reste un bon diélectrique avec une faible non-linéarité. Ce matériau, déjà bien connu, sera quand même étudié lors de ce travail afin de valider la technologie et la procédure de caractérisation mises en place.

L'oxyde d'Aluminium, Al_2O_3, avec une permittivité relative de 8, est aussi fortement étudié comme diélectrique pour les capacités MIM dans les mémoires DRAM principalement [46]. Il présente un gap important de 8,7 eV et une bonne stabilité chimique. Cependant, ce diélectrique présente une forte non-linéarité en tension, rédhibitoire pour les applications de MIM RF et analogiques.

Le nitrure d'Aluminium, AlN, présente une valeur de permittivité relative de 9 à 12 et il est surtout étudié pour ses bonnes propriétés piézoélectriques. Il possède une structure cristalline hexagonale et si son axe c est perpendiculaire au substrat, cet effet piézoélectrique est observé. Avec un bon coefficient de couplage et une vitesse de propagation acoustique élevée, l'AlN est un excellent candidat pour les MEMS RF pour la gamme de fréquence supérieure au GHZ. Dans la littérature, de nombreuses études sur l'AlN portent sur des applications utilisant des filtres BAW [47,48] avec un très bon facteur de qualité jusqu'à 9.2 GHz [49]. Ce matériau sera étudié plus en détail au cours de ce travail de thèse.

Le Tableau 1-8 suivant résume les principales propriétés électriques de ces matériaux.

Tableau 1-8 : Propriétés électriques des diélectriques de faible permittivité relative ε_r, largeur de bande interdite E_g et champ de claquage E_{bd}.

	ε_r	E_g [eV]	E_{bd} [MV.cm^{-1}]
SiO_2	3.9	8.9	> 10
Si_3N_4	6 - 8	5.1	> 7
Al_2O_3	8 - 9	8.7	7 - 10
AlN	9 - 12	6.2	7 - 10

b. Permittivité moyenne

L'oxyde de Tantale, Ta_2O_5, est un diélectrique aux propriétés intéressantes : avec une permittivité de l'ordre de 25, il permet d'atteindre des densités de capacité de l'ordre de 5 fF.μm^{-2} [50]. Sa non-linéarité avec la tension est faible, mais sa faible valeur de gap [43] induit des courants de fuites élevés dépendant fortement de la température [51] et du métal d'électrode [52]. Avec un champ de claquage de 3.6 MV.cm^{-1}, des tensions de claquage de l'ordre de 20 V peuvent être atteintes pour des épaisseurs de 45 nm environ.

L'oxyde d'Yttrium, Y_2O_3, est également étudié par [53]. Avec une permittivité de l'ordre de 15, des densités surfaciques de l'ordre de 3 fF.μm^{-2} peuvent être atteintes. Son gap de 6 eV permet d'obtenir des courants de fuites acceptables et son champ de claquage de 5.1 MV.cm^{-1} est également plus élevé que celui du Ta_2O_5.

L'oxyde d'Hafnium, HfO_2, est le diélectrique le plus souvent cité du fait de son rôle dans le diélectrique de grille des transistors MOS 45 nm de chez Intel en premier [15]. Avec une permittivité de l'ordre de 20 et un gap de 5.8 eV, d'excellentes performances (des densités

surfaciques de 5 $fF.\mu m^{-2}$) peuvent être prévues pour une intégration dans des capacités MIM mais une non-linéarité élevée et un champ de claquage faible, de l'ordre de 3.7 $MV.cm^{-1}$, rendent ce matériau moins intéressant. Différentes approches pour améliorer ses performances sont un dopage au lanthane afin de limiter la non-linéarité ou la réalisation de multicouches, Al_2O_3 / HfO_2 / Al_2O_3 par exemple [54,55].

L'oxyde de Zirconium, ZrO_2, au même titre que l'HfO_2, présente des caractéristiques intéressantes. Avec une constante diélectrique relative théorique de l'ordre de 30, c'est un bon candidat pour augmenter la capacité surfacique à surface égale par rapport à une capacité intégrant du SiO_2. Sa bande interdite suffisamment élevée, environ 5.8 eV [43], limite l'ampleur des courants de fuite. Il est largement étudié pour des applications de condensateurs MIM DRAM et comme futur diélectrique de grille MOS pour remplacer l'HfO_2.

Le Tableau 1-9 suivant résume les principales propriétés électriques de ces matériaux.

Tableau 1-9 : Propriétés électriques des diélectriques de permittivité relative ε_r moyenne, largeur de bande interdite E_g et champ de claquage E_{bd}.

	ε_r	E_g [eV]	E_{bd} [$MV.cm^{-1}$]
Ta_2O_5	25	4.5	5 - 6
Y_2O_3	10 - 18	6	3 - 6
HfO_2	18 - 25	5.7	4
ZrO_2	25 - 40	5.8	3 - 4

c. Forte permittivité

La permittivité relative des matériaux « high-κ », en comparaison aux « medium-κ » présentés précédemment, peut atteindre plusieurs milliers. Parmi eux, beaucoup font partie de la famille des « pérovskites » qui est une structure cristalline commune à de nombreux oxydes dont la composition typique est ABO_3. Les problèmes communs à tous ces matériaux pérovskites sont un courant de fuite relativement important, un champ de claquage pas très élevé et connu pour diminuer quand la permittivité réelle augmente [56].

Néanmoins, outre le fait que ces matériaux pérovskites possèdent une permittivité réelle extrêmement élevée, ils présentent une très grande variété de propriétés physiques selon le choix des éléments A et B utilisés dans leur composition : ferroélectricité, ferromagnétisme, piézoélectricité, pyroélectricité, etc. Cet éventail de propriétés rend ces matériaux très étudiés et fortement convoités pour de très nombreuses applications.

Le Titanate de Strontium, $SrTiO_3$ ou STO, fait partie de la famille des pérovskites et sa permittivité relative se situe dans la gamme de 100 à 6000, selon la technique d'élaboration [57,58]. Sa bande interdite étroite de 3,3 eV engendre des courants de fuite non négligeables [43]. Le champ de claquage de STO est environ 1,5 $MV.cm^{-1}$ pour une valeur de permittivité de 100. A

température ambiante, le STO est dans sa phase paraélectrique : sa polarisation ne présente pas de cycle hystérésis en fonction d'un champ électrique appliqué, mais sa permittivité réelle dépend toujours fortement de ce champ électrique appliqué. Cet état permet d'envisager l'intégration du STO pour la réalisation de condensateurs MIM accordables [31] et RF [59]. D'autres applications sont visées avec le STO du fait de sa très haute valeur de permittivité : condensateurs MIM de découplage [36] et de mémoires DRAM [60]. On trouve aussi dans la littérature son utilisation pour la réalisation de filtres passe-haut [36] en technologie Above IC, avec des condensateurs de densité de 10 $fF.\mu m^{-2}$.

Le Titano-Zirconate de Plomb, $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ ou PZT, possède une valeur de permittivité relative située entre 300 et 4000 selon les procédés de fabrication. Elaboré pour la première fois en 1954, il est surtout connu pour ses propriétés piézoélectriques. Aujourd'hui, il est un des matériaux diélectriques les plus prisé dans l'industrie, grâce à sa piézoélectricité et à de très bonnes propriétés ferroélectriques. L'indice x représente le rapport entre le titane et le zirconium. Ce dernier peut être modifié pour ajuster les propriétés physiques du PZT, selon l'application envisagée [57]. La température de Curie du PZT est située entre 180 et 400 °C [59], ainsi, à température ambiante, le PZT est dans sa phase ferroélectrique. Le champ de claquage du PZT pour une valeur de permittivité réelle de 300 est à environ 1 $MV.cm^{-1}$. Le PZT est utilisé dans des domaines très variés, chacun privilégiant une de ses caractéristiques : dans les mémoires DRAM et les condensateurs de découplage (grande valeur de permittivité) [61] ; dans les mémoires FeRAM (propriétés ferroélectriques), nouvelle génération de mémoires non-volatiles, avec une faible consommation de puissance et une grande vitesse d'opération [62,63] ; dans les MEMS (propriétés piézoélectriques) [64,65,66,67] pour applications RF (filtres, résonateurs BAW).

Un autre matériau ferroélectrique largement étudié est le Titanate de Baryum-Strontium, $BaSrTiO_3$ ou BST. Comme le PZT ou le STO, ce matériau possède à la fois des propriétés ferroélectriques, piézoélectriques et une grande valeur de permittivité relative, située entre 200 et 600 [68,69]. Comme pour le PZT, les propriétés du BST varient en fonction de sa composition, selon le rapport entre le Baryum et le Strontium [68]. Ses principaux atouts sont, avec sa valeur de permittivité élevée, une grande accordabilité, une faible tangente de pertes (située entre 0.002 et 0.007 à 1 MHz [70], et 0.012 entre 0.4 et 0.8 GHz [69]), un champ de claquage élevé et aussi une grande vitesse de commandablité, nommée « tunning speed » en anglais [69]. Il est principalement visé pour réaliser des condensateurs de mémoire DRAM [69]. Ses propriétés ferroélectriques le rendent très intéressant pour la réalisation de condensateurs accordables [35,69], par exemple pour fabriquer des déphaseurs microondes [70,71]. A température ambiante, si sa composition est appropriée, le BST peut se trouver dans sa phase ferroélectrique, ce qui permet de viser des

applications dédiées aux mémoires FeRAM [72]. La nature piézoélectrique du BST permet également d'envisager une utilisation dans des applications MEMS [73].

Le Tableau 1-10 suivant résume les principales propriétés électriques de ces matériaux.

Tableau 1-10 : Propriétés électriques des diélectriques de forte permittivité relative ε_r, largeur de bande interdite E_g et champ de claquage E_{bd}.

	ε_r	E_g [eV]	E_{bd} [MV.cm^{-1}]
$SrTiO_3$	100 - 6000	3.3	1
$Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$	300 - 4000	3 - 4	3
$BaSrTiO_3$	200 - 600	-	-

2. Propriétés électriques et physiques de ces diélectriques

Ici, les principales propriétés électriques et physiques des diélectriques sont décrites.

a. Permittivité complexe et pertes diélectriques

La permittivité $[\varepsilon]$ représente la relation entre le vecteur de déplacement électrique $\vec{D}$ et le champ électrique appliqué au matériau $\vec{E}$: $\vec{D} = [\varepsilon]\vec{E}$. Dans le cas général d'un milieu inhomogène et anisotrope, c'est un tenseur d'ordre trois qui se réduit à un scalaire, généralement complexe, ε dans le cas d'un milieu homogène et isotrope. A partir des définitions des vecteurs déplacement $\vec{D}$ et polarisation $\vec{P}$ en fonction du champ électrique $\vec{E}$ dans un milieu homogène et isotrope, on obtient les relations suivantes :

$$\begin{aligned} \vec{D} &= \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \\ &= \varepsilon_0 \vec{E} + \varepsilon_0 \chi_r \vec{E} \\ &= \varepsilon_0 (1 + \chi_r) \vec{E} \\ &= \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E} = \varepsilon \vec{E} \end{aligned} \qquad (1.6)$$

Avec : ε_0 la permittivité du vide,

χ_r la susceptibilité relative du diélectrique,

ε_r la permittivité relative du diélectrique.

Les diélectriques réels sont imparfaits et présentent une conductivité non nulle due à différents mécanismes microscopiques, notamment liés aux défauts cristallins dans le matériau. Pour prendre en considération les différents phénomènes engendrant des pertes lorsque les diélectriques sont soumis à des champs sinusoïdaux, deux termes imaginaires sont introduits dans la définition de la permittivité. Ils représentent les pertes d'origines diélectrique et par conduction. Une manière pour décrire ces phénomènes est selon l'équation 1-7 [74] :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' = \varepsilon_r' - j\left(\varepsilon_d + \frac{\sigma}{\varepsilon_0\,\omega}\right) \tag{1.7}$$

Avec : ε_r' la permittivité relative réelle,

ε_r'' la permittivité relative imaginaire,

ε_d la permittivité relative due aux pertes d'origine diélectrique,

σ la conductivité du matériau,

ω la pulsation du champ électrique auquel est soumis le matériau.

Un diélectrique est également fréquemment caractérisé par sa tangente de pertes tan δ qui représente les pertes dans un diélectrique et qui est définie par le rapport entre les parties imaginaire et réelle de la permittivité :

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'} \tag{1.8}$$

b. Comportement fréquentiel : phénomènes de relaxation

La relaxation diélectrique caractérise la difficulté qu'ont les dipôles, liés aux différents ensembles de charges positives et négatives modélisant le diélectrique, à suivre les variations du champ électrique appliqué. Sous l'action d'un champ électrique, les atomes, les molécules et les ions se polarisent : les charges positives se déplacent dans le sens du champ et les charges négatives en sens inverse. Les barycentres des charges positives et négatives ne coïncident plus et il en résulte un dipôle induit. La polarisation totale se décompose en trois parties :

- la polarisation électronique résulte de la déformation des nuages électroniques sous l'action d'un champ électrique,
- la polarisation ionique résulte du déplacement des ions positifs et négatifs en sens inverse qui induit un moment dipolaire,
- la polarisation dipolaire, conséquence de l'orientation des dipôles moléculaires.

A hautes fréquences, les contributions dipolaires et ioniques se réduisent jusqu'à devenir négligeables à cause de l'inertie des molécules et des ions. Il en résulte une variation en fréquence de la permittivité du diélectrique donnée par l'équation suivante [74] :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_r' - j\varepsilon_r'' = 1 + \underbrace{\frac{\chi_{d0}}{1 + j\tau\omega}}_{\text{Contribution dipolaire}} + \underbrace{\frac{\chi_{i0}}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_{i0}^2}\right) + j\frac{\omega}{\omega_{i1}}}}_{\text{Contribution ionique}} + \underbrace{\frac{\chi_{e0}}{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_{e0}^2}\right) + j\frac{\omega}{\omega_{e1}}}}_{\text{Contribution électronique}} \tag{1.9}$$

Avec : χ_{d0} la susceptibilité dipolaire,

χ_{i0} la susceptibilité ionique,

χ_{e0} la susceptibilité électronique,

τ le temps de relaxation,

ω_{i0} la pulsation de résonance ionique,

ω_{e0} la pulsation de résonance électronique.

Ces variations en fréquence des permittivités réelle et imaginaire d'un matériau sont typiquement décrites par les spectres de la Figure 1-12 suivante. Ces spectres décrivent l'ensemble des phénomènes physiques détaillés ci-avant.

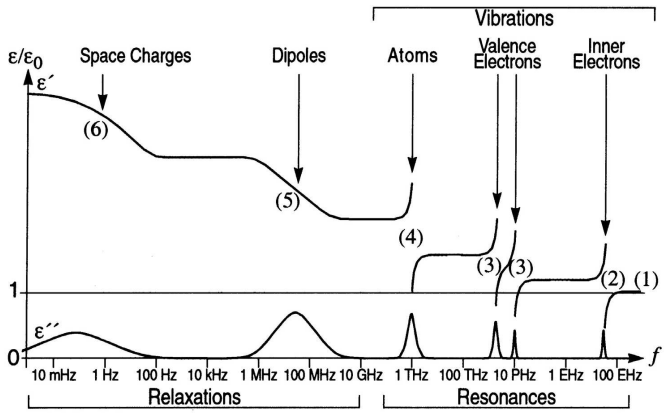


Figure 1-12 : Variations théoriques en fréquence des parties réelle et imaginaire (pertes) de la permittivité d'un diélectrique [74].

c. Effet du champ électrique

Quand la structure Métal/Isolant/Métal est soumise à un champ électrique, plusieurs phénomènes se produisent : l'évolution de la capacité en fonction de la tension appliquée qui constitue la non-linéarité de la structure, l'apparition de courants de fuites soumis à différents modes de conduction et le mécanisme de claquage du diélectrique.

(i) Linéarité

Lorsqu'une tension est appliquée sur un diélectrique à une certaine fréquence f, sa permittivité présente des variations en fonction de la tension, entrainant une évolution de la valeur de la capacité de la structure MIM. Cette variation de la capacité suit généralement une loi polynomiale du second degré donné par la relation (1-2) définie plus haut dans laquelle apparaissent deux coefficient α et β appelés VCC.

Les origines physiques de ces coefficients VCC sont assez mal connues. Une partie de ce travail de thèse porte sur l'étude de l'effet de la fréquence sur le coefficient α. Suivant les applications visées, ce coefficient α devra être minimisé ou maximisé. En effet, dans les capacités

MIM RF et analogiques, ce coefficient doit être le plus faible possible alors que dans les capacités MIM accordables en tension, ce coefficient doit être le plus grand possible afin d'avoir une bonne « accordabilité » ou « commandabilité » définie dans l'équation (1-4).

(ii) Courants de fuite

Lorsqu'une tension continue est appliquée aux bornes d'un condensateur MIM, des courants de fuite apparaissent dans l'isolant. Ces courants de fuite sont causés par différents types de défauts liés au diélectrique lui-même ou à la structure du composant. Les courants de fuite dans un condensateur sont principalement liés aux phénomènes de conduction limitée soit par les électrodes ou soit par le volume du diélectrique.

- **Conduction limitée par les électrodes :**

Dans une **émission thermoélectronique**, ou **effet Schottky** (Figure 1-13a, mécanisme 1), des porteurs sont injectés depuis l'électrode métallique dans le diélectrique en passant au-dessus de la barrière de potentiel ϕ_0 formée à l'interface entre le métal et l'isolant. Ce mode de conduction est généralement observé pour des champs électriques faibles ($E < 0.5$ MV.cm^{-1}) et des températures assez élevées ($T > 200$ °C) [75].

Le **courant tunnel** direct et **l'effet Fowler-Nordheim** (Figure 1-13a, mécanismes 3 et 2) désignent la propriété que possède une particule de franchir une barrière de potentiel, franchissement impossible selon la mécanique classique. La fonction d'onde d'une particule ne s'annule pas au niveau de la barrière de potentiel mais s'atténue à l'intérieur (onde évanescente). Si, à la sortie de cette barrière, la particule possède une probabilité de présence non nulle, elle peut la traverser. Dans le cas d'une capacité, un porteur peut être transféré d'une électrode à l'autre à travers l'oxyde en l'absence de champ si le diélectrique est suffisamment mince (< 3 nm). Pour des diélectriques plus épais, l'effet tunnel n'est observable que si un fort champ électrique est appliqué qui aura pour effet de modifier la forme de la barrière de potentiel permettant ainsi l'effet tunnel, désigné alors par mécanisme de transport de type Fowler-Nordheim.

- **Conduction limitée par le volume :**

L'effet Poole-Frenkel (Figure 1-13b) est un mécanisme de conduction assisté par la présence de défauts (pièges) dans le diélectrique [76]. 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 de ces centres avec l'application d'un champ électrique.

La limitation par charges d'espace intervient lorsque le taux d'injection des porteurs à l'interface entre le métal et l'isolant est supérieur au taux minimum de transfert de ces charges

dans le diélectrique (condition hors équilibre thermodynamique). Il y a alors création d'une zone de charge d'espace qui s'oppose à l'injection de nouveaux porteurs.

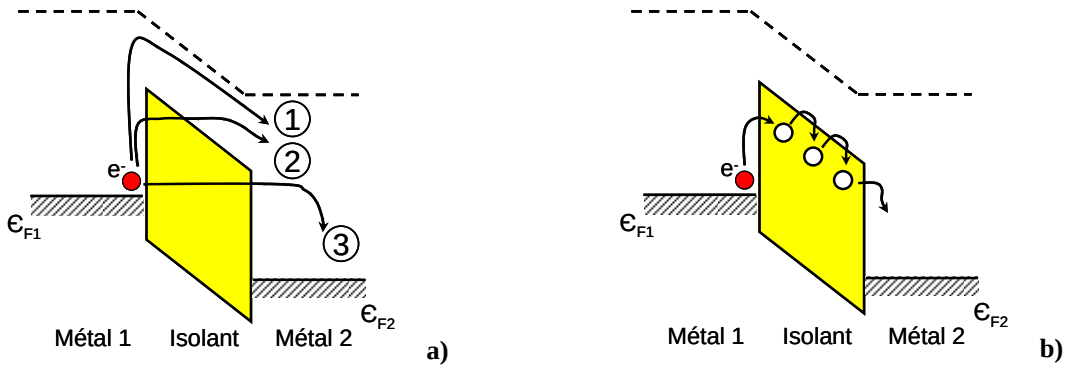


Figure 1-13 : Diagrammes de bandes d'énergie pour une capacité MIM polarisée dans le cas de conductions de type (a,1) Schottky, (a,2) Fowler-Nordheim, (a,3) tunnel direct ou (b) Poole-Frenkel.

Le Tableau 1-11 suivant résume les différents types de mécanismes de transport que nous venons de décrire ainsi que la dépendance du courant avec le champ électrique.

Tableau 1-11 : Lois de densité de courant pour les différents mécanismes de conduction dans les isolants [77].

Mécanisme de transport	Loi de densité de courant	
Effet Schottky	$J_S = \frac{4\pi m_{0x}^* q(k_B T)^2}{h^3} \exp\left[-\frac{q}{k_B T}\cdot\left(\phi_0 - \sqrt{\frac{q}{4\pi\varepsilon_r}\cdot E}\right)\right]$	(1.10)
Effet Fowler-Nordheim	$J_{FN} = \frac{q^2}{8\pi h\phi_0}\cdot E^2 \exp\left(-\frac{8\pi\sqrt{2m_{0x}^* q}}{3h}\cdot\frac{\phi_0^{3/2}}{E}\right)$	(1.11)
Effet Poole-Frenkel	$J_{PF} = J_0 \exp\left(-\frac{q\phi_0}{k_B T}\right)\cdot\exp\left[\frac{1}{k_B T}\left(\frac{q^3 E}{\varepsilon_0\varepsilon_r}\right)^{1/2}\right]$	(1.12)
Limitation par charge d'espace	$J_{SCL} = \frac{9}{8}\varepsilon_0\varepsilon_r\mu\frac{E^2}{d}$	(1.13)

Avec :
- k_B la constante de Boltzmann,
- m_{0x}^* la masse effective de l'électron dans l'isolant,
- h la constante de Planck,
- ϕ_0 la hauteur de barrière,
- ε_r la constante diélectrique de l'isolant considéré,
- q la charge de l'électron,
- E le champ électrique appliqué,
- μ la mobilité des porteurs de charge,
- d l'épaisseur de l'isolant.

(iii) Tension de claquage

Le champ de claquage est une caractéristique intrinsèque des isolants électriques, relié à la tension de claquage en divisant celle-ci par l'épaisseur du diélectrique. Cette tension de claquage définit la différence de potentiel maximale qui peut être appliquée à un matériau avant qu'il ne devienne conducteur. Dans les isolants solides, le courant électrique fragilise le matériau sur son passage en créant des modifications permanentes, soit moléculaire, soit physique. La tension de claquage d'un matériau n'est pas parfaitement définie car il s'agit d'une rupture dont l'apparition à une tension donnée est une probabilité. Il a été montré par McPherson *et al.* [56] que ce champ de claquage est inversement proportionnel à la constante diélectrique, suivant l'équation 1-14 :

$$E_{claquage} = 29{,}9\varepsilon'_r{}^{-0{,}65} \qquad (1.14)$$

Si on reporte sur un graphique cette équation pour quelques diélectriques, le graphique de la Figure 1-14 est obtenu.

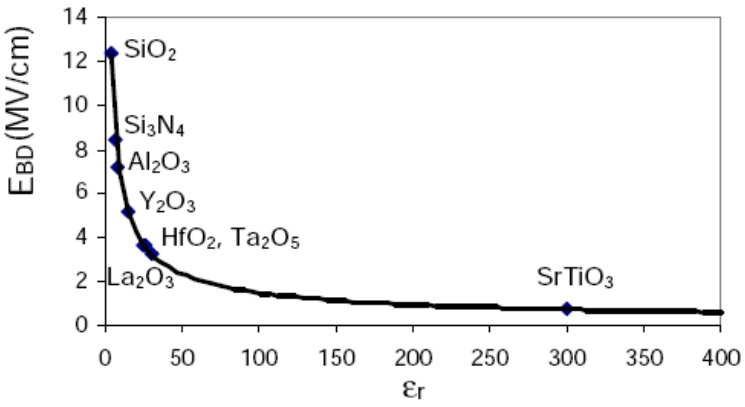


Figure 1-14 : Compromis pour plusieurs oxydes entre le champ de claquage et la constante diélectrique.

Cette relation est particulièrement vérifiée pour les matériaux de type pérovskites à très forte permittivité présentés ci-avant.

d. Piézoélectricité et ferroélectricité

(i) Piézoélectricité

La piézoélectricité est une propriété que possèdent certains matériaux diélectriques : ils se polarisent électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique. C'est l'effet piézoélectrique direct. L'effet inverse, encore appelé réciproque, fait que l'application d'un champ électrique externe provoque une déformation mécanique du matériau. On dit que l'effet est linéaire et la polarisation P change son signe si la contrainte mécanique est inversée et vice versa. Cette propriété a pour origine l'absence de centre symétrique dans les cristaux. Lors de l'application d'une contrainte mécanique, il y a la séparation du centre de gravité des charges positives et

négatives, créant la polarisation. La piézoélectricité est mise à profit dans de nombreuses applications grâce à sa propriété de transformer l'énergie mécanique en énergie électrique (transducteur réciproque électrique-mécanique) [57,78].

(ii) Ferroélectricité

Certains diélectriques présentent des phénomènes de ferroélectricité, c'est une propriété selon laquelle un matériau possède une polarisation électrique « spontanée » en l'absence de champ électrique appliqué et cette polarisation peut varier avec l'application d'un champ extérieur. Elle peut être même inversée si le champ est suffisamment intense. Un ferroélectrique est subdivisé en domaines électriques dont l'interface est appelée « paroi de domaines ». Sous l'effet d'un champ appliqué, les domaines disposant des polarisations différentes peuvent fusionner pour former un nouveau domaine. Cette évolution de la polarisation spontanée P en fonction du champ E est décrite par un cycle d'hystérésis dépendant du matériau ferroélectrique et schématisé dans les Figure 1-15 [57,78,79].

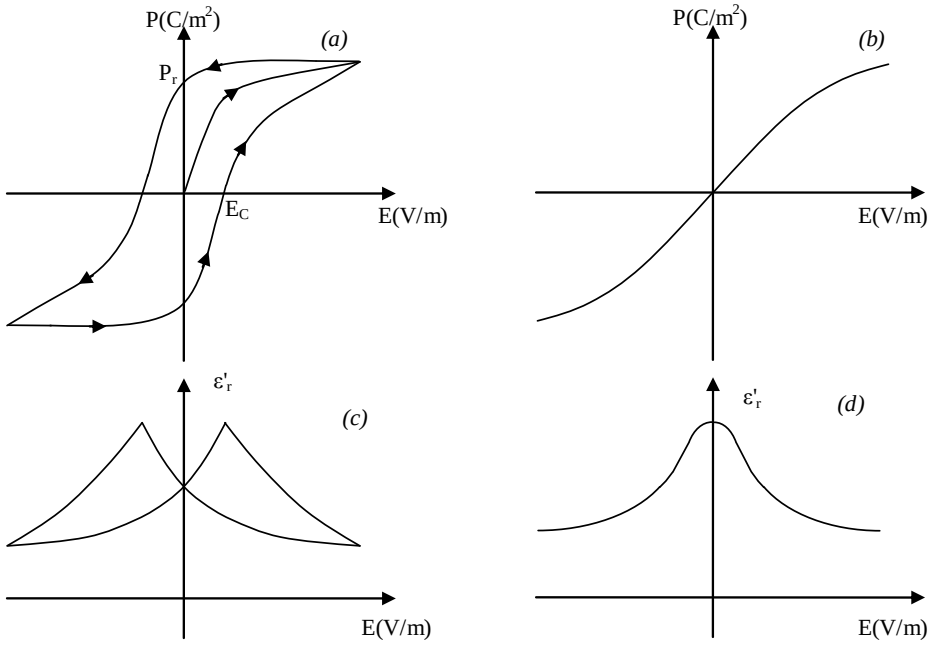


Figure 1-15 : La polarisation P en fonction du champ électrique E d'un matériau ferroélectrique (a) et d'un paraélectrique (b) ; la permittivité réelle en fonction du champ E d'un matériau ferroélectrique (c) et d'un paraélectrique (d).

La polarisation rémanente P_r est la valeur de polarisation à champ nul. La valeur du champ à polarisation nulle est le champ coercitif noté E_c.

Quand le matériau ferroélectrique atteint une température nommée température de Curie T_c, un changement de phase structural a pour conséquence de supprimer la polarisation

rémanente. Le matériau n'est alors plus dans sa phase ferroélectrique mais passe dans une phase paraélectrique et la permittivité atteint sa valeur maximale.

IV. Problématiques et objectifs de ce travail de thèse

Tout ce chapitre nous a permis de mettre en relief de nombreuses problématiques liées à l'utilisation de ces nouveaux diélectriques dans des applications fonctionnant principalement dans le domaine des micro-ondes. Les problématiques puis les objectifs de ce travail de thèse et les moyens mis en œuvre seront détaillés ci-après.

1. Problématiques

Nous avons vu que l'évolution de l'industrie microélectronique consiste à réduire les dimensions afin d'intégrer de nouvelles fonctionnalités. Ces nouvelles applications, notamment dans la thématique de la mobilité, poussent à l'utilisation de composants passifs intégrés dont les capacités fonctionneront à des fréquences de plus en plus élevées afin d'augmenter les vitesses de transfert. Par exemple, le Tableau 1-12 résume l'évolution des standards de transmission pour la téléphonie mobile : du GSM 900 vers 900 MHz, à l'UMTS à 2 GHz.

Tableau 1-12 : Plages de fréquences allouées aux standards GSM 900, DCS 1800, PCS 1900 et UMTS [80].

Standards de téléphonie mobile	GSM	DCS 1800	PCS 1900	UMTS
Plages de fréquences en émission [MHz]	890 – 915	1710 – 1785	1850 – 1910	1920 – 1980
Plages de fréquences en réception [MHz]	935 – 960	1805 – 1880	1930 – 1990	2110 – 2170

Les exigences en termes de performances des capacités « Métal / Isolant / Métal » passent par l'amélioration des matériaux et des composants. Les techniques d'élaboration, l'épaisseur des diélectriques, le design des composants sont les bras de levier pour optimiser ces performances électriques. L'intégration de diélectriques ayant une permittivité de plus en plus élevée tout en conservant des caractéristiques électriques excellentes est un enjeu très important. Dans ce sens, de nombreux diélectriques ont été, sont ou seront étudiés…

Nous avons donc une multiplicité d'applications requérant certaines propriétés, une multiplicité de diélectriques disponibles et une multiplicité de propriétés essentielles. On comprend très vite qu'il devient de plus en plus difficile de choisir le bon matériau selon l'application visée. En ce sens, nous pouvons mettre sur un graphique trois axes avec d'un côté les diélectriques, de l'autre leur propriétés et enfin les applications. Selon l'application visée, certaines propriétés seront plus recherchées que d'autres et le choix du diélectrique sera alors relié à ses propriétés et à l'application visée.

De plus, ces nouveaux matériaux étant intégrés dans des composants qui fonctionneront à hautes fréquences, leur comportement (permittivité et pertes pour le matériau intégré) doit être connu à ces fréquences de fonctionnement. De même, les performances des composants (facteur de qualité, fuites et valeur de capacité) doivent également être connues à ces fréquences.

Ces propriétés doivent aussi être connues pour des matériaux intégrés en couches minces, comme dans le composant final car les propriétés massives de ces matériaux (la permittivité par exemple) sont susceptibles de changer quand ils sont intégrés en couches nanométriques. Enfin, les signaux utilisés dans les différentes applications allant du continu à plusieurs GHz, il est nécessaire d'effectuer des caractérisations très large bande.

Dans la Figure 1-16, nous avons reporté, à titre d'exemple pour illustrer cette multiplicité et complexité de paramètres, 2 matériaux diélectriques (HfO_2 et ZrO_2) avec 4 propriétés électriques (densité surfacique C_S, linéarité α, facteur de qualité Q et fuites I) et 3 applications (MIM RF ou analogiques, DRAM). Le code de couleur est rouge quand la spécification n'est pas atteinte, vert quand elle l'est et bleu si cette propriété n'est pas importante vis-à-vis de l'ITRS.

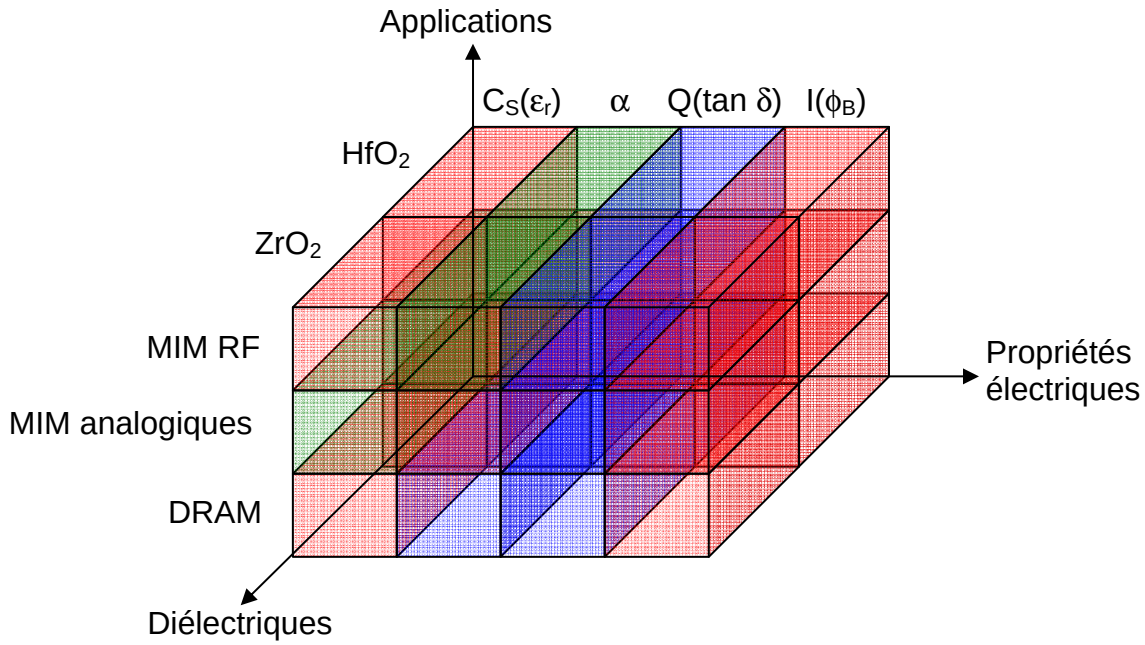


Figure 1-16 : Relations entre diélectriques, propriétés électriques et applications visées.

Nous pouvons remarquer que le choix du matériau en fonction de ses propriétés et de l'application n'est pas simple. De plus, nous n'avons pas reporté dans ce croquis les propriétés piézoélectriques et les matériaux correspondants pour des applications orientées « More Than Moore ». Cette complexité et diversité constituent la problématique principale de ce travail.

2. Objectifs

Une caractérisation fréquentielle très large bande des diélectriques pressenties pour être intégrés dans des structures Métal / Isolant / Métal devient nécessaire. Grâce à ce type de caractéristiques, les courants de fuite, le claquage pourront être déterminés dans le domaine continu, le facteur de qualité dans le domaine hautes fréquences et d'autres propriétés comme les pertes, la permittivité relative et la linéarité sur une très large bande de fréquences, du continu à plusieurs dizaines de gigahertz. Et une caractérisation « *in-situ* », c'est-à-dire dans des conditions réelles, avec un diélectrique intégré en couches minces selon les mêmes techniques d'élaboration que le composant final doit également être effectuée.

Donc, après les travaux de thèse de Thierry Lacrevaz [81], sur la caractérisation de diélectriques massifs grâce à des lignes coplanaires, et de Thu Trang Vo [82], puis de Jérôme Piquet [24] sur la mise en place d'outils et de techniques de caractérisation de capacités MIM en hautes fréquences, les objectifs de ce travail de thèse s'articulent autour de quatre points principaux permettant de répondre aux problématiques énoncées au paragraphe précédent :

- 1 - une caractérisation large bande afin de déterminer les propriétés électriques du continu à plusieurs dizaines de gigahertz,
- 2 - une caractérisation en couches minces, *in-situ*, afin d'obtenir les propriétés électriques des matériaux directement intégrés dans la même configuration que le composant final,
- 3 - balayer une grande gamme de permittivités, de pertes et scanner également les propriétés ferroélectriques ou piézoélectriques,
- 4 - une caractérisation suffisamment générique afin de l'appliquer à plusieurs diélectriques.

Dans la littérature, seules des informations sur un seul ou deux des points qui viennent d'être cités sont trouvées mais jamais toutes en même temps. Ce travail de thèse a pour vocation d'apporter à la communauté scientifique des informations complètes sur le comportement des diélectriques sur une très large gamme de fréquences. Cet aspect constitue le point innovant et novateur de cette thèse.

3. Démarche générale suivie

Afin de réaliser les objectifs précédemment cités, un outil générique permettant de réaliser cette caractérisation très large bande de fréquence est tout d'abord mis en place. Un jeu de trois masques regroupant les motifs nécessaires à la caractérisation large bande est dessiné. Il permet de réaliser des niveaux métalliques inférieur et supérieur, de graver le diélectrique afin de connecter le niveau inférieur grâce à des vias. Des dispositifs comportant un diélectrique en

structure MIM et spécifiques pour les différentes techniques de caractérisation en fréquences (basses, moyennes et hautes fréquences) sont ainsi réalisés. Une technologie microélectronique est ensuite développée afin de réaliser les échantillons contenant les diélectriques, intégrés en structure MIM et en couches minces. Pour cette réalisation, la « Plateforme Technologique Amont » de Grenoble, sur le site du CEA-Leti, est choisie pour ses moyens faciles d'accès. Afin de répondre aux performances des appareils présents sur cette plateforme, notamment pour la photolithographie, les dimensions des motifs dessinés doivent être relâchées.

Les diélectriques seront alors déposés par des laboratoires ou des entreprises partenaires, une fois la technologie mise en place précédemment mise au point. Le dépôt des diélectriques est ainsi indépendant de la technologie de caractérisation en fréquence. Ces partenaires, pour cette partie sont le Laboratoire des Technologies de la Microélectronique (LTM) à Grenoble, le CEA-Leti à Grenoble, STMicroelectronics à Crolles et l'Institut Microélectronique de Nantes (IMN).

Une fois les dépôts des diélectriques effectués et les échantillons terminés, une première partie concernant les caractérisations physico-chimiques est effectuée au sein du LTM. Ensuite, la caractérisation très large bande est effectuée en couplant trois gammes de fréquences correspondant aux trois appareils de mesure distincts utilisés :

- en basses fréquences, de 10^{-3} Hz à 1 MHz, le spectromètre diélectrique du LTM mesurera des capacités plots simples,
- en moyennes fréquences, entre 40 Hz et 110 MHz, l'impédancemètre de l'IMEP-LAHC couplé à des pointes RF mesurera des capacités un port,
- en hautes fréquences, entre 40 MHz et 40 GHz, des lignes coplanaires ou micro-ruban et des capacités parallèles seront mesurées avec l'analyseur de réseau vectoriel de l'IMEP-LAHC.

Le choix des moyens de caractérisation conditionne les dispositifs de caractérisation réalisés. Le chapitre deux détaillera dans un premier temps ces dispositifs avant de montrer la technologie réalisée. Le chapitre trois donnera les procédures de mesures et d'extraction des paramètres matériau et composant, notamment en hautes fréquences. Les deux derniers chapitres présenteront les résultats obtenus pour différents types de diélectriques, classés en fonction de leur maturité technologique, au sens d'une intégration industrielle : AlN, TiTaO, HfO_2 et ZrO_2.

Références du premier chapitre :

[1] G. E. Moore, Electronics, vol. 38, no. 8, pp. 114, 1965.

[2] R. Gras *et al.*, "300 mm Multi Level Air Gap Integration for Edge Interconnect Technologies and Specific High Performance Applications", in *Proceedings of the International Interconnect Technology Conference*, pp. 196–198, 2008.

[3] M.Vilmay *et al.*, "Key Process steps for high reliable SiOCH low-k dielectrics for the sub 45nm technology Nodes", in *Proceedings of Interconnect Technology Conference*, pp. 122-124, 2009.

[4] M. A. Negara, K. Cherkaoui, P. K. Hurley, C. D. Young, P. Majhi, W. Tsai, D. Bauza and G. Ghibaudo, "Analysis of electron mobility in HfO_2 / TiN gate metal-oxide-semiconductor field effect transistors: the influence of HfO_2 thickness, temperature and oxide charge", *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009.

[5] D. Caputo and F. Irrera, "On the reliability of ZrO_2 films for VLSI applications", *Microelectronics Reliability*, vol. 44, pp. 739–745, 2004.

[6] M. Lukosius, C. Walczyk, M. Fraschke, D. Wolansky, H. Richter, C. Wenger, "High performance metal–insulator–metal capacitors with atomic vapor deposited HfO_2 dielectrics", *Thin Solid Films*, vol. 518, pp. 4380–4384, 2010.

[7] A. Berthelot, C. Caillat, V. Huard, S. Barnola, B. Boeck, H. Del-Puppo, N. Emonet, F. Lalanne, "Highly Reliable TiN/ZrO_2/TiN 3D Stacked Capacitors for 45 nm Embedded DRAM Technologies", in *Proceedings of the 36th European Solid-State Device Research Conference, ESSDERC*, pp. 343-346, 2006.

[8] M. Thomas, A. Farcy, C. Perrot, E. Deloffre, M. Gros-Jean, D. Benoit, C. Richard, P. Caubet, S. Guillaumet, R. Pantel, M. Cordeau, J. Piquet, C. Bermond, B. Fléchet, B. Chenevier, J. Torres, "Reliable 3D Damascene MIM architecture embedded into Cu interconnect for a Ta_2O_5 capacitor record density of 17 fF/μm^2", in *Proceedings of VLSI Technology*, pp. 58-59, 2007.

[9] T.T. Vo, T. Lacrevaz, C. Bermond, T. Bertaud, B. Fléchet, A. Farcy, Y. Morand, S. Blonkowski, J. Torres, B. Guigues and E. Defaÿ, "In situ microwave characterisation of medium-k HfO_2 and high-k $SrTiO_3$ dielectrics for metal–insulator–metal capacitors integrated in back-end of line of integrated circuits", *IET Microwaves, Antennas & Propagation*, vol. 2, no. 8, pp. 781–788, 2008.

[10] E. Defaÿ, T. Lacrevaz, T. T. Vo, V. Sbrugnera, C. Bermond, M. Aïd and B. Fléchet, "Ferroelectric properties of Pb(Zr,Ti)O_3 thin films until 40 GHz", *Applied Physics Letters*, vol. 94, 2009.

[11] X. H. Zhu, B. Guigues, E. Defaÿ, C. Dubarry and M. Aïd, "Low temperature perovskite crystallization of highly tunable dielectric $Ba_{0.7}Sr_{0.3}TiO_3$ thick films deposited by ion beam sputtering on platinized silicon substrates", *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009.

[12] K. Choy, N. Wu, A. Ignatiev and J. Li, "Dielectric Properties of $CaCu_3Ti_40_{12}$ Thin Films", IEEE 2002.

[13] G. Deng, Z. He and P. Muralt, "Physical aspects of colossal dielectric constant material $CaCu_3Ti_4O_{12}$ thin films", *Journal of Applied Physics*, vol. 105, 2009.

[14] I. M. Ross, "The Invention of the Transistor", in *Proceedings of the IEEE*, vol.86, no. 1, pp. 7-28, January 1998.

[15] R. Kasim, C. Connor, J. Hicks, J. Jopling and C. Litteken, "Reliability for Manufacturing on 45nm Logic Technology With High-k + Metal Gate Transistors and Pb-free Packaging", *IEEE International Reliability Physics Symposium*, pp. 350-354, 2009.

[16] S. Saito, D. Hisamoto, S. Kimura and M. Hiratani, "Unified Mobility model for high-k Gate stacks", in *Proceedings of Electron Devices Meeting*, IEDM, pp. 797-798, 2003.

[17] Y. C. Yeo, T.-J. King and C. Hu, "Metal-dielectric band alignment and its implications for metal gate complementary metal-oxide-semiconductor technology", *Journal of Applied Physics*, vol. 92, no. 12, pp. 7266-7271, 2002.

[18] K. Banerjee, S. J. Souri, P. Kapur and K. C. Saraswat, "3-D ICs: A Novel Chip Design for Improving Deep-Submicrometer Interconnect Performance and Systems-on-Chip Integration", in *Proceedings of the IEEE*, vol. 89, no. 5, pp. 602-633, May 2001.

[19] S. I. Association, "International Technology Roadmap for Semiconductors", Technical Report, 2009.

[20] E. Serret, Présentation procédé Cuivre épais en B7RF et B6G, Rapport interne STMicroelectronics.

[21] M. Chang, K. Lin, J. Huang and A. Chu, "On-chip solenoid inductors with high quality factor for high frequency magnetic integrated circuits", *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 16, no. 4, April 2006.

[22] H. Tu, I. Chen, P. Yeh and H. Chiou, "High performance spiral inductor on deeptrench-mesh silicon substrate", *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 16, no. 12, december 2006.

[23] C. Sia, B. Ong, K. Chan, K. Yeo, J. Ma and M. Do, "Physical layout design optimization of integrated spiral inductors for silicon-based RFIC applications", *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 52, no. 12, december 2005.

[24] J. Piquet, "Caractérisation et modélisation de composants passifs intégrés pour circuits ultra rapides", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, 2007.

[25] S. Salimy, "Développement, intégration et modélisation de composants passifs intégrés en couches minces dans une filière CMOS", Thèse de doctorat, Institut des Matériaux Jean Rouxel, Université de Nantes, mars 2010.

[26] E. Gerritsen *et al.*, "Evolution of materials technology for stacked-capacitors in 65 nm embedded-DRAM", *Solid-State Electronics*, vol. 49, pp. 1767-1775, 2005.

[27] F. Fitsilis *et al.*, "BST thin films grown in a multiwafer MOCVD reactor", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, no. 10-11, pp. 1547-1551, 2001.

[28] N.-H. Kim, P.-J. Ko, Y.-J. Seo and W.-S. Lee, "Chemical mechanical polishing of BTO thin film for vertical sidewall patterning of high-density memory capacitor", *Thin Solid Films*, vol. 504 (1-2), pp. 261-264, 2006.

[29] T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean and S. Blonkowski, "Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin ZrO_2 and HfO_2 films for integrated MIM capacitors", *Microelectronic Engineering*, vol. 87, no. 3, Pages 301-305, March 2010.

[30] A. Pothier, "Conception, réalisation et test de micro-commutateurs micro-électromécaniques et application aux circuits hyperfréquences reconfigurables", Thèse de doctorat, Institut de Recherche en Communications Optiques et Microondes, Université de Limoges, décembre 2003.

[31] B. Guigues *et al.*, "$SrTiO_3/BaTiO_3$ multilayers thin films for integrated tunable capacitors applications", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 27 (13-15), pp. 3851-3854, 2007.

[32] M. Al Ahmad, M. Brunet, S. Payan, D. Michau, M. Maglione and R. Plana, "Wide-Tunable Low-Field Interdigitated Barium Strontium Titanate Capacitors", *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 17, no. 11, pp. 769-771, 2007.

[33] D. Kuylenstierna, A. Vorobiev, P. Linner and S. Gevorgian, "Composite right/left handed transmission line phase shifter using ferroelectric varactors", *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 16 (4), pp. 167-169, 2006.

[34] A. Tombak *et al.*, "Tunable Barium Strontium Titanate Thin Film Capacitors for RF and Microwave Applications", *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, vol. 12(1), pp. 3-5, 2002.

[35] A. Tombak *et al.*, "Voltage-controlled RF filters employing thin-film barium-strontium-titanate tunable capacitors", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 51(2), pp. 462-467, 2003.

[36] E. Defay *et al.*, "High pass filter with above IC integrated $SrTiO_3$ high K MIM capacitors", *Solid-State Electronics*, vol. 51(11-12), pp. 1624-1628, 2007.

[37] H. N. Al-Shareef, D. Dimos, M. V. Raymond, R. W. Schwartz and C. H. Mueller, "Tunability and Calculation of the Dielectric Constant of Capacitor Structures with Interdigital Electrodes", *Journal of Electroceramics*, vol. 1(2), pp. 145-153, 1997.

[38] A. Vorobiev, J. Berge and S. Gevorgian, "Thin film $Ba_{0.25}Sr_{0.75}TiO_3$ voltage tunable capacitors on fused silica substrates for applications in microwave microelectronics", *Thin Solid Films*, vol. 515(16), pp. 6606-6610, 2007.

[39] E. Defay *et al.*, "Above IC integrated $SrTiO_3$ high K MIM capacitors", in *Proceeding of the 36th European Solid-State Device Research Conference* (ESSDERC), 2006.

[40] T. Kim, A. I. Kingon, J.-P. Maria and R. T. Croswell, "Lead zirconate titanate thin film capacitors on electroless nickel coated copper foils for embedded passive applications", *Thin Solid Films*, vol. 515 (18), pp. 7331-7336, 2007.

[41] A. Volatier *et al.*, "Switchable and tunable strontium titanate electrostrictive bulk acoustic wave resonator integrated with a Bragg mirror", *Applied Physics Letters*, vol. 92, 2008.

[42] H. P. Lobl *et al.*, "Materials for bulk acoustic wave (BAW) resonators and filters", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, pp. 2633-2640, 2001.

[43] J. Robertson, "Band offsets of wide-band-gap oxides and implications for future electronic devices", *Journal of Vacuum Science & Technology B (Microelectronics and Nanometer Structures)*, vol. 18, no. 3, p 1785-1791, June 2000.

[44] K. Machida, K. Miura, Y. Ozaki and E. Arai, "Metal-Insulator-Meatl capacitors by using electron cyclotron resonance plasma-SiO_2", *Journal of Vacuum Science & Technology B*, vol. 13, no. 5, pp. 2013-2015, Octobre 1995.

[45] H. Sato, H. Kato, Y. Ohki, K. S. Seol and T. Noma, "Electrical properties in silicon oxinitride and silicon nitride prepared by plasma enhanced chemical vapor deposition", in *Proceedings of International Symposium on Environment Identities and Mediterranean Area*, 2001.

[46] T. Boscke, S. Kudelka, A. Sanger, J. Muller and W. Krautschneider, "Investigation of the high temperature stability of TiN-Al_2O_3-TiN capacitors for sub 50nm deep trench

DRAM", in *Proceedings of the 36th European Solid-State Device Research Conference*, ESSDERC, vol. 17, no. 3, pp. 391-394, 2006.

[47] H. P. Lobl *et al.*, "Materials for bulk acoustic wave (BAW) resonators and filters", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, pp. 2633-2640, 2001.

[48] M.-A. Dubois, P. Muralt and V. Plessky, "BAW resonators based on aluminum nitride thin films", in *IEEE Ultrasonics Symposium*, Lake Tahoe, Nevada, U.S.A, pp. 907-910, 1999.

[49] H. P. Lobl, M. Klee, C. Metzmacher, W. Brand, R. Milsomb and P. Lok, "Piezoelectric thin AlN films for bulk acoustic wave (BAW) resonators", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 79, pp. 143-146, 2003.

[50] M. Gros-Jean, S. Crémer, C. Besset and O. Salicio, "High linear Ta_2O_5 MIM capacitors embedded in Al-interconnected BiCMOS technology", in *Proceedings of the Workshop On Dielectrics In Microelectronics*, pp. 73–76, 2002.

[51] T. Ishikawa, D. Kodama, Y. Matsui, M. Hiratani, T. Furusawa and D. Hisamoto, "High-capacitance Cu/Ta_2O_5/Cu MIM structure for SoC applications featuring a single-mask add-on process", *IEEE International Electron Devices Meeting*, pp. 940-942, 2002.

[52] 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 and A.M. Sergent, "Defect dominated charge transport in amorphous Ta_2O_5 thin films", *Journal Applied Physics*, vol. 88, no. 2, pp. 850-862, July 2000.

[53] C. Durand *et al.*, "Metal–insulator–metal capacitors using Y_2O_3 dielectric grown by pulsed-injection plasma enhanced metalorganic chemical vapor deposition", *Journal of Vacuum Science & Technology A*, vol. 22(3), pp. 655-660, Juin 2004.

[54] S. Kim, B. Cho, M. Li, C. Zhu, A. Chin and D. Kwong, "HfO_2 and lanthanide doped HfO_2 MIM capacitors for RF/mixed IC applications", in *VLSI Technology*, pp. 77-78, June 2003.

[55] H. Hu, S. Ding, H. Lim, C. Zhu, M. Li, S. Kim, X. Yu and J. Chen, "High performance ALD HfO_2 / Al_2O_3 laminate MIM capacitors for RF and mixed signal IC applications", in *IEEE International Electron Devices Meeting*, december 2003.

[56] J. McPherson, J. Y. Kim, A. Shanware and H. Mogul, "Thermochemical description of dielectric breakdown in high dielectric constant materials", *Applied Physics Letters*, vol. 82, no. 13, pp. 2121-2123, 2003.

[57] E. Defay, "Elaboration et caractérisation de couches minces piézoélectriques de Pb(Zr;Ti)O_3 sur silicium pour applications aux microsystèmes", Thèse de doctorat, Laboratoire de Physique de la Matière, INSA de Lyon, novembre 1999.

[58] J. H. Haeni *et al.*, "Room-temperature ferroelectricity in strained $SrTiO_3$", *Nature*, vol. 430, pp. 758-761, 2004.

[59] R. Ott and R. Wordenweber, "A new design of tunable ferroelectric capacitors in RF applications", *Physica C: Superconductivity*, vol. 372-376 (1), pp. 540-542, 2002.

[60] F. M. Pontes, E. R. Leite, E. J. H. Lee, E. Longo and J. A. Varela, "Preparation, microstructural and electrical characterization of $SrTiO_3$ thin films prepared by chemical route", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21(3), pp. 419-426, 2001.

[61] E. Bouyssou, R. Jerisian, N. Cezac, P. Leduc, G. Guegan and C. Anceau, "Wafer level reliability and leakage current modeling of PZT capacitors", *Materials Science and Engineering B*, vol. 118, pp. 28-33, 2005.

[62] K. B. Lee and S. B. Desu, "Improvement by surface modification of Ir electrode-barrier for $Pb(Zr,Ti)O_3$-based high-density nonvolatile ferroelectric memories", *Current Applied Physics*, vol. 1(4-5), pp. 379-384, 2001.

[63] Z. Jia *et al.*, "Study on oxidization of Ru and its application as electrode of PZT capacitor for FeRAM", *Materials Science and Engineering B*, vol. 138(3), pp. 219-223, 2007.

[64] D. F. Bahr, J. S. Robach, J. S. Wright, L. F. Francis and W. W. Gerberich, "Mechanical deformation of PZT thin films for MEMS applications", *Materials Science and Engineering A*, vol. 259(1), pp. 126-131, 1999.

[65] E. Defay, C. Millon, C. Malhaire and D. Barbier, "PZT thin films integration for the realisation of a high sensitivity pressure microsensor based on a vibrating membrane", *Sensors and Actuators A*, vol. 99(1-2), pp. 64-67, 2002.

[66] H. G. Yu, L. Zou, K. Deng, R. Wolf, S. Tadigadapa and S. Trolier-McKinstry, "Lead zirconate titanate MEMS accelerometer using interdigitated electrodes", *Sensors and Actuators A*, vol. 107(1), pp. 26-35, 2003.

[67] C. Zinck, D. Pinceau, E. Defay, E. Delevoye and D. Barbier, "Development and characterization of membranes actuated by a PZT thin film for MEMS applications", *Sensors and Actuators A*, vol. 115(2-3), pp. 483-489, 2004.

[68] B. Su, J. E. Holmes, C. Meggs and T. W. Button, "Dielectric and microwave properties of barium strontium titanate (BST) thick films on alumina substrates", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 23, pp. 2699-2703, 2003.

[69] A. Kumar and S. G. Manavalan, "Characterization of barium strontium titanate thin films for tunable microwave and DRAM applications", *Surface and Coatings Technology*, vol. 198, pp. 406-413, 2005.

[70] D. Popovici, M. Noda, M. Okuyama, Y. Sasaki and M. Komaru, "A low-loss BST thin film on initial nucleation layer for micro and millimeter wave tunable phase shifter", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, pp. 1879-1882, 2006.

[71] C. Fu, W. Cai, H. Chen, S. Feng, F. Pan and C. Yang, "Voltage tunable $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ thin films and coplanar phase shifters", *Thin Solid Films*, pp. 1-4, 2007.

[72] Y.-J. Seo and W.-S. Lee, "Chemical mechanical polishing of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ film prepared by sol-gel method", *Microelectronic Engineering*, vol. 75, pp. 149-154, 2004.

[73] Z. Wang, J. Liu, T. Ren and L. Liu, "Fabrication of organic PVP doping-based $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ thick films on silicon substrates for MEMS applications", *Sensors and Actuators A*, vol. 117, pp. 293-300, 2005.

[74] S. Bécu, "Etudes des non linéarités de permittivité de diélectriques utilisés en microélectronique, application aux capacités MIM", Thèse de doctorat, Université de Provence, 2006.

[75] F. C. Chui, J. J. Wand, J. Y. Lee, S. C. Wu, *Journal of Applied Physics*, vol. 81; pp. 6911, 1997.

[76] J Frenkel, *Physics Review*, vol.54, pp. 657, 1938.

[77] N. Gaillard, "Etude des propriétés morphologiques, électriques et chimiques de l'interface Métal/Isolant et de leur impact sur les performances de la capacité $TiN/Ta_2O_5/TiN$", Thèse de doctorat, Département de Recherche Fondamentale sur la Matière Condensée (DRFMC), Université Joseph Fourier, décembre 2006.

[78] C. Millon, "Contribution à l'étude de procédés de réalisation de structures métal/PZT/métal sur silicium pour microsystèmes piézoélectriques", Thèse de doctorat, Laboratoire de Physique de la Matière, INSA de Lyon, juillet 2003.

[79] J. Guillan, "Etude de capacités en couches minces à base d'oxydes métalliques à très forte constante diélectrique, $BaTiO_3$, $SrTiO_3$ et $SrTiO_3/BaTiO_3$ déposées par pulvérisation par faisceau d'ions", Thèse de doctorat, Laboratoire des Composants Radio Fréquence (CEA-LETI), Université de Joseph Fourier, décembre 2005.

[80] E. Pistono, "Conception et réalisation de filtres microondes planaires accordables par varactors, à base de structures périodiques", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, juillet 2006.

[81] T. Lacrevaz, "Caractérisation hyperfréquence de matériaux isolants de haute permittivité en vue de l'intégration de fonctions passives dans les circuits intégrés avancés", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, octobre 2005.

[82] T.T. Vo, " Caractérisation hyperfréquence et in-situ de diélectriques à permittivité élevée en vue de leur intégration dans des composants passifs en microélectronique avancée", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, février 2009.

Chapitre Deuxième

Les dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande « in-situ » et leur élaboration

Ce second chapitre a pour objectifs de présenter l'élaboration des échantillons : du dessin des masques et des motifs de caractérisation très large bande jusqu'à la réalisation physique en salle propre.

Tout d'abord, les différentes familles de dispositifs de test dessinés (motifs de caractérisation en basses et en hautes fréquences, de de-embedding, caractérisation du matériau ou évaluation des performances du composant capacitif) sont présentés et expliqués.

Ensuite, la technologie nécessaire à la réalisation des dispositifs précédemment décrits est présentée. Les dépôts métalliques pour l'élaboration des niveaux métalliques inférieur et supérieur, les étapes de photolithographies et d'alignements et les dépôts et gravures des diélectriques, pour la réalisation de vias. Toutes ces étapes technologiques ont été développées à la « Plateforme Technologique Amont » et en collaboration avec l'Institut de Microélectronique de Nantes (IMN), le CEA-Leti et STMicroelectronics dans le cadre de mon travail de thèse.



Sommaire du deuxième chapitre :

I. Dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande 49
1. Introduction 49
2. Motifs basses et moyennes fréquences 51
a. En basses fréquences… 51
b. En moyennes fréquences… 51
3. Lignes (coplanaires et micro ruban) 52
a. Lignes coplanaires 52
b. Lignes micro rubans 54
4. Capacités parallèles à un ou deux ports 56
a. Capacités parallèles à deux ports 57
b. Capacités parallèles à un port 57
5. Motifs de de-embedding 58

II. Procédés technologiques développés 59
1. Description de l'empilement souhaité et des différentes étapes de réalisation 59
2. Dépôt SiO_2 par PE CVD 60
3. Réalisation des niveaux métal 1 et 2 en Aluminium 60
a. Dépôts métal 60
b. Paramètres photolithographie 62
c. Gravure chimique vs lift-off 63
4. Dépôt du diélectrique sous test et réalisation des vias 67
a. Différentes voies de dépôt 67
b. Paramètres pour la photolithographie 68
c. Gravure IBE et suivi SIMS 68

III. Conclusion 70

I. Dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande

1. Introduction

Le chapitre précédent nous a montré la nécessité de caractériser les matériaux diélectriques à hautes fréquences et de manière « in-situ » dans le composant final, c'est-à-dire en utilisant les mêmes procédés d'intégration qu'au sein d'une industrie microélectronique. De plus, afin d'effectuer une caractérisation très large bande, du continu jusqu'à plusieurs dizaines de gigahertz, trois appareils de mesure distincts sont également nécessaires selon la bande de fréquences balayée. Enfin, la mesure en hautes fréquences et l'extraction des paramètres qui en découlent nécessitent aussi des dispositifs spécifiques [1]. Au final, afin d'effectuer une caractérisation du matériau et une évaluation des performances du composant MIM, les dispositifs nécessaires sont les suivants :

- En basses fréquences, de 1 mHz à 1 MHz, le matériau et le composant sont directement caractérisés sur un spectromètre diélectrique Novocontrol Alpha-A et avec le même dispositif, des capacités parallèles un port mesurées avec deux pointes classiques.

- En moyennes fréquences, de 100 kHz à 110 MHz, le matériau et le composant sont également caractérisés avec la même famille de dispositifs, des capacités parallèles un port mesurées avec des pointes RF coplanaires (Figure 2-1) nécessitant trois plots d'accès pour le plot central et les deux plots de masse extérieurs. Ces plots ont des dimensions standards, 80 µm x 50 µm avec un pitch de 100 µm. Ces mesures sont effectuées sur un impédance-mètre Agilent 4294A couplé à une sonde coplanaire.



Figure 2-1 : Pointe Radio Fréquence coplanaire "Infinity" de chez Cascade Microtech. La pointe est constituée de trois pattes permettant de relier le ruban central et les deux rubans de masse extérieurs.

- En hautes fréquences, de 40 MHz à 40 GHz, plusieurs dispositifs sont nécessaires : la caractérisation du matériau s'effectue grâce à des lignes coplanaires ou micro rubans et le composant est évalué grâce à des capacités parallèles à un ou deux ports. De plus, la mesure s'effectue aussi grâce à des pointes coplanaires connectées à un analyseur de réseau vectoriel (VNA pour « Vector Network Analyzer ») qui comporte deux ports de mesure. Chaque dispositif présente deux ports d'accès. Le design de ces dispositifs est donc spécifique et constitue une partie importante de ce travail de thèse.

La caractérisation à hautes fréquences nécessite des lignes coplanaires, ou des lignes micro rubans ou des dispositifs de type capacités MIM parallèles. Le tout est relié à un analyseur de réseau vectoriel en utilisant un ou deux ports pour générer l'onde de mesure, des pointes coplanaires comprenant trois plots de contact, deux lignes de masse extérieures et éventuellement une ligne d'accès. La mesure permet d'obtenir les paramètres S des dispositifs complets. Nous nommerons ce dispositif complet mesuré « Cellule De Test » ou CDT et la zone essentielle à la caractérisation, le Dispositif Sous Test (DST). Le DST est alors intégré dans un environnement complexe. Une méthode, appelée épluchage ou « de-embedding », permet de remonter correctement aux paramètres de mesure du DST, corrigés de toutes les perturbations extérieures présentes dans la CDT [1] et [2]. Les plans de référence de l'onde générée en hautes fréquences, qui se situent initialement, après le calibrage de l'appareil et des pointes RF, au niveau du contact entre les pointes et les plots, sont ramenés au niveau du DST comme le montre la Figure 2-2.

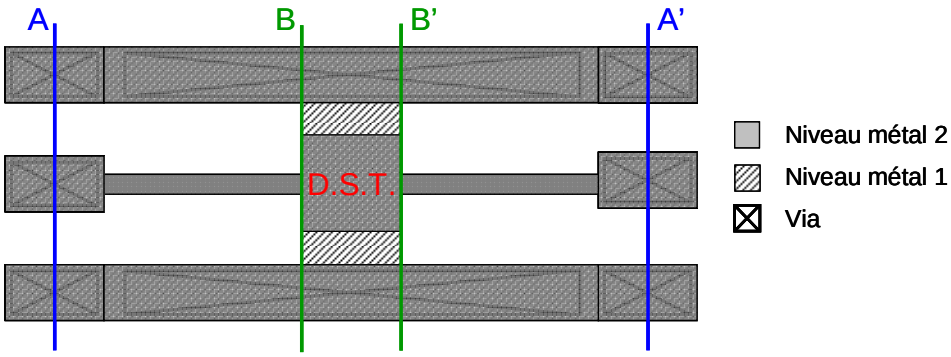


Figure 2-2 : Plans de référence en hautes fréquences. A et A' sont les plans au moment de la mesure (CDT) et B et B' sont les plans « de mesure » après de-embedding (DST).

Ce de-embedding nécessite également des dispositifs spécifiques : les plots de contact seuls, des lignes de propagation identiques aux lignes d'accès et de différentes longueurs, des motifs court-circuit. Au final, les dispositifs nécessaires à la caractérisation en hautes fréquences retenus sont regroupés en trois familles :

- Des lignes, coplanaires pour la caractérisation du matériau, ou micro rubans pour la caractérisation du matériau « in-situ » [3],
- Des capacités MIM parallèles à un ou deux ports pour la caractérisation très large bande du composant intégrant le diélectrique [4],
- Des motifs de de-embedding permettant de remonter aux paramètres du DST : les standards « OPEN », « SHORT », « THRU » pour circuit ouvert, court-circuit et ligne [2].

Ensuite, il faut ajouter les motifs de caractérisation en basses et moyennes fréquences : capacités un port et capacités plots simples.

Afin de pouvoir réaliser correctement ces dispositifs avec des moyens techniques faciles d'accès, les dimensions sont relâchées (de l'ordre du micromètre). Les différents motifs dessinés et réalisés sont présentés ci-après.

2. Motifs basses et moyennes fréquences

a. En basses fréquences…

En basses fréquences, c'est-à-dire pour des fréquences inférieures à 1 MHz, les motifs de caractérisation sont plus simples : des plots standards couplés à des pointes classiques suffisent pour caractériser le composant capacitif MIM et déterminer les caractéristiques électriques du matériau. Le contact avec l'électrode inférieure est pris grâce à un plot « masse » et le plot « signal » correspond à l'électrode supérieure. Les schémas de la Figure 2-3 permettent de bien se rendre compte des topologies mises en jeu.

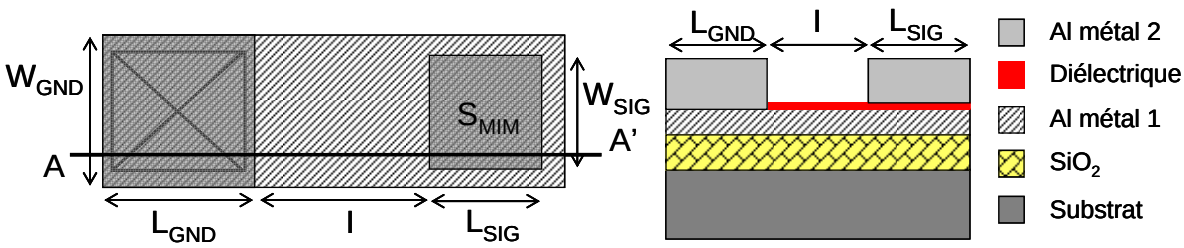


Figure 2-3 : Motif de caractérisation en basses fréquences (inférieures à 1 MHz). Le dispositif comprend un plot signal qui constitue l'électrode supérieure et l'électrode inférieure est contactée grâce à un via et à un plot de masse. Vue de dessus à gauche et en coupe selon le plan (AA') à droite.

Afin de balayer plusieurs valeurs de capacités et compte tenu des limitations imposées par les moyens technologiques à notre disposition, quatre surfaces carrées sont réalisées : 2500, 10000, 22500 et 40000 µm² au niveau du plot « signal ». Le plot de masse a des dimensions de 200 µm x 200 µm.

b. En moyennes fréquences…

En moyennes fréquences (entre 100 kHz et 100 MHz), la technique de mesure est légèrement plus complexe et nécessite d'utiliser une pointe RF couplée à l'appareil de mesure. Le motif caractérisé est de type capacité un port, sans ligne d'accès. Les deux plots extérieurs correspondent aux plots reliés au plan de masse inférieur et le plot central est le plot signal, comme le montre la Figure 2-4.

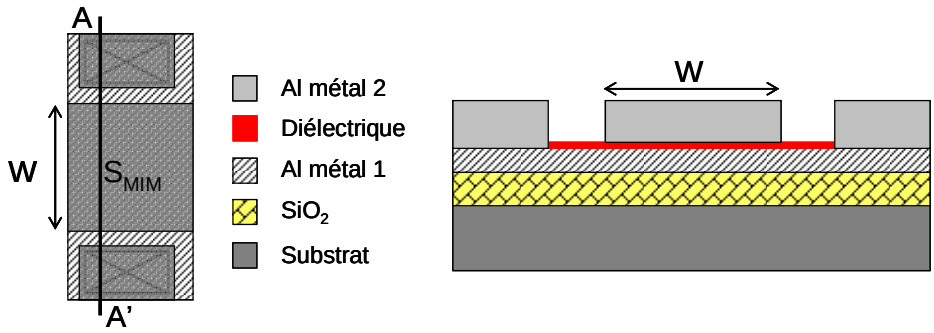


Figure 2-4 : Capacité un port pour la caractérisation en moyennes fréquences (entre 100 kHz et 110 MHz). Les pointes RF se connectent sur les trois plots, le central correspondant au signal et les deux extérieurs à la masse. Vue de dessus à gauche et en coupe selon le plan (AA') à droite.

Pour les mêmes raisons que précédemment, cinq surfaces carrées sont réalisées, de 625 µm² à 15625 µm², correspondant à des largeurs W allant de 25 µm à 125 µm. Les mesures en basses et moyennes fréquences permettent de déterminer directement les valeurs de la capacité C et des pertes diélectriques G des DST en appliquant un schéma électrique parallèle équivalent.

3. Lignes (coplanaires et micro ruban)

La première série de dispositif de caractérisation, permettant une caractérisation intrinsèque du matériau sont les lignes micro rubans et les lignes coplanaires [5].

a. Lignes coplanaires

Les lignes coplanaires constituent la méthode la plus simple pour caractériser le matériau. Une seule métallisation supérieure est nécessaire sans gravure du diélectrique sous test comme présentés en Figure 2-5. Cette métallisation présente néanmoins un motif complexe (plots de contact, lignes de masse, espacement faible entre les lignes de masse et la ligne centrale de signal). L'espacement entre la ligne centrale et les lignes de masse extérieure est pris égal à 10 µm.

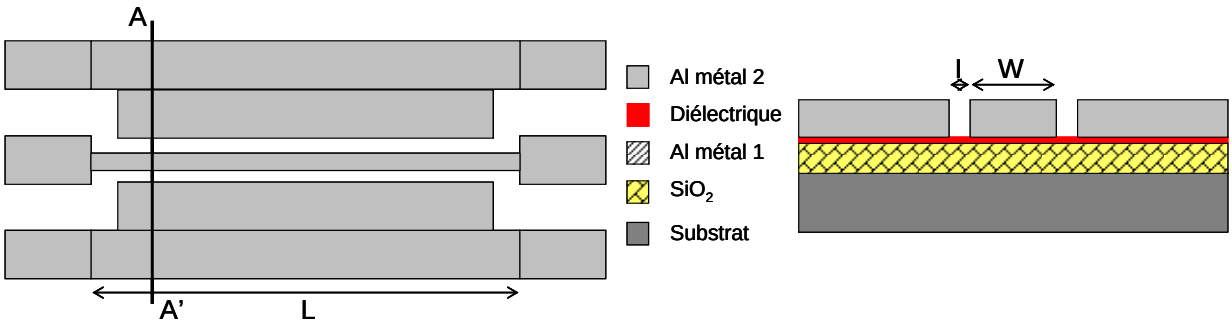


Figure 2-5 : Lignes coplanaires de largeur W, de longueur L et d'espacement interligne I permettant la caractérisation du matériau diélectrique en configuration « massive ». Vue de dessus à gauche et en coupe selon le plan (AA') à droite.

Les lignes de champ se situent entre la ligne centrale et les lignes de masse et elles interagissent principalement avec le matériau sous test et le diélectrique SiO_2 isolant. Les plus lointaines atteignent le substrat en silicium. Le maximum de champ se situe entre la ligne centrale et les lignes de masse permettant une caractérisation du matériau dans sa direction horizontale. Le champ E traverse les différentes couches de l'empilement technologique, le milieu est donc inhomogène. L'épaisseur du diélectrique constitue un paramètre important dans l'extraction des grandeurs recherchées, la part du champ E traversant le diélectrique doit être maximisée vis-à-vis des autres matériaux traversés. La sensibilité de la mesure et de l'extraction sont liées à l'épaisseur.

Deux simulations rapides avec Maxwell 2D d'Ansoft (méthode de calcul par FEM) pour deux fréquences différentes (en statique à 10 Hz et à hautes fréquences à 10 GHz) permettent de confirmer ces dires. Une couche de diélectrique (type ZrO_2, permittivité de 35 et conductivité de 0.03 $S.m^{-1}$) de 1 µm est modélisée sur 10 µm de SiO_2 avec un motif métallique (Aluminium d'épaisseur de 500 nm) comme présenté en Figure 2-5. Le substrat de Silicium a pour caractéristiques une permittivité relative de 11,9 et une résistivité de 40 $\Omega.cm^{-1}$. Les dimensions utilisées pour la modélisation sont : I = 10 µm, W_{signal} = 10 µm et W_{masse} = 110 µm, où W_{signal} et W_{masse} représentent respectivement les largeurs des lignes signal et masse. Les résultats de la simulation en termes de champs électrique E et magnétique H à 10 Hz et 10 GHz sont présentés dans les quatre figures suivantes.

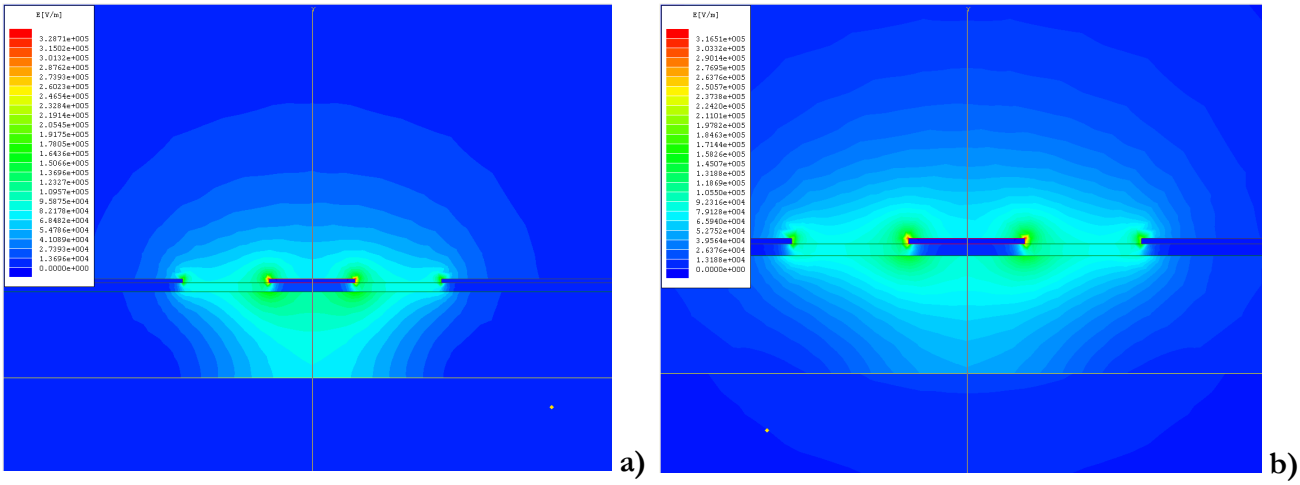


Figure 2-6 : Simulations avec Maxwell 2D d'Ansoft du champ électrique E dans une structure de type ligne coplanaire à basses fréquences (10 Hz) en (a) et en hautes fréquences (10 GHz) en (b). Le maximum de champ est concentré entre la ligne de signal centrale et les lignes de masse extérieures en traversant le diélectrique. En hautes fréquences, le champ E pénètre dans le Silicium, ce qui est cohérent avec la relation de la permittivité complexe avec la fréquence, $\varepsilon = \varepsilon' - j\sigma/\omega$.

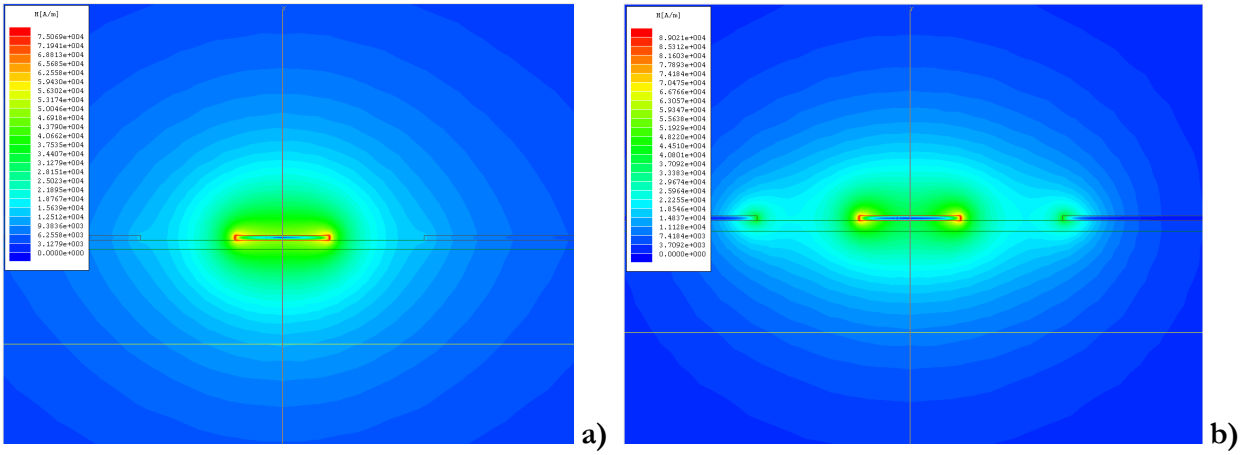


Figure 2-7 : Simulations avec Maxwell 2D d'Ansoft du champ magnétique H dans une structure de type ligne coplanaire en basses fréquences (10 Hz) en (a) et en hautes fréquences (10 GHz) en (b). En (b), le maximum de champ est concentré entre la ligne de signal centrale et le bord des lignes de masse extérieures en traversant le diélectrique.

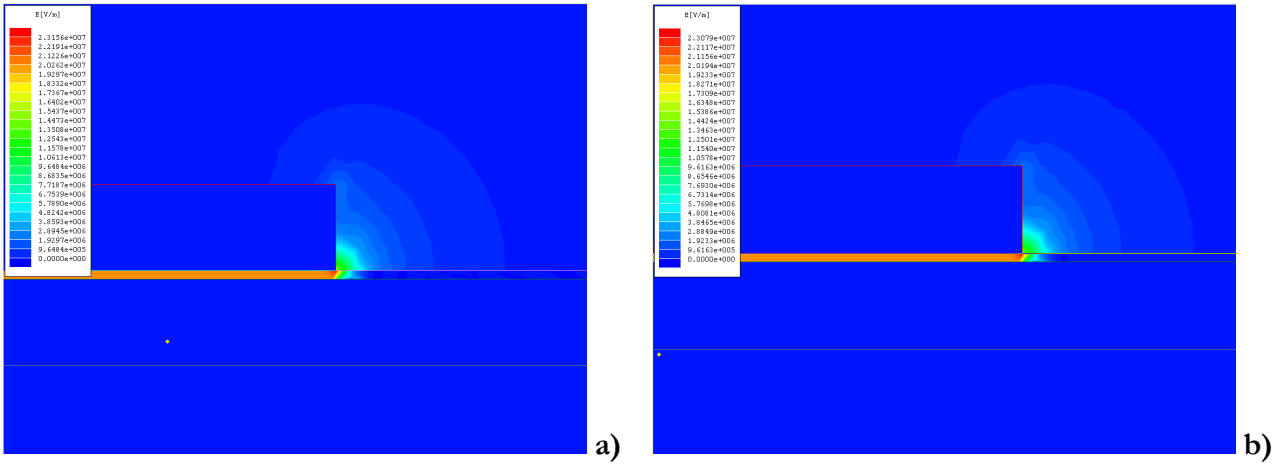
Les lignes coplanaires permettent une caractérisation très précise du matériau dans une configuration massive, c'est-à-dire que l'épaisseur déposée est plus grande que dans le composant final : de l'ordre du micromètre en comparaison à la dizaine de nanomètres dans une capacité MIM. Les lignes de champ de l'onde envoyée dans la structure sont confinées dans la couche diélectrique entre la ligne centrale et les lignes de masse extérieures. Pour des couches de très faibles épaisseurs, la part du champ électrique traversant le matériau à caractériser est faible. Ceci conduit à un manque de sensibilité lors de l'extraction.

Les moyens technologiques à notre disposition nous permettant de réaliser des dimensions minimales de quelques micromètres et comme les lignes doivent avoir des longueurs jusqu'à quelques millimètres afin d'obtenir de bonnes mesures, les dimensions retenues sont les suivantes : des largeurs de 3, 5, 10 et 20 µm et des longueurs de 200, 600, 1000, 2000, 4000 et 8000 µm.

b. Lignes micro rubans

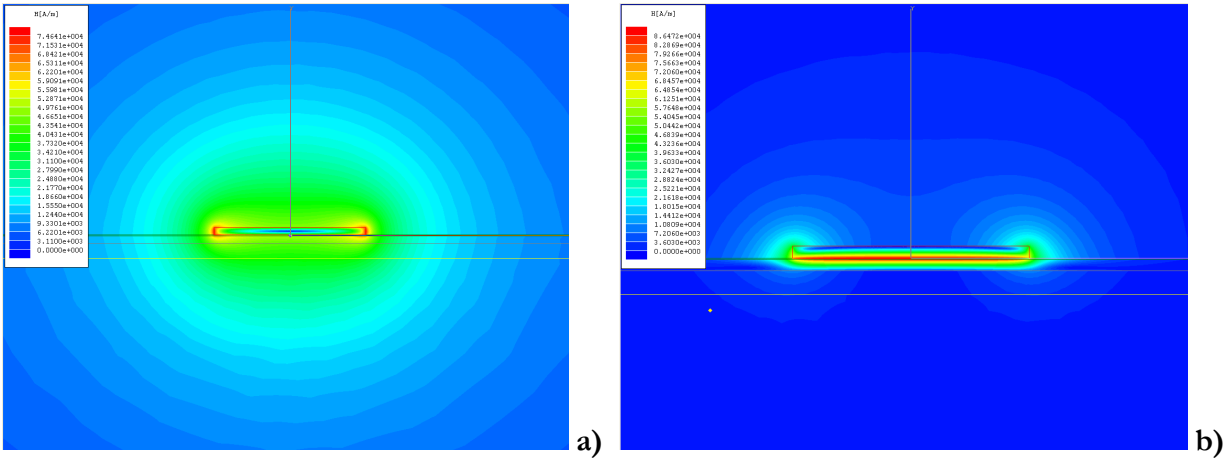
Pour les lignes micro rubans, le matériau à caractériser est inséré entre deux électrodes, supérieure et inférieure, comme dans une structure MIM. Ce dispositif permet de connaître le comportement du diélectrique intégré dans la même configuration que le composant final.

De même que précédemment, deux simulations avec Maxwell 2D d'Ansoft aux deux fréquences de 10 Hz et 10 GHz d'une structure de type micro ruban permettent de vérifier que les lignes de champ sont concentrées entre les deux électrodes. La structure simulée dans les quatre figures suivantes est un sandwich MIM incluant 50 nm de diélectrique ZrO_2 entre deux électrodes en Aluminium de 500 nm d'épaisseur. Les paramètres géométriques sont des largeurs W_{signal} = 10 µm pour la ligne centrale et W_{masse} = 50 µm pour les lignes extérieures de masse et un espacement I = 70 µm entre ces deux lignes.



a) b)

Figure 2-8 : Simulations avec Maxwell 2D d'Ansoft du champ électrique E dans une structure de type ligne micro ruban à 10 Hz en (a) et à 10 GHz en (b). Le maximum de champ est concentré entre les deux électrodes en traversant le diélectrique dans le sens transversal.



a) b)

Figure 2-9 : Simulations avec Maxwell 2D d'Ansoft du champ magnétique H dans une structure de type ligne micro ruban à 10 Hz en (a) et à 10 GHz en (b). Le maximum de champ est concentré entre les deux électrodes en traversant le diélectrique dans le sens transversal.

Le matériau est bien caractérisé dans le sens vertical et les lignes de champs électrique et magnétique sont concentrées entre les électrodes supérieure et inférieure. L'inconvénient des lignes micro-ruban est relié à son avantage que le champ E est concentré dans la faible épaisseur du matériau diélectrique. La valeur de la capacité linéique sera très élevée, entrainant une impédance caractéristique de la ligne d'autant plus faible. L'onde incidente sera fortement réfléchie en entrée du dispositif et l'onde transmise subira une forte atténuation. Ces deux facteurs auront pour conséquence de diminuer la sensibilité à très hautes fréquences.

Deux dispositifs ont été dessinés et étudiés afin de connaître quelle configuration donnait les meilleurs résultats. La première configuration, présentée en Figure 2-10, est « standard » : les lignes de masse sont de la même largeur que les plots de contact et suivent la longueur de la ligne.

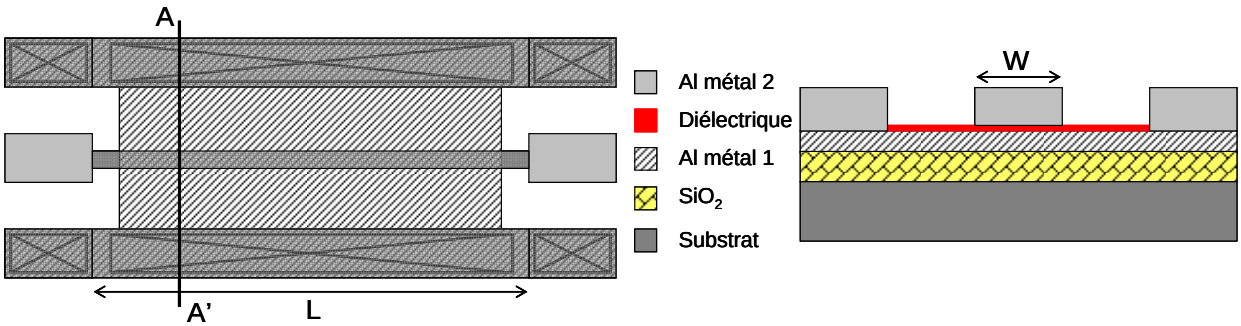


Figure 2-10 : Lignes micro ruban standards de largeur W et de longueur L permettant la caractérisation "in-situ" du matériau diélectrique intégré. Vue de dessus à gauche et en coupe selon le plan (AA') à droite.

Différemment, dans la seconde configuration, les lignes de masse sont très proches de la ligne de signal centrale, comme le montre la Figure 2-11, dans une configuration proche d'une ligne coplanaire avec un espacement de 10 µm, afin d'obtenir une meilleure interaction entre les lignes de masse et la ligne centrale. Cette configuration sera nommée ligne « micro-ruban blindée ».

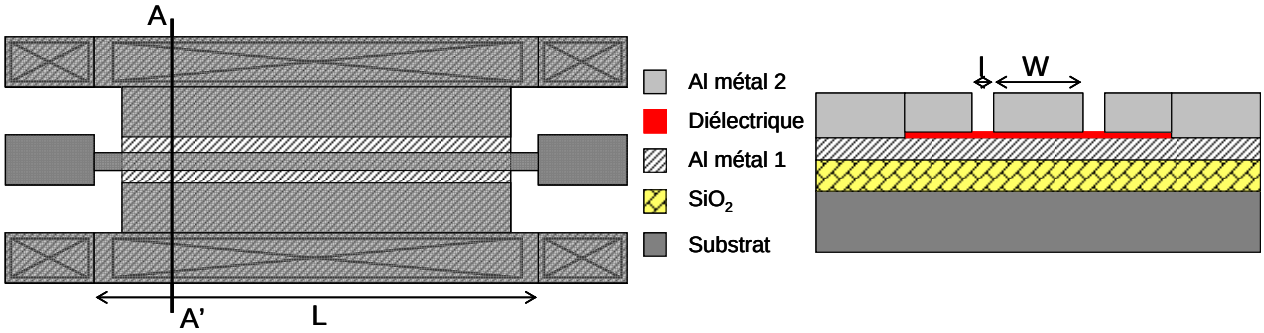


Figure 2-11 : Lignes micro-ruban « blindées » de largeur W et de longueur L permettant la caractérisation "in-situ" du matériau diélectrique intégré. Vue de dessus à gauche et en coupe selon le plan (AA') à droite.

Plusieurs largeurs et longueurs de lignes sont réalisées : des largeurs de 3, 5, 10 et 20 µm et des longueurs de 200, 600, 1000, 2000, 4000 et 8000 µm. La mesure des paramètres S de chaque dispositif permet de déterminer, après de-embedding, les paramètres RLCG linéique de la ligne micro-ruban puis la permittivité ε_r et les pertes du matériau tan δ intégré.

4. Capacités parallèles à un ou deux ports

Au niveau des capacités MIM étudiées en hautes fréquences, deux dispositifs parallèles sont retenus à un ou deux ports [6]. Dans ces configurations, le matériau est intégré dans le composant final et les performances du composant (facteur de qualité Q, densité surfacique C_S) peuvent également être connues jusqu'à très hautes fréquences.

a. Capacités parallèles à deux ports

Ici, une électrode est reliée au plan de masse et aux plots de masse et la deuxième électrode est reliée à la ligne signal puis aux plots de contact situés de part et d'autre de la capacité. Les vues de dessus et en coupe présentées en Figure 2-12 permettent de mieux apprécier les géométries mises en jeu. Les lignes d'accès, de largeur égale à 10 µm et de longueur 100 µm, sont assimilées à des lignes de transmission d'impédance caractéristique Z_C et d'exposant de propagation γ.

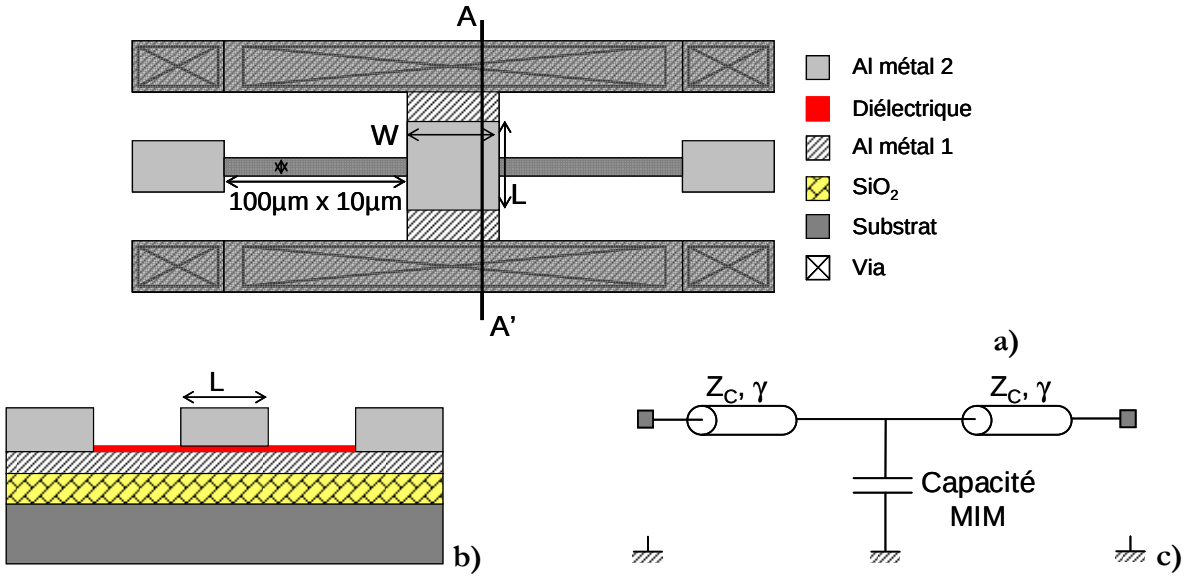


Figure 2-12 : Vue de dessus (a), en coupe selon le plan (AA') (b) et schéma électrique (c) des capacités parallèles à deux ports réalisées.

Plusieurs surfaces et différentes formes de capacités sont dessinées : six surfaces allant de 100 µm² à 10000 µm² et des facteurs de formes (largeur sur longueur W/L) rendant les motifs plutôt allongés en hauteur ou en longueur afin de vérifier un effet de la forme du composant sur ses performances. La mesure des paramètres S de ce dispositif permet de déterminer un modèle électrique du dispositif sous test. Ce modèle électrique permettra d'extraire les grandeurs du matériau et de connaitre les performances électriques du composant en configuration d'utilisation.

b. Capacités parallèles à un port

Pour ces capacités un port, la topologie est quasi identique à celle des deux ports, le schéma électrique se simplifiant à la seule partie gauche du schéma précédent. L'électrode supérieure de la capacité est reliée à la ligne signal du port de l'analyseur et l'électrode inférieure est reliée à la masse via les lignes extérieures et les plots de masse comme décrit en Figure 2-13.

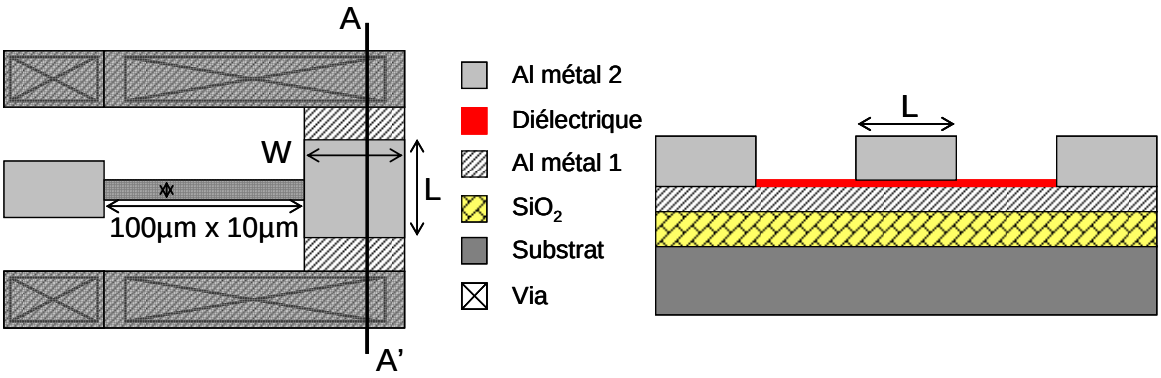


Figure 2-13 : Vue de dessus (gauche) et en coupe selon le plan (AA') (droite) des capacités un port réalisées.

Six surfaces carrées de 100 µm² à 10000 µm² sont réalisées. Ce dispositif un port est mesuré en réflexion. Le paramètre S_{11} complexe (qui caractérise la réflexion en entrée du dispositif) issu de la mesure permet de réaliser un modèle électrique équivalent à cette structure.

5. Motifs de de-embedding

Enfin d'extraire correctement les paramètres S du DST, des motifs de de-embedding sont nécessaires et sont regroupés en trois standards : OPEN (Figure 2-14), SHORT (Figure 2-15) et THRU (Figure 2-16), soit des circuits ouverts, des courts-circuits et des lignes [2] et [7]. Leur utilité sera plus amplement détaillée dans le chapitre suivant.

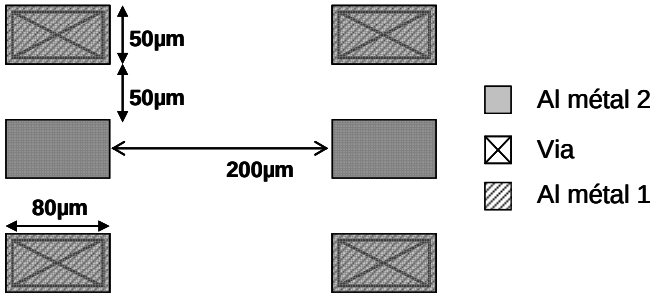


Figure 2-14 : Standard "OPEN" pour le de-embedding. Les plots seuls permettent de réaliser un circuit ouvert.

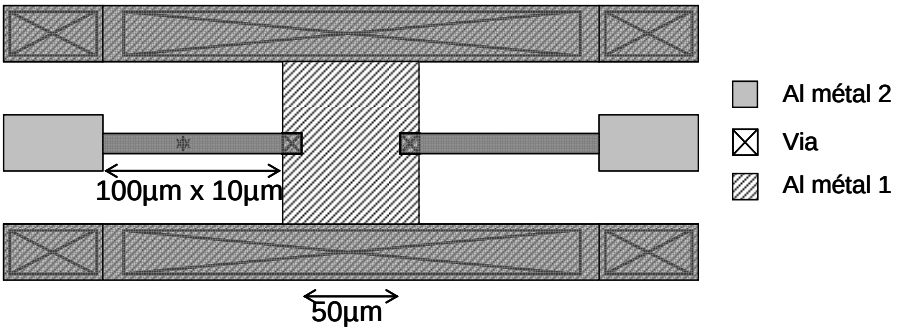


Figure 2-15 : Standard "SHORT" pour le de-embedding. Un court-circuit est réalisé entre le plot central et les lignes de masse au niveau du DST.

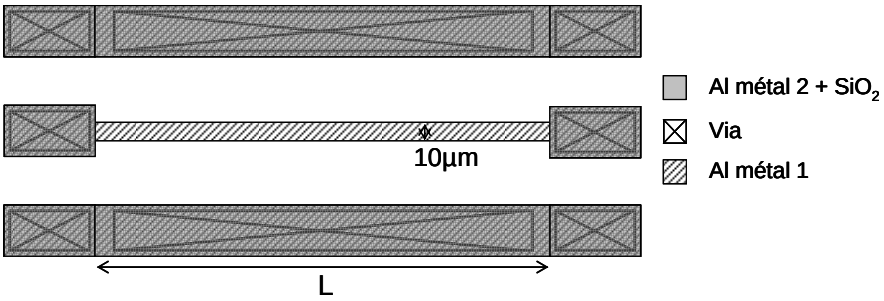


Figure 2-16 : Standard THRU pour le de-embedding. Une ligne de propagation aux niveaux métal 1 ou 2 permet de déterminer les caractéristiques des lignes d'accès au DST.

Les lignes de différentes longueurs (de 200 µm à 8 mm) permettent de déterminer l'impédance caractéristique Z_C et l'exposant de propagation γ afin d'obtenir les caractéristiques des lignes d'accès au DST. Les motifs « OPEN » permettent de soustraire l'effet des plots de contacts et notamment des capacités parasites qu'ils induisent.

II. Procédés technologiques développés

1. Description de l'empilement souhaité et des différentes étapes de réalisation

Toute la technologie mise en place afin de réaliser les échantillons a été élaborée à mon initiative au sein de la « Plateforme Technologique Amont » de Grenoble.

À partir d'un substrat standard en Silicium de type < 100 > dopé p et de diamètre 100 mm, un premier dépôt de SiO_2 permet d'isoler les dispositifs de caractérisation de ce substrat afin d'obtenir de meilleures extractions des paramètres du DST. Ensuite, le premier niveau métal est réalisé et les échantillons sont alors prêts à recevoir le dépôt du diélectrique à caractériser. Ce diélectrique est ensuite gravé par IBE (« Ion Beam Etching ») afin de contacter l'électrode inférieure. Cette gravure ionique doit être développée pour chaque nouveau diélectrique déposé et constitue l'étape critique de notre procédé. Enfin, le niveau métal supérieur est réalisé de la même façon que le premier niveau. Trois masques sont nécessaires afin de réaliser les dispositifs précédemment décrits qui nécessitent de graver les niveaux métalliques inférieur et supérieur et de réaliser un niveau de vias. Deux alignements sont effectués.

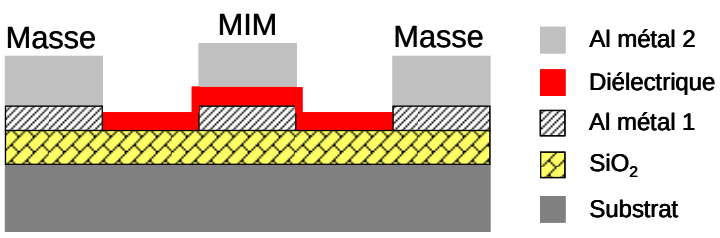


Figure 2-17 : Empilement complet réalisé à la PTA

Au final, l'empilement complet réalisé est schématisé dans la Figure 2-17 précédente. Le diélectrique à caractériser, en configuration MIM, est situé au niveau du plot ou du ruban central.

Au total, 30 étapes sont nécessaires à la réalisation des échantillons, sans compter les éventuelles étapes intermédiaires pour le dépôt du diélectrique, ni les étapes de développement de la gravure ionique du diélectrique.

2. Dépôt SiO_2 par PE CVD

Le premier dépôt de 1 µm SiO_2 est réalisé par « Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition » (PECVD). Le principe de ce dépôt est une réaction chimique en phase hétérogène entre des précurseurs gazeux sur une surface solide (le substrat). Ce dépôt permet d'isoler les motifs de caractérisation, notamment en hautes fréquences, du substrat en Silicium qui génère des perturbations. L'empilement souhaité après cette étape est montré dans la Figure 2-18.



Figure 2-18 : Réalisation de la première étape, le dépôt PE CVD de 1 µm de SiO_2.

Ce dépôt est réalisé sur un bâti de chez Corial présent au Centre Interuniversitaire de Micro Electronique (CIME) et effectué à 280 °C avec une puissance RF de 250 W. Le précurseur utilisé est du silane SiH_4. La vitesse de dépôt est d'environ 4,5 $nm.s^{-1}$. Un temps de dépôt de 220 s permet de déposer notre couche de 1 µm sur notre échantillon. L'épaisseur des couches déposées est ensuite vérifiée à l'ellipsomètre directement en salle blanche. Une fois cette première étape réalisée, la réalisation des motifs de test comprenant le premier niveau métal (électrode inférieure), le diélectrique (les vias), le second niveau métal (électrode supérieure), peut commencer.

3. Réalisation des niveaux métal 1 et 2 en Aluminium

a. Dépôts métal

Au niveau de la plateforme technologique, un bâti d'évaporation de chez Plassys, avec 7 métaux différents est disponible. La technique d'évaporation métallique est une technique assez souple et simple à mettre à œuvre. Les métaux disponibles sont : l'Aluminium (Al), l'Or (Au), le Nickel (Ni), le Titane (Ti), le Chrome (Cr), le Cuivre (Cu) et le Platine (Pt) avec possibilité de réaliser des multicouches. Le tableau suivant résume les principales propriétés de chacun de ces métaux [8].

Tableau 2-1 : Quelques propriétés des métaux disponibles à l'évaporateur de la PTA.

Métal	Densité d	Conductivité σ [x10^6 S.m^{-1}]	Point de fusion T_f [°C]	Travail de sortie ϕ_S [eV]
Al	2.70	37.8	659	4.06 – 4.26
Au	19.32	45.2	1063	5.1 – 5.47
Ni	8.80	14.3	1452	5.04 – 5.35
Ti	4.50	2.3	1795	4.33
Pt	21.40	9.6	1770	5.12 – 5.93
Cr	7.15	7.7	1615	4.5
Cu	8.96	59.6	1083	4.53 – 5.10

Notre choix se porte sur l'Aluminium car sa gravure est plus simple que les autres et possible au niveau de la plateforme, sa conductivité est correcte (supérieure à celle du TiN généralement utilisé dans l'industrie dont la résistivité est : $\rho_{TiN} \sim 200\ \mu\Omega.cm^{-1}$) et le dépôt est simple et peu coûteux. L'épaisseur déposée est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres et le paramètre flexible est la vitesse de dépôt, exprimée en nm.s^{-1}. L'empilement souhaité au niveau de l'électrode inférieure est schématisé sur la Figure 2-19 et celui pour l'électrode supérieure en Figure 2-20. Dans les deux cas, le dépôt est pleine plaque mais pour le niveau supérieur, il y a présence d'une topographie due aux couches précédentes. Cette technique de dépôt n'étant pas conforme, pour un angle de dépôt de 0°, le dépôt métallique reproduira la topographie présente sur la plaque.

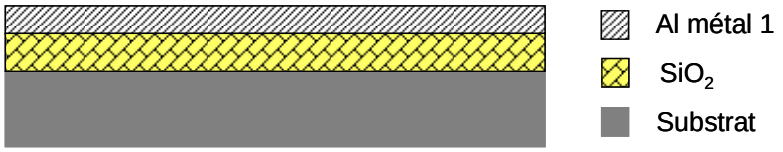


Figure 2-19 : Dépôt d'aluminium pour le niveau métal 1 (électrode inférieure).

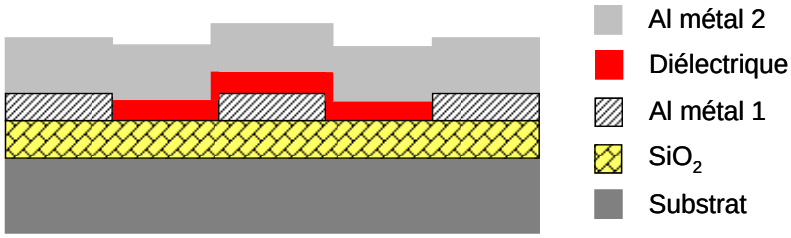


Figure 2-20 : Dépôt d'aluminium pour le niveau métal 2 (électrode supérieure). Ce dépôt est directif, les motifs (creux et bosses des niveaux inférieurs) sont reproduits au niveau du dépôt métallique

Un paramètre important au niveau de l'électrode inférieure est sa rugosité [9]. Or, l'aluminium est connu pour avoir une rugosité de surface assez importante suivant le procédé de dépôt. Afin d'améliorer ce paramètre, nous avons fait varier la vitesse d'évaporation afin d'obtenir un optimum de rugosité au niveau de notre électrode inférieure, mesurée grâce à un microscope à force atomique (AFM). Le graphique suivant résume les résultats obtenus.

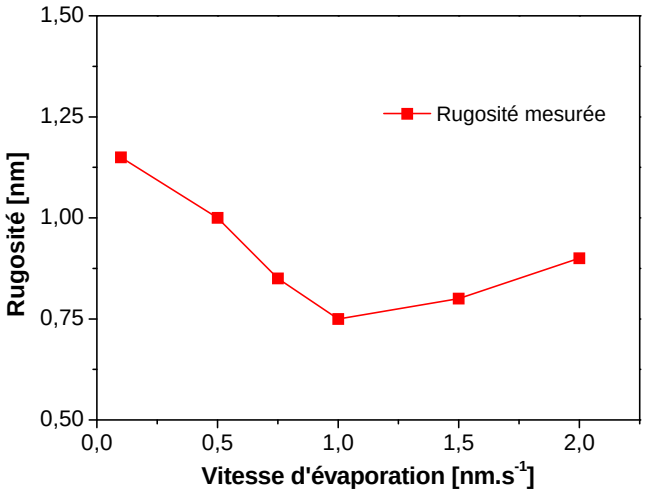


Figure 2-21 : Evolution de la rugosité mesurée en fonction de la vitesse d'évaporation de l'aluminium en nm.s^{-1}. L'optimum est obtenu pour une vitesse d'évaporation de 1 nm.s^{-1}.

On remarque que l'optimum de rugosité est obtenu pour une vitesse d'évaporation de 1 nm.s^{-1}. Ce paramètre sera donc conservé pour la réalisation des échantillons.

Au final, pour le premier niveau métal, les paramètres de dépôts sont de 200 nm d'aluminium déposés à une vitesse de 1 nm.s^{-1}. Et pour le niveau métallique supérieur, 200 nm auxquels s'ajoutent la hauteur réelle des vias réalisés (soit, pour des vias de 50 nm, une épaisseur déposée de 250 nm) également à 1 nm.s^{-1}.

b. Paramètres photolithographie

Une fois les dépôts métalliques effectués, les motifs des électrodes inférieures et supérieures doivent être réalisés. La photolithographie permet de reproduire les motifs dessinés sur les masques au niveau de l'échantillon par une succession d'étapes. Elle commence par l'étalement et le recuit d'une résine photosensible. Cette résine est ensuite partiellement exposée à une radiation lumineuse : le masque, comportant des zones opaques et transparentes, permet de reproduire le motif au niveau de la résine. Cette exposition induit des réactions au sein de la résine et engendre des modifications chimiques : la solubilité des zones insolées évolue suivant le type de résine utilisée (positive ou négative). L'échantillon est alors placé dans un développeur qui va permettre d'éliminer certaines parties du film de résine afin de révéler les zones qui seront ensuite gravées.

Pour la réalisation des deux niveaux métalliques, une résine positive (l'AZ1512HS) est utilisée. Pour ce type de résine, les zones non insolées restent sur l'échantillon, c'est-à-dire que l'exposition de la résine à une radiation lumineuse augmente la solubilité de la résine dans le développeur. Les alignements et l'exposition des échantillons sont effectués sur un équipement MJB4 de chez SUSS MicroTec avec une source lumineuse UV à 365 nm.

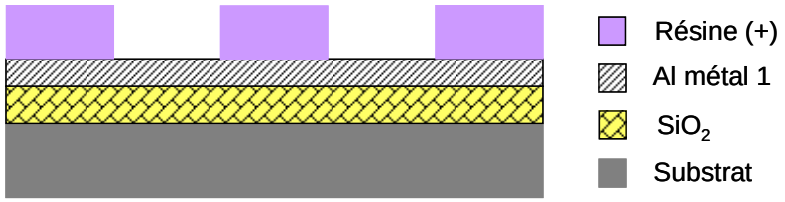


Figure 2-22 : Dépôt de la résine positive après insolation et développement afin de former le niveau métallique inférieur (masque 1). Les zones insolées deviennent plus solubles au développement que les zones non exposées ; une image positive du masque 1 est formée.

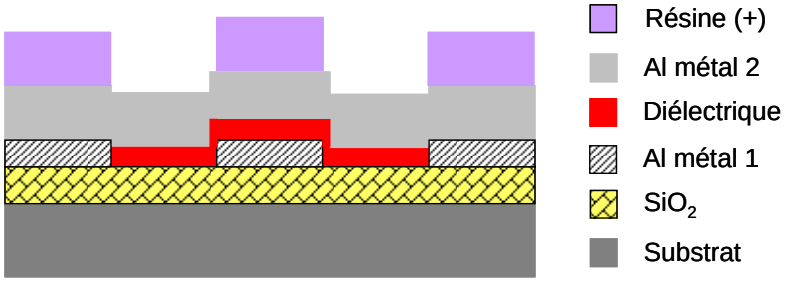


Figure 2-23 : Dépôt de la résine positive après insolation et développement afin de former le niveau métallique supérieur (masque 3).

Les paramètres et la chronologie de la photolithographie pour les deux niveaux métalliques sont résumés ci-après. Une fois cette étape faite, la couche d'aluminium est prête à être gravée.

- Etalement de la résine à une vitesse de 5000 trs.min^{-1} pendant 1 min,
- Recuit à 100 °C pendant 120 s,
- Insolation pendant 19 s,
- Développement à l'AZdvp pendant environ 35 s.

c. Gravure chimique vs lift-off

Au niveau de la plateforme, il n'y a pas de possibilité de gravure sèche de l'aluminium à base d'un plasma chloré par gravure ionique réactive (RIE pour « Reactive Ion Etching »). Les solutions possibles sont une gravure chimique de l'aluminium, à base d'une chimie acide (acide phosphorique H_3PO_4 et acide nitrique HNO_3), ou une réalisation des motifs via la technique du « lift-off ». L'empilement souhaité au niveau du premier niveau est présenté dans la Figure 2-24. Celui voulu au second niveau métallique est schématisé dans la Figure 2-25.

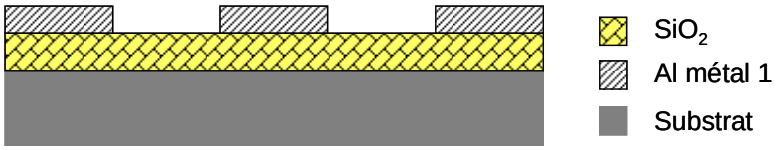


Figure 2-24 : Niveau métallique inférieur. La plaque est alors prête à recevoir l'oxyde à caractériser.

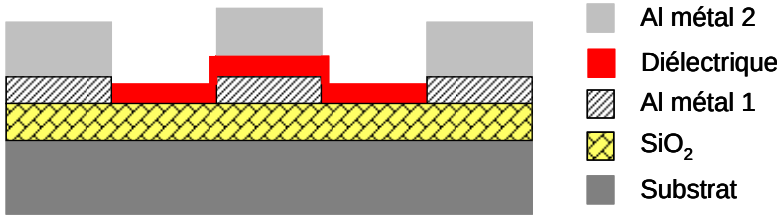


Figure 2-25 : Niveau métallique supérieur. L'échantillon est alors terminé et il est prêt à être caractérisé.

Le « lift-off » n'est pas applicable pour le niveau métallique supérieur (2) car la surface où les motifs seront réalisés doit être bien plane. Or, la topographie présente sur la plaque, générée par les niveaux inférieurs au niveau de l'électrode supérieure, ne permet pas cette technique du « lift-off ». Pour le premier niveau métallique, cette technique est applicable. Ces deux méthodes sont testées pour le premier niveau. Le tableau suivant détaille tout d'abord les caractéristiques et les différences entre ces deux techniques réalisables au niveau de la plateforme.

Tableau 2-2 : Détails, avantages et inconvénients des techniques de gravure chimique et de « lift-off ».

Technique	Gravure chimique	Lift-off
Etapes successives	1 – dépôt de la couche métallique 2 – dépôt et recuit de la résine positive 3 – insolation de la résine avec le masque de photolithographie 4 – développement de la résine insolée 5 – gravure du métal 6 – retrait de la résine	1 – dépôt et recuit de la résine négative 2 – insolation de la résine avec le masque de photolithographie 3 – développement de la résine non insolée 5 – dépôt de la couche métallique 6 – retrait de la résine et du métal la recouvrant
Avantages	Facilité de mise en œuvre Vitesse de gravure Sélectivité	Protection de la couche inférieure Anisotropie
Inconvénients	Isotropie	Rétention Redéposition

Les résultats obtenus pour la réalisation des motifs via « lift-off » ne sont pas concluants vis-à-vis d'une gravure chimique. En effet, les lignes, très longues (plusieurs millimètres), nécessaires à la caractérisation en hautes fréquences, ne sont pas obtenues avec un lift-off (Figure 2-26) alors que pour une gravure par voix chimique, les motifs sont bien réalisés (Figure 2-27).

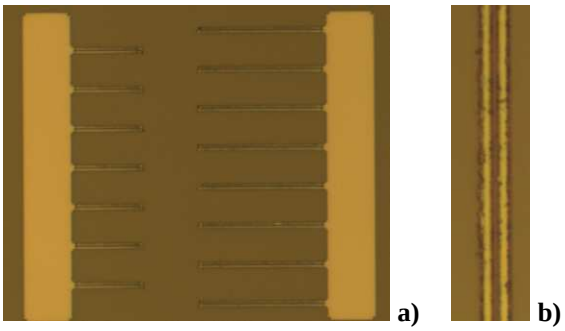


Figure 2-26 : Image microscope, à un grossissement x20, d'un réseau de lignes de 2,5 µm obtenues via lift-off (a) et zoom (grossissement x100) sur une ligne (b). Le lift-off ne donne pas des résultats propres.

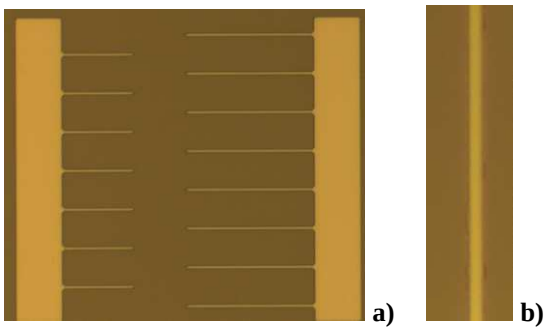


Figure 2-27 : Image microscope, à un grossissement x20, d'un réseau de lignes de 2,5 µm obtenues par gravure chimique (a) et zoom (grossissement x100) sur une ligne (b). Cette technique donne de meilleurs résultats.

Le choix se porte sur la gravure par voix chimique grâce à une solution à base d'acide phosphorique H_3PO_4 (« Alu_Etch »). La vitesse de gravure est de 36 nm.min^{-1}. Des caractérisations physiques permettent de bien contrôler notre procédé. Les paramètres importants sont le rendu des lignes de plus faible largeur (2.5 µm), le profil de gravure au niveau des flancs et la rugosité d'interface. Des observations au Microscope Electronique à Balayage du niveau métallique inférieur permettent de se rendre compte du rendu des lignes. Les photographies de la Figure 2-28 montrent que cette réalisation est très propre. Ensuite, sur la photographie de la Figure 2-29, les flancs de gravure sont bien observés ils sont propres avec une légère déviation trapézoïdale due à la surgravure. Sur cette même figure, on observe également que la rugosité de surface de l'électrode en aluminium est présente malgré nos efforts pour la réduire au minimum.

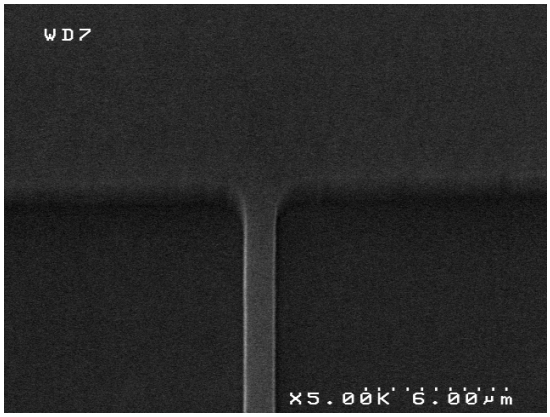


Figure 2-28 : Observation MEB en vue de dessus du premier niveau métallique. Accélération 5 kV. L'image montre une ligne de 2.5 µm de large.

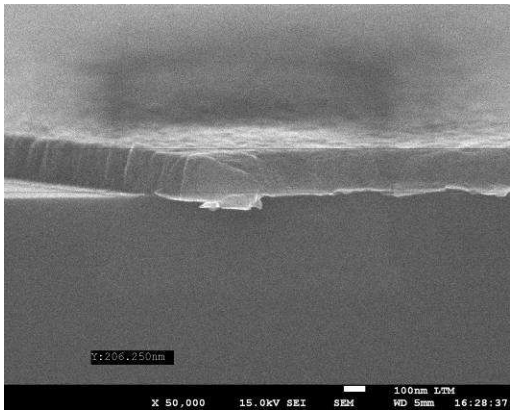


Figure 2-29 : Observation MEB en vue tiltée du flanc de gravure du premier niveau métallique. Accélération 15 kV. L'image montre le profil de gravure, une épaisseur de 206 nm d'Al est bien déposée.

Une fois le niveau métallique inférieur terminé, l'échantillon est transporté vers les autres collaborateurs qui fournissent l'oxyde à caractériser. Cet oxyde sera directement déposé sur ce

niveau métallique en aluminium. Les deux photos suivantes montrent les résultats obtenus pour ce premier niveau métallique (« Level_1 » sur la Figure 2-30). La gravure des lignes de plus petites dimensions (2,5 µm) donne d'excellents résultats (réseau de lignes sur la Figure 2-31).



Figure 2-30 : Niveau métallique inférieur (« Level_1 »).

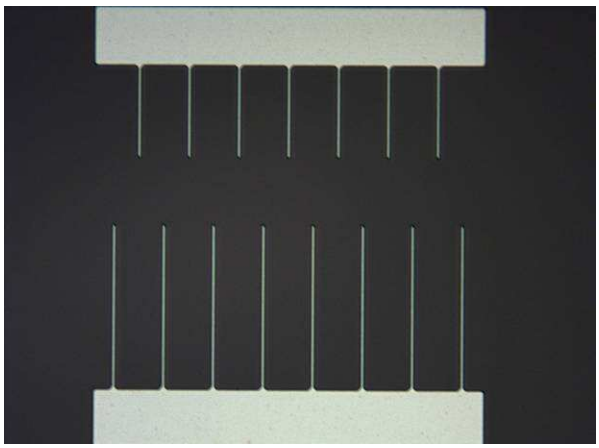


Figure 2-31 : Réseau de lignes de 2,5 µm de largeur au niveau métallique 1.

Pour le niveau métallique supérieur, une fois celui-ci terminé, la réalisation de l'échantillon est finie et les caractérisations physico-chimiques, électriques et hautes fréquences peuvent débuter. Les deux photos qui suivent montrent les résultats obtenus sur un échantillon contenant 175 nm de TiTaO comme oxyde et un motif de de-embedding de type SHORT (Figure 2-32) avec les deux vias permettant de réaliser le court-circuit de dimensions critiques 10 µm x 10 µm. Sur la Figure 2-33, l'échantillon contient 10 nm de Si_3N_4 comme diélectrique sous test et le motif photographié est un via de 10 µm x 10 µm au niveau d'un SHORT également.

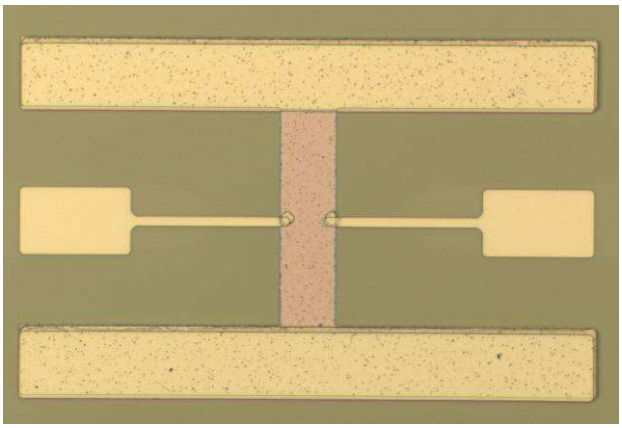


Figure 2-32 : Motifs de de-embedding SHORT final sur un échantillon intégrant 175 nm de TiTaO. Les vias de 10 µm x 10 µm au niveau du court-circuit sont parfaitement sortis lors de la gravure IBE et l'alignement des trois masques est bon.

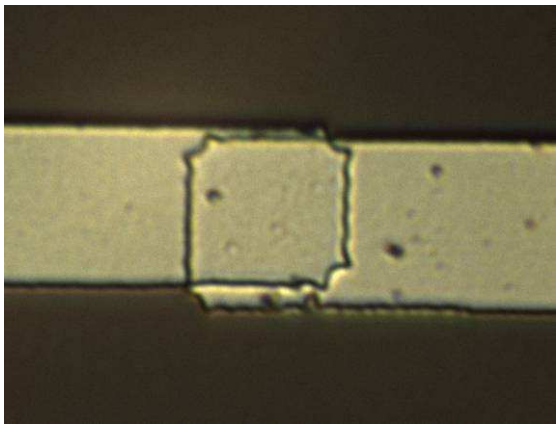


Figure 2-33 : Via de 10 µm x 10 µm d'un motif SHORT sur un échantillon intégrant 10 nm de Si_3N_4. L'alignement est toujours excellent et la gravure IBE a permis de bien réaliser le via.

Les deux niveaux métalliques sont réalisés et il reste à présenter les étapes concernant le dépôt et la gravure des vias : cette étape de gravure du diélectrique sous test étant la partie la plus critique de la réalisation des échantillons.

4. Dépôt du diélectrique sous test et réalisation des vias

a. Différentes voies de dépôt

Les différentes techniques de dépôt peuvent être classées en deux catégories : soit physiques, soit chimiques. Pour les premières, il s'agit d'un transfert du matériau ou des éléments simples à déposer vers le substrat. Il s'agit de techniques dites « PVD » pour « Physical Vapor Deposition ». On rencontre l'évaporation sous vide, l'épitaxie par jets moléculaires, la pulvérisation cathodique et l'ion plating. Elles se déroulent en trois étapes : sublimation de la cible de même composition que le dépôt, transport en phase gazeuse avec ou sans collisions et condensation des espèces sur le substrat. Les secondes techniques reposent sur une réaction chimique entre des molécules (appelées précurseurs) contenant les éléments simples du matériau à déposer. On appelle ces techniques « CVD » pour « Chemical Vapor Deposition ». Elles se déroulent également en trois étapes : introduction des précurseurs chimiques, transport en phase liquide ou gazeuse avec possibilité d'introduire un gaz réactif et décomposition ou condensation des espèces avec une réaction chimique. On rencontre tous les types de CVD assistées ou non (par plasma [PECVD], par laser [LECVD], à basse pression [LPCVD], avec des précurseurs organométalliques [MOCVD],…) et les techniques de dépôts monocouche atomique par monocouche atomique (ALD pour « Atomic Layer Deposition »).

Cette thèse ne vise pas à mettre au point le dépôt d'un diélectrique, travail qui est suffisant pour une thèse complète. L'idée est d'avoir mis en place un outil permettant de déposer un diélectrique en couche de quelques dizaines de nanomètres, dont le dépôt est assez mature, sur nos échantillons afin d'en effectuer la caractérisation très large bande. L'échantillon obtenu après ce dépôt est schématisé sur la Figure 2-34.

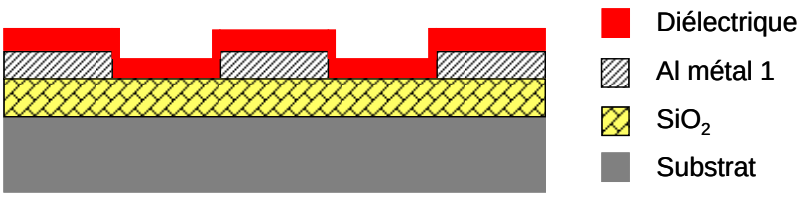


Figure 2-34 : Dépôt du diélectrique à caractériser sur la plaque précédemment réalisée.

Trois diélectriques différents seront caractérisés via notre procédure : le nitrure de Silicium Si_3N_4, le nitrure d'Aluminium AlN et l'oxyde de Titane dopé au Tantale $Ti_xTa_yO_z$, déposés respectivement par CVD, PVD Magnétron DC et PVD.

b. Paramètres pour la photolithographie

Une fois ce diélectrique déposé, il faut réaliser les vias permettant de contacter l'électrode inférieure. Une photolithographie avec un alignement sur le niveau inférieur suivi d'une gravure IBE permet de réaliser cette étape. Elle est également réalisée sur un équipement MJB4 de chez SUSS MicroTec couplé à une source lumineuse UV de longueur d'onde 365 nm.

Le procédé de photolithographie diffère de celui des niveaux métalliques par le fait que la résine utilisée est négative (la résine AZ5214E, réversible, est utilisée) : la solubilité de la résine insolée augmente et donc les zones insolées restent lors du développement. Au final, l'empilement présenté en Figure 2-35 est obtenu en fin d'étape de photolithographie.

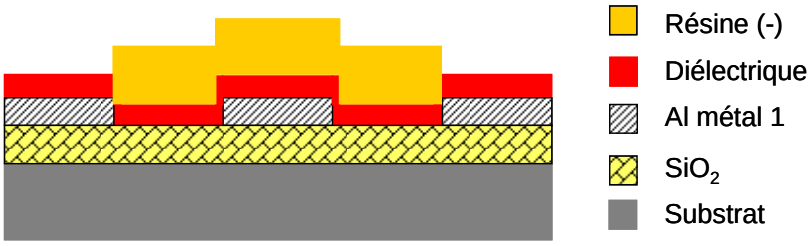


Figure 2-35 : Dépôt de la résine négative après étalement, insolation et développement. Les zones de résine insolées étant moins solubles dans le développeur, une image négative du masque 2 est formée sur l'échantillon.

Les paramètres et la chronologie de la photolithographie pour le niveau via sont donnés ci-après. Une fois cette étape faite, l'échantillon et le diélectrique sont prêts à être gravés.

- Etalement de la résine à une vitesse de 4000 ou 5000 trs.min^{-1} pendant 1 min (suivant l'épaisseur de diélectrique déposée, la vitesse d'étalement fixant l'épaisseur de résine),
- Premier recuit à 110 °C pendant 50 s,
- Première insolation avec le masque pendant 5 s,
- Second recuit à 120 °C pendant 120 s,
- Seconde insolation sans masque pendant 17 s,
- Développement à l'AZdvp pendant environ 40 à 45 s.

c. Gravure IBE et suivi SIMS

La gravure du diélectrique déposé afin de contacter l'électrode inférieure est la partie la plus délicate du procédé. Comme le matériau à caractériser diffère pour chaque échantillon et comme leur gravure est généralement peu ou pas du tout mâture, il faut mettre au point pour chaque échantillon la gravure. Les gravures sèches ou humides demandent trop de temps de développement pour qu'elles soient utilisables : recherche de la chimie ou du bon plasma

permettant la gravure. La solution la plus simple consiste en une gravure ionique de type « Ion Beam Etching » qui permet de graver à peu près tout. L'inconvénient de ce procédé est qu'il ne permet pas de réaliser des motifs fins, les dimensions devant être relâchées. Ce désavantage ne nous gêne pas dans la mesure où les vias les plus petits, nécessaires pour contacter l'électrode inférieure, sont au niveau des motifs de court-circuit pour le de-embedding et ils ont des dimensions de 10 µm x 10 µm, ce qui est suffisant pour l'appareil. L'empilement souhaité après cette étape est schématisé dans la Figure 2-36.

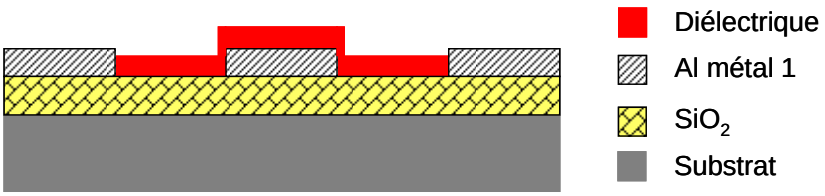


Figure 2-36 : Niveau diélectrique fini et vias réalisés grâce à une technique de gravure par faisceau d'ions.

La gravure par IBE s'effectue dans une enceinte préalablement mise sous vide à 2.10^{-6} Torr. Les paramètres de gravure sur lesquels nous pouvons jouer au niveau de l'optimisation du procédé sont la pression d'argon dans l'enceinte et la puissance RF. Il s'agit alors d'un compromis entre vitesse de gravure et uniformité. Ce développement doit être réinitialisé pour chaque nouveau matériau à graver. La fabrication d'échantillons témoins est nécessaire.

L'équipement permet également de détecter la fin de la gravure par un suivi SIMS. Suivant la composition de la couche présente sous le diélectrique, on peut suivre l'évolution des différentes espèces extraites de l'échantillon et détecter la fin de la gravure de la couche de diélectrique et le début de la gravure de la couche métallique inférieure. La profondeur de gravure est ensuite vérifiée par une mesure au profilomètre qui permet de calculer ensuite la vitesse de gravure.

Des exemples de résultats obtenus sont montrés dans les deux figures qui suivent. Il s'agit d'un échantillon comportant 100 nm de nitrure d'aluminium (AlN) déposé sur une couche de 100 nm de molybdène (Mo). La couche à graver étant l'AlN.

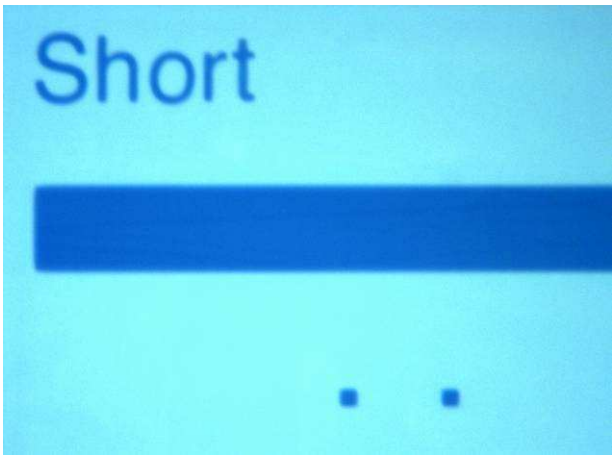


Figure 2-37 : Second niveau d'un motif SHORT réalisé sur un échantillon comprenant 100 nm d'AlN mais sans motifs au niveau métallique inférieur (il y a un plan de masse pleine plaque).

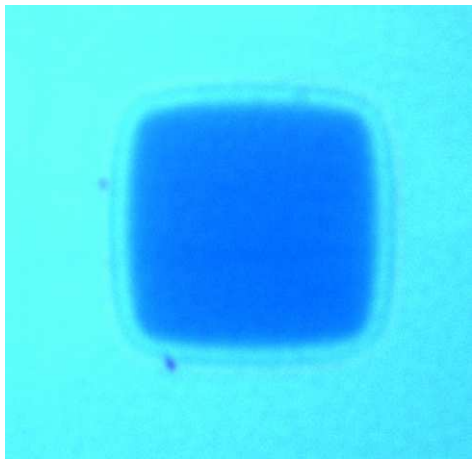


Figure 2-38 : Zoom sur le via de 10 µm x 10 µm du motif SHORT ci-contre. Le via a été bien gravé lors de la procédure IBE, le contact sera bien réalisé.

Le diélectrique est ainsi gravé et les vias permettant la connexion de l'électrode inférieure sont réalisés. Cette étape nécessite un développement préalable pour définir les paramètres de la gravure IBE (puissance RF et pression d'argon qui régissent les caractéristiques du plasma) en faisant un compromis entre vitesse de gravure et uniformité. Un échantillon témoin supplémentaire doit donc être réalisé.

III. Conclusion

Ce chapitre a permis de mettre en place, physiquement, les outils nécessaires à la caractérisation très large bande des diélectriques intégrés et des performances du composant MIM intégrant ces diélectriques. Les motifs nécessaires à la caractérisation en hautes fréquences (lignes, capacités parallèles et dispositifs de de-embedding) ainsi que les motifs, plus simples, pour la caractérisation à basses et moyennes fréquences ont été réalisés depuis l'étude bibliographique jusqu'au dessin des trois masques nécessaires. Au final, plus d'une centaine de dispositifs de caractérisation ont été dessinés et sont rappelés dans le Tableau 2-3.

Tableau 2-3 : Récapitulatif des dispositifs réalisés et leur utilisation selon la fréquence balayée et l'épaisseur de diélectrique intégrée.

	Gammes de fréquences			Gammes d'épaisseurs	
	basses	moyennes	hautes	< 100 nm	> 100 nm
Capacité un port « BF »	X			X	X
Capacité un port « MF »	X	X		X	
Capacité un port « HF »			X	X	
Capacité deux ports « HF »			X	X	
Lignes micro-ruban			X	X	
Lignes coplanaires			X		X
De-embedding			X	X	X

Nous montrons également pour quelle gamme de fréquences ou d'épaisseur de diélectrique ils sont principalement utilisés.

Ensuite, une technologie a été mise en place grâce aux moyens de la PTA à Grenoble afin de développer les différentes étapes nécessaires pour la fabrication des échantillons. Cette technologie nécessite trois masques, deux alignements et comporte une trentaine d'étapes.

Une fois ces échantillons réalisés, la caractérisation large bande peut commencer présentée dans le chapitre suivant grâce aux différentes méthodes d'extraction suivant la gamme de fréquences balayée. Les caractérisations électriques du matériau (permittivité et pertes) et les performances du composant (densité surfacique et facteur de qualité) seront ainsi déterminés sur une très large bande de fréquence, de 1 mHz à 40 GHz.

Références du second chapitre :

[1] C H. Cho and D. Burk, "A three step method for the de-embedding of high frequency S-parameter measurements", *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 38, no. 6, pp. 1371-1375, 1991.

[2] E. P. Vandamme, D. M. M.-P. Schreurs and C. Van Dinther, "Improved three-step de-embedding method to accurately account for the influence of pad parasitics in silicon on-wafer RF test-structures", *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. 48, no. 4, pp. 737-742, 2001.

[3] T. Lacrevaz, B. Fléchet, A. Farcy, J. Torres, M. Gros-Jean, C. Bermond, T.T. Vo, O. Cueto, B. Blampey, G. Angénieux, J. Piquet, F. de Crécy, "Wideband frequency and in situ characterisation of high permittivity insulators (High-K) for H.F. integrated passives", *Microelectronic Engineering*, vol. 83, pp. 2184-2188, 2006.

[4] J. Piquet, C. Bermond, M. Thomas, B. Fléchet, A. Farcy, T.T. Vo, T. Lacrevaz, J. Torres, O. Cueto and G. Angénieux, "High Frequencies Characterization of Cu-MIM Capacitors in Parallel Configuration for Advanced Integrated Circuits", *Microelectronic Engineering*, vol. 83, pp. 2341-2345, 2006.

[5] T. Lacrevaz, "Caractérisation hyperfréquence de matériaux isolants de haute permittivité en vue de l'intégration de fonctions passives dans les circuits intégrés avancés", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, octobre 2005.

[6] J. Piquet, "Caractérisation et modélisation de composants passifs intégrés pour circuits ultra rapides", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, juin 2007.

[7] M. D. Janezic, D. F. Williams, V. Blaschke, A. Karamcheti and C.S. Chang, "Permittivity Characterization of Low-k Thin Films From Transmission-Line Measurements", *IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques*, vol. 51, no. 1, pp. 132–136, January 2003.

[8] CRC handbook on Chemistry and Physics version 2008, pp. 12-114.

[9] S. Blonkowski, M. Regache and A. Halimaoui, "Investigation and modelling of the electrical properties of metal–oxide–metal structures formed from chemical vapor deposited Ta_2O_5 films", *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 3, pp. 1501-1508, 2001.

Chapitre Troisième

Méthodologies de caractérisation des DST et extraction des paramètres matériau.

Le chapitre précédent nous a permis de définir les différents dispositifs nécessaires à la caractérisation large bande du matériau et du composant MIM et de mettre en place la technologie afin de les réaliser en salle blanche.

Ce chapitre rappelle donc plus précisément les moyens de caractérisation électriques et large bande utilisés : en basses fréquences (inférieures à 1 MHz) et en continu pour les mesures de type courant en fonction de la tension ou de la température [I(V,T)], en moyennes fréquences (entre 100 kHz et 110 MHz).

Ensuite, les méthodologies d'extraction des modèles électriques équivalents des Dispositifs Sous Test (DST) à partir des Cellules De Test (CDT) seront présentées pour le domaine des hautes fréquences. La présentation de la procédure de de-embedding et d'une méthode originale de détermination de l'impédance caractéristique des lignes de propagation est effectuée. Ce travail constitue un des objectifs principaux de cette thèse et un de ses aspects novateurs. Les résultats issus de ces deux méthodes d'extraction sont confrontés à une modélisation électromagnétique dans le cas d'un DST en ligne de propagation coplanaire.



Sommaire du troisième chapitre :

I. Caractérisations DC et basses fréquences 75
1. En statique 75
a. Agilent 4156C 75
b. Mesures courant-tension 76
2. En basses fréquences 77
a. Spectromètre diélectrique Novocontrol 77
b. Mesures en fréquence 79
c. Mesures avec un bias 80
d. Mesures en température 81

II. Caractérisations en moyennes fréquences 82
1. Présentation de l'impédance-mètre 82
2. Mesures 84
3. Extraction des résultats 85

III. Caractérisations en hautes fréquences 85
1. Description du processus de caractérisation 86
2. Présentation du VNA et des principes de mesure 87
3. Notions de calibrage 88
4. Première méthode de de-embedding 89
5. Seconde méthode de de-embedding, pour les lignes 92
a. Calcul de l'exposant de propagation γ de la ligne… 92
b. Calcul de l'impédance caractéristique Z_C de la ligne… 92
6. Confrontation des résultats 98
7. Extraction de la permittivité et des pertes 99
a. Avec des capacités parallèles 99
b. Avec des lignes coplanaires 100
c. Avec des lignes micro-ruban 101

IV. Conclusion 102

I. Caractérisations DC et basses fréquences

En basses fréquences, de 1 mHz à 1 MHz, de nombreuses propriétés du matériau sont intéressantes à obtenir afin de mieux connaître le comportement du diélectrique et d'évaluer les performances du composant MIM par rapport à des spécifications données. Le but principal de ce travail est d'extraire la permittivité ε_r et la tangente de pertes tan δ du matériau en fonction de la fréquence. Ensuite, les caractéristiques statiques du courant *I* en fonction de la tension appliquée *V* permettent d'obtenir le champ et la tension de claquage du diélectrique E_{bd} et V_{bd} mais également le mode d'injection du courant et les fuites du composant réalisé avec le matériau expertisé. En très basses fréquences, la relaxation diélectrique est mise en évidence en calculant l'énergie d'activation thermique $\in_a$ associée à ce phénomène. Au niveau du composant MIM, les valeurs de la capacité *C* et de la conductance *G* sont essentielles pour évaluer les performances du dispositif : densité surfacique C_S et facteur de qualité Q, coefficients de linéarité en tension α et β, coefficient de linéarité en température α_T,… Afin d'effectuer toutes ces caractérisations, deux appareils sont utilisés : un spectromètre diélectrique Novocontrol Alpha-A et un Agilent 4156C couplés à un porte-substrat chauffant.

1. En statique

a. Agilent 4156C

L'analyseur de paramètres de semi-conducteurs, l'Agilent 4156C, présenté en Figure 3-1, est un instrument permettant de mesurer et d'analyser les caractéristiques de dispositifs à base de semi-conducteurs. Un même instrument permet d'effectuer à la fois la mesure et son analyse.

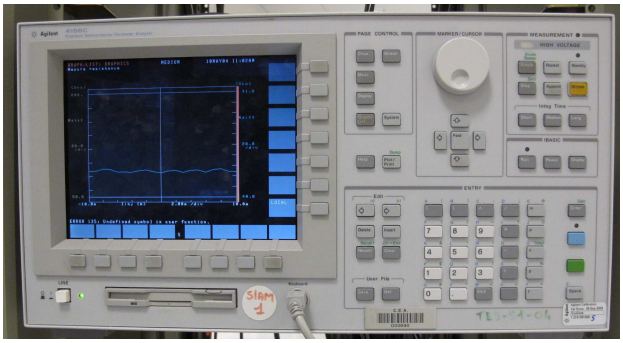


Figure 3-1 : Analyseur Agilent 4156C couplé à un module de chauffage pour les mesures statiques de type *I*(V,T).

Cet appareil permet de réaliser des rampes de tension ou de courant et de mesurer en retour le courant ou la tension, à différents champs électrique ou température. Des mesures de courant en fonction de la tension et de la température ont été effectuées sur les capacités plots

simples présentées dans le chapitre précédent. Une rampe de tension est appliquée à ces dispositifs et le courant statique est mesuré en retour afin d'obtenir les courbes *I*(V,T).

b. Mesures courant-tension

Les premières mesures sont réalisées en statique en appliquant une tension à la structure MIM et en mesurant les courants de fuites afin de remonter au champ et à la tension de claquage E_{bd} et V_{bd}, aux fuites du dispositif et au mode d'injection du courant.

À partir des mesures *I*(V,T), généralement faites à 25 °C (température ambiante) et à 125 °C (température de fonctionnement), la tension de claquage V_{bd} est directement obtenue. La caractéristique de la densité de courant j en $mA.cm^{-2}$ en fonction du champ électrique E en $MV.cm^{-1}$ est ensuite calculée grâce aux deux relations suivantes :

$$j[mA.cm^{-2}] = \frac{I[A]}{S_{MIM}[m^2]\cdot 10} \tag{3.1}$$

$$E[MV.cm^{-1}] = \frac{V[V]\cdot 10}{e[nm]} \tag{3.2}$$

Avec : I le courant mesuré en [A],
S_{MIM} la surface du plot utilisé en [m^2],
V la tension appliquée en [V],
e l'épaisseur du diélectrique en [nm]

À partir de ces courbes, le champ de claquage E_{bd}, caractéristique du matériau étudié, et les fuites à ± 5 V en $nA.cm^{-2}$, caractéristiques importantes du composant MIM, sont déterminés. Les spécifications typiques de l'ITRS [24] pour ces paramètres sont une tension de claquage supérieure à 10 V et des fuites à ± 5 V et 125 °C inférieure à 10 $nA.cm^{-2}$.

De plus, à partir de ces mesures *I*(V), le mode d'injection du courant peut être déterminé en remontant à la hauteur de barrière entre le diélectrique étudié et le métal d'électrode.

Le courant peut être d'origine thermo-ionique assisté par le champ électrique, selon l'effet Schottky [1]. La loi de courant est alors du type :

$$J(E) = A^* T^2 \exp\left(-\frac{e\phi_b}{kT}\right)\exp\left(\frac{\beta_S\sqrt{E}}{2kT}\right) \tag{3.3}$$

Avec : β_S une constante dépendant de la constante diélectrique : $\beta_S = \sqrt{e^3/\pi\varepsilon_{op}\varepsilon_0}$,
A^* est la constante de Richardson,
Φ_b est la hauteur de barrière en [eV].

En traçant les courbes $J(\sqrt{E})$ en échelle logarithmique pour les deux températures étudiées, la partie linéaire de la courbe peut nous permettre de remonter à la valeur de la hauteur de barrière Φ_b et de comparer le résultat aux données de la littérature.

Sinon, le courant peut provenir d'un mécanisme de conduction de type Poole-Frenkel et la loi de courant peut être approximée par l'équation suivante [1] :

$$J(E) \approx E \exp\left(-\frac{e\phi_b}{kT}\right)\exp\left(\frac{\beta_S\sqrt{E}}{kT}\right) \qquad (3.4)$$

Dans ce cas-là, si on trace les courbes $J/E(\sqrt{E})$ en échelle logarithmique, la partie linéaire nous permet de calculer la hauteur de pièges Φ_b.

2. En basses fréquences

a. Spectromètre diélectrique Novocontrol

La spectrométrie diélectrique est la mesure, en fonction de la fréquence, de l'impédance complexe d'un dispositif capacitif et des termes ε' et ε" du matériau (constantes diélectriques réelle et imaginaire) qui traduisent respectivement la permittivité due aux dipôles induits et à leur alignement et les pertes dues aux mouvements des dipôles et à la conductivité ionique.

Comme montré à la Figure 3-2, l'appareil utilisé est un Novocontrol Alpha-A couplé à une station sous pointes et un porte-substrat chauffant.



Figure 3-2 : Spectromètre diélectrique couplé à un module chauffant pour la caractérisation en basses fréquences (de 10^{-3} Hz à 10^{+6} Hz).

L'opération effectuée par cet appareillage consiste à envoyer une onde sinusoïdale à la fréquence souhaitée, à l'appliquer à la CDT puis à mesurer la tension à ses bornes *U*(t) et le courant sinusoïdal résultant *I*(t), comme le schématise la Figure 3-3 [2]. Avec l'amplitude I_0 et la

phase φ du courant mesuré, le courant harmonique complexe $I^*(\omega)$ est calculé par une transformée de Fourier de $I(t)$.

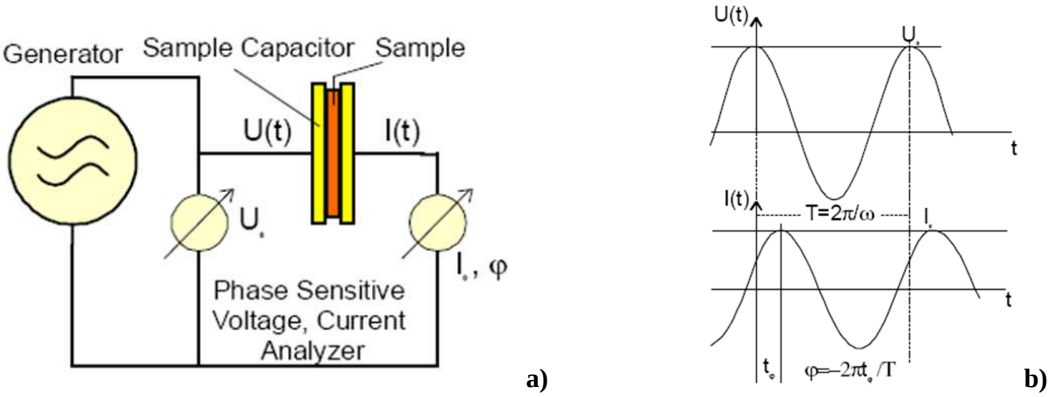


Figure 3-3 : Principe de la mesure de spectroscopie diélectrique. En a), le schéma électrique de l'appareillage et en b), le type de signaux mesurés en retour.

$$U(t) = U_0 \cos(\omega t) \tag{3.5}$$

$$I(t) = I_0 \cos(\omega t + \varphi) = \mathrm{Re}\left(I^* \exp(j\omega t)\right) \tag{3.6}$$

$$I^*(\omega) = I' + jI'' = \frac{2}{nT}\int_0^{nT} I(t)\exp(j\omega t)dt \tag{3.7}$$

Avec : $I_0 = \sqrt{I'^2 + I''^2}$ et $\tan\varphi = \frac{I''}{I'}$

Avec la détection de la phase, la transformation de Fourier permet de supprimer toutes les fréquences du courant $I(t)$ à l'exception d'une bande étroite centrée sur la fréquence générée au départ. Finalement, l'impédance complexe $Z^*(\omega)$ du dispositif et les paramètres électriques du matériau $\varepsilon^*(\omega)$ et $\sigma^*(\omega)$ sont calculés.

$$Z^*(\omega) = Z' + jZ'' = \frac{U_0}{I^*(\omega)} \text{ l'impédance complexe} \tag{3.8}$$

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' = \frac{-j}{\omega Z^*(\omega)}\frac{1}{C_0} \text{ la permittivité complexe} \tag{3.9}$$

$$\sigma^* = \sigma' - j\sigma'' = \frac{1}{Z^*(\omega)}\frac{d}{A} \text{ la conductivité complexe} \tag{3.10}$$

Avec : C_0 la capacité à vide en [F],
d l'espacement entre les électrodes en [m],
A la surface des électrodes en [m²].

Les spécifications de l'appareil donnent une précision en capacité mesurée jusqu'à 1 fF et en tangentes de pertes inférieures à 3.10^{-5} avec une résolution inférieure à 10^{-5}.

Comme présentée dans le chapitre précédent, le dispositif mesuré est une capacité parallèle à un port simple. La mesure donne l'impédance complexe Z^* que nous appellerons à partir de maintenant Z_{MIM}. En appliquant un simple schéma électrique équivalent constitué d'une capacité C_{MIM} en parallèle avec une conductance G_{MIM} traduisant les pertes du matériau (Figure 3-4), les valeurs de la capacité et de la conductance du composant sont donc déterminées.

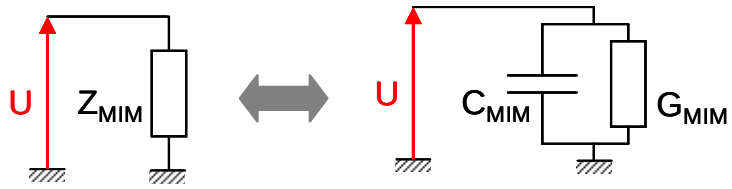


Figure 3-4 : Schéma électrique équivalent du dispositif mesuré. L'impédance Z_{MIM} mesurée est modélisée par une capacité C_{MIM} et une conductance G_{MIM} en parallèle.

Au final, cet appareil nous permet de remonter aux valeurs C_{MIM} et G_{MIM} de la capacité et de la conductance de notre dispositif. De plus, différentes mesures en changeant des paramètres extérieurs comme la température ou l'application d'un champ électrique statique sont possibles.

b. Mesures en fréquence

Le cœur de ce travail de thèse est d'obtenir des caractéristiques très large bande des propriétés du matériau intégré (permittivité ε_r et tangente de pertes tan δ) et des performances du composant MIM intégrant ce diélectrique (valeurs de capacité C et de conductance G, densité surfacique C_S, facteur de qualité Q).

Dans la partie basse du spectre fréquentiel, le spectromètre diélectrique nous permet de remonter directement aux valeurs de la capacité C_{MIM} (en [F]) et de la conductance G_{MIM} (en [S]) de notre composant. Les propriétés électriques du matériau sont ensuite calculées grâce aux relations suivantes :

$$\varepsilon_r = \frac{C_{MIM} \cdot e}{S_{MIM} \cdot \varepsilon_0} \tag{3.11}$$

$$\tan\delta = \frac{G_{MIM}}{C_{MIM} \cdot \omega} \tag{3.12}$$

Avec : e l'épaisseur du diélectrique en [m],

S_{MIM} la surface de la capacité mesurée en [m^2],

ω la pulsation de l'onde en [$rad.s^{-1}$].

Les performances du composant capacitif sont ensuite déterminées grâce aux deux relations suivantes qui donnent l'évolution de la densité surfacique C_S en $fF.\mu m^{-2}$ et du facteur de

qualité Q. Les spécifications ITRS [3] prévoient une augmentation progressive de la densité surfacique de 5 à 12 fF.μm^{-2} entre 2012 et 2020 tout en gardant un facteur de qualité le plus haut et le plus stable possible.

$$C_{surf} = \frac{C_{MIM}}{S_{MIM}} \tag{3.13}$$

$$Q = \frac{\mathrm{Im}(Z_{MIM})}{\mathrm{Re}(Z_{MIM})} = \frac{C_{MIM} \cdot \omega}{G_{MIM}} \tag{3.14}$$

Les mesures en basses fréquences permettent d'obtenir les caractéristiques de la permittivité et des pertes du matériau et les performances du composant de 1 mHz à 1 MHz.

c. Mesures avec un bias

La linéarité en tension des capacités MIM est un paramètre essentiel pour les applications visées par ces composants et surtout ceux intégrant des diélectriques à forte ou moyenne permittivité. Connaissant la tension de claquage du dispositif capacitif, des mesures permettant de connaître cette linéarité en tension peuvent être effectuées en appliquant une rampe de tension continu, entre -5 V et +5 V par exemple, à une fréquence f et une température T fixées. Des caractéristiques *C*(V) sont ainsi obtenues à différentes fréquences et températures et fournissent les informations nécessaires sur la linéarité en tension.

La capacité normalisée $\Delta C/C_0$ est ensuite calculée et modélisée par un polynôme du second ordre via la relation suivante [4] :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{C(V) - C_0}{C_0} = \alpha \cdot V^2 + \beta \cdot V \tag{3.15}$$

Avec : C(V) la valeur de la capacité extraite à la tension V

C_0 la valeur de la capacité à 0 V

α le coefficient quadratique de linéarité en tension en ppm.V^{-2}

β le coefficient linéaire de linéarité en tension en ppm.V^{-1}

α et β sont également appelés « Voltage Coefficients Capacitance » ou « VCC ».

Le paramètre β est moins critique que le paramètre α car il peut être annulé en réalisant une structure différentielle [4]. En effet, ce coefficient est lié aux dissymétries de la structure MIM et cette annulation peut être obtenue en réalisant le câblage suivant présenté en Figure 3-5 :

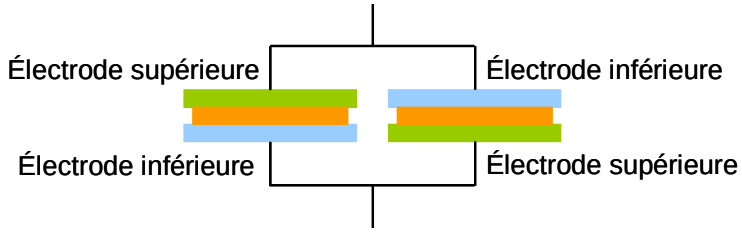


Figure 3-5 : Compensation du coefficient de non linéarité en tension β par une structure différentielle.

Le paramètre α, révélateur de la linéarité en tension des composants MIM, est critique selon les spécifications ITRS. Une valeur inférieure à 100 ppm.V^{-2} doit être obtenue [3].

d. Mesures en température

Les mesures en température sont très importantes afin de vérifier l'activation de phénomènes physiques (relaxations diélectrique), ou de prouver une non-corrélation avec la température (résonances acoustiques) et de caractériser le composant et le matériau à la température maximale de fonctionnement (125 °C). Les deux appareillages utilisés sont couplés à un porte-substrat chauffant afin de permettre des mesures en température.

Tout d'abord, à partir des mesures de type *C*(f,T), le coefficient de variation de la capacité avec la température (TCC pour « Temperature Coefficient of Capacitance » α_T, en ppm.°C^{-1}) peut être déterminé à partir du calcul de la variation relative de capacité en fonction de la température $\Delta C/C_0$. Cette variation est modélisée par une droite selon la formule suivante [4] :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{C(T) - C_0}{C_0} = \alpha_T T \qquad (3.16)$$

Avec : T la température en [°C],

C_0 la valeur de la capacité à température ambiante,

C(T) la valeur de la capacité à la température T.

Ce coefficient α_T, d'après les spécifications ITRS [3], doit rester inférieur à 100 ppm.°C^{-1} pour les capacités MIM intégrées.

Aux très basses fréquences, le phénomène de relaxation diélectrique est observé. Une remontée de la tangente de pertes et de la permittivité suivie d'un palier est caractéristique de ce phénomène. De plus, cet effet étant thermiquement activé, il suit une loi d'Arrhenius [5] :

$$f_{relaxation} = f_0 \exp\left(-\frac{\in_a}{k_B T}\right) \qquad (3.17)$$

Avec : $\in_a$ l'énergie d'activation en [J],

T la température en [K],

k_B la constante de Boltzmann,

f_0 une constante.

Les mesures en température permettent de mettre en évidence ce phénomène et de calculer cette énergie d'activation.

II. Caractérisations en moyennes fréquences

En moyennes fréquences, entre 100 kHz et 110 MHz, un impédance-mètre Agilent 4294A est utilisé afin d'obtenir la partie médiane des caractéristiques de la permittivité et des pertes du matériau intégré en fonction de la fréquence et les performances du composant MIM. De plus, cet appareil nous permet également d'effectuer des caractérisations de type *C*(V) afin de souligner l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM à des fréquences plus élevées, typiquement à 1, 10 et 100 MHz. Dans ce paragraphe, la méthode de mesure de l'instrument sera tout d'abord présentée ; puis la technique de mesure et les dispositifs testés seront montrés ; et enfin l'extraction des propriétés électriques du matériau et du composant est expliquée.

1. Présentation de l'impédance-mètre

L'impédance-mètre Agilent 4294A, présenté en Figure 3-6, repose sur la méthode d'auto-équilibrage d'un pont d'impédance comportant la CDT. Cette méthode est largement utilisée dans les instruments de mesure d'impédance en basses fréquences et elle est opérationnelle jusqu'à des fréquences de 110 MHz.



Figure 3-6 : Impédancemètre Agilent 4294A pour les mesures en moyennes fréquences avec la tête d'adaptation pour la connexion de la sonde.

Comme montré en Figure 3-7, le circuit de mesure simplifié, à la base de l'instrumentation, est divisé en trois parties [6] :

- la zone de génération du signal source,
- la zone d'auto-équilibrage du pont,
- la zone de détection des vecteurs de tension en retour.

La CDT se place dans la zone d'auto-équilibrage du pont, il est relié à l'instrument par quatre entrées dénommées Hp, Hc, Lp et Lc symbolisant les points de fort courant et fort potentiel ou faible courant et faible potentiel.

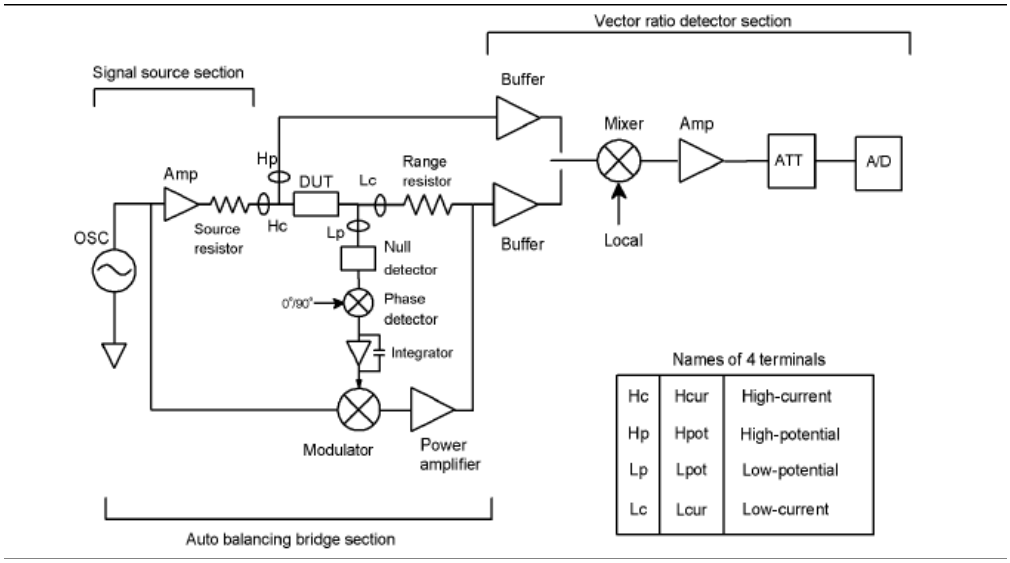


Figure 3-7 : Diagramme bloc simplifié de la partie analogique de l'Agilent 4294A

La zone de génération du signal source crée le signal de test à appliquer au dispositif inconnu. La fréquence de ce signal est comprise entre 40 Hz et 110 MHz avec une résolution maximale de 1 mHz. Un synthétiseur de fréquence, contrôlé par un microprocesseur, est employé pour générer ce signal haute résolution. L'amplitude du signal, comprise entre 5 mV et 1 V, est ajustée grâce à un atténuateur. En même temps que le signal de test, un signal de référence utilisé par l'appareil est également généré.

La zone d'auto-équilibrage du pont équilibre le courant traversant la résistance variable afin de maintenir un potentiel zéro au niveau de Lp et Lc. Quand le pont est déséquilibré, le « Null detector » détecte un courant d'erreur et le détecteur de phase à l'étape suivante le sépare en composantes parallèle et perpendiculaire du vecteur. Le signal de sortie du détecteur de phase est ensuite envoyé dans des intégrateurs et appliqué à un modulateur pour moduler les composantes parallèle et perpendiculaire des signaux. Le signal résultant est amplifié et renvoyé à travers la résistance variable afin d'annuler le courant traversant la CDT et donc le courant d'erreur. Cette opération d'équilibrage est effectuée automatiquement sur toute la plage de fréquence.

La zone de détection des vecteurs en retour mesure deux vecteurs de tension aux bornes de la CDT (U_{CDT}) et de la résistance variable (U_{RR}). La valeur de cette résistance étant connue, la mesure des deux tensions donne le vecteur d'impédance Z_X de la CDT grâce à la relation :

$$Z_X = R_R \frac{U_{CDT}}{U_{RR}} \tag{3.18}$$

L'impédance complexe du DST est ainsi connue et un modèle électrique cohérent avec le dispositif mesuré permet de remonter directement aux paramètres souhaités : valeurs de capacité C et de conductance G.

2. Mesures

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que les dispositifs mesurés dans la partie médiane du spectre sont de type capacité parallèle à un port. Ils sont rappelés dans la Figure 3-8. Ces dispositifs sont mesurés en couplant à l'impédance-mètre des pointes RF et une sonde de mesure afin d'effectuer les mesures sur wafer. Les deux plots extérieurs constituent la masse et le plot central est le point chaud. La sonde de mesure relie ainsi les points Lp et Lc de l'instrument aux plots de masse et les points Hc et Hp au plot central. Le DST étant la capacité réalisée au niveau du plot central et de surface S_{MIM}.

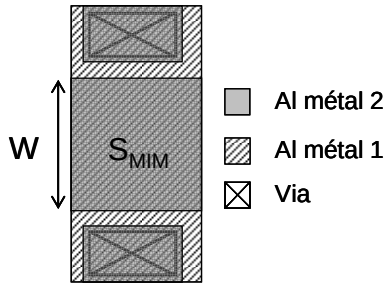


Figure 3-8 : Vue de dessus de la Cellule De Test de type capacité parallèle à un port mesurée en moyennes en fréquences.

Avant toute mesure, l'appareil doit être calibré afin d'annuler les effets parasites dus à la désadaptation de la source, aux câbles et aux pointes RF et de réduire les facteurs d'erreur lors des mesures. Lors de la procédure de calibration, l'appareil va compenser la phase due au branchement de la sonde de mesure dans un premier temps. Puis, la mesure de standards pour la calibration, « OPEN », « SHORT » et « LOAD », présents sur un substrat spécifique aux pointes RF utilisées, ainsi que le renseignement des paramètres des pointes RF (valeurs de capacité, d'inductance et d'écartement) permet de calibrer l'instrument avant de mesurer nos CDT.

Une impédance complexe, de type a + j·b, est obtenue. Dans notre cas, cette impédance est modélisée par une capacité C_{MIM} en parallèle avec une conductance G_{MIM} comme le schématise la Figure 3-9. Cette structure parallèle permet de prendre directement en compte les pertes du matériau ou du composant et d'obtenir la valeur de la capacité du composant intégré.

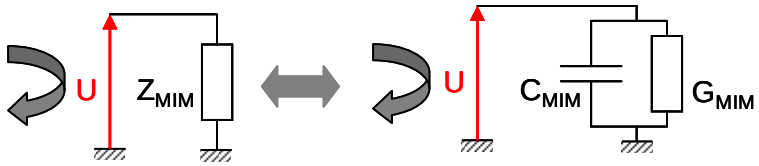


Figure 3-9 : Schéma électrique équivalent du dispositif un port mesuré en moyennes fréquences.

Les résultats obtenus sont donc la valeur de la capacité C_{MIM} et de la conductance G_{MIM} du DST qui est un composant MIM intégré. En appliquant une tension continue supplémentaire V_{bias} au niveau de l'appareil et en se plaçant à une fréquence donnée f, des études de type *C*(V,f) peuvent également être faites, comme en basses fréquences.

3. Extraction des résultats

En moyennes comme en basses fréquences, les mesures permettent d'obtenir les valeurs de C_{MIM} et G_{MIM}. Les performances du composant MIM sont donc directement obtenues en calculant la capacité surfacique C_S et le facteur de qualité Q en fonction de la fréquence avec les mêmes relations qu'en basses fréquences (3.13) et (3.14). Pour les mesures en fonction d'un champ électrique appliqué à une fréquence donnée, les valeurs des coefficients de linéarité en tension α en ppm.V^{-2} et β en ppm.V^{-1} sont également extraites grâce à l'équation (3.15).

Ensuite, pour extraire les propriétés électriques du matériau diélectrique intégré dans le composant, les valeurs de la permittivité ε_r et de la tangente de pertes tan δ sont également calculées directement avec les relations (3.11) et (3.12).

III. Caractérisations en hautes fréquences

La caractérisation en hautes fréquences consiste à déterminer les caractéristiques intrinsèques d'un matériau dans une bande de fréquences situées dans le domaine des microondes (de la centaine de MHz à la centaine de GHz). De même que pour les caractérisations en basses et moyennes fréquences présentées ci-avant, en hautes fréquences, nous souhaitons obtenir la permittivité et les pertes du matériau ainsi que les performances du composant MIM : capacité, conductance, densité surfacique et facteur de qualité.

Cette caractérisation est beaucoup plus complexe que dans les deux parties précédentes et nous allons détailler ci-après toutes les étapes du processus, du calibrage de l'appareil à l'extraction des paramètres électriques.

1. Description du processus de caractérisation

Dans le domaine fréquentiel, les analyseurs de réseaux vectoriels sont les systèmes de mesure les plus fréquemment utilisés pour caractériser les dispositifs microondes, passifs ou actifs. Ces systèmes permettent une analyse large bande, typiquement de la dizaine de MHz à la centaine de GHz. Ensuite, dans le domaine des microondes, on utilise fréquemment la matrice de répartition [S] pour représenter un élément sous test, qu'il soit un dipôle, un quadripôle, ou x-pôle. Cette représentation est très générale et au même titre que l'on utilise la matrice impédance ou la matrice hybride en électronique, la matrice [S] caractérise entièrement un dispositif sous test. Aujourd'hui, les méthodes de caractérisation font souvent appel à un appareillage de mesure de cette matrice de répartition, l'analyseur de réseau. Notre choix se porte sur la mesure des paramètres S_{ij} d'un DST mesuré par un analyseur de réseau vectoriel.

Le processus de caractérisation comporte plusieurs phases, comme schématisé dans la Figure 3-10. La première (1) est l'étape de calibrage de toute l'instrumentation afin de s'affranchir des effets parasites liés à l'appareil de mesure (VNA), aux câbles et aux pointes de mesure afin de mesurer essentiellement notre CDT et d'obtenir une impédance de référence, généralement 50 **Ω**. Ensuite, la mesure hyperfréquence (2) en elle-même permet d'obtenir les paramètres S_{ij} des dispositifs mesurés. Une fois ces grandeurs électriques obtenues pour la CDT, il nous faut remonter aux paramètres du DST, libéré des effets parasites de son environnement : plots et lignes d'accès. Pour cela, une étape (3) de « de-embedding » (ou épluchage en français) nous permet de déplacer les plans de référence qui se trouvent, après le calibrage, au niveau du bout des pointes RF vers les entrées et sorties du DST. A l'issue de cette étape les paramètres S du DST sont alors référencés à l'impédance de référence du calibrage. De plus, les grandeurs électriques caractéristiques du DST différent selon qu'il s'agisse de lignes ou de capacités et donc plusieurs méthodes de de-embedding sont présentées. Enfin, nous extrayons les propriétés électriques des diélectriques intégrés par une dernière étape de modélisation (4 et 5) électrique ou électromagnétique. La permittivité relative ε_r et la tangente de pertes tan δ sont ainsi obtenues.

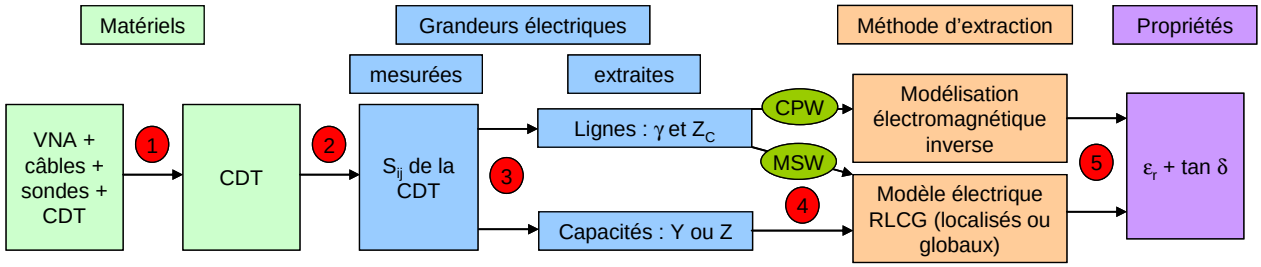


Figure 3-10 : Principe général de la caractérisation hyperfréquence.

Chacune de ces étapes sera détaillée dans les paragraphes qui suivent.

2. Présentation du VNA et des principes de mesure

L'analyseur de réseau Anritsu 37397C (Figure 3-11) est constitué d'une source hyperfréquence générant un signal sinusoïdal à une série de fréquences voulues, de 40 MHz à 65 GHz, qui se propagera dans la CDT à partir du port 1 ou du port 2. Ces ondes interagiront avec la CDT, ce qui se traduira par l'apparition d'ondes transmises et d'ondes réfléchies.

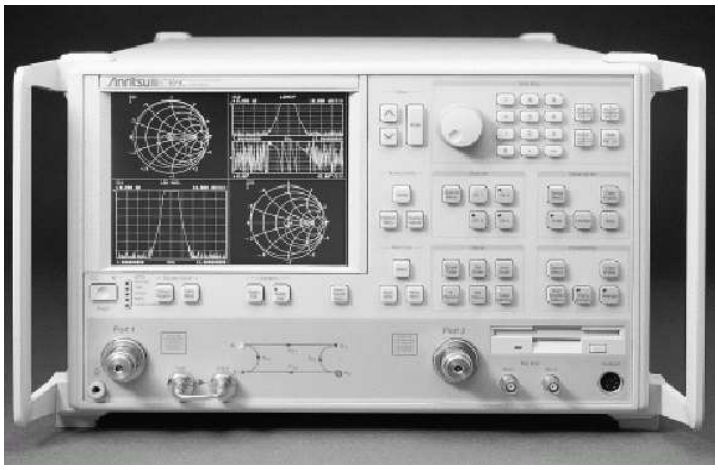


Figure 3-11 : Analyseur de réseaux vectoriel Anritsu 37397C, la Cellule De Test (CDT) est mesurée entre les deux ports de l'appareil qui génèrent successivement l'onde de mesure.

Ces deux types d'ondes induites seront recueillis par les étages récepteurs de l'analyseur (Figure 3-12). Pour chaque point de fréquence du signal, il mesure les amplitudes et les phases référencées aux ondes incidentes et il délivre la matrice de répartition du dispositif testé. En effet, la matrice [S] d'ordre n d'un dispositif à n ports est constituée des grandeurs complexes (module et phase) : les paramètres S_{ii} sont relatifs au rapport entre l'onde réfléchie et une onde incidente au niveau du port i et les paramètres S_{ij} sont relatifs au rapport entre l'onde transmise au port j avec une onde incidente sur le port i, i et j étant compris entre 1 et n.

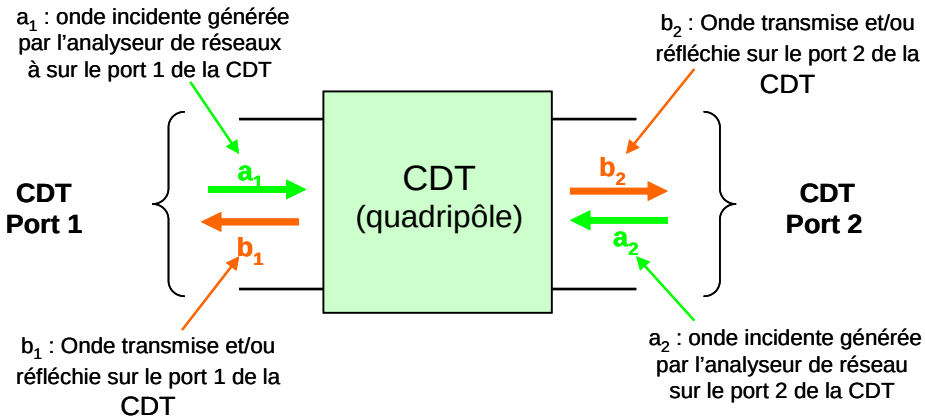


Figure 3-12 : Ondes incidentes et émergentes d'un dispositif sous test lors de la phase de mesure avec un analyseur de réseau 2-ports

Les ondes a_i et b_i représentant respectivement les ondes incidentes et réfléchies de la CDT pour chacun des ports 1 et 2, les paramètres S_{ij} sont alors définis comme suit :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \tag{3.19}$$

Ces relations de définitions expriment des ondes b_i « sortantes » en fonction des ondes a_i « entrantes ». Elles permettent de définir les paramètres S_{ij} en termes de rapport d'ondes :

$$S_{11} = \frac{\textit{Onde réfléchie sur l'entrée (port 1)}}{\textit{Onde incidente à l'entrée (port 1)}} = \frac{b_1}{a_1} \text{ pour } a_2 = 0. \tag{3.20}$$

Ainsi S_{11} est le coefficient de réflexion sur le port 1 du DST lorsque l'onde $a_2 = 0$ et la sortie est adaptée.

$$S_{21} = \frac{\textit{Onde transmise en sortie (port 2)}}{\textit{Onde incidente à l'entrée (port 1)}} = \frac{b_2}{a_1} \text{ pour } a_2 = 0. \tag{3.21}$$

Ainsi S_{21} est le coefficient de transmission du port 1 au port 2 du DST lorsque l'onde $a_2 = 0$ et la sortie est adaptée.

$$S_{12} = \frac{\textit{Onde transmise en entrée (port 1)}}{\textit{Onde incidente à la sortie (port 2)}} = \frac{b_1}{a_2} \text{ pour } a_1 = 0. \tag{3.22}$$

Ainsi S_{12} est le coefficient de transmission du port 2 au port 1 du DST lorsque l'onde $a_1 = 0$ et l'entrée est adaptée.

$$S_{22} = \frac{\textit{Onde réfléchie sur la sortie (port 2)}}{\textit{Onde incidente à la sortie (port 2)}} = \frac{b_2}{a_2} \text{ pour } a_1 = 0. \tag{3.23}$$

Ainsi S_{22} est le coefficient de réflexion sur le port 2 du DST lorsque l'onde $a_1 = 0$ et l'entrée est adaptée.

Si le dispositif testé est symétrique alors $S_{11} = S_{22}$ et s'il est réciproque alors $S_{12} = S_{21}$. On notera aussi que $|a_i|^2$ (ainsi que $|b_i|^2$) a la dimension d'une puissance.

3. Notions de calibrage

Comme tout système réel d'instrumentation, les VNA présentent une instrumentation imparfaite qui contribue à l'apparition d'erreurs de mesure de deux types :

- Les erreurs aléatoires qui sont des variations non répétables comme le changement de température,
- Les erreurs systématiques qui sont des erreurs reproductibles, comme la désadaptation de la source, la désadaptation de charge, l'isolation et l'erreur de poursuite.

Leur nature reproductible permet à l'expérimentateur de les modéliser et de les évaluer pour ensuite les corriger. La correction de ces erreurs est absolument indispensable en hyperfréquences. Une mesure non corrigée n'est pas exploitable. De plus, la correction sert aussi

à fixer les « plans de référence » nécessaires pour définir les phases des grandeurs mesurées et de fixer une impédance de référence, généralement 50 Ω. Cette procédure de correction d'erreur revêt une importance particulière dans le programme de mesures. Un des modèles d'erreur le plus couramment utilisé est le modèle quadripolaire. Dans ce cas, l'instrumentation imparfaite de l'analyseur de réseau est modélisée comme la cascade d'une instrumentation parfaite avec des quadripôles G et H dits d'erreur, sur chaque port de mesure (Figure 3-13).

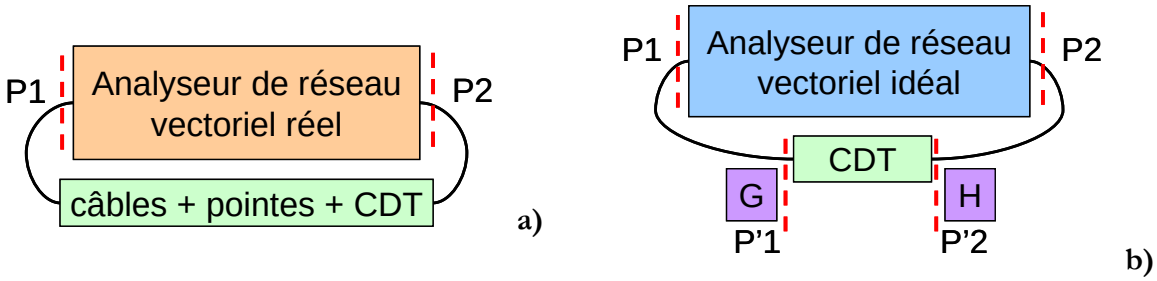


Figure 3-13 : Profils réel (a) et idéal (b) du VNA

Le principe du calibrage consiste à déterminer les matrices de transfert [T], ou de répartition [S], des quadripôles G et H. L'étape de correction consiste ensuite à transformer les paramètres S mesurés dans les plans P1 et P2 (mesures « brutes » car non corrigées) en paramètres S dans les plans d'entrée et sortie P'1 et P'2 du DST (mesures « vraies » car corrigées) [7]. Pour identifier les éléments des quadripôles G et H, il faut effectuer des mesures préalables sur des dispositifs particuliers appelés « standards » qui sont généralement fournis sur un substrat de calibrage en relation avec les pointes RF utilisées. Une fois ce calibrage effectué, les mesures peuvent être menées puis le de-embedding appliqué à ces mesures.

Différents types de calibrage existent : TRL pour « Thru Reflect Line » [8], OSTL pour « Open Short Thru Line » [9] et LRM pour « Line Reflect Match » [10,11]. Ces différentes méthodes de calibrage sont explicitées avec plus de précision en annexe.

4. Première méthode de de-embedding

La première méthode présentée est un cas général de de-embedding qui fonctionne quel que soit le type de CDT mesuré : lignes ou capacités. Elle repose sur les travaux de Van Damme [12]. Un modèle électrique représenté sur la Figure 3-14 permet de prendre en compte les différents éléments parasites présents autour du DST. Tous les éléments ont des valeurs complexes. Les plots de contacts sont modélisés (en vert) par deux admittances G_1 et G_2, le couplage entre les deux ports de mesures par l'admittance G_3 et les différentes impédances Z_1, Z_2 et Z_3 modélisent les lignes d'accès (en bleu).

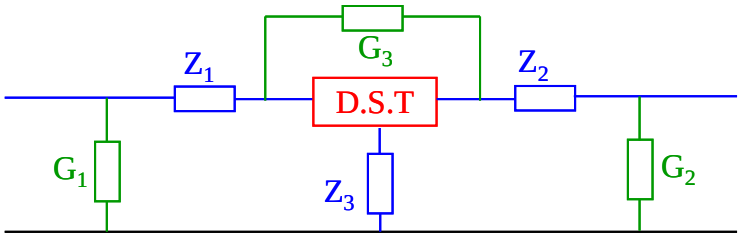


Figure 3-14 : Circuit électrique équivalent du dispositif mesuré complet proposé par Van Damne. G_1 et G_2 correspondent à l'effet des plots. G_3 est le couplage entre les deux ports de mesure et Z_1, Z_2 et Z_3 sont les effets liés aux accès.

Dans le cas de notre étude nous proposons un modèle électrique modifié qui permet de diminuer le nombre de standard de mesure pour le calcul des éléments du modèle. Ce modèle est schématisé dans la Figure 3-15. La mesure des standards « OPEN » et « THRU » nous donne suffisamment d'équations pour déterminer les éléments du modèle suivant :

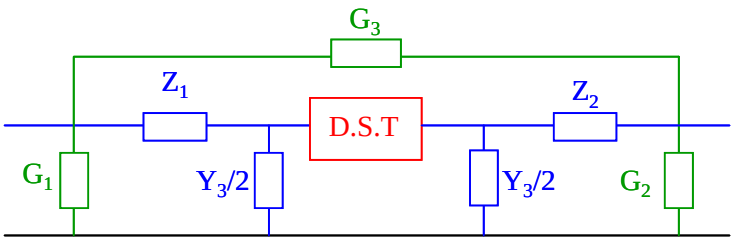


Figure 3-15 : Modèle électrique simplifié obtenu à partir du modèle de Van Damne.

Ce modèle est composé de deux admittances parallèles G_1 et G_2, de deux impédances séries Z_1 et Z_2 et de deux admittances parallèles Y_3. Les termes G_1 et G_2 modélisent le comportement des plots de contacts. Les impédances Z_1 et Z_2 modélisent les pertes électriques dans les lignes d'accès sous la forme d'une résistance et d'une inductance en série. Les admittances Y_3 représentent le comportement capacitif et les éventuelles pertes diélectriques de la ligne d'accès.

- **Etape de mesure du standard OPEN**

La première étape consiste à mesurer le standard OPEN présenté au chapitre précédent. La matrice admittance Y du standard OPEN est calculée grâce aux relations de passage : $S \rightarrow Y$. Le schéma électrique équivalent de ce standard est un modèle en PI, schématisé dans la Figure 3-16.

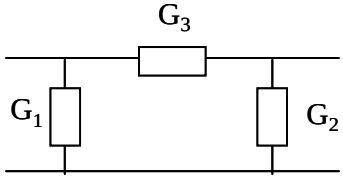


Figure 3-16 : Schéma électrique équivalent en PI du standard OPEN.

Les éléments électriques du schéma sont alors identifiés à partir de la matrice Y_{OPEN} :

$$G_1 = Y_{OPEN\ \ 11} + Y_{OPEN\ \ 12} \tag{3.24}$$

$$G_2 = Y_{OPEN\ \ 22} + Y_{OPEN\ \ 21} \tag{3.25}$$

$$G_3 = -Y_{OPEN\ \ 21} \tag{3.26}$$

- **Etape de mesure du standard THRU**

La deuxième étape consiste à mesurer le standard THRU et à transformer les paramètres S en paramètre Y. La contribution des plots de contacts est ensuite retranchée à la matrice Y_{THRU} :

$$Y'_{THRU} = Y_{THRU} - \begin{bmatrix} G_1 & 0 \\ 0 & G_2 \end{bmatrix} \tag{3.27}$$

Une fois la contribution des plots retranchée, la matrice Z du THRU est calculée grâce aux relations de passage. La représentation en T montré dans la Figure 3-17a permet de déterminer les impédances Z_1 et Z_2 des branches gauche et droite du T schématisant le dispositif complet.

$$Z_3 = Z'_{THRU\ \ 12} = Z'_{THRU\ \ 21} \tag{3.28}$$

$$Z_1 = Z'_{THRU\ \ 11} - Z'_{THRU\ \ 12} \tag{3.29}$$

$$Z_2 = Z'_{THRU\ \ 22} - Z'_{THRU\ \ 21} \tag{3.30}$$

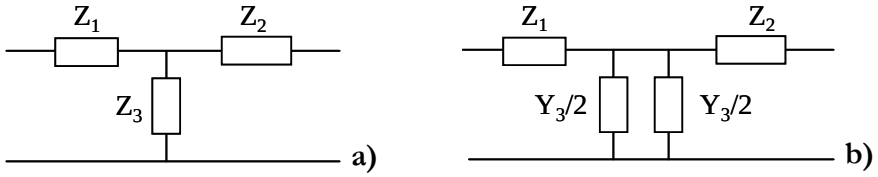


Figure 3-17 : Schéma électrique équivalent en T du standard THRU (a) et la simplification effectuée pour le de-embedding final (b).

L'impédance Z_3 représentant l'effet capacitif de la ligne d'accès peut alors être retranchée en répartissant cette contribution sur les accès gauche et droite du DST. Pour cela, Z_3 doit être exprimée en admittance et le schéma peut être représenté par la Figure 3-17b.

- **Etape de de-embbeding**

L'ensemble des paramètres électriques est maintenant connu. La matrice Y_{DST} du DST est calculée à partir des paramètres Y_{CDT} représentant la matrice admittance de la CDT complète à laquelle sont retranchés les effets des différents éléments du modèle électriques.

$$Y_{DST} = \left(\left(Y_{CDT} - \begin{bmatrix} G_1 + G_3 & -G_3 \\ -G_3 & G_2 + G_3 \end{bmatrix} \right)^{-1} - \begin{bmatrix} Z_1 & 0 \\ 0 & Z_2 \end{bmatrix} \right)^{-1} - \begin{bmatrix} 1/2Z_3 & 0 \\ 0 & 1/2Z_3 \end{bmatrix} \tag{3.31}$$

Cette technique de de-embedding est applicable à n'importe quelle CDT, quelle soit de type ligne coplanaire, micro-ruban ou capacité parallèle à un ou deux ports.

5. Seconde méthode de de-embedding, pour les lignes

Nous donnons en annexe le modèle électrique d'une ligne de transmission. Afin de connaître les paramètres primaires RLCG des lignes, nous avons besoin de connaître l'exposant de propagation γ et l'impédance caractéristique Z_C. Si le calcul de l'exposant de propagation peut être effectué assez simplement avec deux lignes de longueurs différentes, obtenir l'impédance caractéristique de la ligne est beaucoup plus complexe et demande des techniques spéciales. Nous allons maintenant présenter les moyens pour obtenir γ et Z_C.

a. Calcul de l'exposant de propagation γ de la ligne

À partir de la mesure des paramètres S_{ij} de deux lignes (coplanaires ou micro-rubans) de longueurs différentes L_1 et L_2, il est possible de calculer le coefficient de propagation γ_{DST} [10]. Cet exposant est un nombre complexe constitué d'une partie réelle α_{DST} en [Np.m^{-1}] représentant la constante d'atténuation relative au niveau d'atténuation subi par les signaux et une partie imaginaire β_{DST} en [rad.m^{-1}] représentant la constante de phase significative de la vitesse v de propagation des signaux ($v = 2\pi f / \beta_{DST}$) : $\gamma_{DST} = \alpha_{DST} + j\beta_{DST}$.

À partir des matrices $[S_{L1}]$ et $[S_{L2}]$ mesurées des deux lignes, les matrices de transfert $[T_{L1}]$ et $[T_{L2}]$ sont calculées par les relations de passage. Or, par définition, le produit matriciel $[T_{L1}]\cdot[T_{L2}]$ est relié à γ_{DST} via la relation suivante où apparaît la différence de longueur $\Delta L = |L_2 - L_1|$:

$$[T_{L1}]\cdot[T_{L2}] = \begin{bmatrix} e^{-\gamma_{DST}\Delta L} & 0 \\ 0 & e^{-\gamma_{DST}\Delta L} \end{bmatrix} \tag{3.32}$$

L'exposant de propagation est donc extrait grâce à la formule suivante [8] :

$$\gamma_{DST} = \frac{1}{\Delta L} ach\left(\frac{trace\left([T_2][T_1]^{-1}\right)}{2} \right) \tag{3.33}$$

Cette méthode ne permet malheureusement pas de remonter à la valeur de l'impédance caractéristique de la ligne.

b. Calcul de l'impédance caractéristique Z_C de la ligne

L'objectif de cette méthode est d'obtenir l'impédance caractéristique de lignes de transmission. Elle est basée sur les travaux publiés de Williams [13] et [14] et appliquée à nos dispositifs. Il s'agit de modéliser la transition du plot de contact vers la ligne de transmission par un schéma électrique équivalent qui fait le lien entre l'impédance de référence connue après le calibrage du VNA, 50 **Ω**, et l'impédance caractéristique de la ligne que l'on veut déterminer, Z_C.

Dans un premier temps, nous définissons la matrice T_S de la transition entre le plot et la ligne qui est fonction de l'impédance caractéristique Z_C. Cette matrice T_S est obtenue à partir d'un modèle électrique. Dans un deuxième temps, nous proposons une méthode pour calculer les paramètres de la matrice de transfert en fonction de dispositifs de test spécifiques inclus sur le masque. Enfin, nous donnons le calcul de l'impédance caractéristique à partir de la matrice T_S.

- **Ecriture de la matrice T_S à partir du schéma électrique de la transition**

Le modèle électrique équivalent de la transition entre le plot et la ligne se compose d'un élément admittance parallèle Y_P suivie d'un transformateur d'impédance (Figure 3-18). L'admittance représente le plot de contact avec des pertes modélisées sous forme d'une conductance G et d'une capacité en parallèle C. On a donc $Y_P = G + j\omega C$. Le transformateur d'impédance modélise le passage entre l'impédance de référence après le calibrage OSTL ou LRM c'est-à-dire $Z_R = 50\ \Omega$ et l'impédance que l'on cherche Z_C.

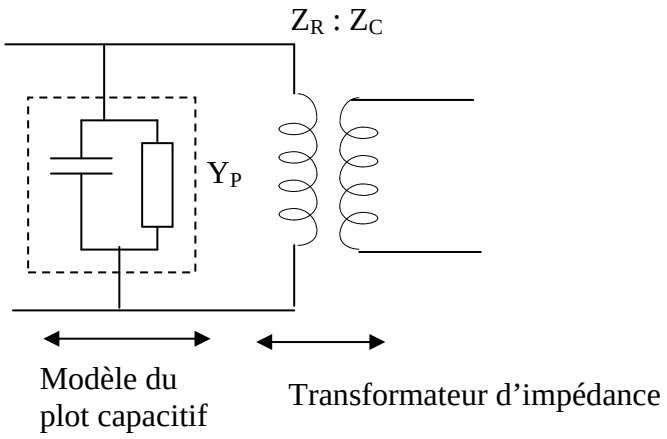


Figure 3-18 : Schéma électrique de la transition ligne-plot.

Le circuit électrique équivalent possède une matrice de transfert T qui fait le lien entre les ondes du port 1 et du port 2, comme le montre sa définition :

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ a_2 \end{bmatrix} = [T] \begin{bmatrix} a_2 \\ b_1 \end{bmatrix} \tag{3.34}$$

Elle est obtenue à partir de la matrice S par les relations de passage suivantes :

$$[T] = \frac{1}{S_{21}} \begin{bmatrix} -\Delta & S_{11} \\ -S_{22} & 1 \end{bmatrix} \tag{3.35}$$

Avec : $\Delta = S_{11}S_{22} - S_{12}S_{21}$

La matrice de transfert T du modèle du plot capacitif que l'on nomme T_{plot} s'écrit :

$$T_{plot} = \begin{bmatrix} \frac{2 - Y_P Z_R}{2} & -\frac{Y_P Z_R}{2} \\ \frac{Y_P Z_R}{2} & \frac{2 + Y_P Z_R}{2} \end{bmatrix} \tag{3.36}$$

La matrice de transfert T du transformateur d'impédance $T_{transfo}$ s'écrit :

$$T_{transfo} = \begin{bmatrix} \frac{1}{\sqrt{1-\Gamma^2}} & \frac{\Gamma}{\sqrt{1-\Gamma^2}} \\ \frac{\Gamma}{\sqrt{1-\Gamma^2}} & \frac{1}{\sqrt{1-\Gamma^2}} \end{bmatrix} \tag{3.37}$$

Avec : $\Gamma = \frac{Z_R - Z_C}{Z_R + Z_C}$ le coefficient de réflexion, relié à Z_C, l'impédance caractéristique.

La matrice de transfert du montage complet T_S est le produit de T_{plot} par $T_{transfo}$ et s'écrit :

$$T_S = \begin{bmatrix} Ts_{11} & Ts_{12} \\ Ts_{21} & Ts_{22} \end{bmatrix} = \frac{1}{\sqrt{1-\Gamma^2}} \left(\begin{bmatrix} 1 & \Gamma \\ \Gamma & 1 \end{bmatrix} + (1+\Gamma) \frac{Y_P Z_R}{2} \begin{bmatrix} -1 & -1 \\ 1 & 1 \end{bmatrix} \right) \tag{3.38}$$

La relation entre la matrice T_S et le schéma électrique de la transition est alors connue. Il s'agit maintenant de calculer les éléments de cette matrice à partir des mesures.

- **Calcul des éléments de T_S à partir des mesures**

Dans cette partie, nous proposons une méthode de calcul des paramètres de la matrice de transfert T_S de la transition plot ligne. Ces paramètres sont calculés à l'aide des paramètres S de la transition plot ligne. La détermination de ces paramètres S sera effectuée à l'aide d'une méthode basée sur l'approche du calibrage TRL [15] comme le montre la Figure 3-19.

Cette transition peut se modéliser sous la forme d'une matrice S en entrée et en sortie de la CDT. Il s'agit alors de calculer les paramètres de ces quadripôles en entrée et en sortie.

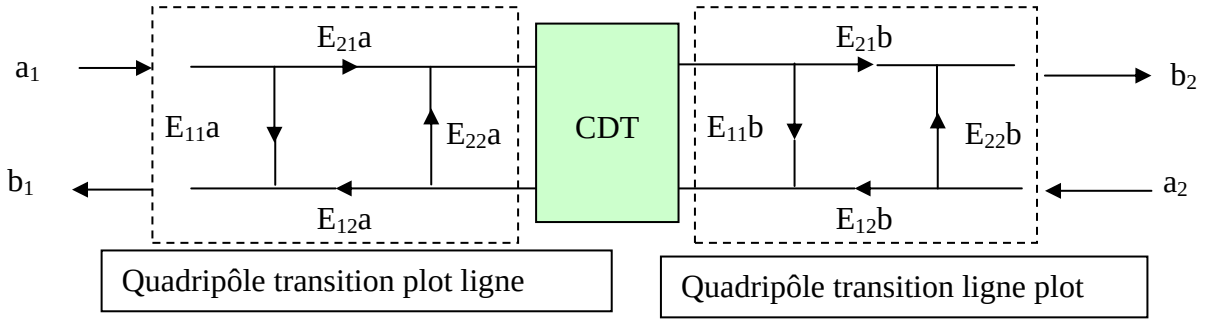


Figure 3-19 : Graphe de fluence modélisant la transition ligne plot en entrée et en sortie de la CDT sous forme de paramètres S.

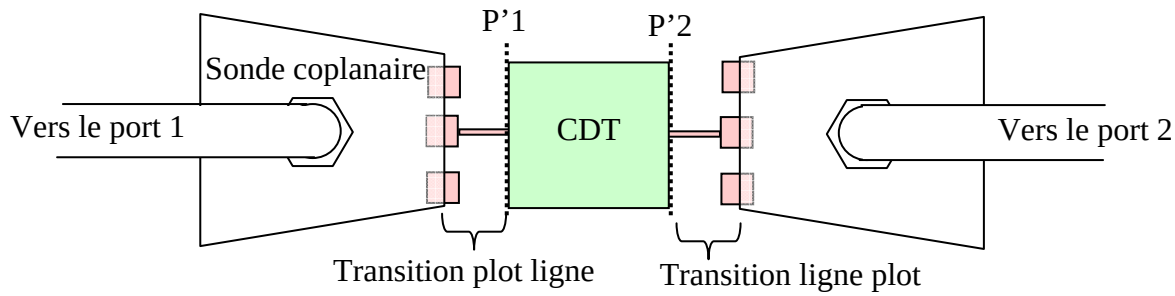


Figure 3-20 : Transition plot ligne en entrée et sortie de la CDT.

La matrice de transfert du quadripôle plot ligne entrée sera notée [Ta]. La matrice de transfert du quadripôle plot ligne sortie sera notée [Tb].

La procédure de calibrage TRL comprend trois étapes de mesure : mesure du standard « Thru », puis d'un standard dit « Line » et enfin d'un standard dit « Reflect ».

Etapes 1 et 2 : Mesure du Thru et du Line

Le standard Thru est défini comme étant la connexion directe des deux quadripôles transition. La matrice S du standard Thru est donc par définition :

$$[S_t]=\begin{bmatrix}0 & 1\\ 1 & 0\end{bmatrix} \text{ et pour la matrice de transfert : } [T_t]=\begin{bmatrix}1 & 0\\ 0 & 1\end{bmatrix} \tag{3.39}$$

Le standard line est défini comme étant la connexion entre les deux quadripôles transition d'un tronçon de ligne de transmission de longueur l et de structure identique à celle des accès au dispositif de test.

$$[S_l]=\begin{bmatrix}0 & e^{-\gamma l}\\ e^{-\gamma l} & 0\end{bmatrix} \text{ et pour la matrice de transfert } [T_t]=\begin{bmatrix}e^{-\gamma l} & 0\\ 0 & e^{+\gamma l}\end{bmatrix} \tag{3.40}$$

Où γ est l'exposant de propagation de la ligne insérée.

La mesure des standards « Thru » et « Line » donne respectivement les matrices :

$$[Tmt] = [Ta]\cdot[Tt]\cdot[Tb] \tag{3.41}$$

$$[Tml] = [Ta]\cdot[Tl]\cdot[Tb] \tag{3.42}$$

On élimine [Tb] en multipliant par la seconde :

$$[Tml]\,[Tmt]^{-1} = [Ta]\cdot[Tl]\cdot[Tt]^{-1}\cdot[Ta]^{-1} \tag{3.43}$$

On élimine [Ta] en inversant la première relation et en la multipliant par la seconde :

$$[Tmt]^{-1}\,[Tml] = [Tb]^{-1}\,[Tt]^{-1}\,[Tl]\,[Tb] \tag{3.44}$$

Or par définition :

$$[Tml][Tmt]^{-1}=\begin{bmatrix}e^{-\gamma l} & 0\\ 0 & e^{+\gamma l}\end{bmatrix} \tag{3.45}$$

Ces expressions permettent de calculer l'exposant γ car les matrices [Ta] et $[Tb]^{-1}$ diagonalisent respectivement les produits $[Tl]\,[Tt]^{-1}$ et $[Tt]^{-1}\,[Tl]$. On obtient alors les paramètres suivants :

$$\frac{T_{11}a}{T_{21}a} = E_{11}a - \frac{E_{12}aE_{21}a}{E_{22}a} \qquad \text{et} \qquad \frac{T_{12}a}{T_{22}a} = E_{11}a \tag{3.46 et 3.47}$$

$$\frac{T_{11}b}{T_{12}b} = -E_{22}b + \frac{E_{12}bE_{21}b}{E_{11}b} \qquad \text{et} \qquad \frac{T_{21}b}{T_{22}b} = -E_{22}b \tag{3.48 et 3.49}$$

À l'issue de ces deux étapes de mesure, les termes $E_{11}a$ et $E_{22}b$ sont connus ainsi que les rapports : $\frac{E_{12}aE_{21}a}{E_{22}a}$ et $\frac{E_{12}bE_{21}b}{E_{11}b}$. L'exposant de propagation est également connu.

Etape 3 : Mesure du standard Reflect

Le standard « Reflect » est défini comme la terminaison, par un même dispositif de fort coefficient de réflexion sur chacun des ports. La matrice S s'écrit alors :

$$[S_r] = \begin{bmatrix} \Gamma_r & 0 \\ 0 & \Gamma_r \end{bmatrix} \tag{3.50}$$

La mesure du standard « Reflect » donne respectivement Γ_1 sur le port 1 et Γ_2 sur le port 2.

$$\Gamma_1 = E_{11}a + \frac{E_{12}a \cdot E_{21}a}{\frac{1}{\Gamma_r} - E_{22}a} \qquad \text{et} \qquad \Gamma_2 = E_{22}b + \frac{E_{12}b \cdot E_{21}b}{\frac{1}{\Gamma_r} - E_{11}b} \tag{3.51 et 3.52}$$

En éliminant Γ_r^{-1} dans les équations précédentes et en posant les coefficients suivants :

$$X = \frac{E_{12}aE_{21}a}{E_{22}a} \qquad \text{et} \qquad Y = \frac{E_{12}bE_{21}b}{E_{11}b}$$

$A = \Gamma_1 - E_{11}a$ $\qquad$ $B = \Gamma_2 - E_{22}b$ $\qquad$ $C = S_{11}mt - E_{11}a$

Avec $S_{11}mt$ mesure du coefficient de réflexion du standard « Thru ».

Le calcul de $E_{11}b$ est effectué :

$$E_{11}b = \pm\left[\left(1+\frac{X}{A}\right)\left(1+\frac{Y}{B}\right)^{-1}\left(1+\frac{X}{C}\right)^{-1}\right]^{1/2} \tag{3.53}$$

Puis celui de $E_{22}a$:

$$E_{22}a = E_{11}b\left(1+\frac{Y}{B}\right)\left(1+\frac{X}{A}\right)^{-1} \tag{3.54}$$

Les produits suivants sont alors déduits :

$E_{12}a \cdot E_{21}a = X \cdot E_{22}a$ (3.55)

$E_{12}b \cdot E_{21}b = Y \cdot E_{11}b$ (3.56)

Le choix du signe lors du calcul de $E_{11}b$ est obtenu en calculant le coefficient Γ_r. Un mauvais choix du signe dans l'équation (3.53) conduit à un saut de 180° dans la phase de Γ_r.

À l'issue de cette seconde étape, les paramètres suivants sont déterminés : $E_{22}a$, $E_{11}b$. De plus les produits suivants sont également déterminés : $E_{12}a \cdot E_{21}a$ et $E_{12}b \cdot E_{21}b$

Le calcul de la matrice de transfert de la transition plot ligne nécessite de connaître chacun des éléments de la matrice de répartition de la transition. Compte tenu de la réciprocité de la transition nous obtenons $E_{12}a = E_{21}a$. Dans ces conditions nous faisons l'hypothèse suivante : $E_{12}a = (E_{12}aE_{21}a)^{-1/2}$.

Les quatre paramètres S de la transition plot ligne sont donc connus. Le calcul de la matrice de transfert T_S est alors immédiat.

- **Extraction de l'impédance caractéristique et commentaire**

À partir de la relation (3.38), le calcul de l'impédance caractéristique est possible à partir de deux éléments de la matrice T_S. Comme le terme Ts_{21} de la matrice T_S est multiplié par $Y_P Y_r / 2$ et le terme Ts_{12} est multiplié par $-Y_P Y_r / 2$, si ces deux termes sont additionnés, l'admittance Y_P s'élimine. Le coefficient de réflexion s'exprime alors en fonction de deux termes de la matrice T_S :

$$\Gamma = \sqrt{\frac{(Ts_{12} + Ts_{21})^2}{4 + (Ts_{12} + Ts_{21})^2}} \quad (3.57)$$

Cette approche présente l'avantage de ne pas nécessiter le calcul de l'admittance Y_P. Ainsi la forme du plot de contact n'influence pas sur la détermination de l'impédance caractéristique. Toutefois une des limites de cette approche réside dans la transition ligne plot. En effet, le modèle électrique proposé pour la transition est un modèle localisé. Le schéma électrique utilisé ne modélise pas d'éventuels phénomènes de propagation. Compte tenu des dimensions misent en jeux, ce modèle reste valable pour des fréquences inférieures à quelques dizaine de GHz. La mise en place d'un modèle plus complet permettant de rendre compte de la propagation au niveau de la transition ligne plot a tété abordée dans [13]. Pour cela un terme impédance a été ajouté à l'admittance parallèle montrant un faible impact sur l'extraction de l'impédance caractéristique.

Une fois le coefficient de réflexion obtenu, l'impédance caractéristique de la ligne Z_C est calculée et les paramètres RLCG de notre ligne sont également calculés grâce aux relations rappelées en annexe.

6. Confrontation des résultats

Afin de valider les deux méthodes présentées et applicables à des lignes, les résultats d'extraction obtenus avec chacune de ces méthodes sont confrontés entre eux et également avec les résultats issus de la simulation électromagnétique de la structure sous le logiciel Maxwell 2D d'Ansoft. Les structures mesurées sont deux lignes de transmission coplanaires comme présentées au chapitre deux. Les dimensions géométriques sont des longueurs de 200 µm et 2000 µm, une largeur et un espacement de 10 µm pour un échantillon présentant une couche d'1 µm d'AlN sur 10 µm de SiO_2 et avec des électrodes supérieures de 300 nm en Al. Cet empilement est déposé sur un substrat de Silicium dopé p de conductivité 2,5 $S.m^{-1}$. Les paramètres RLCG issus des deux méthodes sont dans un premier temps extraits via les mesures par les deux méthodes puis confrontés aux résultats de la simulation. Les données obtenues sont présentées dans les quatre figures suivantes où les résultats de simulation sont en vert, l'extraction via la méthode « Van Damne » en noir et l'extraction via la méthode « Williams » en rouge.

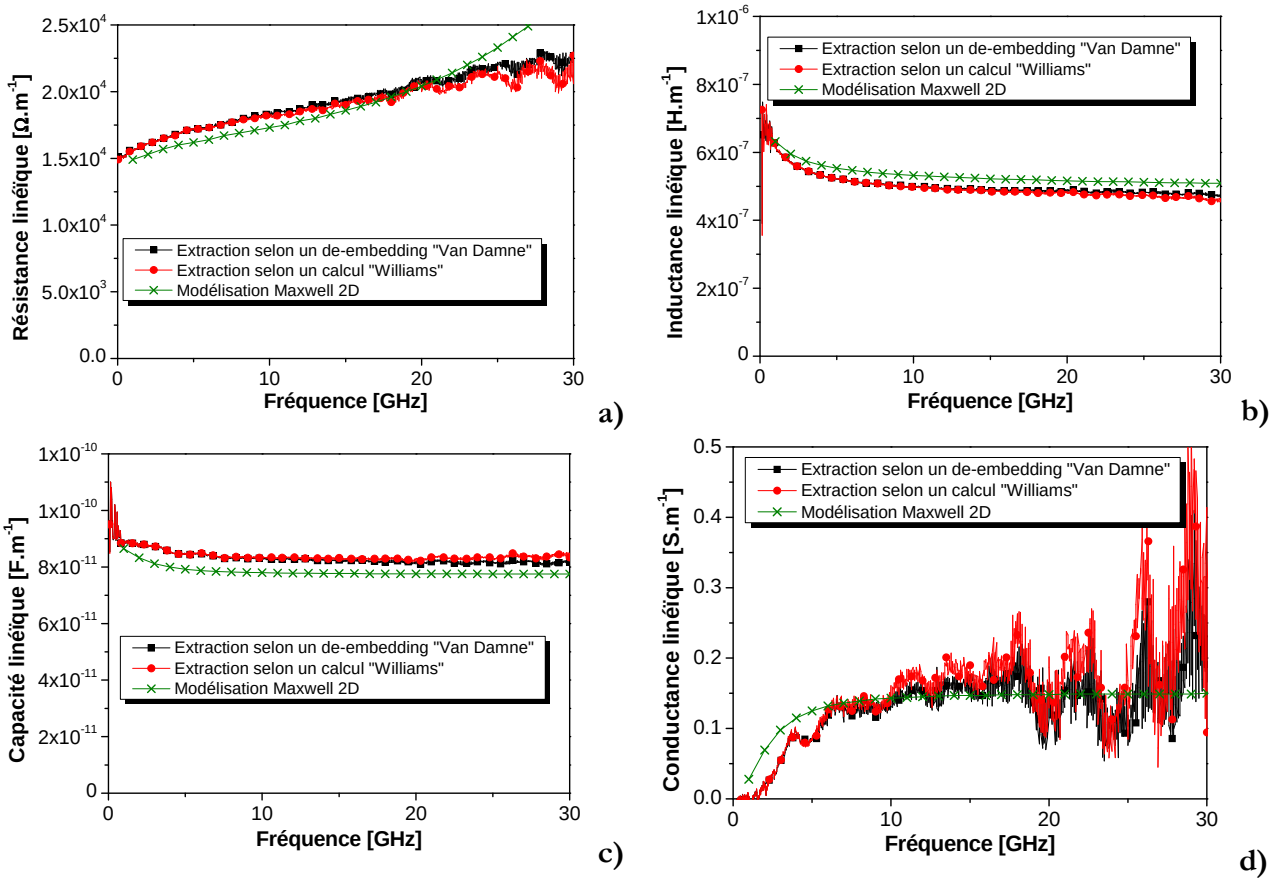


Figure 3-21 : Comparaison des résultats d'extraction sur des lignes coplanaires selon les deux méthodes proposées avec une simulation de la structure sous Maxwell 2D d'Ansoft. En (a) la résistance linéique, en (b) l'inductance linéique, en (c) la capacité linéique et en (d) la conductance linéique.

Tout d'abord, nous pouvons observer dans ces figures que les courbes provenant des deux différentes extractions et des résultats de simulation sont semblables pour les quatre paramètres linéiques RLCG. De plus, les résultats en début de bande de fréquence sont cohérents avec les résultats statiques, en termes de capacité et de résistance linéiques, à la fois pour les extractions et la simulation. Les valeurs obtenues sont résumées dans le Tableau 3-1 suivant.

Tableau 3-1 : Comparatif entre les mesures statiques et les extractions et simulation à hautes fréquences de la capacité et de la résistance linéiques.

	En basses fréquences	@ 40 MHz	Simulation
Capacité linéique [$F.m^{-1}$]	$8{,}4.10^{-11}$	$8{,}5.10^{-11}$	$8{,}8.10^{-11}$
Résistance linéique [$\Omega.m^{-1}$]	$13{,}9.10^{+3}$	15.10^{+3}	$14{,}3.10^{+3}$

Ensuite, au niveau de l'extraction de la conductance linéique qui modélise les pertes du matériau, ces extractions sont très difficiles à très hautes fréquences, particulièrement pour les matériaux ayant de faibles pertes. C'est pour cela que les courbes de la conductance linéique deviennent moins précises à très hautes fréquences et donc l'extraction des pertes devient de plus en plus difficile au-delà de 20 GHz. De plus, comme il sera vu dans le chapitre quatre, des résonances acoustiques apparaissent pour cette structure intégrant de l'AlN. Nous avons ainsi des outils performants pour l'étude des lignes de transmission en hautes fréquences.

7. Extraction de la permittivité et des pertes

L'extraction diffère selon le type de DST mesuré : capacités MIM parallèle, lignes coplanaires et lignes micro-ruban. L'extraction des paramètres matériau passe par l'élaboration d'un modèle électrique équivalent du DST mesuré.

a. Avec des capacités parallèles

Les capacités MIM permettent d'évaluer les performances du composant et d'extraire également les propriétés du diélectrique. Un modèle électrique équivalent est donc nécessaire pour connaître la densité surfacique C_S, le facteur de qualité Q.

À partir des matrices Y_{DST} et Z_{DST} obtenues par le de-embedding présenté dans le paragraphe précédent, un schéma en T, présenté en Figure 3-22, modélisant le DST permet d'extraire les paramètres RLCG du composant :

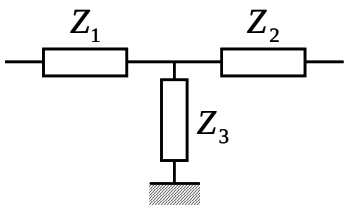


Figure 3-22 : Schémas en T du DST.

Les valeurs des différentes impédances Z_i sont calculées à partir des termes des matrices impédance Z_{DST} avec les relations suivantes [16] :

$$Z_1 = Z_{DST\ \ 11} + Z_{DST\ \ 21} \tag{3.58}$$

$$Z_2 = Z_{DST\ \ 22} + Z_{DST\ \ 21} \tag{3.59}$$

$$Z_3 = Z_{DST\ \ 21} \tag{3.60}$$

Ce schéma en T est ensuite modélisé par des paramètres physiques du DST : R, résistance du composant, L inductance, C capacité et G conductance. Dans ce schéma, la résistance et l'inductance sont séparées, comme présenté en Figure 3-23.

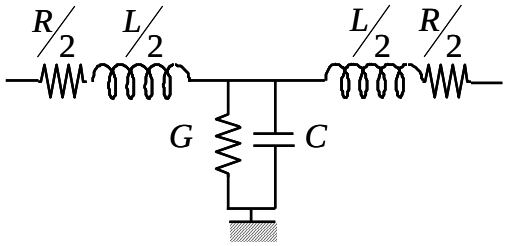


Figure 3-23 : Schéma électrique équivalent du DST pour le modèle en T.

Les valeurs des paramètres RLCG sont alors calculées avec les relations suivantes à partir des valeurs obtenues précédemment pour les impédances Z_i.

$$R = real(Z_1) + real(Z_2) \tag{3.61}$$

$$L = \frac{imag(Z_1) + imag(Z_2)}{2 \cdot \pi \cdot f} \tag{3.62}$$

$$C = \frac{imag\left(1/Z_3\right)}{2 \cdot \pi \cdot f} \tag{3.63}$$

$$G = real\left(1/Z_3\right) \tag{3.64}$$

À partir de tous ces résultats, on peut déterminer le facteur de qualité Q et la capacité surfacique C_S sont calculés avec les relations (3.13) et (3.14) et le composant est ainsi totalement caractérisé. Ensuite, les propriétés électriques du diélectrique, permittivité relative et pertes sont calculées à partir de C_S et Q via les relations (3.11) et (3.12).

b. Avec des lignes coplanaires

La procédure d'extraction de la permittivité complexe du diélectrique intégré sous des lignes coplanaires repose sur la comparaison de mesures et de modélisations successives des paramètres caractéristiques de la structure de test contenant le diélectrique à étudier [17]. La Figure 3-24 schématise le déroulement de la procédure de caractérisation.

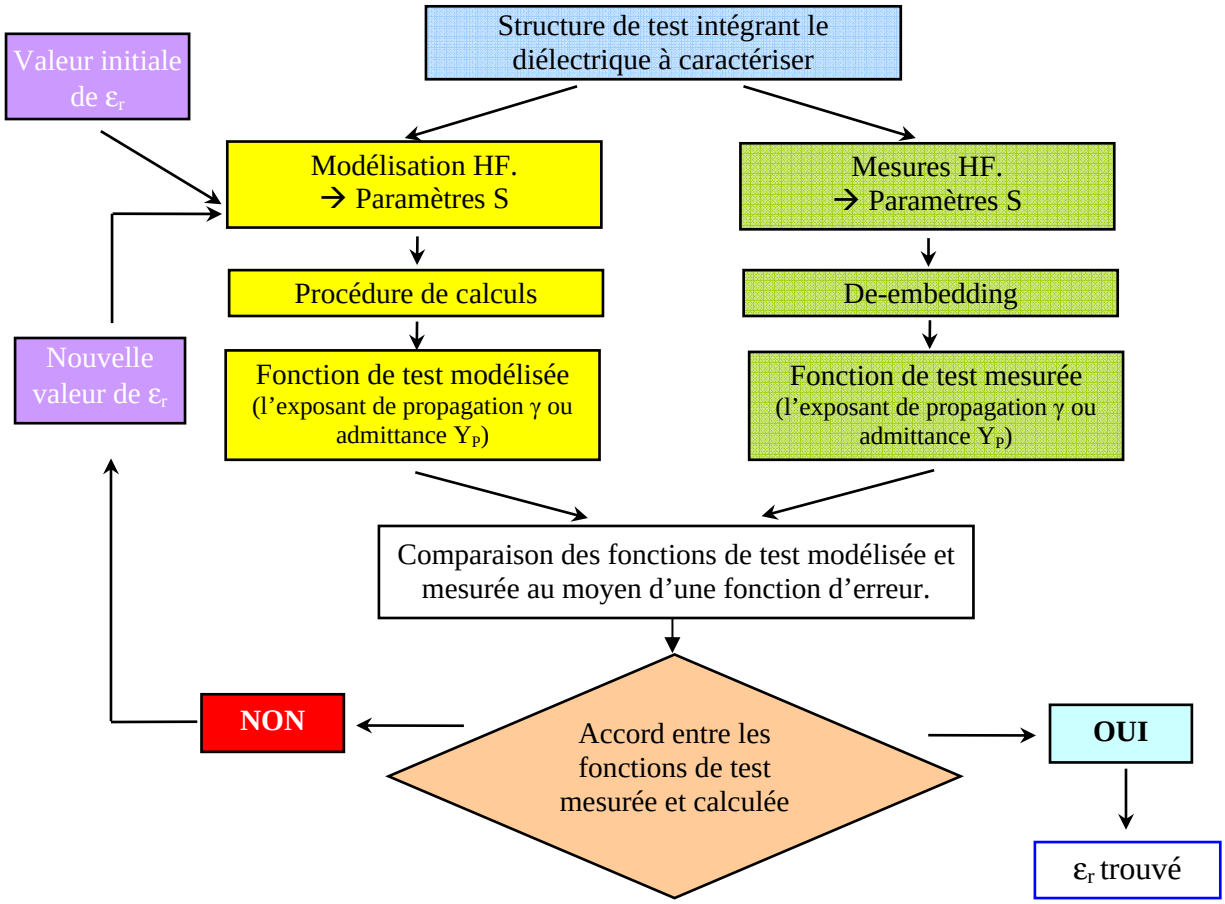


Figure 3-24 : Organigramme de la procédure de caractérisation

D'un côté, les mesures hyperfréquences et le de-embedding, présentés dans les paragraphes précédents, permettent de remonter aux grandeurs caractéristiques du DST mesuré : exposant de propagation γ et paramètres RLCG linéiques.

D'un autre côté, la modélisation hyperfréquence, réalisée à l'aide d'un logiciel électromagnétique, donne également ces mêmes paramètres. Cette modélisation est effectuée en introduisant une valeur de permittivité complexe du diélectrique, généralement celle calculée à basses fréquences. Une fonction de test compare ensuite les valeurs mesurées et modélisées afin de minimiser la différence entre les deux et de déterminer la valeur de permittivité complexe.

La comparaison d'une fonction d'erreur symbolisant les caractéristiques du matériau et de la structure (exposant de propagation γ ou admittance Y_P modélisant C et G) permet de trouver la permittivité et les pertes du diélectrique [18].

Par itérations successives et minimisation de la fonction d'erreur choisie en changeant les valeurs des pertes tan δ et de la permittivité ε_r, les constantes du matériau sont déterminées.

c. Avec des lignes micro-ruban

Les lignes coplanaires et micro-ruban sont différenciées car, pour les secondes, la valeur de la capacité linéique C est directement liée à la permittivité relative du matériau ε_r. Une méthode

afin d'obtenir cette permittivité et les pertes tan δ du diélectrique directement intégré dans une ligne micro-ruban est proposée ici. Elle repose sur la mesure des paramètres S_{ij} de deux lignes micro-rubans de largeurs différentes. À partir de l'extraction de la capacité de deux lignes de largeurs différentes l_1 et l_2, la permittivité peut être calculée en s'affranchissant des effets de bords. La différence entre ces deux valeurs de C extraites permet d'éliminer les capacités de bord. Le résultat donne ainsi la capacité d'une ligne de largeur $|l_2 - l_1|$ qui peut être modélisée par une capacité plane [19]. La permittivité est ainsi calculée simplement avec la relation suivante :

$$\varepsilon_r = \frac{|C_2 - C_1| \cdot e}{\varepsilon_0 \cdot |l_2 - l_1|} \tag{3.65}$$

Avec : C_1 et C_2 les capacités linéiques en [F.m^{-1}] pour les lignes de largeur l_1 et l_2,
e l'épaisseur du diélectrique.

De plus, la tangente de pertes est aisément calculée par la relation suivante :

$$\tan \delta = \frac{G}{C\omega} \tag{3.66}$$

Les propriétés électriques du matériau intégré dans la même configuration que le composant final, permittivité ε_r et tangente de pertes tan δ, sont déterminées à hautes fréquences.

IV. Conclusion

Ce chapitre nous a donc présenté les différentes techniques nécessaires afin d'effectuer une caractérisation très large bande du matériau diélectrique, intégré ou non, et des performances du composant MIM. En couplant un spectromètre diélectrique entre 10^{-3} et 10^{+5} Hz, un impédancemètre entre 10^{+5} et 10^{+8} Hz et un analyseur de réseaux vectoriel entre 40 MHz et 40 GHz, la caractéristique en fonction de la fréquence de la permittivité ε_r et de la tangente de pertes tan δ du diélectrique est obtenue de 10^{-3} Hz à 40 GHz, soit sur 14 décades.

De plus, les études en fonction de la tension ou de la température permettent d'obtenir les performances du composant et de les comparer aux spécifications de l'ITRS [3]. La linéarité en tension α, en température α_T, la tension V_{bd} et le champ E_{bd} de claquage et les fuites *I* à 5 V sont déterminés. Le Tableau 3-2 résume ces différentes spécifications requises pour les capacités MIM, les différentes techniques de caractérisation et les appareillages permettant de les obtenir.

Tableau 3-2 : Moyens de caractérisation nécessaires pour l'évaluation des performances vis-à-vis des spécifications ITRS [3].

Spécifications ITRS	Valeurs limites	Techniques de caractérisation	Appareillage
Capacité surfacique C_S	> 10 fF.µm^{-2}	Mesures C(f) De 10^{-3} Hz à 40 GHz	Spectromètre diélectrique Impédance-mètre VNA
Tension de claquage V_{bd}	> 10 V	Mesures I(V,T) @ 25 °C et 125 °C	HP
Fuites @ 5 V et 125 °C	> 10 nA.cm^{-2}	Mesures I(V,T) @ 25 °C et 125 °C	HP
Facteur de qualité Q @ 1 GHz pour C = 1 pF	> 50	Mesures C(f) De 10^{-3} Hz à 40 GHz	Spectromètre diélectrique Impédance-mètre VNA
Linéarité en tension α	< 100 ppm.V^{-2}	Mesures C(V,f) @ différentes fréquences et températures	HP Impédance-mètre VNA
Linéarité en température α_T	< 100 ppm.°C^{-1}	Mesures C(f,T) @ différentes fréquences	Spectromètre diélectrique Impédance-mètre VNA

Ces deux premiers chapitres mettent en place l'élaboration des échantillons et les moyens de caractérisation très large bande du matériau et du composant. Les deux chapitres suivants présenteront les résultats obtenus : sur les matériaux « amonts » pour le premier, sur les matériaux plus « matures » pour le second.

Références du troisième chapitre :

[1] S. M. Sze, *Physics of Semiconductor Devices*, 2nd ed., Wiley, New York, 1981.

[2] Alpha A, Alpha and Beta Analyzers, Novocontrol Technologies, Notice d'utilisateur.

[3] S. I. Association, "International Technology Roadmap for Semiconductors", Technical Report, 2009.

[4] S. Bécu, "Etudes des non linéarités de permittivité de diélectriques utilisés en microélectronique, application aux capacités MIM", Thèse de doctorat, Université de Provence, 2006.

[5] A. K Jonscher, "Dielectric relaxation in solids", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol 32, pp. 57-70, 1999.

[6] Agilent Technologies Impedance Measurement Handbook, Notice d'utilisateur Agilent 4294A, July 2006.

[7] B. Schiek, "Development of automatic networks analyszer calibration methods", Oxford University Press, 1996.

[8] G. Engen and C. Hoer, "Thru-reflect-line: an improved technique for calibrating the dual six port automatic network analyser", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 27, p. 987–993, December 1979.

[9] S. Basu and L. Hayden, "An SOLR Calibration for Accurate Measurement of Orthogonal On-Wafer DUTs", *Proceedings of the IEEE MTT-S Digest*, Denver, Colorado, pp. 1335-1338, 1997.

[10] H. J. Eul and B. Schiek, "Thru-match-reflect: One result of a rigorous theory for de-embedding and network analyzer calibration", *Proceedings of the 1988 European Microwave Conference*, September 1988.

[11] D.F. Williams, J.B. Schappacher, "Line-Reflect-Match Calibrations with Nonideal Microstrip Standards", *46th ARFTG Conference Digest*, pp 35-38, Nov. 30-Dec. 1, 1995.

[12] E. P. Vandamme, D. M. M.-P. Schreurs and C. Van Dinther, "Improved three-step de-embedding method to accurately account for the influence of pad parasitics in silicon on-wafer RF test-structures", *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. 48, no. 4, pp. 737-742, 2001.

[13] D. F. Williams, U. Arz and H. Grabinski, "Characteristic-Impedance Measurment Error on Lossy Substrates", *IEEE Microwave and Wireless components Letters*, vol. 11, no. 7, July 2001.

[14] M. D. Janezic, D. F. Williams, V. Blaschke, A. Karamcheti, C. S. Chang, "Permittivity characterization of low-k thin films from transmission lines measurements", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 51, no. 1, January 2003.

[15] R. Renato; Pantoja, Micheal J. Howes, John R. Richarcson and Roger D. Pollard, "Improved Calibration an Measurment of the Scattering Parameters of Microwave Integrated Circuits", *IEEE Transactions on Microwave Theory en Techniques*, vol. 37, no. 11, November 1989.

[16] J. Piquet, "Caractérisation et modélisation de composants passifs intégrés pour circuits ultra rapides", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, 2007.

[17] T. Lacrevaz, "Caractérisation hyperfréquence de matériaux isolants de haute permittivité en vue de l'intégration de fonctions passives dans les circuits intégrés avancés", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, octobre 2005.

[18] T.T. Vo, " Caractérisation hyperfréquence et in-situ de diélectriques à permittivité élevée en vue de leur intégration dans des composants passifs en microélectronique avancée", Thèse de doctorat, Laboratoire d'Hyperfréquence et de Caractérisation, Université de Savoie, février 2009.

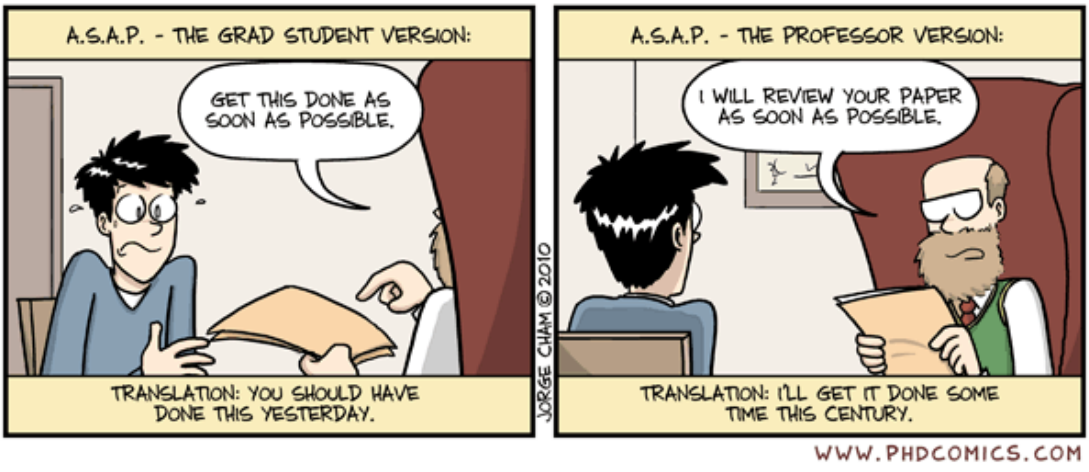
[19] T. Bertaud, C. Vallée, C. Bermond, T. Lacrevaz, B. Fléchet, A. Farcy, S. Blonkovski, "DC to Radio-Frequency Characterization of ZrO_2 Dielectric for "Metal-Insulator-Metal" Integrated Capacitors", *APMC (IEEE) 2009*, 7-10 décembre 2009.

Chapitre Quatrième
Résultats pour des matériaux « amonts »

Dans ce chapitre, la technologie et les méthodes d'extraction à hautes fréquences sont utilisées sur des matériaux diélectriques qualifiés « d'amont ». C'est-à-dire qu'ils sont considérés comme prospectifs et leur intégration n'est pas encore effective dans les industries microélectroniques.

Avant tout, il est nécessaire de valider tout notre procédé (fabrication technologique et extractions à hautes fréquences) sur un matériau bien connu dans le domaine micro-ondes, le nitrure de Silicium, Si_xN_y.

Les deux matériaux étudiés sont le nitrure d'Aluminium, AlN, qui est un matériau avec des propriétés piézoélectriques, et l'oxyde de Titane Tantale, TiTaO, qui a une permittivité relative élevée. Peu de travaux ou de résultats sont connus sur ces diélectriques et ce travail permet d'améliorer la connaissance de leurs propriétés, notamment sur une très large bande de fréquences.



Sommaire du quatrième chapitre :

I. Validation de la méthodologie sur le nitrure de Silicium Si_xN_y 109
1. Échantillons avec du Si_xN_y réalisés 109
2. Caractérisation physico-chimique du Si_xN_y 110
3. Caractérisations électriques du Si_xN_y 112
a. Caractéristiques en statique 112
b. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences 113
c. Résultats très large bande 114
4. Comparaison avec l'état de l'art 115
5. Conclusion pour le Si_xN_y 115

II. Caractérisation du nitrure d'aluminium AlN 116
1. Présentation du matériau 116
2. Réalisation des échantillons avec de l'AlN 117
3. Comportement statique et en basses fréquences de l'AlN 119
a. Caractéristiques courant-tension 119
b. Effet de la température 120
4. Caractérisation large bande de l'AlN 121
a. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences 121
b. Résonances acoustiques 122
c. Résultats très large bande 124
5. Caractérisation large bande de capacités MIM 124
6. Tableau récapitulatif 126

III. Caractérisation du TiTaO 127
1. Introduction 127
a. Combinaison de diélectriques 127
b. L'oxyde de Titane Tantale, TiTaO 128
2. Réalisation des échantillons avec du TiTaO 129
3. Caractérisation physico-chimique du TiTaO 129
4. Caractérisations électriques du TiTaO 131
a. Caractéristiques large bande de la permittivité et des pertes 131
b. Relaxations diélectriques et impact de la température 133
c. Dépendance de la permittivité avec l'épaisseur 134

IV. Conclusions 135

I. Validation de la méthodologie sur le nitrure de Silicium Si_xN_y

Tout d'abord, la technologie mise en place à la PTA et les procédures de caractérisation très large bande doivent être validées avant d'être appliquées à d'autres diélectriques. Pour cela, nous avons caractérisé, avec nos techniques mises en place, un diélectrique déjà bien connu, le nitrure de silicium ou Si_xN_y. Ce diélectrique a été déposé par CVD au Leti.

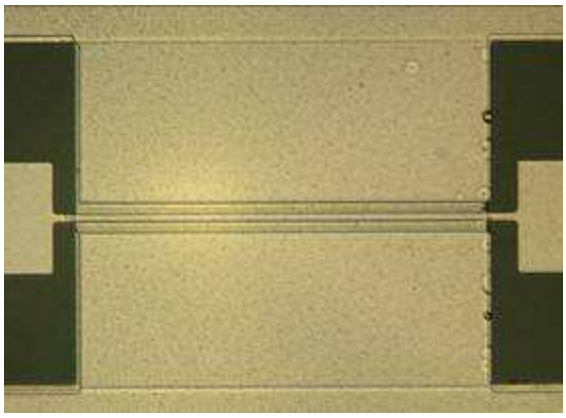
Ce diélectrique a été largement étudié et utilisé afin d'augmenter la densité surfacique des capacités MIM par rapport au SiO_2. Il a été un candidat très attractif pour les fabricants de circuits intégrés [1] grâce à sa constante diélectrique, plus élevée que celle du SiO_2 [2], comprise entre 4 et 7 selon sa composition et stable sur une large bande de fréquence [3], sa bonne compatibilité avec le silicium [4], une température de dépôt faible (400 °C) [5] et une facilité d'intégration. Les premières réalisations de capacités MIM en trois dimensions ont été réalisées avec ce diélectrique et des densités surfaciques élevées de 5 $fF.\mu m^{-2}$ ont été atteintes [6].

La réalisation des échantillons est tout d'abord présentée puis les propriétés électriques sont confrontées aux précédents résultats connus pour ce diélectrique afin de valider notre procédure expérimentale.

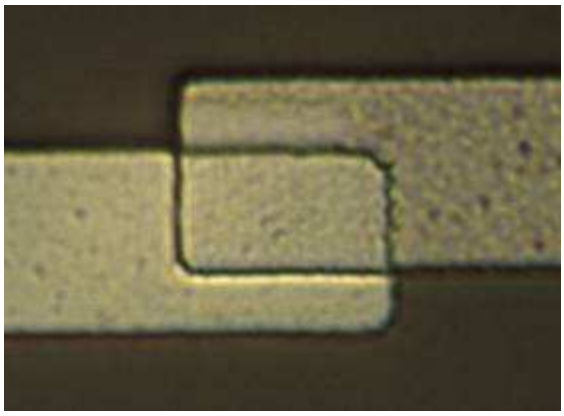
1. Échantillons avec du Si_xN_y réalisés

Les échantillons intégrant du Si_xN_y comme diélectrique à caractériser ont été réalisés en suivant complètement la technologie présentée dans le chapitre 2. Les dépôts de Si_xN_y ont été effectués au Leti par CVD. Les paramètres sont une température de dépôt de 300 °C sous une atmosphère de 2,5 Torr permettant une vitesse de dépôt de 1 $nm.s^{-1}$. Trois épaisseurs ont été déposées : 30, 40 et 50 nm. La seconde étape critique, la gravure IBE du Si_xN_y, a été effectuée avec les paramètres suivants : pression partielle d'Argon égale à $1{,}6.10^{-4}$ Torr et puissance RF égale à 550 W permettant d'obtenir une vitesse de gravure de 7 $nm.min^{-1}$ environ.

Les trois échantillons obtenus, correspondant aux trois différentes épaisseurs, ont le même empilement et ils comportent tous les dispositifs nécessaires à la caractérisation très large bande. Les photographies de la Figure 4-1 montrent les résultats obtenus pour l'échantillon intégrant 40 nm de Si_xN_y. Un léger désalignement de 2 μm en Y est observé sur un motif SHORT mais il n'a pas d'influence sur la qualité des mesures effectuées à posteriori. Le motif de ligne micro-ruban « blindée », de largeur 10 μm et de longueur 200 μm, a été très bien réalisé.



a)



b)

Figure 4-1 : Résultats de fabrication pour des échantillons intégrant 40 nm de Si_xN_y. En (a), un motif de ligne micro-ruban « blindée » de 200 µm de long et de 5 µm de large est présenté. En (b), un court-circuit de 10 x 10 µm² avec un léger désalignement de 2 µm est montré.

Les trois échantillons d'épaisseurs différentes ont tous d'excellents résultats de fabrication et présentent un désalignement faible, le maximum étant un décalage de 2 µm pour l'échantillon intégrant 40 nm de Si_xN_y.

2. Caractérisation physico-chimique du Si_xN_y

Avant de caractériser électriquement ces premiers échantillons de Si_xN_y, des études physico-chimiques préalables ont été menées.

Tout d'abord, des mesures d'éllipsométrie ont permis de mesurer exactement les épaisseurs de diélectrique intégrées. Les valeurs obtenues sont de 34, 42 et 52 nm. Ces valeurs permettront d'extraire plus précisément la permittivité du diélectrique.

Ensuite, des mesures XPS ont été menées afin de connaitre la composition et les liaisons chimiques intervenant dans la couche de diélectrique. Le scan XPS obtenu est donné dans les quatre figures suivantes. Six pics sont présents, correspondant aux liaisons suivantes, avec leur pourcentage atomique :

- liaison Carbone – Carbone (C-C, 9,6 %),
- liaison Carbone – Oxygène (C-O, 3,9 %),
- liaison Oxygène – Oxygène (O-O, 39,7 %),
- liaison Silicium – Azote (Si-N, 16,8 %),
- liaison Silicium – Oxygène (Si-O, 14 %) et
- liaison Azote – Azote (N-N, 16 %).

Ces caractérisations ne permettent pas de connaître la teneur en Hydrogène des films de Si_xN_y, qui contiendraient des composés de types $Si_xN_yH_z$.

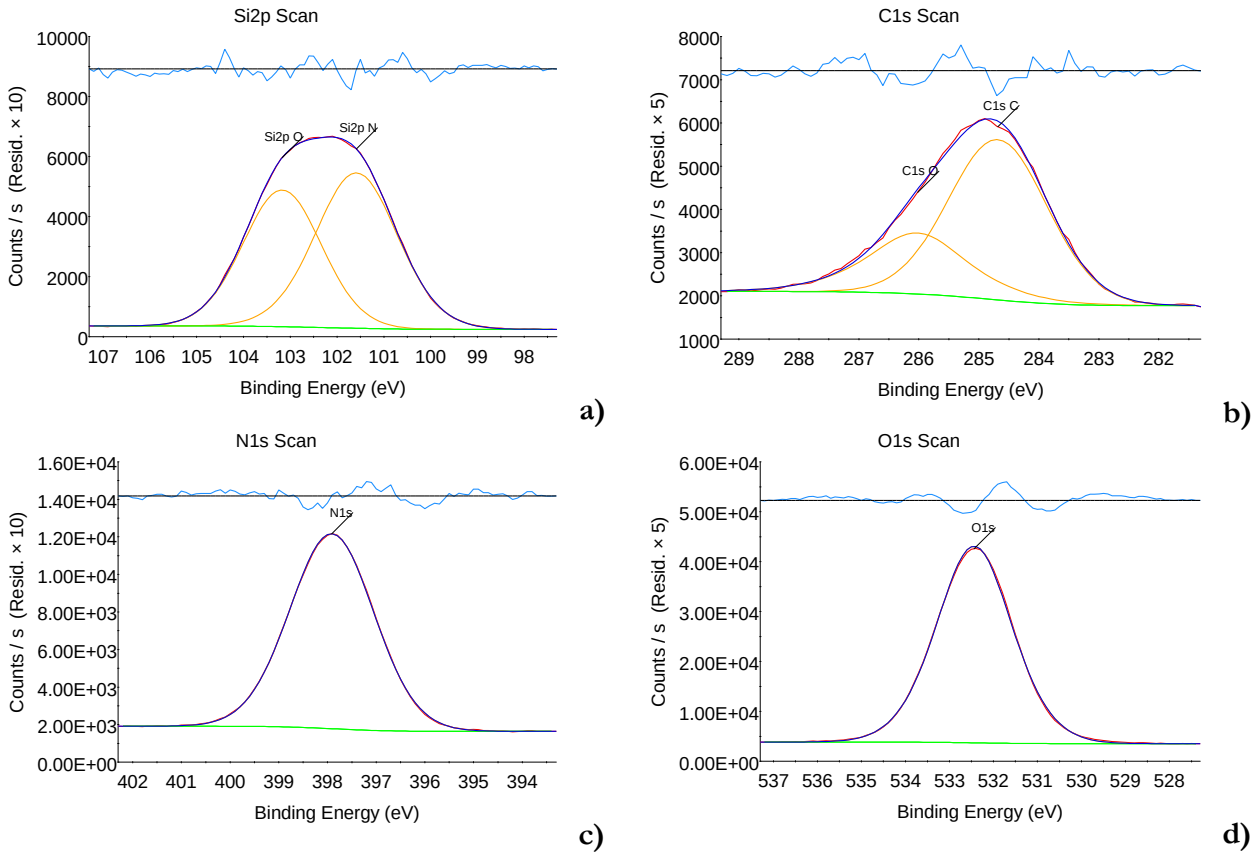


Figure 4-2 : Résultats XPS pour l'échantillon intégrant 40 nm de Si_xN_y. En (a), le double pic correspond au Silicium et aux liaisons 2p Si-C et Si-N. En (b), le double pic du Carbone correspond aux liaisons 1s C-C et C-Si. En (c), le pic correspond à l'Azote et en (d), le pic correspond à l'Oxygène.

Les pics du Carbone et de l'Oxygène correspondent à la pollution de surface (CO_2 et O_2), ils sont présents sur toute analyse XPS. En conservant seulement les éléments qui nous intéressent, les pics du Si 2p et du N 1s, nous obtenons les différents pourcentages atomiques et massiques résumés dans le Tableau 4-1 suivant. Un ratio de Si / N de 1,04 est obtenu, ce qui montre un léger surplus de Silicium par rapport à l'Azote et la formule généralement connue de Si_3N_4 n'est pas valable pour nos échantillons.

Tableau 4-1 : Résultats XPS pour l'échantillon de 40 nm de Si_xN_y en termes de pourcentages atomiques et massiques.

Elément	Pourcentage atomique	Pourcentage Massique
Si 2p	51,1 %	67,7 %
N 1s	48,9 %	32,3 %

D'après [7] et [8], la teneur en précurseurs d'azote lors du dépôt influence directement les propriétés électriques du diélectrique, permittivité relative, pertes et hauteur de barrière. Dans notre cas, comme nous n'avons pas une couche pure de Si_3N_4, mais une couche légèrement hydrogénée avec un surplus de Silicium, la valeur de permittivité attendue n'est pas celle théorique d'environ 7 mais une valeur plus faible.

3. Caractérisations électriques du Si_xN_y

Une fois ces caractérisations physiques effectuées afin de connaître et d'expliquer les propriétés du diélectriques, les caractérisations électriques permettant de valider notre procédé technologique sont réalisées. Dans un premier temps, des mesures de type *I*(V,T) donneront le champ de claquage du matériau, qui doit se situer aux alentours de 12 $MV.cm^{-1}$ [9]. Le matériau, intégré en structure MIM, est ensuite caractérisé sur une très large bande de fréquence, de 10^{-3} Hz à 30 GHz en couplant les trois appareils de mesure et en utilisant les méthodes d'extraction en hautes fréquences présentées dans le chapitre 3. Des paramètres RLCG extraits, la permittivité relative ε_r et les pertes tan δ seront calculées. Une permittivité relative comprise entre 4 et 7 et stable sur toute la plage de fréquence est attendue. Des pertes diélectriques faibles sont également attendues.

a. Caractéristiques en statique

A partir de mesures de courant en fonction de la tension et de la température *I*(V,T), les courbes de la densité de courant en fonction du champ électrique appliqué et de la température *J*(E,T) sont calculées afin d'obtenir la tension et le champ de claquage du matériau ainsi que les fuites à la température de fonctionnement, 125 °C.

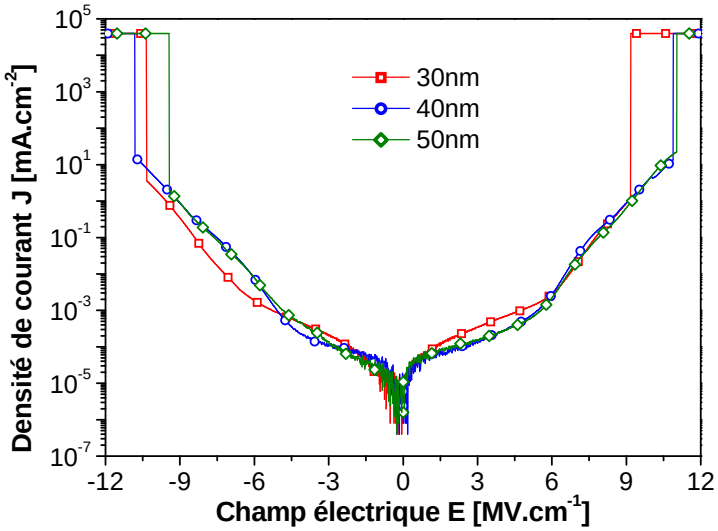


Figure 4-3 : Caractéristique de la densité de courant en fonction du champ électrique appliqué pour les trois échantillons intégrant du Si_xN_y, à 25 °C.

Nous constatons que les courbes sont symétriques, ce qui est logique vu que la structure est identique selon que l'injection de courant se fasse par l'électrode supérieure ou par l'électrode inférieure qui sont toutes les deux en Aluminium. Le champ de claquage se situe vers 10 $MV.cm^{-1}$ aux alentours des valeurs attendues. Le Tableau 4-2 suivant résume les différentes caractéristiques statiques obtenues pour les trois échantillons.

Tableau 4-2 : Récapitulatif des caractéristiques statiques (tension et champ de claquage, fuites) des trois échantillons intégrant du Si_xN_y comme isolant.

Epaisseur [nm]	Tension de claquage [V]		Champ de claquage [MV.cm^{-1}]		Fuites @ 5 V [nA.cm^{-2}]	
	@ 25 °C	@ 125 °C	@ 25 °C	@ 125 °C	@ 25 °C	@ 125 °C
34	35,2	35,1	10,4	10,3	52	25
42	45,8	41,9	10,9	10,0	37	31
52	57,4	48,3	11,0	9,3	38	9

Avec une largeur de bande interdite théorique assez élevée, de l'ordre de 5,1 eV [7], les fuites du matériau sont assez faibles, inférieures à 52 nA.cm^{-2}. De plus, le nitrure de Silicium est un diélectrique connu pour avoir d'excellents résultats en termes de courants de fuite [6]. Ces résultats statiques prouvent que notre empilement est de bonne qualité et que l'on retrouve les caractéristiques statiques de notre diélectrique.

b. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences

Ensuite, en hautes fréquences, des lignes micro-ruban de largeur de 10 µm et de deux différentes longueurs, 1000 µm et 200 µm, ont été mesurés sur les trois échantillons intégrant les épaisseurs différentes de Si_xN_y afin d'extraire les propriétés électriques du diélectrique intégré, permittivité relative ε_r et tangente de pertes tan δ.

A partir des paramètres S mesurés sur ces dispositifs, les procédures de de-embedding proposées dans le chapitre trois sont appliquées afin d'extraire, dans un premier temps, les paramètres RLCG des DST. Les quatre figures ci-après, pour l'échantillon présentant 40 nm de Si_xN_y présentent les résultats obtenus.

La valeur de la résistance linéique extraite en début de spectre (c'est-à-dire à 40 MHz), 18700 Ω.m^{-1} est en accord avec la valeur mesurée en statique, 18400 Ω.m^{-1}. La différence peut être expliquée par la fréquence de mesure ou de la non-prise en compte de la résistance des masses. La valeur extraite de la capacité linéique, 8,5 nF.m^{-1}, est également en accord avec les mesures en basses fréquence. Le comportement fréquentiel des paramètres RLCG linéiques est conforme au comportement attendu et déjà obtenu dans des travaux précédents [10]. La capacité linéique est stable jusqu'à 30 GHz, traduisant une valeur de permittivité également stable sur toute la plage de fréquences. Les pertes diélectriques, mises en évidence par la conductance linéique, sont faibles, ce qui entraîne une grande difficulté pour mesurer et extraire ces pertes. Néanmoins, nous avons réussi à les mesurer grâce à ces dispositifs.

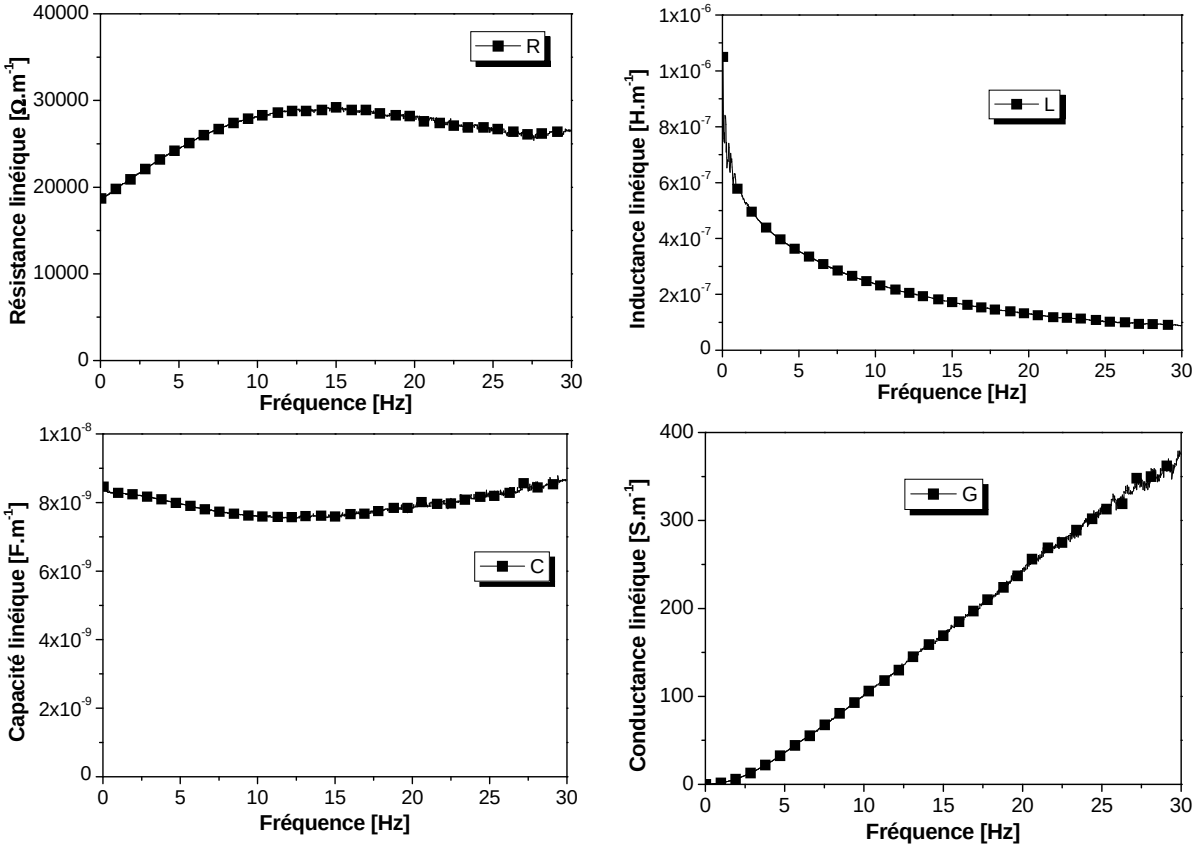


Figure 4-4 : Paramètres RLCG extraits à partir de deux lignes micro-ruban de largeur de 10 µm et de longueurs 200 µm et 1000 µm intégrant 40 nm de Si_xN_y.

c. Résultats très large bande

Enfin, en couplant les résultats à hautes fréquences présentés ci-avant avec les mesures en basses et moyennes fréquences sur des capacités plots simples et des capacités un port, deux caractéristiques très large bande, de 10^{-3} Hz à 30 GHz sont obtenues dans la Figure 4-5 pour la permittivité relative et les pertes diélectriques d'une couche de 40 nm de Si_xN_y en structure MIM.

Dans le Tableau 4-3 suivant, les résultats en termes de valeurs de permittivité relative ε_r et de tangente de pertes tan δ, pour les trois échantillons intégrant du Si_xN_y, sont résumés.

Tableau 4-3 : Récapitulatif des résultats d'extraction des propriétés électriques des films de Si_xN_y à différentes fréquences.

	30 nm		40 nm		50 nm	
	ε_r	tan δ	ε_r	tan δ	ε_r	tan δ
1 kHz	4,39	0,04	4,47	0,001	4,61	0,1
1 MHz	4,57	0,001	4,39	0,001	4,52	0,01
1 GHz	4,30	0,01	4,37	0,03	4,40	0,026
10 GHz	4,28	0,02	4,01	0,2	4,01	0,15

La permittivité semble stable sur toute la gamme de fréquence, pour les trois épaisseurs. La figure suivante montre ces résultats pour l'épaisseur de 40 nm de Si_xN_y.

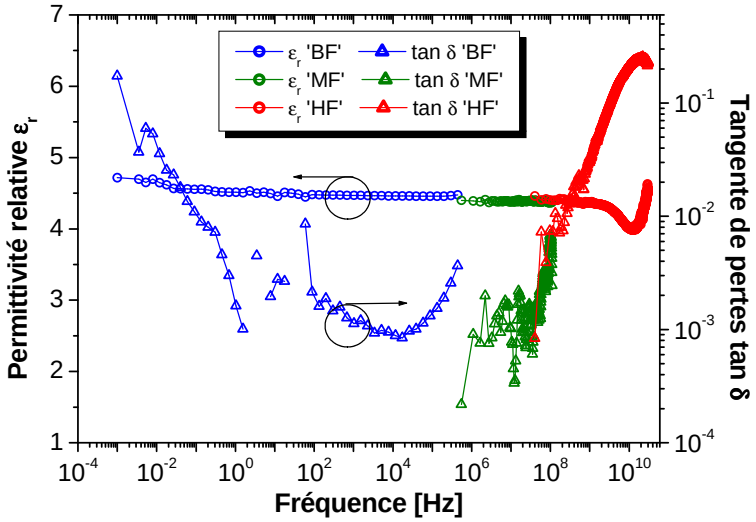


Figure 4-5 : Caractéristiques très large bande de la permittivité relative ε_r et de la tangente de pertes tan δ d'un film de 40 nm de Si_xN_y en structure MIM.

Un excellent accord entre les trois techniques de mesure utilisées est obtenu : de 10^{-3} Hz à 1 MHz avec le spectromètre diélectrique (en bleu), de 500 kHz à 110 MHz avec l'impédancemètre (en vert) et de 40 MHz à 30 GHz avec le VNA (en rouge). Une valeur de permittivité relative de 4,5 stable sur toute la plage de fréquence montre bien que le diélectrique intégré n'est pas du Si_3N_4 (dont la permittivité relative est de 7). Les mesures sur la tangente de perte sont un peu plus bruitées à cause de leur faible valeur et de la difficulté d'extraction.

4. Comparaison avec l'état de l'art

Ce diélectrique a été largement étudié dans les dernières années, à la fois en configuration capacités MIM [11,12] ou lignes coplanaires [13,14]. Dans [11], une couche de 100 nm de Si_3N_4 a été caractérisée jusqu'à 10^{+9} Hz et une tangente de pertes de l'ordre de 0,1 est obtenue. Dans [12], la permittivité relative d'une couche de Si_3N_4 élaborée par PECVD est estimée à 6,7 dans la gamme haute fréquence. Les travaux de [13] et [14] sont les plus intéressants car la permittivité du Si_3N_4 est extraite jusqu'à 40 GHz grâce à des lignes coplanaires et la permittivité relative extraite est également dépendante de la structure caractérisée : MIM ou coplanaire.

5. Conclusion pour le Si_xN_y

Même si les valeurs de permittivité relative ne sont pas celles espérées, à cause d'une différence de composition du diélectrique, un excellent accord entre les trois techniques de mesure en basses, moyennes et hautes fréquences sur les parties réelle et imaginaire de la permittivité nous permet de valider notre procédure de caractérisation très large bande sur un diélectrique largement étudié, le Si_xN_y. Nous pouvons donc appliquer ce procédé de caractérisation à d'autres matériaux, plus « exotiques ».

II. Caractérisation du nitrure d'aluminium AlN

Le premier matériau qualifié de « amont » caractérisé est le nitrure d'Aluminium, AlN, déposé au Leti par PVD. Les objectifs de cette étude sont de caractériser ce matériau intégré en structure MIM dans le domaine micro-ondes et d'évaluer les performances d'une capacité MIM intégrant de l'AlN comme isolant. Après une brève présentation du matériau et de son utilisation, la fabrication des échantillons de test et l'empilement réalisé sont montrés. Les résultats électriques sont ensuite discutés et confrontés avec d'autres.

1. Présentation du matériau

L'utilisation de matériaux et films piézoélectriques est une voie très intéressante et prometteuse pour la fabrication de dispositifs électro-acoustiques hautes fréquences, comme des résonateurs ou des capteurs, basés sur des techniques à ondes acoustiques de surface ou de volume (SAW pour « Surface Acoustic Waves » ou BAW pour « Bulk Acoustic Waves »). Les filtres et les résonateurs BAW et SAW sont intégrés dans des structures de type MEMS [15].

Comme schématisé dans la Figure 4-6, les filtres SAW utilisent le guidage de l'onde acoustique le long de la surface et sont limités jusqu'à des fréquences de 3 GHz à cause des pertes de propagation importantes. Pour les filtres BAW, l'onde acoustique est confinée dans le matériau piézoélectrique et les pertes de propagation moins importantes permettent un fonctionnement jusqu'à des fréquences de 16 GHz [16].

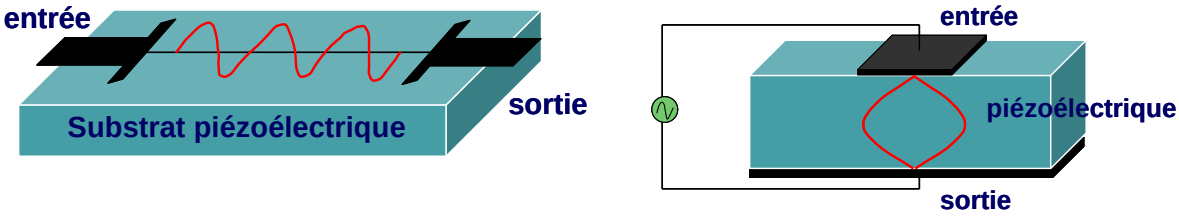


Figure 4-6 : Propagation d'une onde acoustique dans une structure SAW (à gauche) et dans une structure BAW (à droite) [16].

Deux configurations de résonateurs BAW sont utilisées pour améliorer l'isolation mécanique de l'onde acoustique. La première est une structure appelée FBAR pour « Film Bulk Acoustic Resonator » où l'énergie est confinée dans le matériau grâce à une membrane servant d'isolation acoustique par rapport au substrat [17]. La seconde est appelée SMR pour « Solid-Mounted Resonator » où le résonateur est déposé sur un réflecteur de Bragg, comme présenté dans la Figure 4-7 [18].

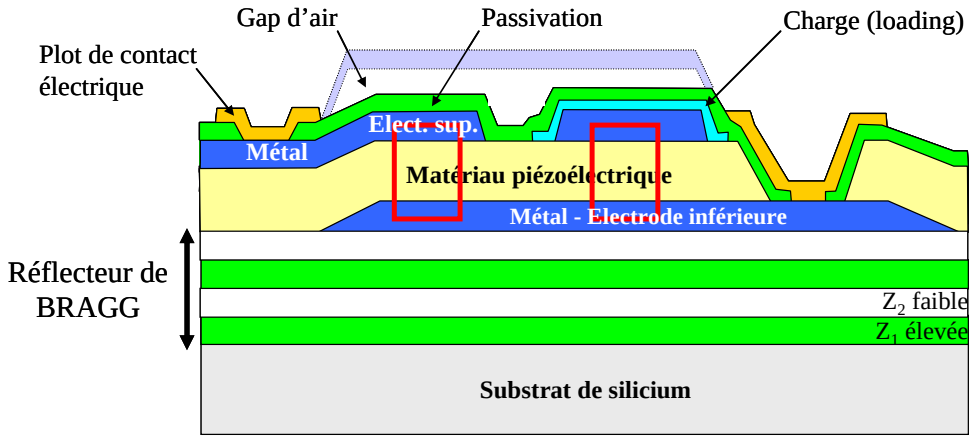


Figure 4-7 : Description d'un résonateur à ondes acoustiques de volume (BAW) où le matériau piézoélectrique (ici l'AlN) est intégré entre deux électrodes métalliques et au-dessus d'un réflecteur de Bragg [19].

Le nitrure d'Aluminium possède des propriétés piézoélectriques et électro-acoustiques. Il est donc largement utilisé pour ces dispositifs. De plus, il est complètement compatible avec les procédés microélectroniques actuels. Malgré ces avantages, peu de travaux traitent de la caractérisation très large bande de l'AlN. Une référence donne l'extraction de la permittivité de l'AlN jusqu'à 10 GHz en utilisant des structures MIS et MIM intégrant des films de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur [20].

2. Réalisation des échantillons avec de l'AlN

La couche active de 100 nm d'AlN est déposée dans une phase würtzite sur une couche de 100 nm de Molybdène en structure cubique centrée par pulvérisation cathodique magnétron DC. Cette couche de Mo constitue l'électrode inférieure, avec une résistivité de 10 $\mu\Omega.cm^{-1}$, et elle a une bonne compatibilité avec l'AlN si elle est orientée [110]. La couche active d'AlN possède un K_t^2 maximal si elle est orientée [002]. Afin d'obtenir ces propriétés cristallographiques, une sous-couche d'AlN de 500 nm est préalablement déposée sur le substrat afin d'orienter les couches de Mo et d'AlN. Une fois cet empilement obtenu, la technologie mise en place à la PTA et présentée dans le chapitre 2 peut être appliquée à ce matériau afin de réaliser les dispositifs de caractérisation très large bande.

Tout d'abord, une première étape de photolithographie suivie d'une gravure IBE permet de graver le diélectrique et de réaliser des vias d'une profondeur de 140 nm afin de contacter l'électrode inférieure en Mo. Les paramètres de la gravure IBE sont une pression d'Argon de $1{,}6.10^{-4}$ Torr et une puissance RF de 550 W. La fin de gravure est détectée grâce à un suivi SIMS de l'élément Mo en sortie. La Figure 4-8 montre ces résultats SIMS. Une vitesse de gravure, assez faible, de 2,5 $nm.s^{-1}$ est obtenue, cohérente avec le fait que l'AlN est difficile à graver.

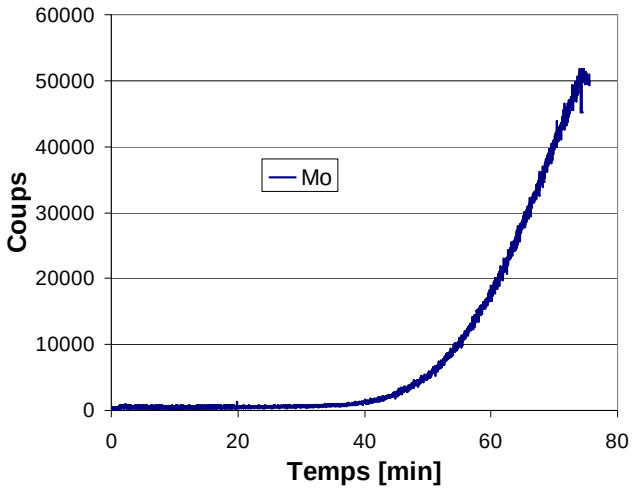


Figure 4-8 : Suivi SIMS de la présence de Mo en sortie de gravure IBE afin de détecter le perçage de la couche d'AlN. La gravure a été arrêtée au bout d'une heure.

Une fois le diélectrique gravé, l'électrode supérieure et les motifs de caractérisation sont réalisés par une évaporation de 340 nm d'Aluminium suivie d'une photolithographie et d'une gravure chimique de l'Al. Au final, l'empilement obtenu est présenté dans la Figure 4-9. Il faut noter que dans cet empilement, l'électrode inférieure ne présente pas de motifs, contrairement aux échantillons intégrant du Si_xN_y. Le dépôt de l'électrode inférieure en Mo est pleine plaque et n'a pas subi de gravure. Nous avons seulement percé le diélectrique et réalisé les motifs de caractérisation au niveau de l'électrode supérieure. Les caractérisations à hautes fréquences, notamment les extractions des paramètres RLCG, seront plus difficiles car le chemin de retour de courant dans la masse sera difficile à modéliser compte tenu du plan de masse infini. Les caractérisations à basses fréquences ne seront pas impactées.

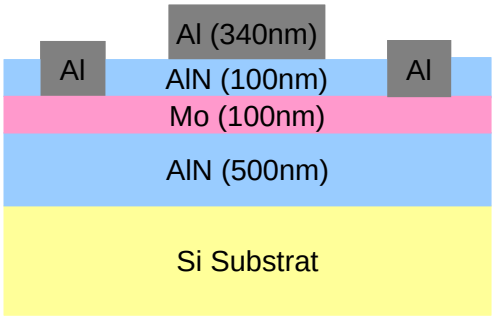


Figure 4-9 : Empilement (vue en coupe) de la structure MIM réalisée pour les lignes micro-ruban et les capacités.

Au total, quatre séries de dispositifs ont été réalisés : des capacités plot pour les études en basses fréquences, des capacités parallèles à un port pour les mesures en moyennes fréquences et des lignes micro-ruban et des capacités parallèles à deux ports pour les études en hautes fréquences. Les dispositifs obtenus sont montrés dans les figures suivantes.

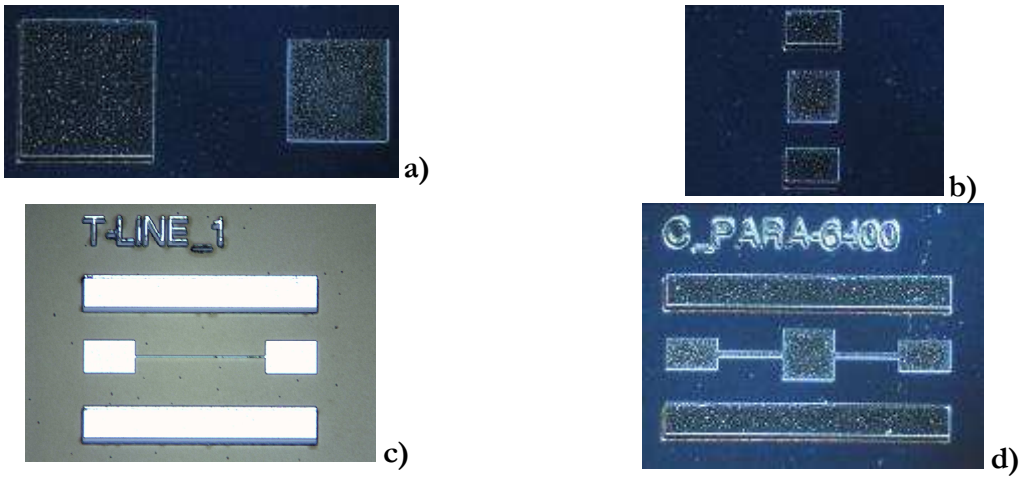


Figure 4-10 : Différents motifs de caractérisation réalisés. En (a), capacité « plot » de surface 22500 µm^2 pour la caractérisation entre 10^{-3} et 10^{+5} Hz. En (b), capacité parallèle à un port de surface 5625 µm^2 pour la caractérisation entre 10^{+5} et 10^{+8} Hz. En (c), ligne de transmission de largeur 10 µm et de longueur 200 µm. En (d), capacité parallèle à deux ports de surface 6400 µm^2 pour la caractérisation entre 40 MHz et 20 GHz. Les plots de contact ont des dimensions de 50 µm x 80 µm.

Ces dispositifs permettent de caractériser ce piézoélectrique dans le sens vertical, de l'électrode supérieure vers l'électrode inférieure.

3. Comportement statique et en basses fréquences de l'AlN

a. Caractéristiques courant-tension

Les premières études réalisées sont en statique afin d'extraire le champ de claquage et les fuites de l'AlN. Des mesures *I*(V) à deux températures : 25 °C et 125 °C sont effectuées puis la densité de courant J en fonction du champ électrique appliqué E est calculée. La Figure 4-11 montre les résultats obtenus.

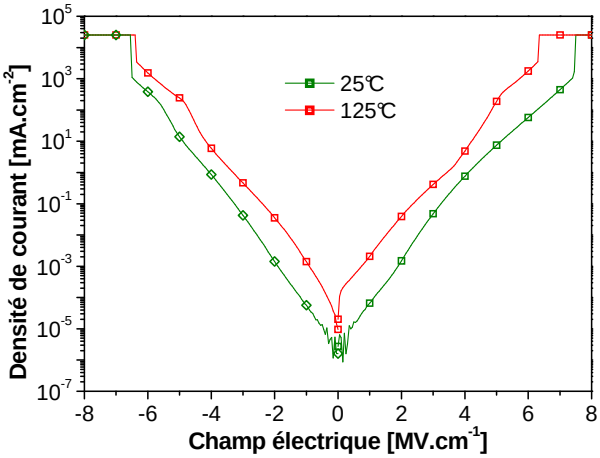


Figure 4-11 : Densité de courant *J* en fonction du champ électrique appliqué *E* et de la température pour une épaisseur d'AlN de 100 nm.

Pour une épaisseur de 100 nm d'AlN, nous obtenons des tensions de claquages de - 65 V et + 75 V à 25 °C et - 68 V et + 64 V à 125 °C. Les valeurs calculées du champ de claquage E_{bd} sont aux alentours de 7,5 MV.cm^{-1} à 25 °C et 6,5 MV.cm^{-1} à 125 °C. Ces valeurs sont en accord avec celles données dans la littérature où le champ de claquage de l'AlN est compris entre 6 et 9 MV.cm^{-1} [21]. Les fuites à 5 V et 125 °C sont de 520 nA.cm^{-2} environ. Les caractéristiques électriques se dégradent avec l'augmentation de la température : une augmentation des fuites ainsi qu'une diminution du champ et de la tension de claquage, car ces phénomènes sont thermiquement activés.

b. Effet de la température

La seconde étude porte sur la relaxation diélectrique à très basses fréquences, due aux interfaces. Des mesures en température permettent de mettre en évidence ce phénomène thermiquement activé et d'extraire l'énergie d'activation thermique. A quatre températures différentes (25, 50, 100 et 150 °C), la permittivité relative et la tangente de pertes sont calculées à partir de mesures sur des capacités plots entre 10^{-3} Hz et 1 MHz. Les deux figures suivantes montrent les résultats obtenus pour la couche de 100 nm d'AlN.

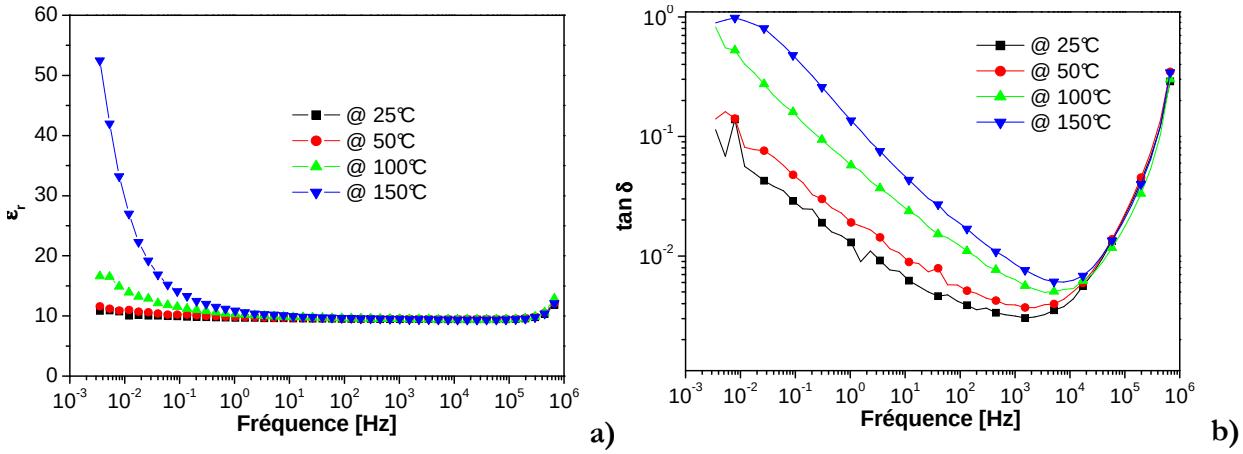


Figure 4-12 : Permittivité relative (a) et tangente de pertes (b) en fonction de la fréquence à différentes températures pour une épaisseur de 100 nm d'AlN.

Sur les courbes de gauche montrant l'évolution de la permittivité relative en fonction de la fréquence pour différentes températures, nous remarquons que ε_r augmente quand la fréquence diminue et que cet effet est amplifié en augmentant la température. A partir de ces valeurs, nous pouvons calculer l'énergie d'activation thermique de ce phénomène en se basant sur une loi d'Arrhenius [22]. Une valeur de 0,64 eV est trouvée.

Au niveau des résultats sur la tangente de pertes, nous pouvons remarquer deux zones bien distinctes. De 10^{-3} Hz à 10 kHz la tangente de pertes diminue et un décalage avec la température

est obtenu. De 10 kHz à 1 MHz, elle augmente sans effet de la température. D'après [23], un modèle comportemental en basses fréquences de la tangente de pertes suit une loi du type :

$$\tan\delta = \frac{D_{-1}}{\omega} + D_0 + D_1\omega \qquad (4\text{-}1)$$

Les coefficients D_{-1}, D_0 et D_1 représentent respectivement les courants de fuites diélectriques, une constante intrinsèque et les résistances séries. Ainsi, à proximité des très basses fréquences, une pente négative de (-1) est obtenue pour la tangente de pertes comme conséquence de la relaxation diélectrique. De l'autre côté, dans la seconde zone à plus hautes fréquences, une pente positive de (+1) est obtenue comme conséquence des résistances séries de mesure qui ne sont pas un phénomène intrinsèque à l'AlN.

4. Caractérisation large bande de l'AlN

La caractérisation large bande de l'AlN intégré en structure MIM est réalisée en couplant aux résultats obtenus en basses et moyennes fréquences, des mesures sur des lignes micro-ruban. La permittivité et les pertes sont extraites de 10^{-3} Hz jusqu'à 20 GHz. Nous avons également mis en évidence deux résonances acoustiques à 5 et 13 GHz.

a. Extraction des paramètres RLCG en hautes fréquences

Pour commencer, les paramètres RLCG linéiques sont obtenus à partir des paramètres S mesurés sur deux lignes micro-ruban de 10 µm de largeur et de deux longueurs différentes de 200 et 600 µm. Les paramètres S sont mesurés avec un VNA entre 40 MHz et 20 GHz. En appliquant à nos mesures un de-embedding comme proposé dans le chapitre précédent, les paramètres RLCG sont calculés et présentés dans les quatre figures suivantes.

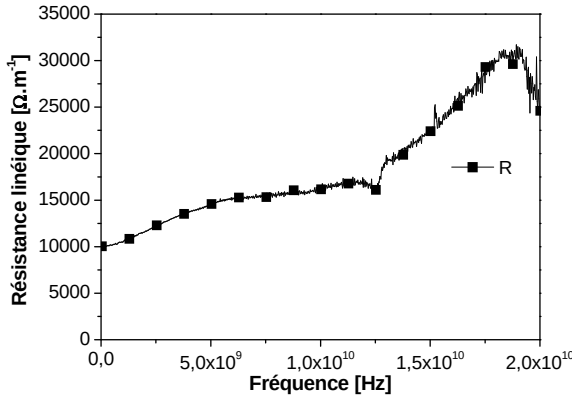


Figure 4-13 : Extraction de la résistance linéique du DST.

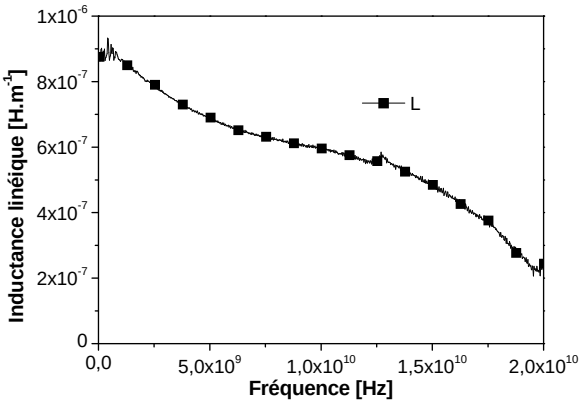


Figure 4-14 : Extraction de l'inductance linéique du DST.

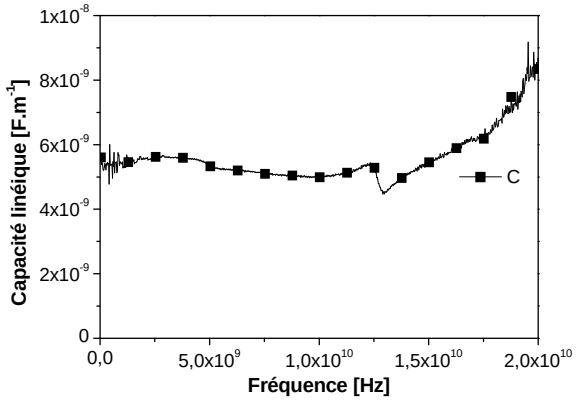


Figure 4-15 : Extraction de la capacité linéique du DST.

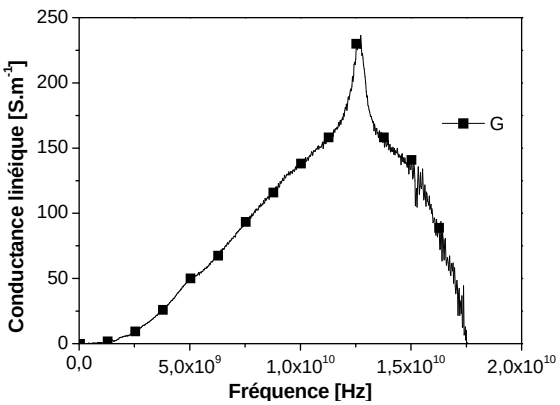


Figure 4-16 : Extraction de la conductance linéique du DST.

Tout d'abord, nos extractions à hautes fréquences sont confrontées aux mesures en statique afin de les valider. La résistance linéique mesurée en basses fréquences est de l'ordre de 9,5 kΩ.m^{-1} à laquelle est comparée celle extraite, de 10 kΩ.m^{-1}. Comme précédemment, la différence est expliquée par la fréquence de mesure en début de spectre, à savoir 40 MHz. La capacité linéique extraite, de 5,5 nF.m^{-1}, est également en accord avec les mesures en basses fréquences.

Ensuite, deux résonances apparaissent à 4,8 et 12,6 GHz. La seconde, à 12,6 GHz est plus marquée que la première, à 4,8 GHz. Leur nature acoustique sera discutée ci-après.

Enfin, à partir de ces extractions, la permittivité complexe de l'AlN peut être déterminée afin de remonter aux valeurs de la permittivité relative et des pertes.

b. Résonances acoustiques

Ce paragraphe porte sur l'étude des deux résonances mises en évidence à 4,8 et 12,6 GHz. A partir de la référence bibliographique [24], nous remarquons que le tenseur mécanique du piézoélectrique permet, dans le cas d'une excitation selon la direction z ou 3 (notre cas : le champ électrique est dirigé de l'électrode inférieure vers l'électrode supérieure), le matériau est susceptible de résonner car ce tenseur est non nul. Ces résonances sont donc de type acoustique, liées à la nature piézoélectrique de l'AlN et à l'empilement de nos échantillons : la multicouche AlN / Mo / AlN. Afin de vérifier ce caractère acoustique de ces résonances, une simple simulation unidimensionnelle selon un modèle acoustique de Mason est effectuée [25].

Dans cette simulation, l'impédance de la structure complète (c'est-à-dire l'empilement complet du substrat à l'électrode supérieure) est calculée grâce à l'équation (4-2) suivante :

$$Z = \frac{1}{jC\omega}\left[1 - K^2 \frac{\tan\phi}{\phi} \cdot \frac{(z_d + z_g)\cos^2\phi + j\sin 2\phi}{(z_d + z_g)\cos 2\phi + j(z_d z_g + 1)\sin 2\phi}\right] \quad (4\text{-}2)$$

Avec : C la valeur de la capacité en statique, prise égale à 5 nF.μm^{-2},

K^2 le coefficient de couplage électromécanique, pris égal à 0,05,

$\phi = \frac{\omega \cdot e_{AlN}}{v_{AlN}}$ représente la propagation dans les couches d'AlN caractérisées par leur épaisseur e_{AlN} et la vitesse de l'onde v_{AlN} (valeur confidentielle),

z_g et z_d sont les impédances mécaniques de charge à gauche et à droite de la structure, normalisée par le film piézoélectrique [26].

A partir des valeurs d'impédance, la valeur de la capacité en fonction de la fréquence est calculée puis les valeurs simulées sont confrontées aux valeurs mesurées. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 4-17.

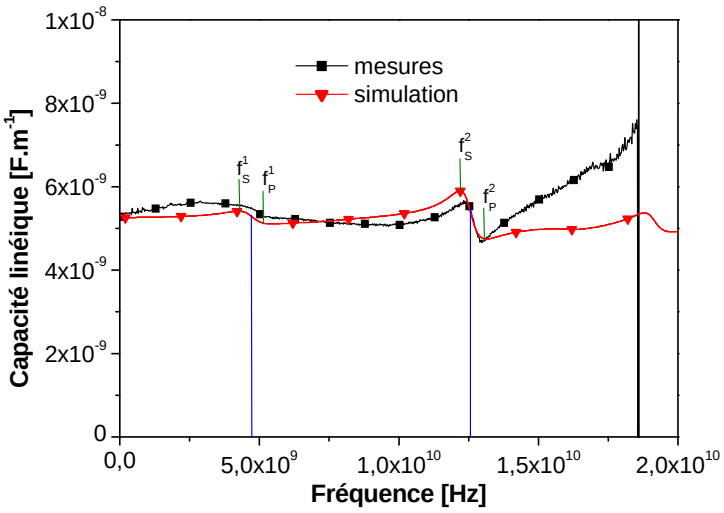


Figure 4-17 : Corrélation entre les valeurs mesurées de la capacité et les valeurs simulées selon un modèle acoustique 1D de Mason.

Une excellente corrélation est obtenue entre les valeurs simulées et mesurées jusqu'à 15 GHz, ce qui confirme le caractère acoustique de ces deux résonances. De plus, pour chaque résonance, nous pouvons extraire les valeurs des fréquences de résonance séries f_S et parallèles f_P qui correspondent respectivement au maximum et au minimum avant et après la résonance. Ces valeurs sont résumées dans le Tableau 4-4.

Tableau 4-4 : Fréquences de résonance séries f_S et parallèles f_P pour les deux résonances acoustiques.

Résonance @	4,8 GHz	12,6 GHz
Fréquence de résonance série f_S	4,4 GHz	12,3 GHz
Fréquence de résonance parallèle f_P	5,5 GHz	13,3 GHz

En jouant sur les différents paramètres de l'empilement (nombres de couches, épaisseurs), ces résonances peuvent être déplacées afin de les faire apparaître à des fréquences souhaitées.

c. Résultats très large bande

A partir de l'extraction très large bande des paramètres RLCG linéiques des lignes de transmission, la permittivité ε_r et les pertes tan δ sont calculées et comparées aux résultats à basses et moyennes fréquences. Grâce à cela, des caractéristiques très large bande, de 10^{-3} Hz à 20 GHz, sont obtenues et présentées dans la Figure 4-18.

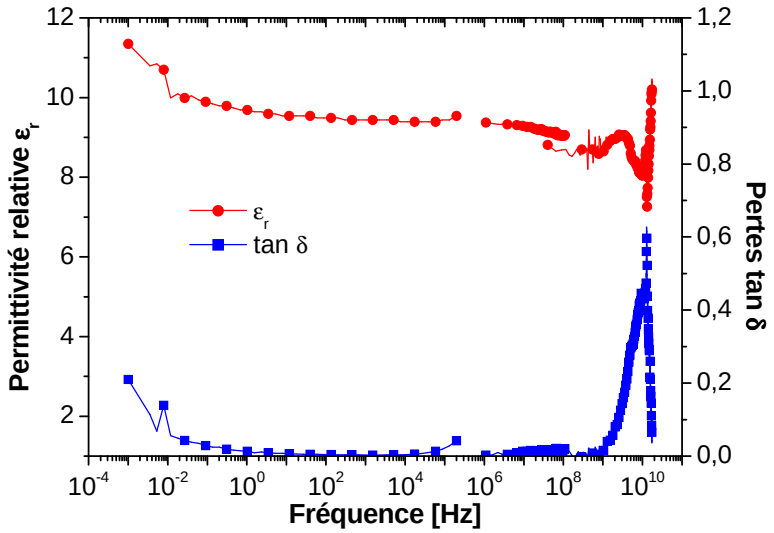


Figure 4-18 : Caractéristiques très large bande de la permittivité relative et de la tangente de pertes de la couche de 100 nm d'AlN. Des valeurs moyennes aux alentours de 9 pour la permittivité relative et de 10^{-2} pour les pertes sont obtenues. La résonance acoustique à 12 GHz est bien mise en évidence.

Au niveau de la permittivité relative, la valeur est stable aux alentours de 9 sur toute la gamme de fréquence. Les deux résonances acoustiques vers 5 et 13 GHz entrainent une variation et la relaxation diélectrique à très basse fréquence induit une augmentation de ε_r. Pour les pertes, les remarques sont identiques : remontée à très basses fréquences, conséquence de la relaxation diélectrique et pics à 5 et 13 GHz conséquences des résonances acoustiques. Entre ces deux domaines, la valeur est stable aux alentours de 4.10^{-3} à 10 kHz et 10 MHz et de 1.10^{-2} à 1 GHz.

5. Caractérisation large bande de capacités MIM

En couplant aux mesures sur les capacités en basses et moyennes fréquences, les mesures sur les capacités parallèles en hautes fréquences, nous pouvons obtenir le comportement de ce composant réalisé avec de l'AlN sur une très large bande de fréquence, de 10^{-3} Hz à 20 GHz.

Tout d'abord, à partir des paramètres S d'une capacité parallèle à deux ports de 2500 μm^2 de surface, un de-embedding de type Van Damne [27] est appliqué afin d'extraire les valeurs de la capacité C et de la conductance G du composant. Dans la Figure 4-19, nous présentons ces valeurs extraites de C et G de 40 MHz à 10 GHz.

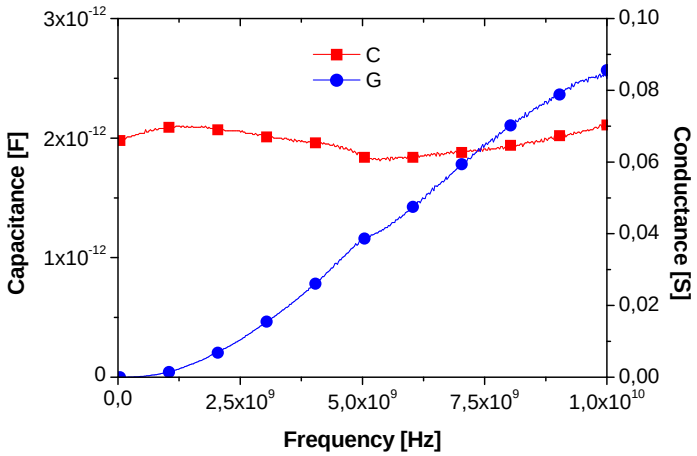


Figure 4-19 : Extraction de la capacité C et de la conductance G en hautes fréquences (de 40 MHz à 10 GHz) sur une capacité parallèle de 2500 µm² de surface.

Une valeur de 2 pF est obtenue sur toute la longueur du spectre. Le léger pic de conductance à 5 GHz témoigne de la résonance acoustique provoquée par l'empilement complet.

En couplant avec les mesures à basses et moyennes fréquences, nous pouvons référencer les valeurs de capacité C avec la densité surfacique C_S pour s'affranchir des différences dans les surfaces mesurées selon les gammes de fréquences balayées. La Figure 4-20 montre les caractéristiques de la conductance G et de la capacité surfacique C_S sur une très large bande, de 10^{-3} Hz à 10 GHz.

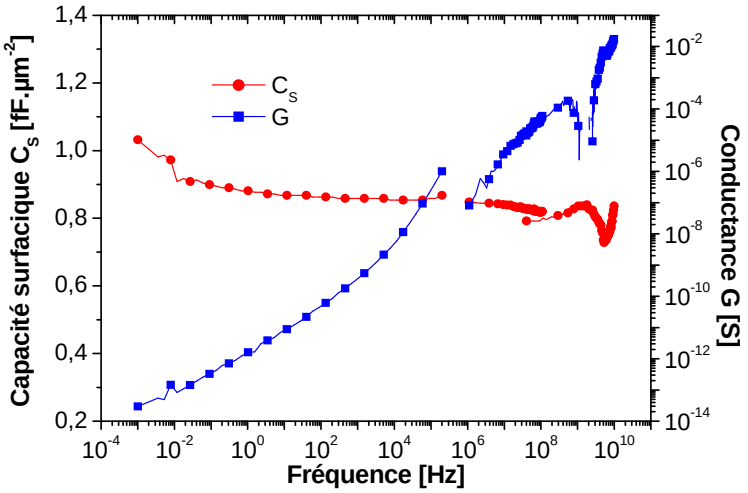


Figure 4-20 : Caractéristique très large bande d'une capacité MIM à base d'AlN. La densité surfacique C_S et la conductance G de la structure sont extraites de 10^{-3} Hz à 10 GHz. Une capacité surfacique de 0,9 fF.µm^{-2} est obtenue jusqu'à 10 GHz.

La conductance varie continument avec la fréquence et la densité surfacique est stable à 0,9 fF.µm^{-2}. A 1 GHz et pour une valeur de capacité de 2 pF, le facteur de qualité est de 670, c'est-à-dire très supérieur à la valeur de 50 demandée par l'ITRS pour les capacités MIM RF.

6. Tableau récapitulatif

Le nitrure d'Aluminium a été caractérisé de manière « in-situ » et sur une très large bande de fréquences, de 10^{-3} Hz à 20 GHz en utilisant différents dispositifs de caractérisation. Une permittivité relative moyenne de 9 a été extraite sur toute la gamme de fréquence. Une relaxation diélectrique à très basses fréquences et deux résonances acoustiques à 4,8 et 12,6 GHz ont également été mises en évidence. Ensuite, des dispositifs MIM à base d'AlN ont été évalués et le tableau récapitulatif suivant permet de confronter nos résultats aux spécifications ITRS dans des capacités MIM RF.

Avec une épaisseur de 100 nm d'épaisseur, la densité surfacique est assez faible (inférieure à 1 fF.µm^{-2}) et les courants de fuites sont assez élevés (supérieurs à 500 nA.cm^{-2}). En diminuant l'épaisseur à 30 nm, la densité surfacique augmenterait à 3 fF.µm^{-2} mais les fuites seraient dégradées. D'un autre côté, le coefficient de linéarité en température est assez faible (légèrement plus que 50 ppm.°C^{-1}) et le facteur de qualité à 1 GHz excellent (supérieur à 600 !). Mais, si l'AlN ne semble pas le meilleur candidat pour des applications capacités MIM RF, les résonances acoustiques, supérieures à 10 GHz, sont très intéressantes pour des applications futures. Notamment pour des résonateurs utilisés pour des applications dont les fréquences sont supérieures à 10 GHz.

Tableau 4-5 : Récapitulatif des résultats obtenus pour le nitrure d'Aluminium AlN et comparaison avec les spécifications ITRS pour les MIM RF.

Epaisseur [nm]	ITRS	100
Champ de claquage E_{bd} [MV.cm^{-1}]	-	7,5
Permittivité relative ε_r @ 1 GHz	-	9
Tangente de pertes tan δ @ 1 GHz	-	1.10^{-2}
Densité surfacique C_S [fF.µm^{-2}]	> 7	0,8
Facteur de qualité Q @ 1 GHz	> 50	670
Tension de claquage V_{bd} [V]	> 10	75
Fuites *I* @ 5 V et 125 °C [nA.cm^{-2}]	< 10	520
Linéarité en tension α [ppm.V^{-2}]	< 100	-
Linéarité en température α_T [ppm.°C^{-1}]	< 100	54

De plus, une étude complémentaire non présentée dans ce manuscrit, a permis de caractériser le matériau en configuration massive, épaisseur de 1 µm, dans le sens transversal (champ électrique horizontal selon x ou 1), grâce à des lignes coplanaires. Cette direction d'excitation permet d'obtenir des résonances de type « Lateral Field Excitation » ou LFE grâce au terme d_{15} du tenseur mécanique du matériau piézoélectrique [24]. Deux résonances, à 3,9 et 6,4 GHz, ont été mises en évidence et expliquées théoriquement. Au final, l'AlN est complètement caractérisé : du matériau massif au matériau intégré et jusqu'au composant MIM, et dans les sens longitudinaux et transversaux [28].

III. Caractérisation du TiTaO

Le second matériau « amont » caractérisé est l'oxyde de Titane TiO_2 dopé au Tantale, TiTaO, déposé par PVD à l'IMN à Nantes et de composition $Ti_{0.28}Ta_{0.19}O_1$. Après un état de l'art sur ce diélectrique et l'intérêt du dopage, la fabrication des échantillons et l'empilement réalisé sont montrés. Les premiers résultats de caractérisation de ces couches, analyses physico-chimiques et mesures électriques et large bande, sont ensuite présentés.

1. Introduction

a. Combinaison de diélectriques

Dernièrement, un grand intérêt a été porté sur les oxydes métalliques dopés entre eux de type $M^1_xM^2_yO_z$ afin d'améliorer les propriétés diélectriques par rapport au composé standard. Les objectifs sont multiples. La constante diélectrique ε_r peut être augmentée par l'ajout d'un élément ayant une grande polarisabilité, comme le Titane [29]. Les densités de courants de fuites *J* de la structure sont diminuées en incorporant un élément ayant un plus grand gap, comme du Silicium [30] ou de l'Aluminium [31]. La linéarité en tension α de l'empilement complet est également réduite en couplant des matériaux ayant une courbure négative, comme Y_2O_3 [32] ou SiO_2 [30], avec des matériaux ayant une courbure positive, comme les HfO_2, ZrO_2 [33] ou HfTiO [32]. Le choix dépend au final de l'application visée.

Par exemple, pour des applications de type mémoires FLASH, des diélectriques ayant une permittivité relative entre 9 et 30 mais une large bande interdite, supérieure à 6 eV, sont requis. L'alumine Al_2O_3 est alors présenté comme le diélectrique de référence et donc des composés à base d'aluminates ou dopés avec des terres rares sont étudiés [34,35]. D'un autre côté, pour des capacités MIM pour des applications mémoires de type DRAM, la diminution des dimensions pousse à trouver des diélectriques avec une permittivité relative supérieure à 50 couplés à un mode de dépôt de type ALD ou AVD [36,37,38]. De nombreux composés à base d'Hafnium, de Zirconium ou de pérovskytes basées sur du Strontium ou du Baryum et dopés au Tantale, Titane ou Niobium sont prometteurs [35]. Des solutions pour des technologies jusqu'à 30 nm ont déjà été démontrées grâce à des capacités à base de bicouches de type Al_2O_3 / HfO_2 ou Al_2O_3 / ZrO_2 [39,40]. Pour des technologies inférieures à 30 nm, des matériaux à base de TiO_2 sont d'excellents candidats, notamment le $SrTiO_3$ cristallin combiné avec des électrodes à fort travail de sortie [41].

De nombreuses études ont été faites à partir de composés d'Hafnium, de Tantale, d'Aluminium et de Zirconium. Dans le Tableau 4-6, nous présentons une liste non exhaustive d'exemples de travaux réalisés et de résultats obtenus sur ces combinaisons de diélectriques.

Tableau 4-6 : Récapitulatif des performances électriques de quelques mélanges de diélectriques récemment étudiés.

Composé	Densité C_S [fF.µm^{-2}]	Permittivité ε_r	Fuites J [nA.cm^{-2}]	Linéarité α [ppm.V^{-2}]	Année	Référence
$AlTiO_x$	10	15	10^{+9} @ 1 V	2051	2002	[42]
$AlTaO_x$	10	18	$3{,}6.10^{+3}$ @ 1 V	130	2003	[43]
Tb 4 %-HfO_2	13,3	21	2.10^{+2} @ 3,3 V	3000	2003	[44]
TaZrO	12	14	5 @ 1 V	1236	2006	[45]
SrTaO	10	20	~ 10 @ 3 V	300	2006	[46]
$Sr_2Ta_2O_{7-\delta}$	5,5	18,6	7 @ 2 V	80	2008	[47]
BiTaO	10	50	~ 10 @ 3 V	600	2006	[46]
$TiSiO_4$	8,2	16,5	10 @ 2 V	600	2007	[30]
$HfAlO_x$	3,5	19	$7{,}9.10^{+3}$ @ 2,4 V	143	2009	[31]
$Zr_{1-x}Al_xO_2$	32,9	33,4	2 @ 1 V	?	2009	[48]
HfTiO	15,5	22,9	3.10^{+3} @ 1 V	3136	2010	[32]
$ZrTiO_4$	29,1	49,4	$1{,}3.10^{+2}$ @ -2 V	2341	2009	[49]
HfSiO	12,1	5	8 @ 5 V	?	2010	[50]
ZrSiO	14,3	8,1	7 @ 5 V			
HfZrLaO	50,7	17,2	$9{,}3.10^{+8}$ @ 1 V	?	2010	[51]

Ce tableau dresse un état des recherches à un instant t. De nombreuses études sont encore en cours pour trouver de nouvelles combinaisons de diélectriques afin de satisfaire les spécifications des applications visées. Nous pouvons également mentionner les composés à base d'$Hf_xZr_{1-x}O$ qui sont très étudiés car ses constituants primaires, HfO_2 et ZrO_2, sont déjà bien implantés dans l'industrie microélectronique [52,53,54].

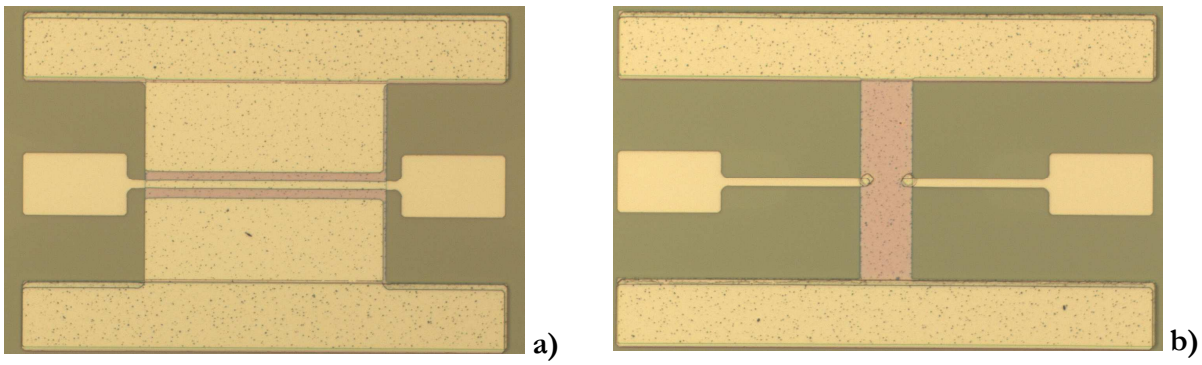
b. L'oxyde de Titane Tantale, TiTaO

Nous nous intéressons maintenant à l'oxyde Titane Tantale, $Ti_xTa_yO_z$ que nous n'avons pas mentionné dans le tableau précédent. Le TiO_2, avec une constante diélectrique très grande de l'ordre de 80 [55], peut sembler être un excellent candidat pour l'isolant de capacités MIM. Mais ses courants de fuites sont beaucoup trop élevés pour les applications visées [56]. À l'inverse, le Ta_2O_5 présente une permittivité moyenne plus faible, de l'ordre de 25, mais des courants de fuites beaucoup plus faibles [57] et une faible linéarité en tension α. En ajoutant du TaO dans la matrice de TiO, la cristallisation du TiO est alors bloquée et les courants de fuites sont drastiquement réduits [58]. De plus, afin de réduire encore plus les courants de fuites dans ces structures, car le TiTaO présente un faible gap, des électrodes avec un métal présentant un fort travail de sortie comme l'Iridium, 5,2 eV, peuvent être utilisées comme proposé dans [59].

La fabrication des capacités MIM à base de TiTaO a déjà été démontrée [59,60], une densité surfacique de 23 fF.µm^{-2} a été obtenue, avec une permittivité relative d'environ 39 et un facteur de qualité de 120 à 1 GHz [56].

2. Réalisation des échantillons avec du TiTaO

Le TiTaO est déposé par PVD Magnétron d'une cible de TiTaO sur l'électrode inférieure en Aluminium présentant les motifs de caractérisation. Les paramètres de dépôts sont une puissance de 350 W et une température de 350 °C. Trois épaisseurs ont été déposées : 50, 100 et 175 nm, à une vitesse de 2,8 $nm.min^{-1}$. Ces dépôts sont effectués chez l'industriel MHS à Nantes. Après étalonnage de la gravure IBE du TiTaO, une vitesse de gravure de 7,3 $nm.min^{-1}$ a été obtenue avec les paramètres suivants : pression d'Argon de $1,4.10^{-4}$ Torr et puissance RF de 500 W. Les résultats de fabrication des échantillons sont montrés sur les deux photographies de la Figure 4-21 suivante, une fois toutes les étapes réalisées.



a) **b)**

Figure 4-21 : Résultats de fabrication des échantillons intégrant du TiTaO. En (a), une ligne de transmission de 10 µm de large et de 200 µm de long est présentée. En (b), un motif « SHORT » avec les deux vias réalisés à l'IBE est montré.

Les motifs sont très bien sortis et l'alignement est meilleur que pour les échantillons intégrant du Si_xN_y présentés précédemment. Une fois ces trois échantillons réalisés, les caractérisations physico-chimiques et électriques peuvent être menées.

3. Caractérisation physico-chimique du TiTaO

Tout d'abord, des mesures d'éllipsométrie ont permis de mesurer exactement les épaisseurs de diélectrique. Les valeurs obtenues sont de 478, 932 et 1570 Å. Ces valeurs sont obtenues avec les paramètres suivants : énergie de gap de 3,6 eV et indice de réfraction n de 2,3 à une longueur d'onde de 632 nm.

Ensuite, une étude XPS sur l'échantillon présentant 100 nm de TiTaO est menée afin de connaître l'état des liaisons dans la couche et obtenir une idée de la composition. Les premiers fits XPS sont montrés dans la Figure 4-22 pour les liaisons 1s du Carbone et de l'Oxygène, 4f du Tantale et 2p du Titane. Des études sont encore en cours pour affiner ces résultats.

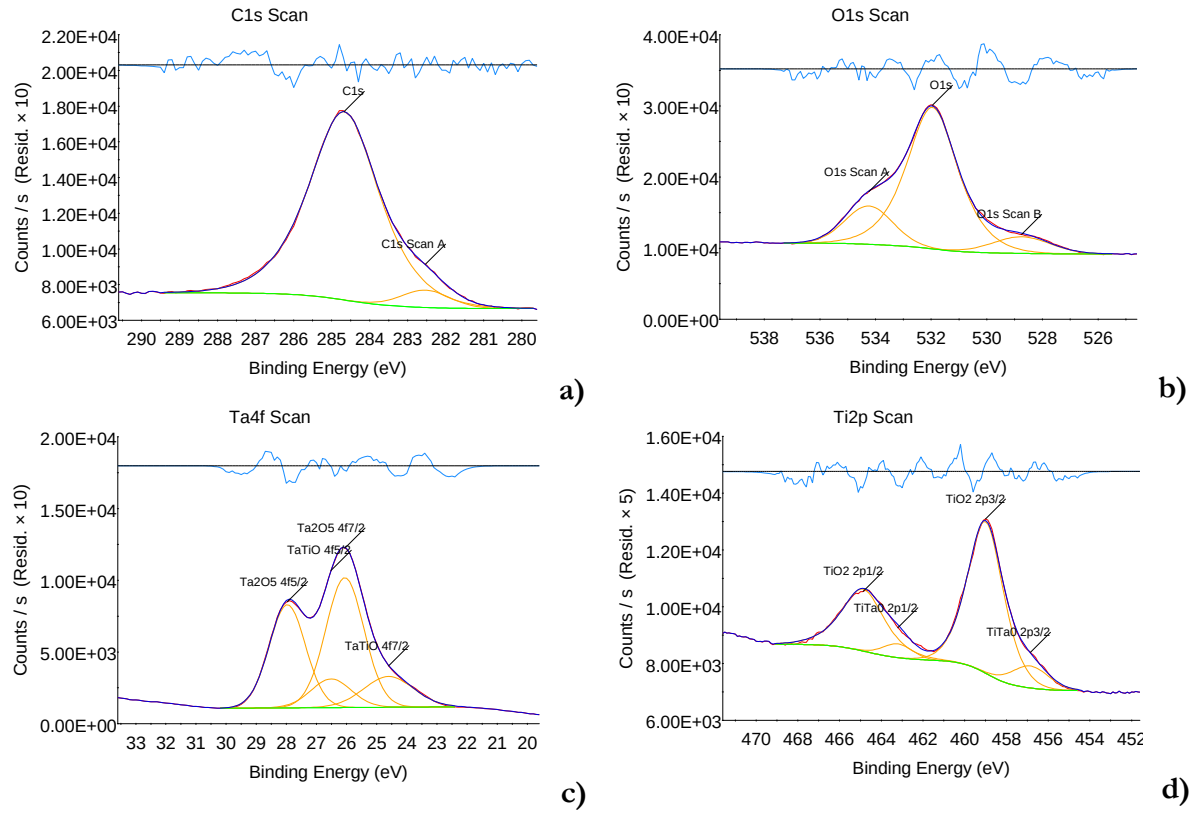


Figure 4-22 : Résultats d'extraction XPS sur l'échantillon intégrant 100 nm de TiTaO. En (a), les pics liés au Carbone, en (b), les pics liés à l'Oxygène, en (c), les pics liés au Tantale et en (d), les pics liés au Titane.

Le pic du Carbone à 285 eV est le résultat de la pollution de surface et permet de recentrer les mesures XPS des autres éléments. En ce qui concerne l'Oxygène, le pic principal correspond à l'élément pur et les deux sous-pics traduisent la liaison avec d'autres éléments. Pour le Tantale, deux séries de deux pics couplés sont présents. Un premier couple correspond à la liaison Ta_2O_5 et l'autre peut être soit relié à une liaison TiTa soit à une sous-oxydation du TaO_x. La couche n'est donc peut-être pas seulement constituée de TiO_2 et de Ta_2O_5 mais également d'un composé mixte. De même, pour les pics du Titane, deux séries de deux pics couplés sont également présentes, correspondant au composé TiO_2 et à une liaison TiTa ou une sous-oxydation du TiO_x. De plus, dans [61], le remplacement des lacunes d'Oxygène par du Titane ou du Tantale est observé, mais pour des valeurs de dopage plus faible (10 %).

Enfin, des analyses de réflexion de rayons X, XRR et de diffraction de rayons X, XRD, sont en cours afin de terminer les caractérisations physiques de ce diélectrique. Une première conclusion de l'étude XRR est que le TiTaO est amorphe.

4. Caractérisations électriques du TiTaO

a. Caractéristiques large bande de la permittivité et des pertes

En couplant les mesures à basses (en bleu), moyennes (en vert) et hautes fréquences (en rouge), la permittivité relative et la tangente de pertes sont calculées sur une très large bande, de 10^{-3} Hz à 30 GHz pour chaque épaisseur.

En hautes fréquences, l'extraction des paramètres RLCG a été faite sur des lignes micro-ruban de 10 µm de large et de 1000 et 200 µm de long avec les procédures de de-embedding présentées dans le chapitre précédent. A partir de ces paramètres électriques, les caractéristiques électriques du diélectrique sont ensuite extraites.

Nous présentons dans la Figure 4-23 suivante les caractéristiques électriques d'un film de 50 nm de TiTaO dans une structure MIM.

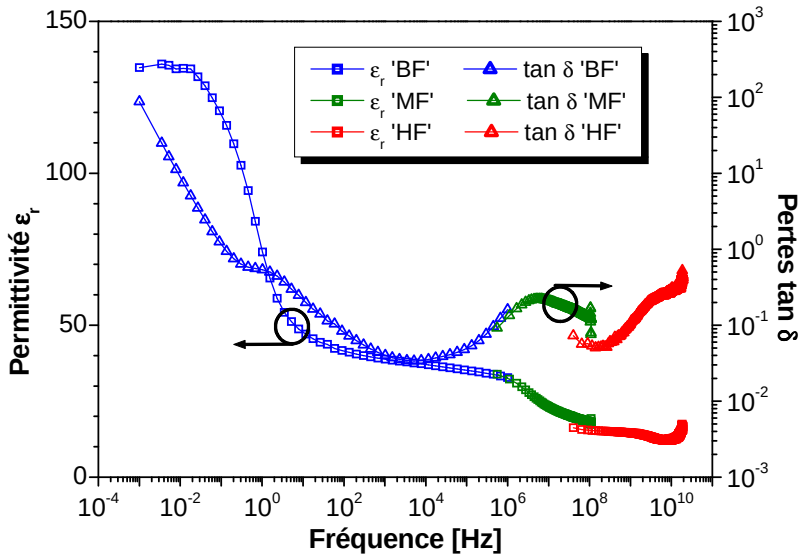


Figure 4-23 : Caractéristiques très large bande de la permittivité relative (carrés) et de la tangente de pertes (triangles) de l'échantillon intégrant 50 nm de TiTaO.

Ensuite, nous présentons dans la Figure 4-24 suivante les caractéristiques électriques d'un film de 100 nm de TiTaO dans une structure MIM.

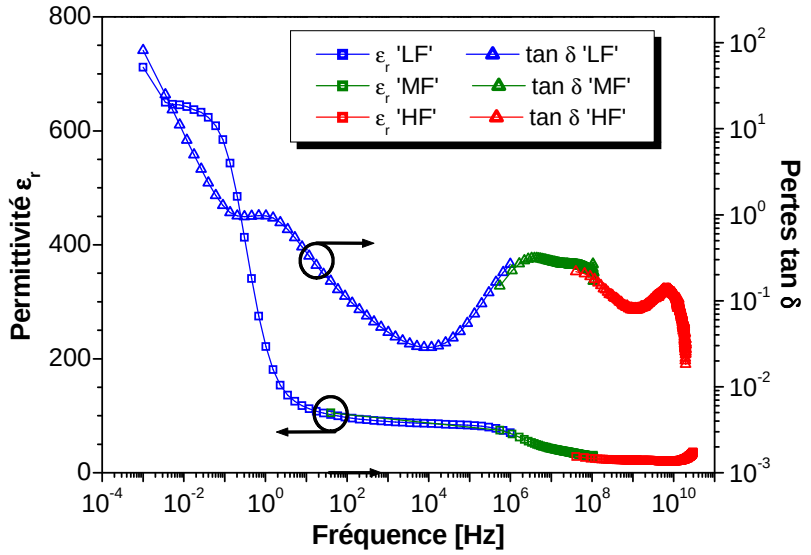


Figure 4-24 : Caractéristiques très large bande de la permittivité relative (carrés) et de la tangente de pertes (triangles) de l'échantillon intégrant 100 nm de TiTaO.

Et enfin, nous présentons dans la Figure 4-25 suivante les caractéristiques électriques du dernier film de 175 nm de TiTaO dans une structure MIM.

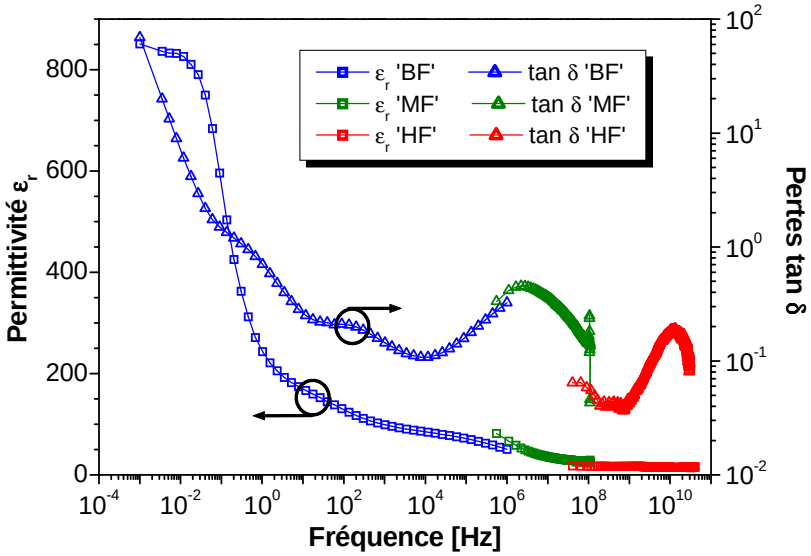


Figure 4-25 : Caractéristiques très large bande de la permittivité relative (carrés) et de la tangente de pertes (triangles) de l'échantillon intégrant 175 nm de TiTaO.

Un excellent accord entre les trois techniques de mesure est obtenu, selon les gammes de fréquences, tant pour la permittivité relative (les carrés) que pour la tangente de pertes (les triangles). Plusieurs effets se produisent tout au long de la gamme de fréquence. En très basses fréquences (inférieures à 10 Hz), une relaxation diélectrique, probablement liée aux charges d'espace, ou aux interfaces, ou à des phénomènes de conduction lente des ions, est mise en évidence par une forte augmentation de la constante diélectrique et de la tangente de pertes. Aux alentours de 1 à 100 MHz, une seconde relaxation diélectrique se produit. Elle se traduit par un

pic au niveau de la tangente de pertes et une diminution de la permittivité relative. Cette relaxation, étant donnée la zone fréquentielle où elle se produit, semble reliée aux dipôles, comme mentionné dans les courbes théoriques présentées en [62]. Une autre hypothèse serait le côté granulaire du TiTaO qui pourrait entraîner une relaxation due à des phénomènes d'interfaces de joints de grain. Des mesures complémentaires, notamment en température et en microscopie électronique en transmission, doivent être effectuées afin de définir clairement les origines de ces phénomènes. Ensuite, en hautes fréquences (supérieures à 1 GHz), la permittivité reste stable. Les pertes augmentent légèrement mais cela peut être une conséquence des mesures car l'extraction des pertes est difficile au-delà de 10 GHz, surtout pour des films aussi minces.

Dans le Tableau 4-7, les valeurs calculées de permittivité relative et de tangente de pertes pour différentes fréquences, 10 kHz – 10 MHz – 10 GHz, sont résumées.

Tableau 4-7 : Récapitulatif des caractéristiques électriques des échantillons intégrant du TiTaO selon la gamme de fréquence étudiée.

Fréquence	50 nm		100 nm		175 nm	
	ε_r	tan δ	ε_r	tan δ	ε_r	tan δ
10 kHz	37	0,04	86	0,03	84	0,11
10 MHz	23	0,21	42	0,29	35	0,36
10 GHz	13	0,29	20	0,12	15	0,18

Entre 10 kHz et 10 GHz, la valeur de la permittivité relative du matériau a chuté de 65 % pour l'épaisseur de 50 nm, de 77 % pour l'épaisseur de 100 nm et de 82 % pour l'épaisseur de 175 nm ! La chute de permittivité dépend donc de l'épaisseur de diélectrique car la valeur initiale est plus faible pour de faibles épaisseurs alors que la valeur finale tend à être identique pour les trois épaisseurs. C'est sûrement une raison pour laquelle, dans les publications précédentes sur ce matériau et pour de faibles épaisseurs, inférieures à 41 nm [58,59,60], ce phénomène de relaxation dipolaire n'était pas visualisé. Nous pouvons remarquer dans [56] que la relaxation liée aux charges d'espace à très basses fréquences semble présente, sans être commentée.

b. Relaxations diélectriques et impact de la température

Afin de caractériser la relaxation liée à très basses fréquences, une étude en température a été menée. Pour l'échantillon intégrant 100 nm de TiTaO, les mesures à basses fréquences de 10^{-2} Hz à 1 MHz ont été faites à six températures différentes : 25, 50, 75, 100, 125 et 150 °C. La permittivité relative et la tangente de pertes sont ainsi caractérisées en fonction de la température et de la fréquence. Les résultats pour la permittivité sont reportés dans la Figure 4-26.

Nous pouvons remarquer que la température a pour effet de déplacer la relaxation diélectrique vers des fréquences plus élevées et que le palier de permittivité apparait donc plus tôt en fréquence. De plus, ce palier dépend également de la température dans le sens où la permittivité maximale atteinte augmente avec la température.

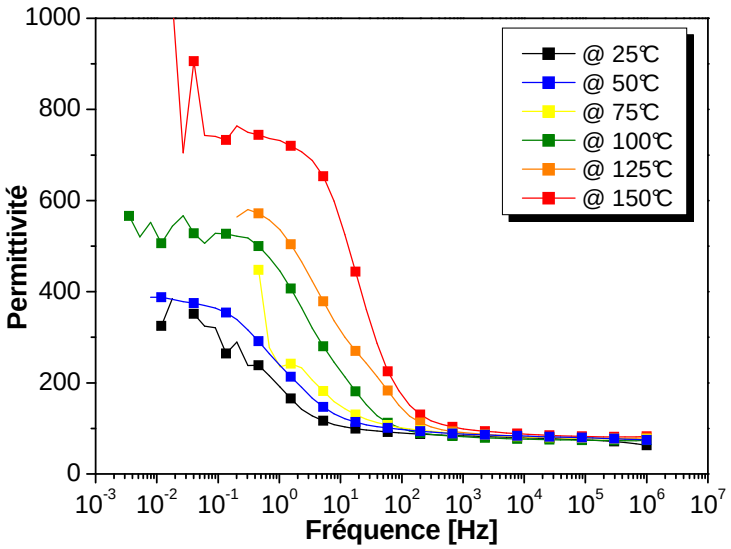


Figure 4-26 : Effet de la température en basses fréquences sur la caractéristique de la permittivité relative de l'échantillon intégrant 100 nm de TiTaO.

Comme proposé en [22], l'énergie d'activation de la relaxation est calculée selon une loi d'Arrhenius. Une valeur de 0,23 eV est obtenue.

De plus, le coefficient de linéarité en température α_T peut également être calculé ; à 10 kHz, une valeur de 2711 ppm.°C^{-1} est obtenue, bien supérieure à la valeur de 558 ppm.°C^{-1} également calculée à 10 kHz dans [60] mais pour une épaisseur de 17 nm.

D'autres études en température et en hautes fréquences seront réalisées prochainement. L'idée est de caractériser plus en détail la relaxation liée aux dipôles qui est fortement dépendante de la température [62].

c. Dépendance de la permittivité avec l'épaisseur

Afin de caractériser l'effet de l'épaisseur sur la valeur de la constante diélectrique, la Figure 4-27 montre les caractéristiques très large bande de la permittivité relative pour les trois épaisseurs. Cette dépendance de la permittivité avec l'épaisseur a déjà été observé par [63] sur des composés de type $BaTiO_3$ et $SrTiO_3$. En basses fréquences, cette différence de valeur de permittivité est bien marquée puis elle diminue au fur et à mesure que la fréquence augmente. La valeur du palier lié à la relaxation des charges d'espace augmente également avec l'épaisseur : de 135 pour 50 nm à 850 pour 175 nm. En hautes fréquences, après la relaxation liée aux dipôles, les trois valeurs de permittivité pour les trois épaisseurs tendent bien à devenir identiques.

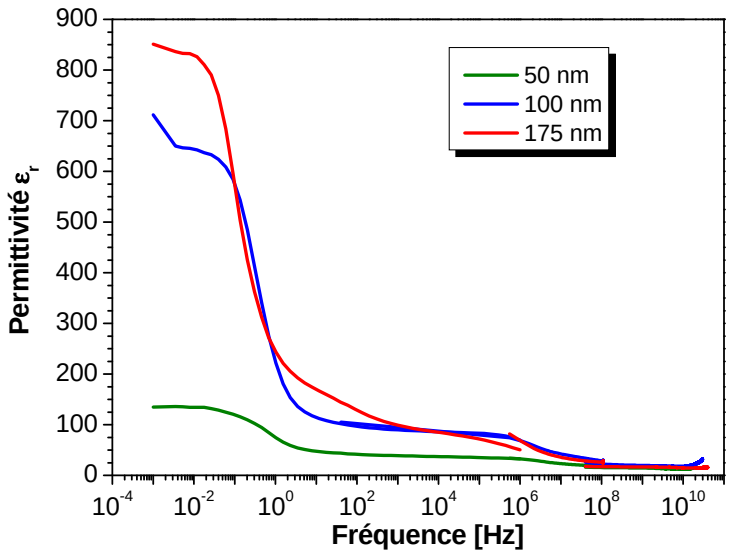


Figure 4-27 : Dépendance fréquentielle et avec l'épaisseur de la permittivité relative des échantillons intégrant du TiTaO.

La dépendance de la permittivité avec l'épaisseur pourrait, à l'instar du $BaTiO_3$ et du $SrTiO_3$, provenir d'un caractère ferroélectrique de notre dépôt de TiTaO. Ce caractère ferroélectrique entrainerait par la même occasion la présence de relaxation dipolaire et leur dépendance avec la température à cause de la dépendance des domaines ferroélectriques avec la température, comme dans $BaTiO_3$ et comme l'a montré [64]. Mais notre matériau étant amorphe et comme il y a une différence de valence entre le Ti^{4+} et le Ta^{5+}, ce caractère ferroélectrique semble bizarre. Une autre explication serait la présence d'une couche d'interface en AlO_x de permittivité relative de l'ordre de 5 ou 6 qui aurait une plus forte influence sur l'extraction de la permittivité pour les faibles épaisseurs. Beaucoup de travail reste à faire.

IV. Conclusions

Nous avons montré dans ce chapitre que toute la méthodologie (technologie plus extractions) mise en place dans les chapitres deux et trois sont valables et applicables à différents diélectriques. Des valeurs de permittivités variées, des diélectriques déposés en configuration « in-situ » et en sandwich « métal/isolant/métal », des ferroélectriques ou des oxydes métalliques sont caractérisables sur une très large bande de fréquence grâce à notre méthodologie.

L'AlN a été caractérisé sur une très large bande de fréquence et des résonances acoustiques ont été mises en évidence. Le TiTaO a également été étudié et des relaxations de charges d'espace et dipolaires ont été soulignées. Des études sont toujours en cours sur ces deux matériaux. Une publication sur la caractérisation de l'AlN dans un journal est déjà parue [28] et deux autres sont en cours d'écriture, également sur l'AlN puis sur les résultats novateurs sur le TiTaO.

Références du quatrième chapitre :

[1] J. A. Babcock, S. G. Balster, A. Pinto, C. Dirnecker, P. Steinmann, R. Jumpertz and B. El-Kareh, "Analog Characteristics of Metal–Insulator–Metal Capacitors Using PECVD Nitride Dielectrics", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 22, no. 5, pp. 230-232, May 2001.

[2] M. Armacost, A. Augustin, P. Felsner,Y. Feng, G. Friese, J. Heidenreich, G. Hueckel, O. Prigge, and K. Stein, "A high reliability metal insulator metal capacitor for 0.18-μm copper technology," *IEDM Tech. Dig.*, pp. 157–160, 2000.

[3] T. Lacrevaz, B. Fléchet, A. Farcy, J. Torres, M. Gros-Jean, C. Bermond, T.T. Vo, O. Cueto, B. Blampey, G. Angénieux, J. Piquet, F. de Crécy, "Wideband frequency and in situ characterisation of high permittivity insulators (High-K) for H.F. integrated passives", *Microelectronic Engineering*, vol. 83, pp. 2184–2188, 2006.

[4] M. Racanelli *et al.*, "BC35: A 0.35 _m, 30 GHz, production RF BiCMOS technology," Proc. *IEEE Bipolar/BiCMOS Circuits Technol. Meeting*, pp. 125–128, Sept. 1999.

[5] A. Kar-Roy, C. Hu, M. Racanelli, C. A. Compton, P. Kempf, G. Jolly, P. N. Sherman, J. Zheng, Z. Zhang, and A. Yin, "High density metal insulator metal capacitors using PECVD nitride for mixed signal and RF circuits," in Proc. *IEEE Interconnect Technol. Conf. (IITC)*, pp. 245–247, 1999.

[6] S. Cremer *et al.*, "High Performances 3D Damascene MIM Capacitors Integrated in Copper Back-End Technologies", *IEEE BCTM* 13.5.

[7] D. M. Brown, P. V. Gray, F. K. Heumann, H. R. Philipp, E. A. Taft, "Properties of $Si_xO_yN_z$ films on Si", *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 115, no. 3, pp. 311-317, 1968.

[8] J. S. Thorp, A. B. Ahmad, B. L.J. Kulesza, T. G. Bushell, "The permittivity and dielectric loss of reaction-bonded silicon nitride", *Journal of Materials Science*, vol. 19, pp. 3680-3686, 1984.

[9] T. P. Ma "Making Silicon Nitride Film a Viable Gate Dielectric", *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 45, no. 3, March 1998.

[10] B. Blampey, M. Gallitre, A. Farcy, T. Lacrevaz, S. De Rivaz, C. Bermond, B. Fléchet, V. Jousseaume, A. Zenasni and P. Ancey, "Microwave characterization of porous SiOCH permittivity after integration dedicated to the 32 nm node", *Microelectronic Engineering*, vol. 87, pp. 329–332, 2010.

[11] M. Maeda, E.-I. Yamamoto, S.-I. Ohfuji and M. Itsumi, "Dielectric characteristics of a metal–insulator–metal capacitor using plasma-enhanced chemical vapor deposited silicon nitride films", *Journal of Vacuum Science (Technology B)*, vol. 17(1), pp. 201-204, 1999.

[12] J.-H. Lee, D.-H. Kim, Y.-S. Park, M.-K. Sohn and K.-S. Seo, "DC and RF Characteristics of Advanced MIM Capacitors for MMIC's Using Ultra-Thin Remote-PECVD SiN Dielectric Layers", *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, vol. 9, no. 9, pp. 345-347, 1999.

[13] T. Lacrevaz *et al.*, "High Frequencies Characterization of High-K Insulators and their Impact on Architectures of MIM Capacitors in Advanced Integrated Circuits", *COMMAD*, 2006.

[14] T. Lacrevaz, B. Fléchet, A. Farcy, J. Torres, M. Gros-Jean, C. Bermond, O. Cueto, B. Blampey, G. Angénieux, J. Piquet and F. de Crécy, "Wide band frequency and in situ characterization of high permittivity insulators (high-k) for high-speed integrated passives", *Microelectronic Engineering*, vol. 82, pp. 548–553, 2005.

[15] M. Clement, L. Vergara, J. Olivares, E. Iborra, J. Sangrador, A. Sanz-Hervas, C. Zinck, "SAW and BAW response of c-axis AlN thin films sputtered on platinum", *IEEE Ultrasonics symposium*, pp 1367-1370 (2004).

[16] E. Kerhervé, P. Ancey, M. Aid and A. Kaiser, "Les technologies BAW : évolution et applications au travers des projets européens STREP-IST", *GDR Ondes*, Besançon, Novembre 2005.

[17] K.M. Lakin, "Thin Film Resonator Technology", *Proceedings of the IEEE FCS-EFTF*, 2003.

[18] H.P. Loebl, M. Klee, C. Metzmacher, W. Brand, R. Milsomb and P. Lokc, *Mat. Chem. And Phys.*, vol. 79, no. 143, 2003.

[19] J. P. Bally, "Études de couches minces de molybdène et de nitrure d'aluminium en vue d'applications pour les filtres à ondes acoustiques de volume", soutenance de DRT, 2008.

[20] F. Engelmark, J. Westlinder, G. Fuentes Iriarte, I. V. Katardjiev and J. Olsson, "Electrical characterization of AlN MIS and MIM structures", *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 50, no. 5, 2003.

[21] A. J. Noreika, M. H. Francombe and S. A. Zeitman, "Dielectric properties of reactive sputtered films of aluminum nitride", *Journal of Vacuum Science Technology*, vol. 6, pp. 194-197, 1969.

[22] A. K Jonscher, "Dielectric relaxation in solids", J. Phys. D: Appl. Phys. 32, pp. 57-70, 1999.

[23] J.-P. Manceau, A. Bajolet, S. Cremer, M. Quoirin, S. Bruyere, A. Sylvestre and P. Gonon, "New capacitor parametric test methodology for process issues control", *Proc. Of the 37th European Solid State Device Research Conference*, pp. 398-401, 2007.

[24] J. F. Rosenbaum, "Bulk AcousticWave Theory and Devices", Norwood, MA: Artech House, 1988.

[25] A. Volatier, E. Defay, M. Aid, A. Nhari, P. Ancey and B. Dubus, "Switchable and tunable strontium titanate electrostrictive bulk acoustic wave resonator integrated with a Bragg mirror", *Applied Physics Letters*, vol. 92, 2008.

[26] K.M. Lakin, "High-Q Microwave Acoustic Resonators and Filters", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 41, pp. 2139-2145, 1993.

[27] E. P. Vandamme, D. M. M.-P. Schreurs and C. Van Dinther, "Improved three-step de-embedding method to accurately account for the influence of pad parasitics in silicon on-wafer RF test-structures", *IEEE Trans. on Electron Devices*, vol. 48, no. 4, pp. 737-742, 2001.

[28] T. Bertaud, E. Defay, C. Bermond, T. Lacrevaz, J. Abergel, B. Salem, S. Capraro, B. Fléchet, "Wideband frequency and in-situ characterization of Aluminum Nitride (AlN) in a Metal/Insulator/Metal (MIM) configuration", *Microelectronic Engineering* (in press), 2010.

[29] D. Brassard, D. K. Sarkar, M. A. El Khakania and 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 Technology A*, vol. 24, no. 3, pp. 600-605, May/Jun 2006.

[30] D. Brassard, L. Ouellet and M. A. El Khakani, "Room-Temperature Deposited Titanium Silicate Thin Films for MIM Capacitor Applications", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 28, no. 4, pp. 261-263, April 2007.

[31] M.K. Hota, C. Mahata, S. Mallik, B. Majhi, T. Das, C.K.Sarkar and C. K. Maiti "Characterization of RF Sputter Deposited $HfAlO_x$ Dielectrics for MIM Capacitor Applications", in *Proceedings of the 2nd International Workshop on Electron Devices and Semiconductor Technology*, 2009.

[32] B.-Y. Tsui, H.-H. Hsu and C.-H. Cheng, "High-Performance Metal–Insulator–Metal Capacitors With $HfTiO/Y_2O_3$ Stacked Dielectric", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 31, no. 8, pp. 875-877, August 2010.

[33] T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean and S. Blonkowski, "Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin ZrO_2 and HfO_2 films for integrated MIM capacitors", *Microelectronic Engineering*, vol. 87, pp. 301–305, 2009.

[34] S. Govindarajan *et al.*, "Higher Permittivity Rare Earth-Doped HfO_2 and ZrO_2 Dielectrics for Logic and Memory Applications", in *IEEE*, 2007.

[35] J.A. Kittl, K. Opsomer, M. Popovici, N. Menou, B. Kaczer, X.P. Wang, C. Adelmann, M.A. Pawlak, K. Tomida, A. Rothschild, B. Govoreanu, R. Degraeve, M. Schaekers, M. Zahid, A. Delabie, J. Meersschaut, W. Polspoel, S. Clima, G. Pourtois, W. Knaepen, C. Detavernier, V.V. Afanas'ev, T. Blomberg, D. Pierreux, J. Swerts, P. Fischer, J.W. Maes, D. Manger, W. Vandervorst, T. Conard, A. Franquet, P. Favia, H. Bender, B. Brijs, S. Van Elshocht, M. Jurczak, J. Van Houdt and D.J. Wouters, "High-k dielectrics for future generation memory devices", *Microelectronic Engineering*, vol. 86, pp. 1789–1795, 2009.

[36] M. Schumacher, P. K. Baumann and T. Seidel, "AVD and ALD as Two Complementary Technology Solutions for Next Generation Dielectric and Conductive Thin-Film Processing", *Chemical Vapor Deposition*, vol. 12 , no. 2-3, pp. 99-108, 2006.

[37] X. Garros, C. Leroux, D. Blin, J.-F. Damlencourt, A.-M. Papon and G. Reimbold, "Investigation of HFO_2 dielectric stacks deposited by ALD with a mercury probe", in *Proceedings of the 32nd European Solid-State Device Research Conference*, pp. 411-414, 2002.

[38] C. Wenger, M. Lukosius, I. Costina, R. Sorge, J. Dabrowski, H.-J. Müssig, S. Pasko and C. Lohe, "Investigation of atomic vapour deposited $TiN/HfO_2/SiO_2$ gate stacks for MOSFET devices", *Microelectronic Engineering*, vol. 85, pp. 1762–1765, 2008.

[39] K. Kim and G. Jeong, "Memory Technologies for sub-40 nm node", *Technical Digest IEDM*, pp. 27-30, 2007.

[40] T. Schloesser, F. Jakubowski, J. V. Kluge, A. Graham, S. Slesazeck, M. Popp, P. Baars, K. Muemmler, P. Moll, K. Wilson, A. Buerke, D. Koehler, J. Radecker, E. Erben, U. Zimmermann, T. Vorrath, B. Fischer, G. Aichmayr, R. Agaiby, W. Pamler, T. Schuster, W. Bergner and W. Mueller, "A $6F^2$ Burried Wordline DRAM Cell for 40 nm and Beyond", *Technical Digest IEDM*, pp.809–812, 2008.

[41] S. W. Lee, J. H. Han and C. S. Hwang, *Electrochemical and Solid–State Letters*, vol. 12, no. G 69, 2009.

[42] S. B. Chen, C. H. Lai, A. Chin, J. C. Hsieh and J. Liu, "High-Density MIM Capacitors Using Al_2O_3 and $AlTiO_x$ Dielectrics", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 23, no. 4, pp. 185-187, April 2002.

[43] M. Y. Yang, C. H. Huang, A. Chin, C. Zhu, M. F. Li and D.-L. Kwong, "High-Density MIM Capacitors Using $AlTaO_x$ Dielectrics", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 24, no. 5, May 2003.

[44] S. J. Kim, B. J. Cho, M.-F. Li, C. Zhu, A. Chin and D.-L. Kwong, "Lanthanide (Tb)-Doped HfO_2 for High-Density MIM Capacitors", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 24, no. 7, July 2003.

[45] N. Inoue, H. Ohtake, L. Kume, N. Furutake, T. Onodera, S. Saito, A. Tanabe, M. Tagami, M. Tada and M. Hayashi, "High Performance High-k MIM Capacitor with Plug-in Plate (PiP) for Power Delivery Line of High-Speed MPUs", in *Proceedings of the International Interconnect Technology Conference*, pp. 63-65, 2006.

[46] L. Goux, H. Vander Meeren and D. J. Wouters, "Metallorganic Chemical Vapor Deposition of Sr-Ta-O and Bi-Ta-O Films for Backend Integration of High-k Capacitors", *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 153, no. 7, pp. F132-F136, 2006.

[47] M. Lukosius, C. Wenger, S. Pasko, I. Costina, J. Da˛browski, R. Sorge, H.-J. Müssig and C. Lohe, "Atomic Vapor Deposition of Strontium Tantalate Films For MIM Applications", *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 55, no. 8, pp. 2273-2277, August 2008.

[48] W. Weinreich *et al.*, "Impact of interface variations on J–V and C–V polarity asymmetry of MIM capacitors with amorphous and crystalline $Zr_{(1-x)}Al_xO_2$ films", *Microelectronic Engineering*, vol. 86, pp. 1826–1829, 2009.

[49] Y.-H. Wu, B.-Y. Chen, L.-L. Chen, J.-R. Wu and M.-L. Wu, "Metal-insulator-metal capacitor with high capacitance density and low leakage current using $ZrTiO_4$ film", *Applied Physics Letters*, vol. 95, 2009.

[50] J. S. Meena, M.-C. Chu and F.-H. Ko, "Flexible MIM Capacitors Using Zirconium-Silicate and Hafnium-Silicate as Gate-Dielectric Films", *Nanoelectronics Conference* (INEC), 2010.

[51] C.H. Liu and H.W. Chen "Electrical characteristics and reliability properties of metal–oxide–semiconductor capacitors with HfZrLaO gate dielectrics", *Microelectronics Reliability*, vol. 50, pp. 599–602, 2010.

[52] D. H. Triyoso, R. I. Hegde, J. K. Schaeffer, D. Roan, P. J. Tobin, S. B. Samavedam, B. E. White Jr., R. Gregory and X.-D. Wang, "Impact of Zr addition on properties of atomic layer deposited HfO_2", *Applied Physics Letters*, vol. 88, 2006.

[53] D. H. Triyoso, R. I. Hegde, J. K. Schaeffer, R. Gregory, X.-D. Wang, M. Canonico, D. Roan, E. A. Hebert, K. Kim, J. Jiang, R. Rai, V. Kaushik, S. B. Samavedam and N. Rochat "Characteristics of atomic-layer-deposited thin $Hf_xZr_{1-x}O_2$ gate dielectrics", *Journal of Vacuum Science Technology B*, vol. 25, no. 3, pp. 845-852, May/June 2007.

[54] D. H. Triyoso, R. I. Hegde, J. Jiang, J. K. Schaeffer and M. V. Raymond, "Improved Electrical Properties of ALD $Hf_xZr_{1-x}O_2$ Dielectrics Deposited on Ultrathin PVD Zr Underlayer", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 29, no. 1, pp.57-59, January 2008.

[55] G.V. Samsonov, The Oxide Handbook, Plenum, New York, 1973.

[56] K. C. Chiang, C. H. Lai, A. Chin, H. L. Kao, S. P. McAlister and C. C. Chi, "Very high density RF MIM capacitor compatible with VLSI," in *Proceedings of the IEEE MTT-S Dig.*, Jun. 12–17, 2005.

[57] M. Thomas, A. Farcy, C. Perrot, E. Deloffre, M. Gros-Jean, D. Benoit, C. Richard, P. Caubet, S. Guillaumet, R. Pantel, M. Cordeau, J. Piquet, C. Bermond, B. Fléchet, B. Chenevier, J. Torres, "Reliable 3D Damascene MIM architecture embedded into Cu interconnect for a Ta_2O_5 capacitor record density of 17 fF/μm^2", in *Proceedings of VLSI Technology*, pp. 58-59, 2007.

[58] K. C. Chiang, Albert Chin, C. H. Lai, W. J. Chen, C. F. Cheng, B. F. Hung and C. C. Liao "Very High k and High Density TiTaO MIM Capacitors for Analog and RF applications", in *Proceedings of the Symposium on VLSI Technology Digest of Technical Papers*, pp.62-63, 2005.

[59] K. C. Chiang, C. C. Huang, A. Chin, W. J. Chen, S. P. McAlister, H. F. Chiu, J.-R. Chen and C. C. Chi, "High-k Ir/TiTaO/TaN Capacitors Suitable for Analog IC Applications", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 26, no. 7, pp. 504-506, July 2005.

[60] K. C. Chiang, C. H. Lai, A. Chin, T. J. Wang, H. F. Chiu, J.-R. Chen, S. P. McAlister and C. C. Chi, "Very High-Density (23 fF/μm^2) RF MIM Capacitors Using high-k TaTiO as the Dielectric", *IEEE Electron Device Letter*, vol. 26, no. 10, pp.728-730, October 2005.

[61] E. Atanassova, D. Spassov, A. Paskaleva, M. Georgieva and J. Koprinarova, "Electrical characterization of Ti-doped Ta_2O_5 stacked capacitors", *Thin Solid Films*, vol. 516, pp. 8684-8692, 2008.

[62] S. Bécu, "Etudes des non linéarités de permittivité de diélectriques utilisés en microélectronique, application aux capacités MIM", Thèse de doctorat, Université de Provence, 2006.

[63] J. Guillan, "Etude de capacités en couches minces à base d'oxydes métalliques à très forte constante diélectrique, $BaTiO_3$, $SrTiO_3$ et $SrTiO_3/BaTiO_3$ déposées par pulvérisation par faisceau d'ions", Thèse de doctorat, Laboratoire des Composants Radio Fréquence (CEA-LETI), Université de Joseph Fourier, décembre 2005.

[64] B. Matthias and A. Von Hippel, "Domain structure and dielectric response of barium titanate single crystals", *Physical Review*, vol. 73, no.11, pp. 1378–1384, 1948.

Chapitre Cinquième
Résultats pour des matériaux « matures »

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à des matériaux plus matures que ceux présentés dans le chapitre précédent. Ici, les dioxydes d'Hafnium HfO_2 et de Zirconium ZrO_2, déjà intégrés dans des procédés industriels, notamment en tant que diélectrique de grille des transistors MOS pour l'HfO_2, seront largement étudiés. Néanmoins, ces deux matériaux n'ont pas encore fait totalement leurs preuves dans le cadre d'une intégration dans des dispositifs passifs du BEOL, notamment pour réaliser des capacités MIM RF performantes.

Dans ce chapitre, les dispositifs mis à notre disposition pour caractériser ces oxydes ont été réalisés par un industriel, et non par nous-mêmes, et directement intégrés dans le réseau d'interconnexions. Le masque utilisé n'étant pas celui présenté au chapitre deux et ne présentant pas tous les dispositifs nécessaires à une caractérisation hyperfréquences complète, les marges de manœuvre sont plus limitées.

Dans un premier temps, nous présenterons les dispositifs et les méthodes utilisés afin d'extraire les propriétés électriques des diélectriques et des composants MIM. Ensuite, la permittivité et les pertes diélectriques sont extraites jusqu'à 5 GHz pour l'HfO_2 et le ZrO_2 et les performances des capacités MIM sont également calculées jusqu'à ces fréquences. La dernière partie se focalisera sur l'étude de l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM. Les résultats obtenus ont été valorisés par deux publications dans des revues internationales.



Sommaire du cinquième chapitre :

I. Mise en place des outils de caractérisation 145
1. Introduction 145
2. Échantillons et empilement 145
3. Dispositifs de test 146
a. Présentation des dispositifs 146
b. Méthodologie d'extraction 147

II. Caractérisation du dioxyde d'Hafnium HfO_2 148
1. Caractérisations électriques de l'HfO_2 149
a. Extraction du champ de claquage et des fuites 149
b. Calculs du mode de conduction du courant 151
c. Linéarité en tension des structures MIM 153
2. Caractéristiques en fréquences 154
a. Effet de la température en basses fréquences 154
b. Extraction très large bande de la permittivité et des pertes de l'HfO_2 155
c. Performances de la capacité MIM réalisée avec de l'HfO_2 156
3. Tableau récapitulatif 158

III. Caractérisation du dioxyde de Zirconium ZrO_2 158
1. Caractérisations électriques 159
a. Extraction du champ de claquage et des fuites 159
b. Calculs du mode de conduction du courant 161
2. Caractérisation fréquentielle du ZrO_2 162
a. Caractérisation très large bande du ZrO_2 via des lignes micro ruban 163
b. Effet de la température 164
c. Performances de la capacité MIM à base de ZrO_2 165
d. Estimation de la couche d'interface 167
3. Tableau récapitulatif 169

IV. Effet de la fréquence sur la linéarité en tension 170
1. Introduction 170
2. Caractéristiques $\Delta C(V)$ à différentes fréquences 171
3. Variation du VCC α avec l'épaisseur 173
4. Effet de la fréquence 173

V. Conclusions 178

I. Mise en place des outils de caractérisation

1. Introduction

Dans ce chapitre, deux matériaux « matures », les oxydes d'Hafnium et de Zirconium, HfO_2 et ZrO_2, sont étudiés. Ces matériaux ont pu être caractérisés grâce à des échantillons fournis par STMicroelectronics via une technologie déjà en production. Ces deux oxydes sont des matériaux étudiés pour remplacer l'oxyde de grille des transistors MOS en SiO_2. À ce titre, de nombreuses études on été faites sur ces matériaux pour des configurations en dépôt de couches minces (quelques nanomètres) sur silicium. Maintenant, dans le contexte des « Systems on Chip » (SoC) ou « Systems in Package » (SiP), les composants passifs sont directement intégrés dans les circuits microélectroniques. Des capacités de type « Métal – Isolant – Métal » (MIM) sont réalisées dans le « BEOL » et le diélectrique servant d'isolant de la capacité suit les mêmes contraintes que l'oxyde de grille des transistors MOS. Afin d'améliorer les performances des capacités MIM intégrés, ces deux oxydes, avec une largeur de bande interdite de l'ordre de 5,8 et 6 eV [1] et une constante diélectrique relative théorique vers 30 et 20, respectivement pour le ZrO_2 et l'HfO_2 [2], sont de bons candidats par rapport au SiO_2 ou au Si_3N_4 ou au Ta_2O_5 [3].

2. Échantillons et empilement

Les échantillons sont réalisés selon une architecture damascène en utilisant des procédés de fabrication industriels (dépôts et empilement). La vue en coupe de l'empilement est présentée dans la Figure 5-1 ci-après :

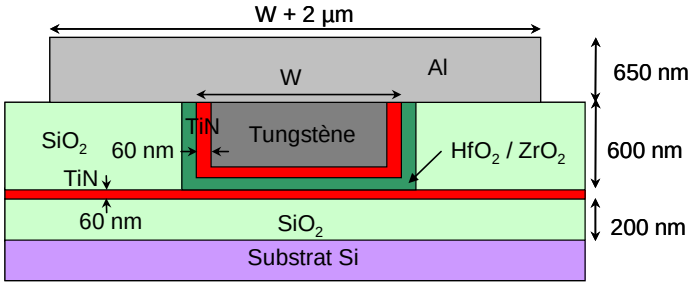


Figure 5-1 : Vue en coupe de l'empilement des structures testées

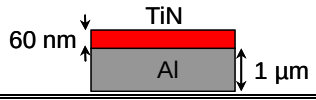
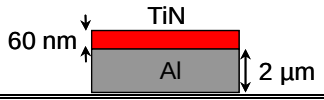
Le matériau à caractériser est directement intégré dans la configuration finale du composant, entre deux électrodes métalliques, et selon des procédés utilisés dans des lignes de production industrielle, afin d'effectuer une caractérisation « in-situ ». Dans le Tableau 5-1 ci-après, quelques caractéristiques des couches et des matériaux intervenant dans l'empilement sont présentées.

Tableau 5-1 : Caractéristiques des matériaux et couches mises en jeu dans l'empilement étudié.

Matériaux	Epaisseurs	Résistivité	Remarques
Al	650 nm	$R_{\square}$ = 4,8 Ω/□	métal
Tungstène	200 nm	$R_{\square}$ = 0.58 Ω.□$^{-1}$	métal
TiN supérieur	60 nm	$R_{\square}$ = 13.08 Ω.□$^{-1}$	métal
HfO_2 ou ZrO_2	-	isolant	0.6 nm d'interface
SiO_2 supérieur	600 nm	10^{14} - 10^{16} Ω.cm^{-1} [4]	ε_r ~ 3,9
TiN inférieur	60 nm	$R_{\square}$ = 12,22 Ω.□$^{-1}$	métal
SiO_2 inférieur	200 nm	10^{14} - 10^{16} Ω.cm^{-1} [4]	ε_r ~ 3,9
Si substrat	~ 500µm	(p type) 1-50 Ω.cm^{-1}	ε_r ~ 11,9

Pour chaque diélectrique, plusieurs échantillons comportant différentes épaisseurs déposées sont à notre disposition. Pour le ZrO_2, quatre échantillons avec quatre épaisseurs différentes sont réalisés : 10, 20, 32 et 45 nm. Pour l'HfO_2, les échantillons diffèrent à la fois par l'épaisseur de diélectrique et par la nature de l'électrode inférieure. En effet, sur cinq échantillons, seulement trois épaisseurs différentes sont testées dans les configurations présentées dans le Tableau 5-2 suivant :

Tableau 5-2 : Configurations de test pour les échantillons intégrant de l'HfO_2.

Epaisseur [nm]	Electrode 1 : 60 nm de TiN sur 1 µm d'Aluminium 	Electrode 2 : 60 nm de TiN sur 2 µm d'Aluminium 	Electrode 3 : 60 nm de TiN seulement (même configuration que pour le ZrO_2)
10	X	X	-
20	X	X	-
30	-	-	X

Nous avons donc la possibilité d'effectuer des caractéristiques en fonction de l'épaisseur, selon le type d'électrode inférieure et de comparer ces deux diélectriques.

3. Dispositifs de test

a. Présentation des dispositifs

Pour la caractérisation à basses et moyennes fréquences, des dispositifs identiques à ceux présentés dans le second chapitre sont disponibles sur le masque utilisé. Des capacités plot simples et des capacités parallèles à un port sans lignes d'accès sont présentes. Malheureusement, pour la caractérisation à hautes fréquences, les dispositifs à notre disposition ne sont pas ceux idéaux présentés dans le chapitre deux, notamment les dispositifs de de-embedding. Nous avons deux séries de dispositifs disponibles : des capacités parallèle à un port de différentes surfaces S : 100, 400, 2500 et 10000 µm² et des lignes micro-rubans de différentes largeurs W : 1, 3, 5 et 10 µm et longueurs L : 600, 1000, 2200, 4200 et 8200 µm. La Figure 5-2 permet d'apprécier les géométries mises en jeu grâce aux vues de dessus.

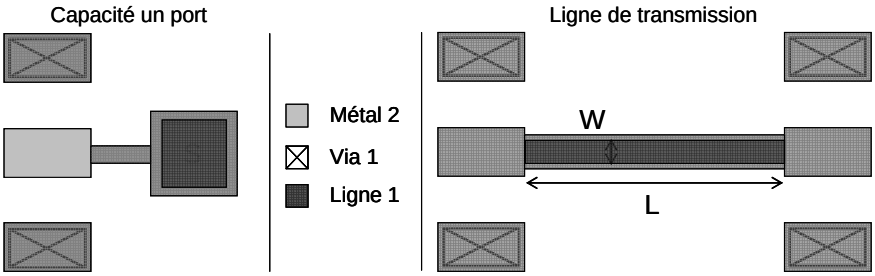


Figure 5-2 : Vue de dessus des dispositifs de caractérisation type capacité un port (à gauche) et ligne micro-ruban (à droite).

Les dispositifs de de-embedding à disposition sont des plots de contacts seuls, pour l'OPEN, et une ligne de transmission de largeur de 10 µm et de longueur de 200 µm, pour le THRU. Ces dispositifs hautes fréquences sont mesurés après un calibrage de type OSTL référencé à 50 **Ω** et effectué au niveau des sondes RF de mesure.

b. Méthodologie d'extraction

Les méthodologies de de-embedding et d'extraction pour ces échantillons diffèrent seulement pour les capacités parallèles à un port. La méthodologie utilisée consiste à déterminer l'impédance de la capacité vue au travers de la ligne d'accès et du plot de contact. Elle découle des techniques de de-embedding présentées dans le chapitre 3 appliquées à un DST à un port. Une reformulation des équations liées à l'extraction de la matrice Z du DST est détaillée ci-après. Cette méthode est classiquement appelée extraction par l'impédance ramenée. Le dispositif mesuré est décrit dans la Figure 5-3 comme la cascade du plot de contact, modélisé sous la forme d'une admittance, et de la ligne d'accès, caractérisée par son impédance caractéristique Z_C et son coefficient de propagation γ.

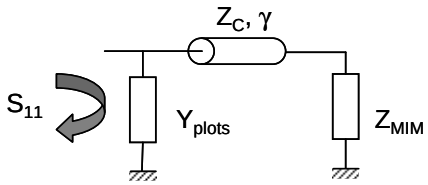


Figure 5-3 : Modèle du dispositif dans le cas d'une extraction via l'impédance ramenée.

Les caractéristiques de la ligne d'accès sont déterminées après un de-embedding des plots de contact (Y_{plots}) et la mesure de la matrice ABCD du THRU. L'impédance caractéristique Z_C et le coefficient de propagation γ de la ligne sont déduits de cette matrice via les relations suivantes :

$$\gamma = ar\cosh\left(\frac{D_{ligne}}{l_{ligne}}\right) \tag{5.1}$$

$$Z_C = \sinh\left(\frac{\gamma l_{ligne}}{C_{ligne}}\right) \tag{5.2}$$

Avec : l_{ligne} la longueur de la ligne THRU mesurée

C_{ligne} et D_{ligne} les termes de la matrice ABCD de la ligne THRU

La mesure du paramètre de réflexion S_{11} permet de déterminer l'impédance Z_E vue au niveau des pointes de mesure par la relation ci-après :

$$Z_E = \left[\frac{1-S_{11}}{50\cdot(1+S_{11})}\right]^{-1} \tag{5.3}$$

Ensuite, l'impédance Z_{MIM} de notre capacité est donnée par la relation suivante :

$$Z_{MIM} = \frac{Z_C \tanh\left(\frac{\gamma l_{ligne}}{2}\right) - Z_E}{Z_E \cdot \frac{\tanh\left(\frac{\gamma l_{ligne}}{2}\right)}{Z_C} - 1} \tag{5.4}$$

Une fois l'impédance du dispositif Z_{MIM} obtenue, le circuit est modélisé selon la Figure 5-4 suivante. Le modèle est composé d'une capacité C_{MIM} en parallèle avec une conductance G_{MIM} :

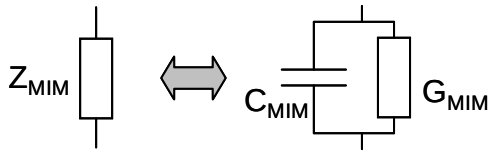


Figure 5-4 : Modèle électrique du dispositif MIM libéré des effets parasites de son environnement de mesure.

Ainsi, les valeurs de la capacité C_{MIM} et de la conductance G_{MIM} qui permettent de calculer les performances du composant et les propriétés électriques du diélectrique sont obtenues :

$$Z_{MIM} = G_{MIM} + j\omega C_{MIM} \tag{5.5}$$

Ce modèle ne nous permet malheureusement pas de prendre en compte l'effet inductif L ni la résistance R du composant. A cause de cet effet inductif, la fréquence de coupure f_C de la capacité apparaîtra comme à un écart à l'idéalité du composant.

II. Caractérisation du dioxyde d'Hafnium HfO_2

Le premier matériau mature caractérisé est le dioxyde d'Hafnium, HfO_2, fourni par STMicroelectronics et le CEA-Leti. Il est déposé par « Atomic Layer Deposition » (ALD) selon un cycle de quatre temps. Ce cycle se décompose en un premier pulse de $HfCL_4$ qui est le précurseur d'HfO_2, suivi d'une purge de N_2, puis d'un pulse d'H_2O qui constitue l'oxydant du

précurseur, et enfin une dernière purge d'N_2. Le taux de dépôt dépend de la température de dépôt, à 300 °C, ce taux est de 0,5 Å par cycle [5].

Après des études en continu afin d'extraire le champ et la tension de claquage, les fuites, le mode d'injection du courant, des études sur une très large bande de fréquences sont menées. Les effets de la température, de la fréquence sur les valeurs de la permittivité, des pertes et le facteur de qualité des composants MIM sont caractérisés.

1. Caractérisations électriques de l'HfO_2

a. Extraction du champ de claquage et des fuites

Tout d'abord, des caractérisations électriques sont effectuées. Le champ de claquage irréversible, obtenu en prenant la valeur de la tension pour un courant de 10^{-4} A, est calculé à partir de mesures de type *I*(V). Théoriquement, ce champ de claquage est de l'ordre de 4 MV.cm^{-1} [6] et les meilleurs résultats obtenus en termes de courants de fuites sont de 3.10^{-9} A.cm^{-2} à 2 V pour [7]. Les résultats sont présentés dans les figures suivantes. Pour tous les échantillons, les courbes *I*(V) et J(E) sont présentées dans les Figure 5-5. La tension et le champ de claquage, ainsi que les fuites à ± 5 V sont ainsi obtenus.

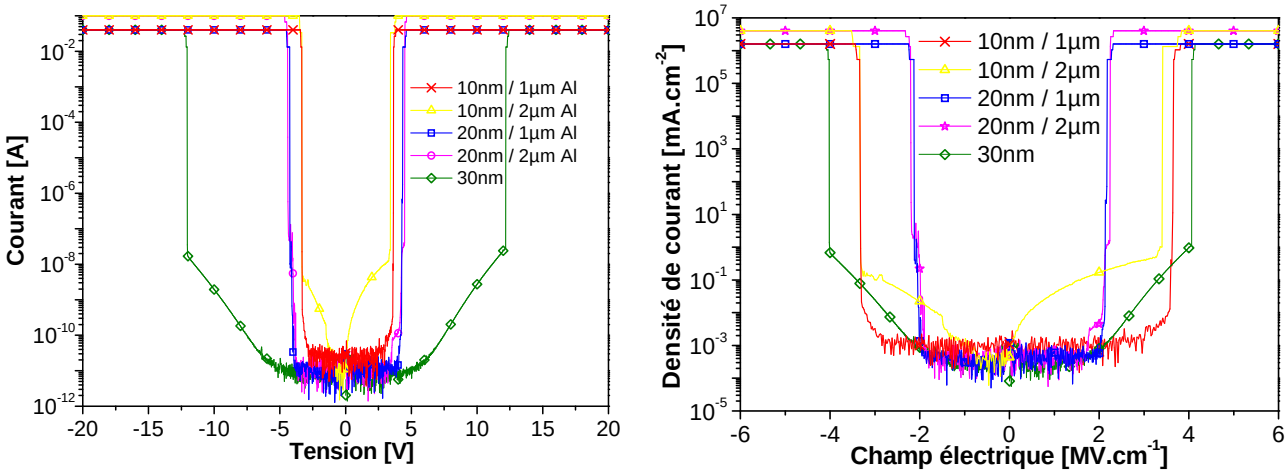


Figure 5-5 : Mesures à T = 25 °C, courbes du courant de fuite *I* en fonction de la tension appliquée *V*, *I*(V), à gauche et calculs de la densité de courant *J* en fonction du champ électrique appliqué *E*, *J*(E), à droite.

La première remarque est que les courbes du courant en fonction de la tension appliquée sont symétriques, laissant supposant aucune différence d'injection entre les électrodes inférieure et supérieure. Afin de déterminer le type d'injection de courant et les fuites à la température de fonctionnement, des mesures à 25 °C et 125 °C ont été effectuées pour l'échantillon intégrant 30 nm d'HfO_2. Les Figure 5-6 donnent les mesures *I*(V) et *J*(E) à ces deux températures.

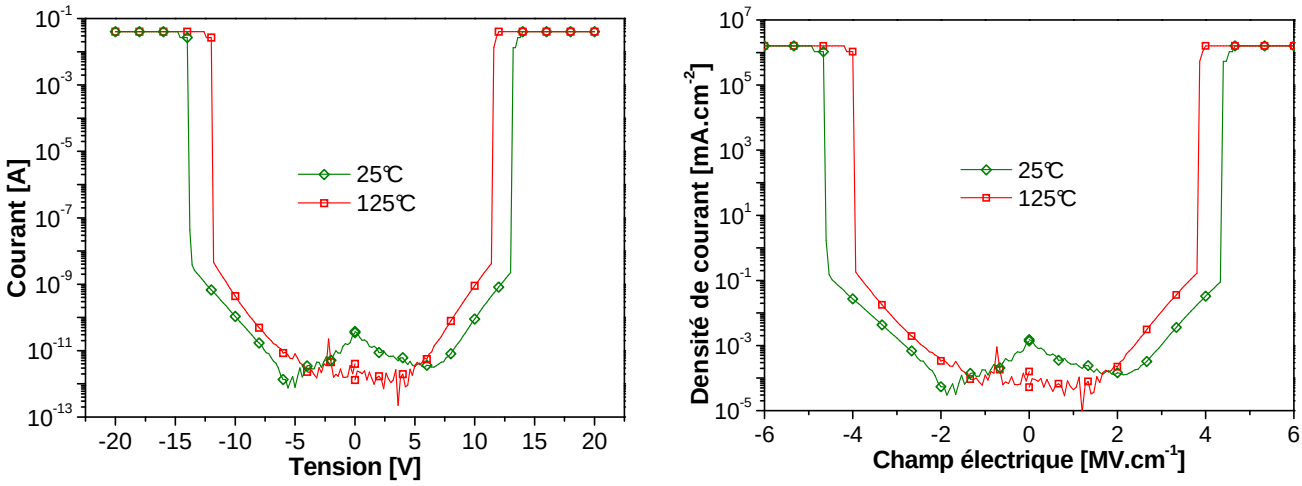


Figure 5-6 : Comparaison entre les mesures à 25 °C et 125 °C pour l'échantillon intégrant 30 nm d'HfO_2. À gauche, les courants de fuites *I* en fonction de la tension *V* appliquée sont présentés et à droite la densité de courant *J* en fonction du champ électrique *E* est calculée.

Le Tableau 5-3 suivant résume les valeurs de champ de claquage pour les différents échantillons. Celui-ci dépend à la fois de l'épaisseur et du type de l'électrode inférieure, à savoir avec ou sans Aluminium. Plusieurs interprétations possibles peuvent être avancées. D'après [8] et [9], la rugosité de l'électrode inférieure est connue pour impacter les propriétés électriques. De plus, une électrode en TiN/Al est plus rugueuse qu'une simple électrode en TiN comme montré par [10]. Ces références peuvent expliquer la différence de champ de claquage entre l'échantillon de 30 nm présentant seulement du TiN en électrode inférieure et les autres échantillons où une couche d'Aluminium est présente. Ensuite, si l'épaisseur du diélectrique diminue, les travaux de [11] ont montré que le nombre de claquages dits « destructeurs » ou « HBD » augmentent fortement à cause des défauts et donc de la rugosité. De plus, d'après [12], l'augmentation du champ de claquage quand l'épaisseur du diélectrique diminue (donc entre les échantillons de 10 et 20 nm) est un comportement normal. Ce qui est en désaccord avec l'augmentation ensuite pour l'échantillon intégrant 30 nm d'HfO_2. Ces résultats prouvent l'impact de la rugosité de l'électrode inférieure sur les caractéristiques électriques, la tension et le champ de claquage.

Tableau 5-3 : Caractéristiques électriques (tension et champ de claquage, fuites) des différents échantillons intégrant del'HfO_2

Epaisseurs	Electrode inférieure	Tension de claquage [V]		Champ de claquage [MV.cm^{-1}]		Fuites à 5 V [nA.cm^{-2}]	
		25°C	125°C	25°C	125°C	25°C	125°C
10 nm	TiN 60 nm + Al 1 µm	-3,3 & 3,6	-	-3,3 & 3,6	-	-	-
	TiN 60 nm + Al 2 µm	-3,3 & 3,4	-	-3,3 & 3,4	-	-	-
20 nm	TiN 60 nm + Al 1 µm	-4,1 & 4,3	-	-2,1 & 2,2	-	-	-
	TiN 60 nm + Al 2 µm	-4,0 & 4,3	-	-2,0 & 2,2	-	-	-
30 nm	TiN 60 nm	-13,6 & 13,2	-12 & 11,6	-4,5 & 4,4	-4 & 3,9	131	145

De plus, la structure cristallographique de l'HfO_2 dépend de l'épaisseur et nous savons que pour des épaisseurs inférieures à 8 nm, le matériau est amorphe et monoclinique pour des épaisseurs supérieures à 10 nm. Ceci peut également expliquer la différence dans les champs de claquage mesurés. Le champ de claquage le plus proche de la valeur de référence est celui obtenu pour l'échantillon de 30 nm d'HfO_2 avec une électrode inférieure simple en TiN. La valeur obtenue est de l'ordre de 4,5 $MV.cm^{-1}$. Pour les autres échantillons, la rugosité de l'électrode inférieure diminue le champ de claquage entre 2,2 et 3,6 $MV.cm^{-1}$. Les fuites à ± 5 V ne peuvent être mesurées que pour l'échantillon de 30 nm car les autres épaisseurs n'ont pas tenu le champ électrique appliqué. Elles sont de l'ordre de 100 $nA.cm^{-2}$, ce qui reste élevé par rapport aux spécifications de l'ITRS où les fuites ne doivent pas dépasser 10 $nA.cm^{-2}$. En termes de tension de claquage, seule l'épaisseur de 30 nm atteint les spécifications de l'ITRS : $V_{bd} > 10$ V.

b. Calculs du mode de conduction du courant

A partir des courbes *J*(E) aux deux températures, 25 °C et 125 °C, pour l'épaisseur de 30 nm d'HfO_2, le mode de conduction du courant peut être déterminé à partir des différentes lois de courant existantes : soit de type Schottky, soit de type Poole-Frenkel comme vu au chapitre 3.

Dans le premier cas, la loi de courant est rappelée ci-après :

$$J(E) = A^* T^2 \exp\left(-\frac{e\phi_b}{kT}\right)\exp\left(\frac{\beta_S \sqrt{E}}{2kT}\right) \tag{5.6}$$

Donc, en traçant les courbes $J(\sqrt{E})$ en échelle logarithmique pour les deux températures étudiées, la partie linéaire de la courbe peut nous permettre de remonter à la valeur de la hauteur de barrière Φ_b et de comparer le résultat aux données de la littérature.

Dans le second cas, la loi de courant est approximée par l'équation suivante :

$$J(E) \approx E \exp\left(-\frac{e\phi_b}{kT}\cdot\frac{1}{r}\right)\exp\left(\frac{\beta_S \sqrt{E}}{kT}\cdot\frac{1}{r}\right) \tag{5.7}$$

Le coefficient r traduit la densité relative des sites de type donneurs, accepteurs et du nombre d'électrons libres. Il varie entre 1 et 2 [13]. Si les courbes $J/E(\sqrt{E})$ sont tracées en échelle logarithmique, la partie linéaire permet de calculer la hauteur de pièges.

De plus, pour valider les résultats, nous pouvons calculer la valeur ε_{eff} à partir des valeurs obtenues de β_S grâce à la relation ci-après [4]. Une valeur comprise entre la permittivité relative de l'air et celle du matériau en statique doit être retrouvée.

$$\beta_S = \sqrt{\frac{e^3}{r\pi\varepsilon_0\varepsilon_{eff}}} \tag{5.8}$$

Les deux figures suivantes présentent les courbes obtenues et présentées afin de calculer les paramètres du mode d'injection de courant selon Schottky ou Poole-Frenkel.

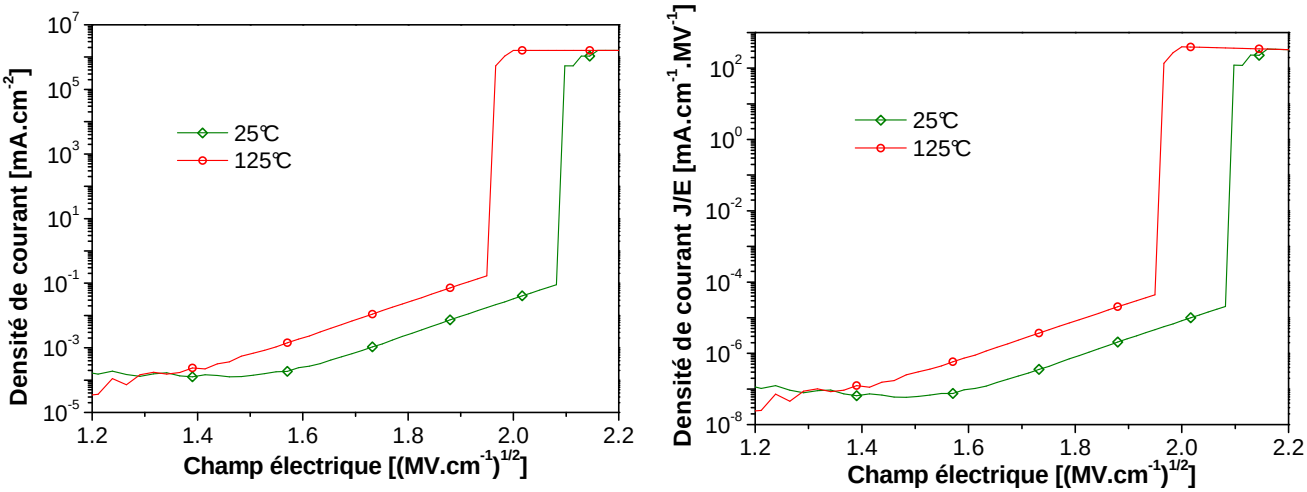


Figure 5-7 : à gauche, densité de courant *J* en fonction de la racine carrée du champ électrique *E*, $J(\sqrt{E})$ à 25 °C et 125 °C. A droite, densité de courant *J* divisée par le champ électrique *E* en fonction de la racine carrée du champ électrique, $J/E(\sqrt{E})$, à 25°C et 125°C.

Grâce aux équations régissant ces lois de courant, la hauteur de barrière ou de pièges Φ_b peut être extraite à partir de ces courbes. Les résultats sont résumés dans le Tableau 5-4 suivant.

Tableau 5-4 : Résultats d'extraction de la hauteur de barrière ou de pièges Φ_b et des valeurs de β_S et ε_{eff} calculées avec le meilleur coefficient r.

Lois de courant	Φ_b [eV]		β_S ($x10^{24}$) [$eV^{1/2}$]		ε_{eff}
	25°C	125°C	25°C	125°C	
Schottky	0,5	0,5	4,6	4,6	7 (r = 1)
Poole-Frenkel	0,6	0,5	2,1	2,1	17 (r = 2

Concernant un mode de conduction de type Schottky, la hauteur de barrière extraite est faible par rapport à celle trouvée dans la littérature, à savoir 2,5 eV [14]. De plus, la valeur de ε_{eff} obtenue est éloignée de la permittivité relative de l'HfO_2, normalement de l'ordre de 19. Pour le mode de conduction par Poole-Frenkel, la hauteur de piège obtenue, entre 0,5 et 0,6 eV, est cohérente avec celle de travaux précédents, 0,5 eV [7] et 0,7 eV [15] et la valeur calculée de ε_{eff}, avec un coefficient r de 2, est également en accord avec la permittivité relative. Le mode de conduction semble donc être de type Poole-Frenkel, comme obtenue dans [7,15].

c. Linéarité en tension des structures MIM

Le paramètre critique pour les applications RF des capacités MIM est la linéarité en tension. Comme vu dans les chapitres précédents, cette linéarité est caractérisée via la capacité normalisée $\Delta C/C_0$ obtenue à partir de mesures C(V). La Figure 5-8 donne les résultats mesurés à 10 kHz et 25 °C pour les échantillons intégrant de l'HfO_2. Avec cette capacité normalisée, les paramètres VCC α et β sont calculés en approximant ces courbes avec un polynôme d'ordre deux.

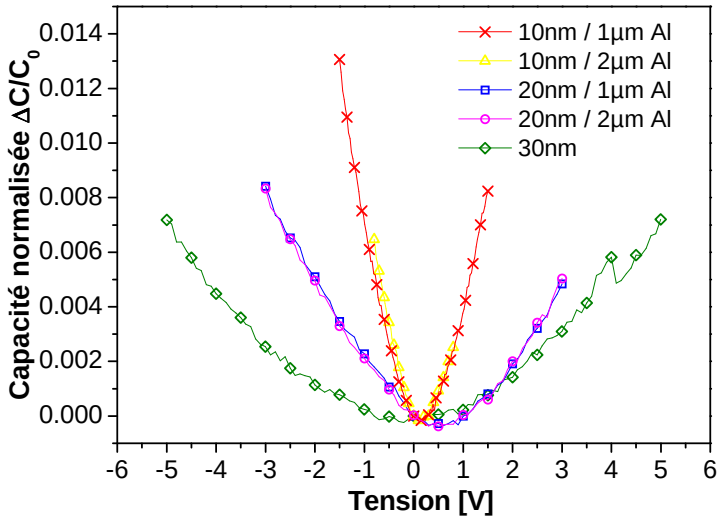


Figure 5-8 : Capacité normalisée $\Delta C/C_0$ à 10 kHz et 25 °C calculée à partir de mesures *C*(V) pour les cinq échantillons d'HfO_2.

Tout d'abord, nous remarquons que les courbes sont symétriques avec un champ positif ou négatif, ce qui est à relier avec la symétrie des courbes *I*(V) obtenues précédemment. Ensuite, il n'y a pas de différence entre les échantillons dont l'électrode inférieure est différente, pour les épaisseurs de 10 et 20 nm où il y a 1 ou 2 µm d'Aluminium en plus du TiN. La rugosité de l'électrode inférieure ne semble pas avoir d'effet sur la courbure de ces courbes et sur la linéarité des structures MIM. Une fois ces courbes obtenues, les paramètres α et β peuvent être calculés et les valeurs obtenues sont résumées dans le Tableau 5-5 suivant.

Tableau 5-5 : Valeurs des coefficients VCC α et β à 25 °C et 10 kHz pour des capacités de surface S = 2500 µm² intégrant de l'HfO_2.

Epaisseurs	Electrode inférieure	Coefficient VCC	
		α [ppm.V^{-2}]	β [ppm.V^{-1}]
10 nm	TiN 60 nm + Al 1 µm	4739	1569
	TiN 60 nm + Al 2 µm	6955	2473
20 nm	TiN 60 nm + Al 1 µm	722	743
	TiN 60 nm + Al 2 µm	735	691
30 nm	TiN 60 nm	290	55

Les coefficients diminuent quand l'épaisseur de diélectrique augmente et les valeurs les plus faibles sont obtenues pour une épaisseur de 30 nm d'HfO_2. Si cette valeur se rapproche de la spécification ITRS (100 ppm.V^{-2}), elle reste bien au-dessus.

2. Caractéristiques en fréquences

Les caractérisations en fréquences s'effectuent en couplant trois instruments de mesure suivant la gamme considérée. Les résultats présentés ci-après sont tout d'abord une étude en fonction de la température dans la partie basse du spectre fréquentiel afin de souligner la relaxation diélectrique à très basses fréquences et de calculer l'énergie d'activation thermique de cette relaxation et le coefficient de linéarité en température α_T de la structure MIM. Ensuite, les résultats très large bande, pour le matériau intégré et pour les composants MIM seront donnés.

a. Effet de la température en basses fréquences

La première étude porte sur l'évolution de la capacité avec la température afin de mettre en évidence le phénomène de relaxation diélectrique due aux interfaces dans les très basses fréquences. Pour l'échantillon comportant 30 nm d'HfO_2, les mesures en basses fréquences (de 10^{-3} Hz à 200 kHz) sur des capacités plots de 2500 µm² ont été effectuées en fonction de la température. La Figure 5-9 montre les résultats obtenus. Une augmentation de la valeur de capacité vers les très basses fréquences quand la température augmente est bien observée. Enfin, grâce à ces mesures, le coefficient de linéarité en température de la capacité (TCC pour « Temperature Coefficient of Capacitance » ou plus simplement, α_T, en ppm.°C^{-1}) est calculé. Une valeur de 247 ppm.°C^{-1} est obtenue, légèrement meilleure que celle des travaux de [16], à savoir 290 ppm.°C^{-1}.

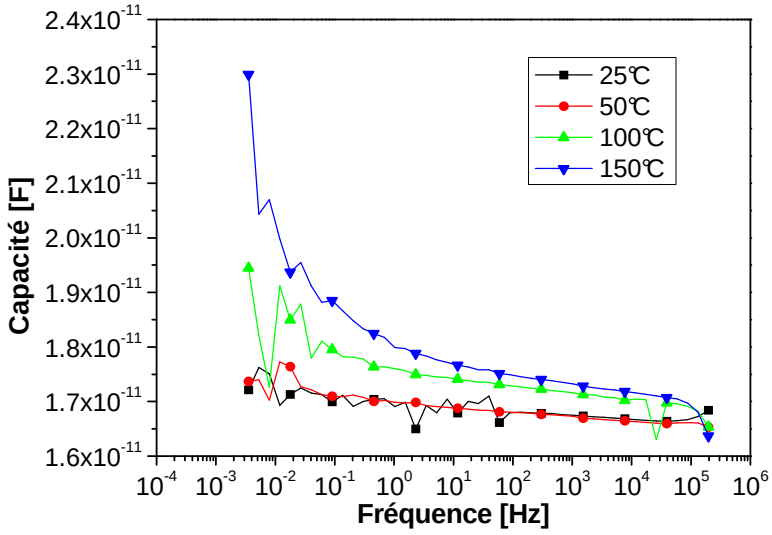


Figure 5-9 : Capacité en fonction de la fréquence à différentes températures pour une épaisseur de 30 nm d'HfO_2

Ensuite, si on calcule l'énergie d'activation thermique de la relaxation diélectrique, en supposant un phénomène thermiquement activé selon une loi d'Arrhenius comme présenté dans le chapitre 3, on obtient une valeur d'énergie de 0,28 eV. Cette valeur est à rapprocher de celle de 0,96 eV obtenue pour du Ta_2O_5 par [17]. La relaxation diélectrique de l'HfO_2 est moins bien activée thermiquement que celle du Ta_2O_5.

b. Extraction très large bande de la permittivité et des pertes de l'HfO_2

En couplant les trois appareils de mesures en basses, moyennes et hautes fréquences, les caractéristiques très large bande de la permittivité relative ε_r et de la tangente de pertes tan δ sont obtenues. La Figure 5-10 montre les résultats pour les épaisseurs de 20 et 30 nm d'HfO_2 pour des fréquences allant de 10^{-3} Hz à 5 GHz. En basses et moyennes fréquences, des capacités de 2500 µm² sont mesurées et en hautes fréquences, des capacités parallèles à un port de 100 µm².

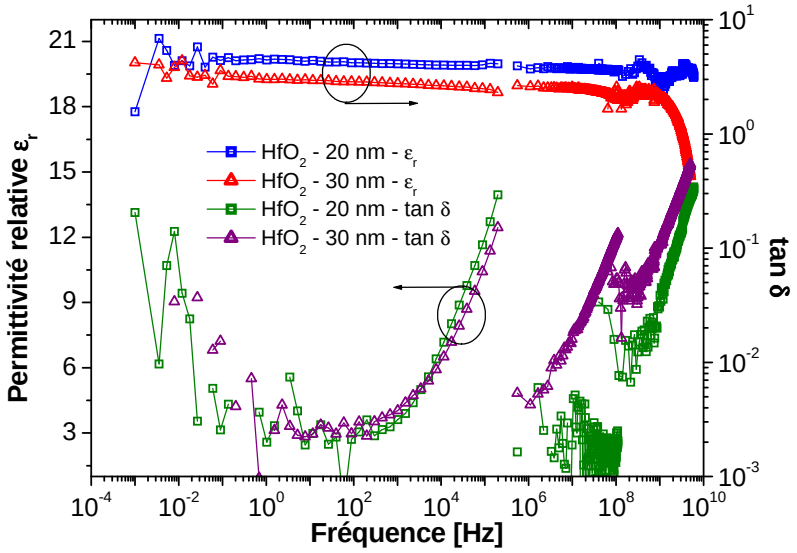


Figure 5-10 : Extraction très large bande (de 10^{-3} Hz à 5 GHz) de la permittivité relative ε_r et de la tangente de pertes tan δ pour deux épaisseurs d'HfO_2.

Au niveau de la permittivité, un excellent recoupement entre les valeurs obtenues par les trois instruments utilisés est observé et constitue, en soi, un très bon résultat. Des valeurs stables sur toute la gamme aux alentours de 20 pour l'épaisseur de 20 nm et de 19 pour l'épaisseur de 30 nm sont obtenues. On remarque une légère baisse de la permittivité vers 5 GHz pour l'épaisseur de 30 nm qui n'est pas due au matériau mais qui est une conséquence de la fréquence de coupure de la capacité.

En ce qui concerne les pertes, plusieurs points sont à mentionner. Tout d'abord, la remontée de la tangente de pertes à très basses fréquences (inférieures à 1 Hz) est due à la relaxation diélectrique précédemment mise en évidence. Un palier à 3.10^{-3} entre 1 Hz et 10 kHz

est ensuite obtenu avant une brusque remontée des pertes. Cette remontée est due à une résistance série R_S comme il a été démontré par [18] et n'est pas intrinsèque au matériau mais il s'agit d'une conséquence de l'instrumentation. Après, au-delà de 1 MHz, l'instrumentation est changée et la valeur du palier précédent est retrouvée. Les pertes augmentent ensuite continûment en hautes fréquences quels que soient les appareils utilisés, impédancemètre et analyseur vectoriel, jusqu'à atteindre 0,3 à 5 GHz.

Les valeurs obtenues en termes de permittivité relative et de tangente de pertes dans les différentes gammes de fréquences sont extraites et résumées dans le Tableau 5-6 suivant.

Tableau 5-6 : Résumé des caractéristiques électriques de l'HfO_2 sur une très large bande de fréquences pour les deux épaisseurs de 20 et 30 nm.

Epaisseur [nm]	Permittivité relative ε_r			Tangente de pertes tan δ		
	@ 1 kHz	@ 1 MHz	@ 1 GHz	@ 1 kHz	@ 1 MHz	@ 1 GHz
20	20	19,8	19,3	0,003	0,006	0,04
30	19,1	18,9	18,5	0,004	0,004	0,1

Avec une permittivité relative de l'ordre de 20 et des pertes à 1 GHz de l'ordre de 0,04 à 0,1, les performances du composant MIM intégrant de l'HfO_2 peuvent atteindre une densité surfacique de 5,9 $fF.\mu m^{-2}$ pour une épaisseur de 30 nm et un facteur de qualité entre 10 et 25.

c. Performances de la capacité MIM réalisée avec de l'HfO_2

Dans ce paragraphe, les performances du composant capacitif MIM sont évaluées. Pour les trois épaisseurs étudiées, les valeurs de capacité C et de conductance G sont obtenues sur une très large bande, de 10^{-3} à 10^{+8} ou 10^{+9} Hz à partir de dispositifs capacitifs ayant une surface de 2500 μm^2. Les résultats obtenus sont résumés dans les deux figures suivantes. A hautes fréquences, les mesures n'ont pas pu être effectuées sur les échantillons de 10 nm à cause de problèmes matériels et les résultats pour les échantillons de 20 nm n'étaient pas satisfaisants.

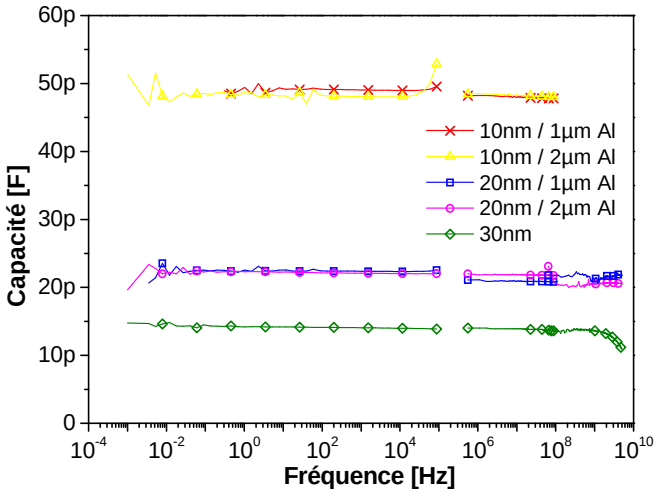


Figure 5-11 : Extraction de la capacité pour les dispositifs MIM intégrant différentes épaisseurs d'HfO_2.

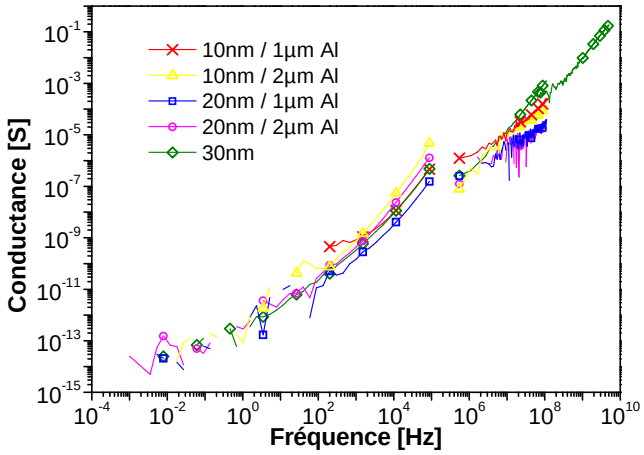


Figure 5-12 : Extraction de la conductance pour les dispositifs MIM intégrant différentes épaisseurs d'HfO_2.

On remarque tout d'abord que, pour les échantillons ayant un empilement différent au niveau de l'électrode inférieure, la rugosité de l'interface inférieure a peu d'influence sur les performances en termes de valeur de capacité sur une large gamme de fréquences. Pour tous les échantillons, une valeur stable de la capacité en fonction de la fréquence est obtenue et elle est en accord avec les valeurs de permittivité trouvées précédemment. Pour la conductivité, un excellent accord entre les trois séries de résultats mesurés avec les différents instruments est obtenu. Une évolution linéaire avec la fréquence est bien trouvée, du fait que la conductivité est proportionnelle à la fréquence via la tangente de pertes. A partir de ces mesures, les valeurs de densité surfacique C_S en [fF.µm^{-2}], de capacité C en [pF] et de facteur de qualité peuvent être calculées à différentes fréquences. Les différentes valeurs mesurées et calculées sont résumées dans le Tableau 5-7.

Tableau 5-7 : Valeurs remarquables de densité surfacique C_S, de capacité C et de facteur de qualité pour des capacités MIM intégrant différentes épaisseurs d'HfO_2.

Epaisseur	@ 1 kHz			@ 1 MHz			@ 1 GHz			@ 4 GHz		
	C_S	C	Q	C_S	C	Q	C_S	C	Q	C_S	C	Q
10 nm	19,2	48	388	19,2	48	665	-	-	-	-	-	-
20 nm	8,8	22,1	318	8,7	21,8	166	7	21,3	26	7,2	21,9	4,6
30 nm	5,6	14,1	265	5,6	14	235	5,5	13,6	9	4,7	11,8	2,3

Ces résultats sont à comparer avec les spécifications ITRS en terme de densité surfacique et de facteur de qualité : C_S > 7 fF.µm^{-2} et Q > 50 à 1 GHz pour une valeur de capacité de 1 pF. Les épaisseurs de 20 et 30 nm donnent des résultats prometteurs pour ces deux paramètres même si elles ne les atteignent pas pour des valeurs de capacités quand même beaucoup plus élevées : entre 15 et 50 pF.

3. Tableau récapitulatif

En conclusion de cette étude sur le dioxyde d'Hafnium, les résultats obtenus en termes de propriétés électriques de ce matériau intégré en structure MIM (champ de claquage E_{bd}, permittivité ε_r et pertes tan δ) et de performances de capacités MIM (tension de claquage V_{bd}, fuites *I*, densité surfacique C_S, facteur de qualité Q et linéarité en tension α et en température α_T) sont résumés dans le Tableau 5-8 suivant. Ces valeurs sont confrontées aux spécifications de l'ITRS pour l'année 2013 pour des capacités MIM utilisées dans des circuits RF.

Afin de faciliter la lecture de ce tableau, un jeu de couleurs est introduit : donnée en rouge quand la spécification n'est largement pas atteinte et ne pourra pas être améliorée, en vert quand elle est atteinte ou dépassée et en bleu si elle est prometteuse et qu'elle peut être améliorée.

Tableau 5-8 : Récapitulatif des résultats obtenus pour le dioxyde d'Hafnium HfO_2 et comparaison avec les spécifications ITRS.

Epaisseur [nm]	ITRS	10	20	30
Champ de claquage E_{bd} [$MV.cm^{-1}$]	-	3,3	2,2	4,4
Permittivité relative ε_r @ 1 GHz	-	21,7 @ 1 kHz	19,3	18,5
Tangente de pertes tan δ @ 1 GHz	-	-	0,04	0,1
Densité surfacique C_S [$fF.\mu m^{-2}$]	> 7	-	7	5,5
Facteur de qualité Q @ 1 GHz	> 50	-	26	9
Tension de claquage V_{bd} [V]	> 10	3,3	4,0	13,2
Fuites *I* @ 5 V et 125 °C [$nA.cm^{-2}$]	< 10	∞	∞	145
Linéarité en tension α [$ppm.V^{-2}$]	< 100	6955 @ 10 kHz	735 @ 10 kHz	290 @ 10 kHz 159 @ 1 GHz
Linéarité en température α_T [$ppm.°C^{-1}$]	< 100	-	-	247

Nous avons observé, pour ce matériau, l'effet de la qualité de l'électrode inférieure sur les propriétés électriques, principalement les fuites et la tension de claquage. L'amélioration et l'optimisation de la qualité de l'interface diélectrique / électrodes (inférieure et supérieure) permet d'augmenter les performances du composant. Pour les autres propriétés (linéarités en tension et en température, permittivité), la qualité du film de diélectrique doit être excellente afin d'obtenir les meilleures performances. Ces études ont été valorisées par une publication [19].

III. Caractérisation du dioxyde de Zirconium ZrO_2

Le second matériau mature caractérisé est le dioxyde de Zirconium, ZrO_2, également fourni par STMicroelectronics. Il est déposé par « Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition » (PE-

ALD) selon un cycle en quatre temps, effectué à 250 °C. Tout d'abord un premier pulse du précurseur de Zirconium, le TEMA Zr (TriEthyl MethAcrylate de Zirconium), est réalisé puis suivi d'une purge d'argon. Ensuite le pulse d'oxydant (oxygène) est effectué sous un plasma RF et suivi d'une seconde purge d'argon. Chaque cycle permet de déposer 1,2 Å de diélectrique. Quatre échantillons, avec des épaisseurs différentes sont caractérisés : 10, 20, 32 et 45 nm. Comme pour le matériau précédent, les caractérisations commencent par une étude statique afin de mettre en évidence les fuites et le mode d'injection du courant. Ensuite, les caractérisations très large bande sont présentées. Enfin, un récapitulatif des résultats obtenus pour ce matériau est confronté aux spécifications de l'ITRS.

1. Caractérisations électriques

a. Extraction du champ de claquage et des fuites

Tout d'abord, les fuites d'une structure capacitive MIM de surface de 2500 µm² et le champ de claquage du diélectrique sont évalués à deux températures, 25 °C et 125 °C. Les courbes *I*(V) et *J*(E) aux deux températures étudiées sont présentées dans les quatre figures ci-après. D'après [2], comme le gap du ZrO_2 est plus faible que celui de l'HfO_2, des courants de fuite plus élevés sont attendus. De plus, d'après [20], le champ de claquage du ZrO_2 est obtenu vers 3,7 $MV.cm^{-1}$.

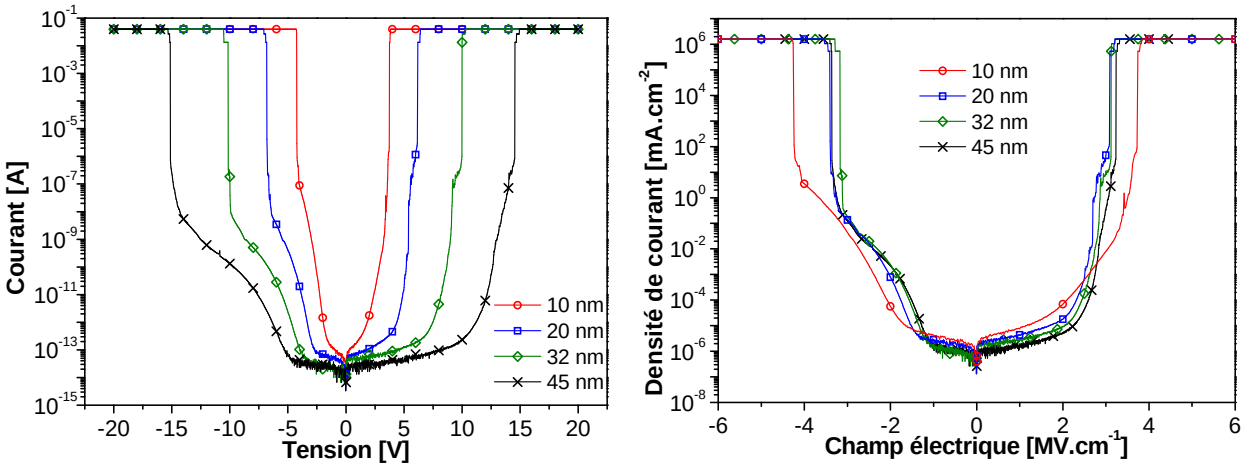


Figure 5-13 : Résultats de courant en fonction de la tension (à gauche) et de densité de courant en fonction du champ électrique (à droite) à 25°C pour les échantillons intégrant du ZrO_2.

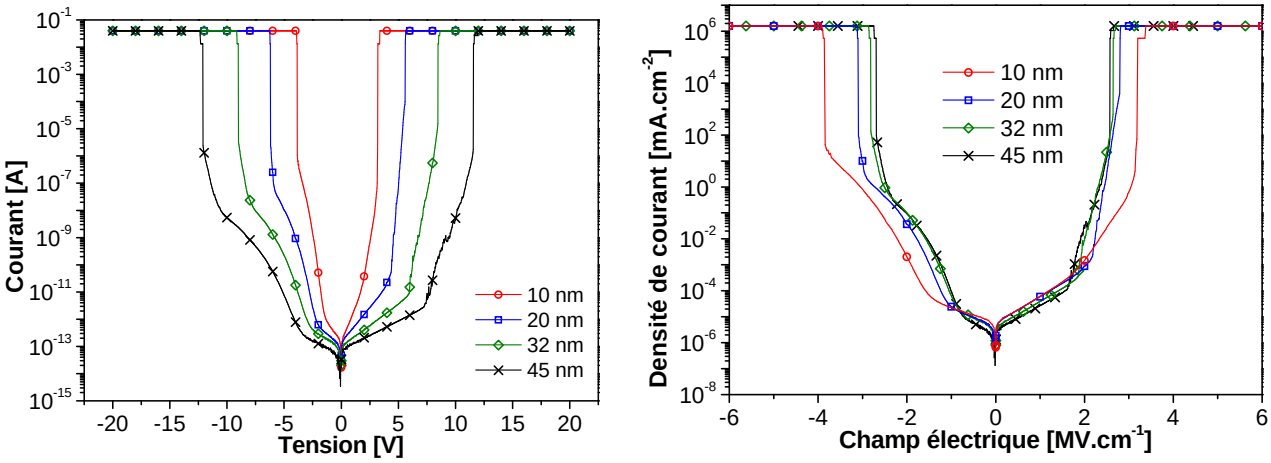


Figure 5-14 : Résultats de courant en fonction de la tension (à gauche) et de densité de courant en fonction du champ électrique (à droite) à 125°C pour les échantillons intégrant du ZrO_2.

Ces courbes montrent une dissymétrie entre les tensions positives et négatives. Cette dissymétrie est à relier au procédé de dépôt qui, contrairement au dépôt d'HfO_2 précédent, implique un plasma d'Oxygène qui doit oxyder la surface de l'électrode inférieure. Une couche de TiO_xN_y peut se former à l'interface entre le TiN et le diélectrique, comme démontré par [21] et schématisé dans la Figure 5-15.

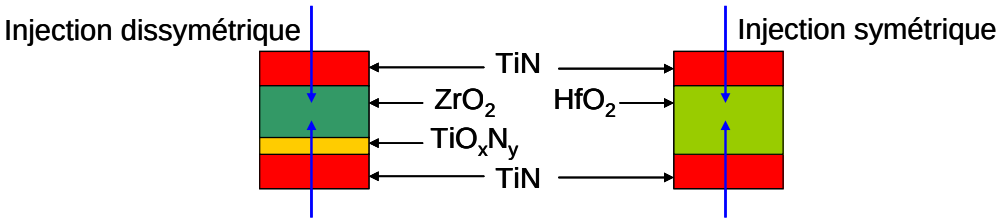


Figure 5-15 : Différence d'empilement et de trajet d'injection de courant entre les échantillons de ZrO_2 et d'HfO_2.

La tension de claquage augmente bien avec l'épaisseur de diélectrique, correspondant à un champ de claquage quasi constant de l'ordre de 3,2 MV.cm^{-1} à 25 °C et 2,8 MV.cm^{-1} à 125 °C en accord avec de précédents résultats. Les valeurs obtenues sont également dissymétriques. Les tensions et champ de claquage et les fuites à ± 5 V, sont résumés dans le Tableau 5-9 :

Tableau 5-9 : Caractéristiques électriques (tension et champ de claquage, fuites) des différents échantillons intégrant du ZrO_2

Valeurs / Epaisseurs	Tension de claquage [V]		Champ de claquage [MV.cm^{-1}]		Fuites à 5 V [nA.cm^{-2}]	
	25°C	125°C	25°C	125°C	25°C	125°C
10 nm	-4,2 & 3,7	-3,9 & 3,2	-4,2 & 3,7	-3,9 & 3,2	-	-
20 nm	-6,6 & 6,2	-6,2 & 5,6	-3,3 & 3,1	-3,1 & 2,8	727,3	3.10^6
32 nm	-10 & 10	-9 & 8,5	-3,1 & 3,1	-2,8 & 2,7	5,2	142,7
45 nm	-15,1 & 14,6	-12,1 & 11,6	-3,4 & 3,2	-2,7 & 2,6	1,7	34,3

Comme montré en [12], le champ de claquage augmente légèrement quand l'épaisseur diminue. D'après les spécifications ITRS, seules les épaisseurs de 32 et 45 nm de ZrO_2 permettent d'atteindre les valeurs maximales autorisées de densité de courant de fuite à ± 5 V : 10 $nA.cm^{-2}$ et de tension de claquage : 10 V.

b. Calculs du mode de conduction du courant

Comme vu au paragraphe précédent pour l'HfO_2, à partir des caractéristiques *I*(V), le mode de conduction du courant peut être déterminé en remontant au paramètre de hauteur de barrière entre le ZrO_2 et l'électrode en TiN.

S'il est d'origine thermo-ionique assisté par le champ électrique selon l'effet Schottky, les courbes $J(\sqrt{E})$ en échelle logarithmique sont à considérer. Elles sont présentées dans la Figure 5-16 pour les deux températures étudiées. La partie linéaire de la courbe nous permet de calculer la valeur de la hauteur de barrière Φ_b et de la comparer aux données de la littérature.

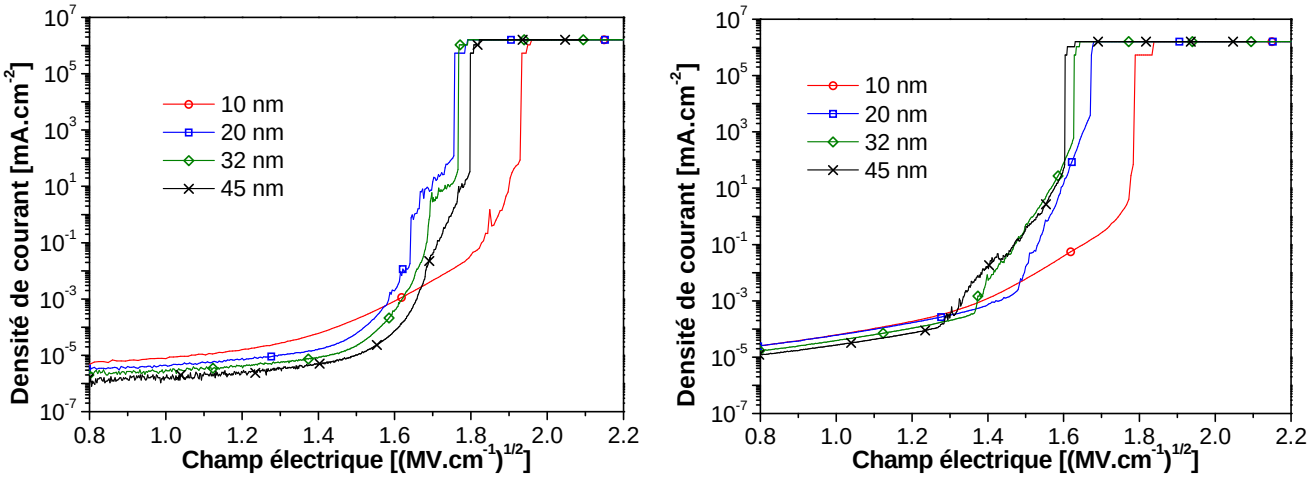


Figure 5-16 : À gauche, densité de courant *J* en fonction de la racine carrée du champ électrique *E*, $J(\sqrt{E})$, à 25°C. À droite, densité de courant *J* en fonction de la racine carrée du champ électrique *E*, $J/E(\sqrt{E})$, à 125°C.

Nous remarquons que la courbe correspondant à l'évolution du courant en fonction du champ électrique pour l'épaisseur de 10 nm suit un comportement différent par rapport aux autres épaisseurs. Ceci semble traduire une différence phénoménologique, peut-être due à une différence dans la cristallinité du diélectrique, déjà observée [22]. Nous ne considérons pas cette épaisseur pour le calcul des paramètres de conduction du courant. Les conclusions pour les autres épaisseurs sont plus difficiles que pour l'HfO_2 et on trouve une valeur de hauteur de barrière entre 1,1 et 1,6 eV, cohérente avec des résultats précédents, entre 0,8 et 1,5 eV [23,24]. Mais la valeur de ε_{eff} calculée ensuite est irréaliste, à savoir inférieure à 1.

Dans le second cas, le courant peut provenir d'un mécanisme de conduction de type Poole-Frenkel et les courbes $J/E(\sqrt{E})$ sont tracées en échelle logarithmique dans la Figure 5-17. La partie linéaire nous permet de calculer la hauteur de pièges ϕ_b.

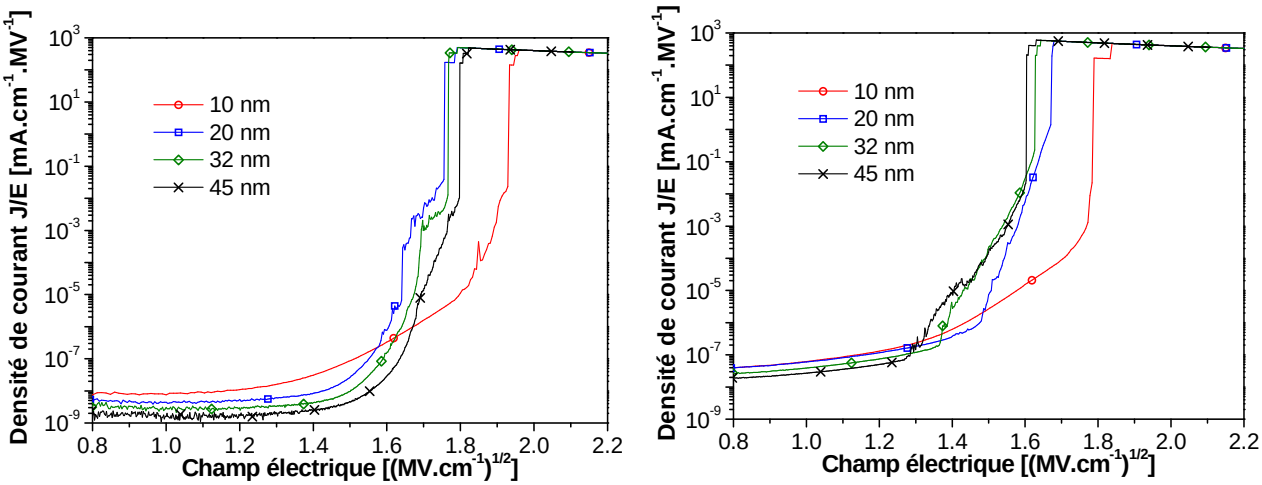


Figure 5-17 : À gauche, densité de courant *J* divisée par le champ électrique *E* en fonction de la racine carrée du champ électrique *E*, $J(\sqrt{E})$, à 25°C. À droite, densité de courant *J* divisée par le champ électrique *E* en fonction de la racine carrée du champ électrique *E*, $J/E(\sqrt{E})$, à 125°C.

Nous obtenons toujours un comportement différent pour l'épaisseur de 10 nm. Pour les autres épaisseurs, les conclusions sont également difficiles mais nous obtenons une valeur de hauteur de pièges de l'ordre de 1,2 à 1,4 eV pour un ε_{eff} aux alentours de 2. Ce ε_{eff} calculé n'est toujours pas acceptable mais les valeurs de ϕ_b sont cohérentes avec des travaux précédents : une valeur de 1,22 eV proche de celle des lacunes d'oxygène, à savoir 1,5 eV [25].

Entre un mode de conduction de type Schottky ou Poole-Frenkel, il est difficile de définir exactement lequel détermine le comportement du ZrO_2, même si le mode Poole-Frenkel semble le plus cohérent par rapport à des études précédentes et aux résultats obtenus ici.

2. Caractérisation fréquentielle du ZrO_2

Au niveau de la caractérisation très large bande du ZrO_2, plusieurs études ont été menées. Tout d'abord, les caractéristiques de la permittivité et de la tangente de pertes du matériau sont extraites jusqu'à 5 GHz. Ensuite, la relaxation diélectrique à très basses fréquences est mise en évidence à l'aide d'une étude en température. Les performances de la capacité MIM sont également calculées jusqu'à 5 GHz. Enfin, en travaillant sur les épaisseurs d'oxyde équivalent, la permittivité et les phénomènes liés aux couches d'interface peuvent être estimés.

a. Caractérisation très large bande du ZrO_2 via des lignes micro ruban

En couplant des mesures à basses, moyennes et hautes fréquences, respectivement sur des capacités plots, un port et des lignes micro-ruban, la permittivité et les pertes du diélectrique inséré dans une structure MIM peuvent être caractérisées de 10^{-3} Hz jusqu'à 5 GHz, pour une épaisseur de 45 nm de ZrO_2.

En hautes fréquences, l'extraction a été effectuée sur des lignes de type micro-ruban. Le de-embedding a été effectué sur des lignes de longueurs de 600 µm et 1000 µm et de largeurs de 1 µm et 3 µm. Les paramètres linéiques RLCG des lignes micro-rubans sont extraits de 40 MHz à 5 GHz. Afin de s'affranchir des effets de bords et d'obtenir uniquement une capacité plane pour le modèle de la capacité linéique, les deux largeurs de ligne sont utilisées. A partir de ces résultats d'extraction, la permittivité et la tangente de pertes sont calculées.

En regroupant les différents résultats en fréquence, la permittivité et la tangente de pertes du ZrO_2 sur une très large bande sont présentées dans la Figure 5-18.

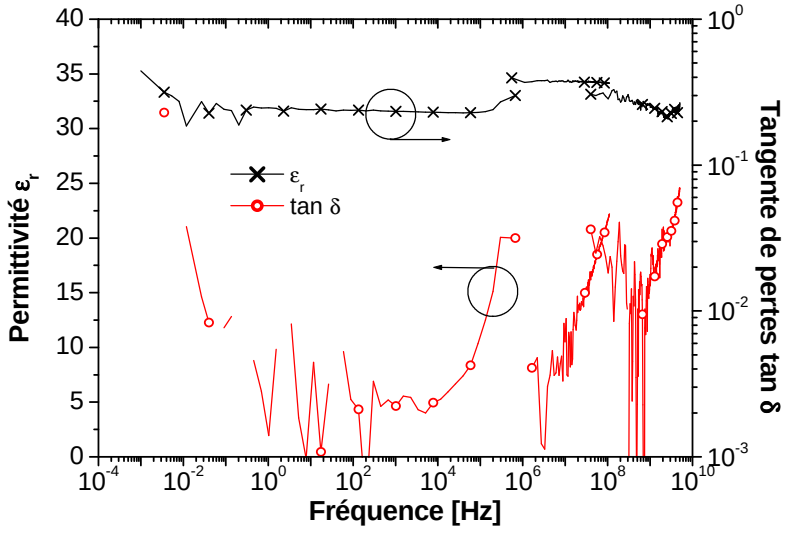


Figure 5-18 : Caractéristiques très large bande de la permittivité et des pertes d'un film de 45nm de ZrO_2 intégré dans une structure MIM.

La permittivité est stable aux alentours de 34, sur toute la gamme de fréquence, avec un excellent accord entre les trois techniques de mesure. Dans le domaine des basses fréquences, les pertes restent stables vers 10^{-3} à 10^{-2} entre 10^{-1} et 10^{+5} Hz. Pour des fréquences plus faibles, inférieures à 10^{-1} Hz, la tangente de pertes remonte en raison de la relaxation diélectrique liée aux charges d'espace. Entre 10^{+5} Hz et 10^{+6} Hz, les pertes remontent également mais il s'agit ici d'une conséquence de la résistance série et de contact qui n'est pas un effet intrinsèque du ZrO_2, comme démontré par [18]. Enfin, la remontée des pertes à hautes fréquences peut être une conséquence de l'électrode inférieure en TiN qui induit des fuites.

b. Effet de la température

En très basses fréquences, des mesures en température permettent de mettre en évidence la relaxation diélectrique. Ce phénomène, thermiquement activé, est montré sur la Figure 5-19 où une remontée de la valeur de la capacité, liée à celle de la permittivité est observée. Quand l'échantillon est chauffé, le départ de cette remontée se déplace vers des fréquences plus élevées.

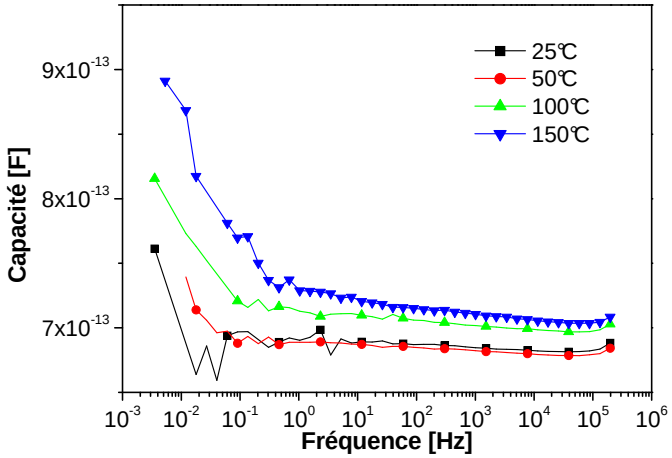


Figure 5-19 : Capacité en fonction de la fréquence à différentes températures pour une épaisseur de 45 nm de ZrO_2

Avec ces mesures en température, l'énergie d'activation thermique, liée à une loi d'évolution de type d'Arrhenius, est calculée. Une valeur de 0,30 eV est obtenue, du même ordre de grandeur que celle obtenue pour l'HfO_2 et plus faible que celle du Ta_2O_5 mesurée par [17].

Ensuite, à partir des mesures en températures, le coefficient de variation de la capacité avec la température (TCC pour « Temperature Coefficient of Capacitance » α_T, en ppm.°C^{-1}) peut être déterminé. Si on trace cette évolution pour un échantillon de ZrO_2 avec une épaisseur de 45 nm et à la fréquence de 10 kHz, la courbe présente sur la Figure 5-20 suivante est obtenue. Elle est approximée par une variation linéaire, comme proposé au chapitre trois.

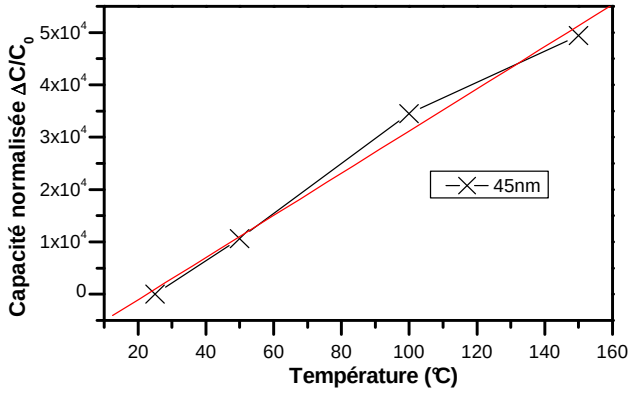


Figure 5-20 : Evolution de la capacité normalisée $\Delta C/C_0$ en fonction de la température pour un échantillon intégrant 45 nm de ZrO_2 et à une fréquence de 10 kHz

Le coefficient en température extrait α_T est égal à 403 ppm.°C^{-1}. Cette valeur de α_T est dans le même ordre de grandeur que dans les résultats présentés par [26].

c. Performances de la capacité MIM à base de ZrO_2

En couplant cette méthode d'extraction avec les mesures en basses et moyennes fréquences, les caractéristiques de la capacité C et de la conductance G du dispositif MIM sont tracées sur une très large bande de fréquences : de 1 mHz à 5 GHz dans les deux figures suivantes. Les valeurs obtenues sont pour des surfaces d'électrodes de 100 µm².

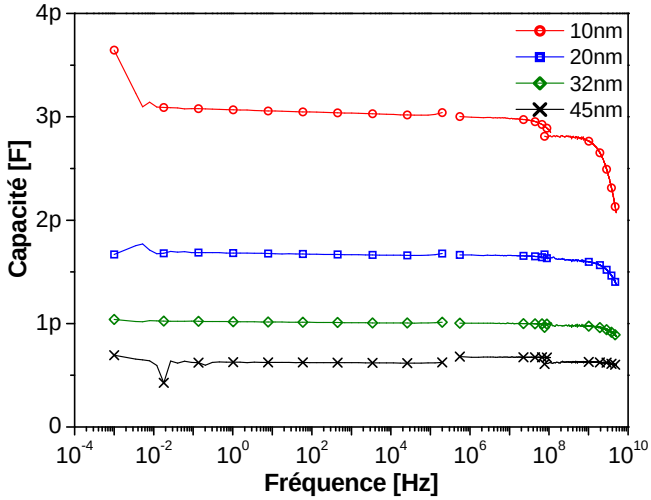


Figure 5-21 : Extraction de la capacité pour la MIM intégrant du ZrO_2 en couplant des mesures sur des capacités plots en basses fréquences et des capacités parallèles à un port de 100 µm² en moyennes et hautes fréquences.

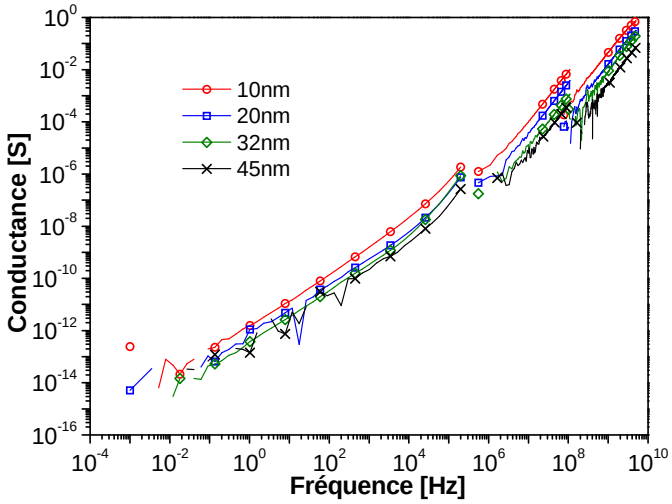


Figure 5-22 : Extraction de la conductance pour la MIM intégrant du ZrO_2 en couplant des mesures sur des capacités plots en basses fréquences et des capacités parallèles à un port de 100 µm² en moyennes et hautes fréquences.

Les résultats en fréquence présentés dans les deux figures précédentes montrent un excellent accord sur toute la plage de fréquences entre les différentes techniques. La capacité est

stable avec une légère remontée dans les très basses fréquences et une chute en hautes fréquences pour les épaisseurs les plus faibles. Des phénomènes inductifs parasites se manifestent à hautes fréquences. Le composant est alors modélisé par le schéma de la Figure 5-23 par une association en série d'une inductance et d'une résistance avec en parallèle la capacité et la conductance.

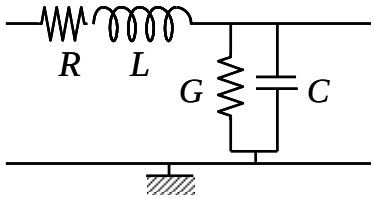


Figure 5-23 : Schéma électrique équivalent idéal de la capacité parallèle à un port mesurée en hautes fréquences.

Mais comme nos mesures ne nous permettent pas d'obtenir assez d'équations pour le nombre d'inconnues, à savoir 2 équations pour 4 inconnues, nous ne pouvons pas tenir compte de l'effet inductif et le composant présente une fréquence de coupure définie comme l'écart à l'idéalité. La diminution de la capacité en hautes fréquences vient donc du fait que le composant ne se comporte plus comme une véritable capacité mais comme cette association en série. La fréquence de coupure est ainsi calculée pour plusieurs surfaces dans le Tableau 5-10.

Tableau 5-10 : Fréquences de coupure pour différentes surfaces de capacités MIM intégrant du ZrO_2.

Surface / Epaisseur de ZrO_2	100 µm²	400 µm²	2500 µm²
10 nm	1,2 GHz	600 MHz	200 MHz
20 nm	3 GHz	1,2 GHz	400 MHz
32 nm	4,5 GHz	1,6 GHz	600 MHz
45 nm	7 GHz	3,1 GHz	1,1 GHz

Avec les valeurs de capacité C et de conductance G, la capacité surfacique C_S et le facteur de qualité Q peuvent être calculés en hautes fréquences, domaine le plus intéressant d'un point de vue des applications visées. La Figure 5-24 présente les résultats obtenus.

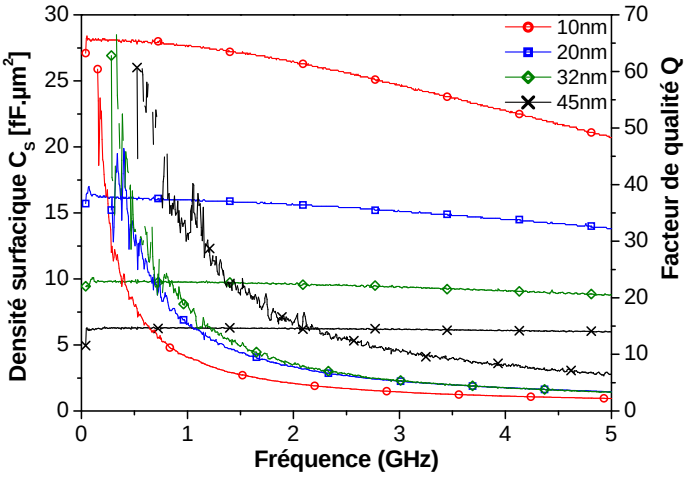


Figure 5-24 : Densité surfacique C_S et facteur de qualité Q calculés de 40 MHz à 5 GHz.

La densité surfacique extraite des mesures hautes fréquences diffère des valeurs mesurées à l'impédancemètre à 100 MHz de seulement moins de 2 %. Comme le montre la Figure 5-24, la densité surfacique de la structure intégrant 10 nm de ZrO_2 décroit plus rapidement avec la fréquence qu'avec les autres épaisseurs, notamment celle avec 45 nm de ZrO_2 et son facteur de qualité est assez faible. Ces résultats peuvent être expliqués par des pertes plus importantes dans les faibles épaisseurs de ZrO_2. La structure intégrant 45 nm de ZrO_2 a un facteur de qualité plus important, entre 10 et 30, et une densité surfacique stable à 6 fF.µm^{-2} jusqu'à 5 GHz. Le Tableau 5-11 résume les valeurs obtenues pour le facteur de qualité et la densité surfacique à 1 et 4 GHz

Tableau 5-11 : Performances à hautes fréquences des capacités MIM intégrant différentes épaisseurs de ZrO_2.

Epaisseur [nm]	Densité C_S [fF.µm^{-2}]		Facteur de qualité Q	
	@ 1 GHz	@ 4 GHz	@ 1 GHz	@ 4 GHz
10	28	23	10	2,6
20	16	15	15	4,1
32	10	9	19	4,1
45	6	6	31	8,3

Ces valeurs sont à rapprocher de celles obtenues pour l'HfO_2 et des spécifications de l'ITRS. Pour 30 nm d'HfO_2 intégré en structure MIM, un facteur de qualité de 9 pour une densité surfacique de 5,5 fF.µm^{-2} a été obtenu. L'ITRS préconise de son côté une densité supérieure à 10 fF.µm^{-2} et un facteur de qualité supérieur à 50 à 1 GHz. A la vue de ces chiffres, les deux épaisseurs de 32 et 45 nm de ZrO_2 sont d'excellents candidats pour les applications RF. Les échantillons avec des épaisseurs plus faibles ont un facteur de qualité trop faible, dégradé par des courants de fuites.

d. Estimation de la couche d'interface

A partir de ces mesures sur des capacités, la valeur de la permittivité peut être calculée grâce à la notion d'épaisseur d'oxyde équivalente ("Equivalent Oxide Thickness" ou EOT) fonction de

l'épaisseur de ZrO_2. Ces fonctions sont tracées pour trois fréquences, 1 kHz, 1 MHz et 1 GHz, dans la Figure 5-25 ci-après. En effet, l'EOT est une fonction linéaire de la permittivité avec l'épaisseur de diélectrique selon la relation suivante :

$$\frac{\varepsilon_0 \varepsilon_{SiO_2} S}{C} = EOT = \frac{\varepsilon_{SiO_2}}{\varepsilon_{ZrO_2}} t_{ZrO_2} \qquad (5.9)$$

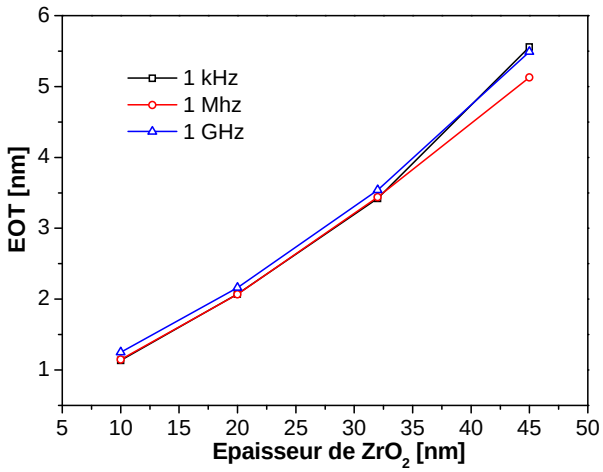


Figure 5-25 : Epaisseur d'oxyde équivalente en fonction de l'épaisseur de ZrO_2

La pente de la droite représentant l'évolution de l'EOT en fonction de l'épaisseur de ZrO_2 donne directement la permittivité du diélectrique. La permittivité peut être extraite à différentes fréquences et le Tableau 5-12 résume les valeurs calculées entre 1 kHz et 1 GHz :

Tableau 5-12 :Extraction de la permittivité relative du ZrO_2 à différentes fréquences

Fréquence	1 kHz	10 kHz	100 kHz	1 MHz	10 MHz	100 MHz	1 GHz
Permittivité relative	31.0	30.9	31.0	34.2	34.3	34.5	32.2

On retrouve des valeurs proches de celles obtenues pour le matériau caractérisé via les lignes micro-ruban. Enfin, avec ces valeurs de permittivité, la capacité surfacique est calculée pour chaque épaisseur de ZrO_2 et résumée dans le Tableau 5-13 :

Tableau 5-13 :Extraction de la capacité surfacique pour les différentes épaisseurs de diélectrique

Epaisseur [nm]	10	20	32	45
Capacité surfacique [fF.µm^{-2}]	30.2	16.6	10.1	6.2

Enfin, à partir des courbes de l'EOT, l'épaisseur de la couche d'interface entre l'électrode inférieure (en TiN) et la couche de diélectrique peut être évaluée. La valeur de l'ordonnée à l'origine des droites correspond à l'épaisseur d'oxyde équivalente de la couche d'interface et permet de calculer l'épaisseur de l'interface. La Figure 5-26 montre ces droites de tendance pour les différentes fréquences étudiées. Seules trois épaisseurs sont conservées : 10, 20 et 30 nm.

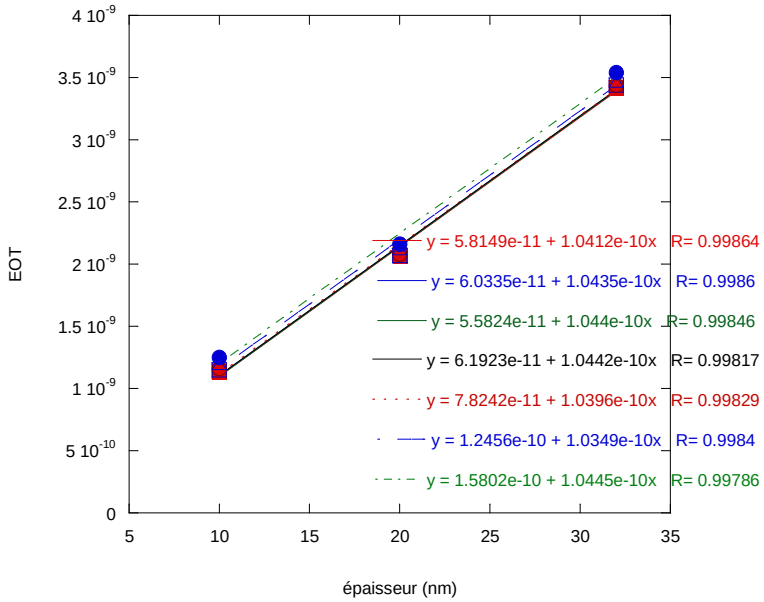


Figure 5-26 : EOT en fonction de l'épaisseur du ZrO_2.

Une EOT d'interface est trouvée de l'ordre de 1 Å. Si on considère à l'interface une couche d'oxyde de type TiO_xN_y et si on se réfère à la publication [21], on peut calculer l'épaisseur physique en approximant la valeur de la permittivité relative de la couche d'interface à 7. On obtient alors une épaisseur de couche d'interface de 2 Å environ. Cette valeur est à rapprocher de la valeur d'interface donnée dans le Tableau 5-1 qui était de 6 Å. Nous obtenons donc le bon ordre de grandeur d'épaisseur.

3. Tableau récapitulatif

Comme précédemment, tous les résultats obtenus pour le dioxyde de Zirconium sont résumés dans le Tableau 5-14 ci-après. Les caractéristiques électriques du ZrO_2 intégré en structure MIM : champ de claquage E_{bd}, permittivité ε_r et pertes tan δ sont d'abord données. Ensuite, les performances des capacités MIM intégrant ce diélectrique : tension de claquage V_{bd}, fuites *I*, densité surfacique C_S, facteur de qualité Q, linéarité en tension α et en température α_T sont résumées. Ces valeurs sont également confrontées aux spécifications de l'ITRS pour l'année 2013 pour des capacités MIM utilisées dans des circuits RF. De même que précédemment, les valeurs de linéarité en tension sont obtenues à partir de mesures *C*(V) présentées dans la dernière partie de ce chapitre. Le même jeu de couleurs est introduit : donnée en rouge quand la spécification n'est largement pas atteinte et ne pourra pas être améliorée, en vert quand elle est atteinte ou dépassée et en bleu si elle est prometteuse et qu'elle peut être améliorée.

Tableau 5-14 :Récapitulatif des résultats obtenus pour le dioxyde de Zirconium ZrO_2 et comparaison avec les spécifications ITRS.

Epaisseur [nm]	ITRS	10	20	32	45
Champ de claquage E_{bd} [$MV.cm^{-1}$]	-	3,7	3,1	3,1	3,2
Permittivité relative ε_r @ 1 GHz	-	31,5	36,3	35,2	32,0
Tangente de pertes tan δ @ 1 GHz	-	0,09	0,06	0,05	0,03
Densité surfacique C_S [$fF.\mu m^{-2}$]	> 7	28	16	10	6
Facteur de qualité Q @ 1 GHz	> 50	10,6	16,9	19,0	31,4
Tension de claquage V_{bd} [V]	> 10	3,7	6,2	10	14,6
Fuites *I* @ 5 V et 125 °C [$nA.cm^{-2}$]	< 10	-	3.10^{+6}	142,7	34,3
Linéarité en tension α [$ppm.V^{-2}$]	< 100	12060 @ 10 kHz 2231 @ 1 GHz	1838 @ 10 kHz 598 @ 1 GHz	512 @ 10 kHz 273 @ 1 GHz	180 @ 10 kHz 193 @ 1 GHz
Linéarité en température α_T [$ppm.°C^{-1}$]	< 100	-	-	-	403

Pour le ZrO_2 comme pour l'HfO_2, l'épaisseur du film influe sur la valeur de la permittivité et sur les courants de fuites, au même titre qu'une couche d'interface en TiO_xN_y. Comme prévu par [27], la permittivité du ZrO_2 change avec l'épaisseur et la phase cristalline du diélectrique. La cristallinité, assurément différente selon les épaisseurs, doit être contrôlée afin d'obtenir la meilleure valeur de permittivité. Le facteur de qualité en hautes fréquences, peut également être amélioré en jouant sur les valeurs de résistivités des électrodes. Ces études ont été valorisées par deux publications pour le moment [19,28].

Après avoir caractérisé les matériaux diélectriques HfO_2 et ZrO_2 et étudié les capacités MIM intégrant ces diélectriques, une étude originale a été menée sur les effets de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM intégrant du ZrO_2.

IV. Effet de la fréquence sur la linéarité en tension

1. Introduction

La linéarité en tension des capacités MIM est un paramètre essentiel pour les applications visées par ces composants et surtout ceux intégrant des diélectriques à forte ou moyenne permittivité. Elle est caractérisée par deux paramètres, α et β appelés « Voltage Coefficients Capacitance » ou « VCC », respectivement en $ppm.V^{-1}$ et $ppm.V^{-2}$, provenant de la modélisation de la variation de capacité relative $\Delta C/C_0$ par un polynôme du second ordre, comme présenté dans les chapitres précédents.

Nous avons vu que le coefficient linéaire β est moins critique que α, même si sa valeur doit être la plus faible possible, car son effet peut être annulé à l'aide d'une technique d'architecture différentielle [29]. L'ITRS préconise des valeurs de α inférieures à 100 ppm.V^{-2} pour les applications radiofréquences. Cet objectif est un défi car peu de diélectrique permettent d'atteindre cette spécification de 100 ppm.V^{-2} tout en ayant une grande densité surfacique. De plus, il a été montré dans plusieurs publications récentes [30,31,32,33,34] que ce paramètre α varie avec la fréquence. Des études ont été menées afin d'évaluer cet effet.

Au cours de cette étude, nous nous focaliserons sur le coefficient α pour des capacités MIM intégrant du ZrO_2 présentées ci-avant. Dans un premier temps, les caractéristiques *C*(V) à différentes fréquences seront présentées. Puis les coefficients seront extraits et les effets de l'épaisseur du diélectrique et de la fréquence seront soulignés et commentés.

2. Caractéristiques *ΔC*(V) à différentes fréquences

Dans ce paragraphe, nous présentons les différentes courbes *C*(V) pour des capacités intégrant du ZrO_2. Tout d'abord, nous nous plaçons à 10 kHz et présentons dans la Figure 5-27 les courbes *C*(V) pour les quatre différentes épaisseurs de diélectrique.

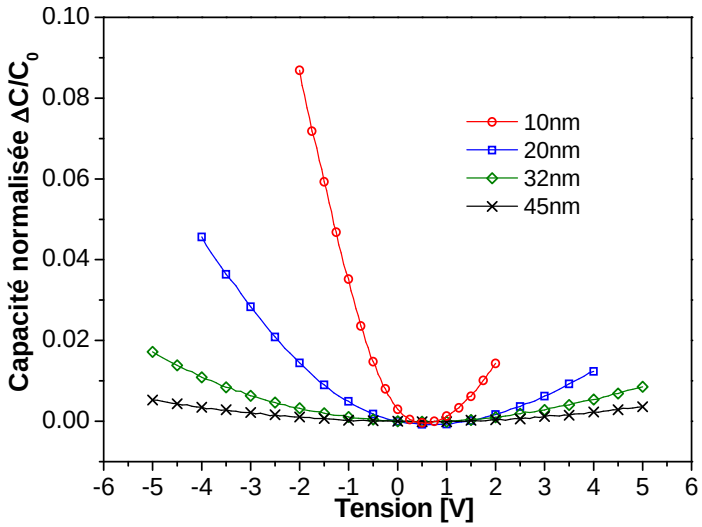


Figure 5-27 : Capacité normalisée $\Delta C/C_0$ à 10 kHz et 25 °C calculée à partir de mesures *C*(V) pour les quatre épaisseurs de ZrO_2.

La dissymétrie mise en évidence sur les courbes *I*(V) pour les échantillons intégrant du ZrO_2 est retrouvée sur les courbes *C*(V). Le courant qui traverse le diélectrique peut être relié à la linéarité en tension des structures MIM. Le calcul du coefficient α peut être fait de trois manières différentes : un α_+ correspondant à la courbure de la courbe pour des tensions positives, un α_- pour la partie négative et un α_{moyen} pour la courbe complète. Dans le Tableau 5-15, les différentes valeurs obtenues sont résumées.

Tableau 5-15 :Différentes valeurs de α selon la zone de calcul considérée (seulement des tensions positives ou négatives ou toutes).

Epaisseur [nm]	10	20	32	45
α_+ [ppm.V^{-2}]	7402	1140	385	183
α_- [ppm.V^{-2}]	10010	2077	635	185
α_{moyen} [ppm.V^{-2}]	12060	1838	512	180

L'interface entre l'électrode et le diélectrique, avec la présence ou non d'une couche interfaciale, influe sur les valeurs de linéarité en tension des capacités MIM. Ceci n'était pas observé pour l'HfO_2 car le procédé de dépôt, qui ne comprend pas de plasma d'Oxygène, ne doit pas entraîner la formation d'une couche d'interface en TiO_xN_y comme montré par [21]. Par la suite nous ne considèrerons que les valeurs de α_{moyen}, appelé simplement α.

Une augmentation de la courbure avec la diminution de l'épaisseur du diélectrique est mise en évidence pour les deux diélectriques. Une augmentation du coefficient α avec la diminution de l'épaisseur est ainsi soulignée, comme montré par [32].

Pour les quatre épaisseurs de ZrO_2, des mesures C(V) ont été faites jusqu'à 1 GHz afin de souligner l'effet de la fréquence sur la courbure. La Figure 5-28 suivante montre ces courbes pour chaque décade de fréquences, de 1 kHz à 1 GHz, pour l'échantillon intégrant 20 nm de ZrO_2.

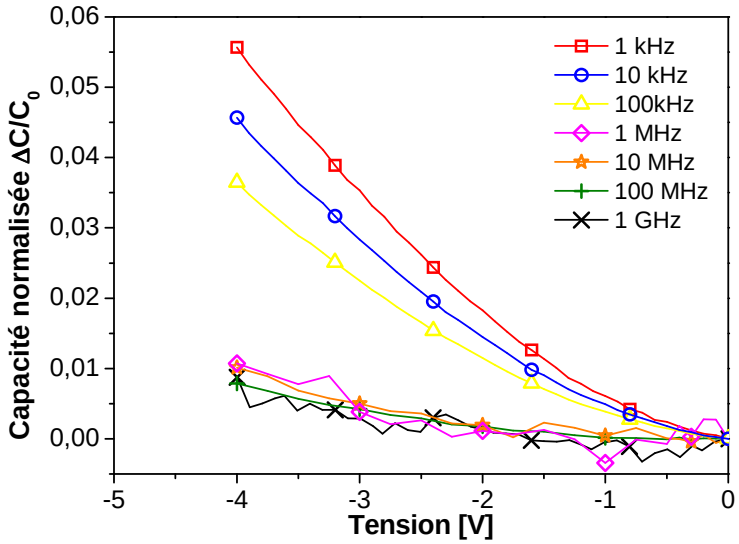


Figure 5-28 : Capacité normalisée $\Delta C/C_0$ à différentes fréquences et 25 °C pour l'échantillon intégrant 20 nm de ZrO_2.

Une fois toutes ces courbes obtenues en fonction de différentes températures et de différentes fréquences, nous pouvons calculer le coefficient α pour chaque condition. Le Tableau 5-16 ci-après résume les valeurs obtenues pour chaque fréquence. Une diminution du coefficient α avec l'augmentation de la fréquence est soulignée quelle que soit l'épaisseur de diélectrique.

Tableau 5-16 :Variation du coefficient a avec la fréquence.

Epaisseur [nm]		10	20	32	45
α [ppm.V^{-2}]	1 kHz	15670	2215	577	199
	10 kHz	12060	1838	512	180
	100 kHz	9052	1494	435	152
	1 MHz	6521	1165	438	151
	10 MHz	4409	946	330	158
	100 MHz	3140	702	264	138
	1 GHz	2231	598	273	193

Des études précédentes [35,36] ont déjà souligné cet effet de la fréquence mais jamais jusqu'à 1 GHz et cette étude a permis une publication originale [37].

3. Variation du VCC α avec l'épaisseur

Tout d'abord, la dépendance du paramètre α avec l'épaisseur du diélectrique est étudiée. Dans la Figure 5-29, la variation du paramètre α avec l'inverse de l'épaisseur du diélectrique au carré est reportée. Les points expérimentaux s'accordent parfaitement avec une loi linéaire qui valide une dépendance de α avec l'épaisseur e de la forme : $\alpha \propto e^{-2}$, en accord avec [32]. Cet effet de l'épaisseur est du à l'augmentation du champ électrique E dans le diélectrique avec la diminution de l'épaisseur.

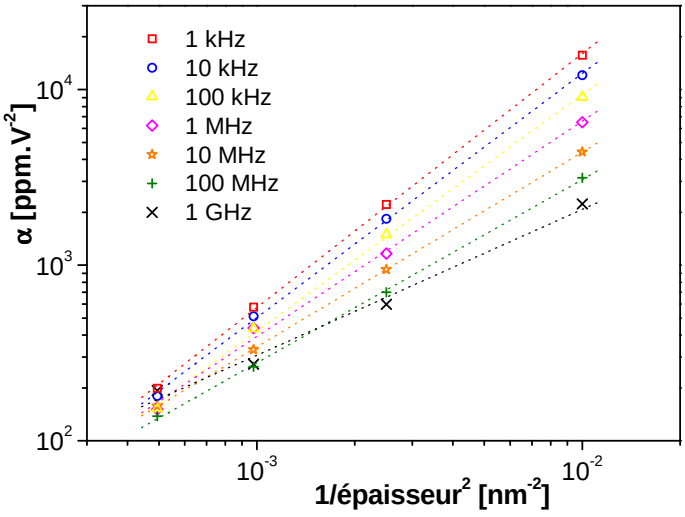


Figure 5-29 : Variation du paramètre VCC α avec l'épaisseur de ZrO_2. Les lignes en pointillés symbolisent un fit linéaire sur les points expérimentaux.

4. Effet de la fréquence

Nous allons maintenant étudier l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM. Tout d'abord, la dépendance en fréquence de la capacité C_0 à tension nulle est reportée dans la Figure 5-30 où les points expérimentaux de *C*(f) sont reliés avec une loi puissance de type ω^{n-1}.

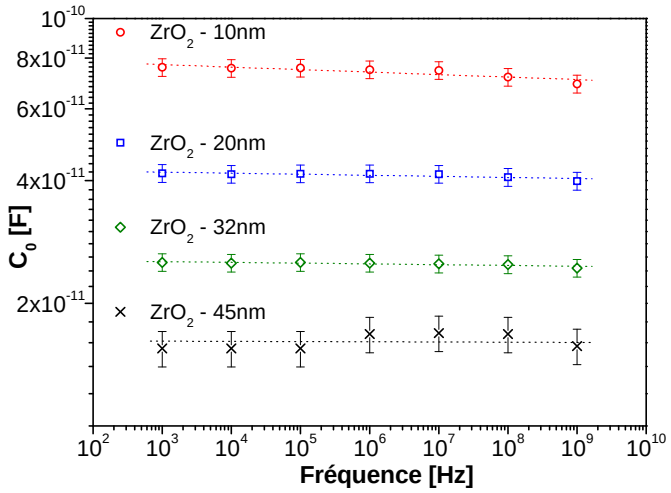


Figure 5-30 : Variation de la valeur de capacité à 0 V C_0 avec la fréquence. Les lignes en pointillés représentent une loi puissance reliant les points expérimentaux.

Les valeurs extraites de l'exposant (n-1) de la loi puissance sont reportées dans le Tableau 5-17. Ces faibles valeurs sont cohérentes avec la dépendance en fréquence des diélectriques proposée par Jonsher [38,39] qui souligne le phénomène de relaxation observé dans la plupart des diélectriques.

Tableau 5-17 :Valeurs mesurées de l'exposant (n-1) de la loi puissance ω^{n-1} décrivant les courbes *C*(f).

Thickness [nm]	10	20	32	45
|n-1|	0.006	0.003	0.002	0.001

Ensuite, à partir des mesures présentées dans le Tableau 5-16, l'évolution du paramètre α est tracée en fonction de la fréquence dans la Figure 5-31 et en reliant ces points expérimentaux par une loi puissance.

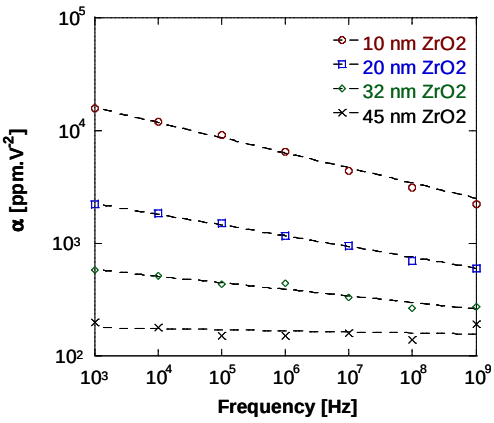


Figure 5-31 : Variation du paramètre α avec la fréquence. Les points expérimentaux sont reliés par des lignes en pointillés représentant une loi en f^{-m}.

Les valeurs de l'exposant m trouvées ci-dessus sont reportées dans le Tableau 5-18 suivant. Cet exposant dépend de l'épaisseur du diélectrique. Plus le diélectrique est fin, plus ce coefficient

m est élevé. De plus, la valeur de ce coefficient m pour l'épaisseur de 45 nm de ZrO_2 est très proche de celle du coefficient (n-1) trouvée dans le Tableau 5-17 qui représente la variation avec la fréquence de la susceptibilité du diélectrique à 0 V. Et nous avons également vu dans le Tableau 5-16 que α dépend de l'épaisseur du diélectrique.

Tableau 5-18 : Valeurs mesurées de l'exposant m de la loi puissance f^m décrivant les courbes $\alpha(f)$.

Thickness [nm]	10	20	32	45
|m|	0.14	0.098	0.06	0.009

Afin de soustraire l'effet de l'épaisseur au coefficient α lui-même, le coefficient α en fonction du champ électrique E, appelé α_E, est calculé à partir de la relation suivante [30] :

$$\alpha_E = \alpha \cdot e^2 \tag{5.10}$$

Avec e l'épaisseur du diélectrique.

Cette expression provient du fait que la variation de la valeur de capacité en fonction de la tension appliquée peut également être reliée au champ électrique appliqué via la relation suivante :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \alpha_E E^2 + \beta_E E \tag{5.11}$$

Dans la Figure 5-32, l'évolution de ce coefficient α_E avec la fréquence est représentée. Les points expérimentaux, avec les barres d'erreur, sont reliés avec une loi exponentielle.

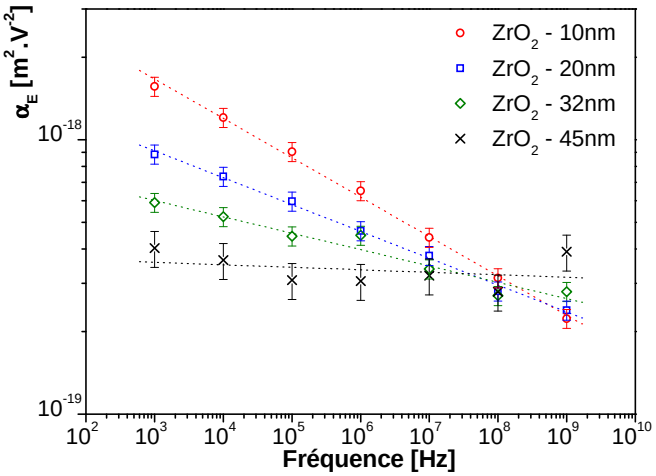


Figure 5-32 : Variation du paramètre α_E avec la fréquence. Les lignes en pointillés représentent un fit exponentiel sur les points expérimentaux.

Nous pouvons observer qu'à hautes fréquences les valeurs des coefficients α_E sont comprises entre $2{,}2.10^{-19}$ et 3.10^{-19} $m^2.V^{-2}$ pour toutes les épaisseurs. Ces valeurs sont en accord avec celles calculées dans [30] qui sont seulement reliées aux propriétés intrinsèques du matériau (expansion thermique, susceptibilité diélectrique à 0 V). Ces résultats sont cohérents avec la très faible dépendance de α_E avec la fréquence, proche de la variation de la capacité à 0 V avec la

fréquence, pour l'échantillon intégrant 45 nm de ZrO_2. Dans ce sens, nous pouvons considérer que ce coefficient α_E pour 45 nm de ZrO_2 correspond à la valeur intrinsèque de la linéarité en tension du diélectrique ZrO_2.

Si nous supposons que ce coefficient est la somme de deux contributions, intrinsèque α_{Eint} et extrinsèque α_{Eext}, nous obtenons la relation suivante :

$$\alpha_E = \alpha_{E\,\mathrm{int}} + \alpha_{Eext} \tag{5.12}$$

α_{Eint} est donné par la variation observée de $\alpha_E(f)$ pour l'épaisseur la plus épaisse de diélectrique, soit 45 nm ici. α_{Eint} ne varie pas avec la fréquence car il est du à des propriétés massives du matériau qui ne doivent pas varier pour des fréquences en-dessous de 10^{+12} Hz [30]. Comme observé dans la Figure 5-28, les valeurs de α sont très proches pour les fréquences supérieures à 1 MHz. Dans ce cas, les variations de α observées expérimentalement pour une épaisseur de 45 nm de ZrO_2 sont considérées comme constantes et donnent un ordre de grandeur de l'incertitude sur les mesures, incluses dans les figures.

Les contributions extrinsèques, comme les mécanismes de relaxation de charge d'espace [34,40], sont connus pour décroitre avec la fréquence. Il apparait que, pour les trois épaisseurs les plus faibles, les phénomènes extrinsèques gouvernent l'évolution de α à faibles fréquences. Quand la fréquence augmente, les effets extrinsèques sont fortement réduits alors que les effets intrinsèques restent constants. Les effets intrinsèques et extrinsèques deviennent du même ordre de grandeur pour des fréquences au-delà de 1 MHz.

Pour les trois épaisseurs les plus faibles, α_{Eext} est calculé en soustrayant la valeur de α_{Eint} de l'échantillon de 45 nm aux valeurs de α_E. Les résultats obtenus sont tracés dans la Figure 5-33 pour les fréquences les plus faibles.

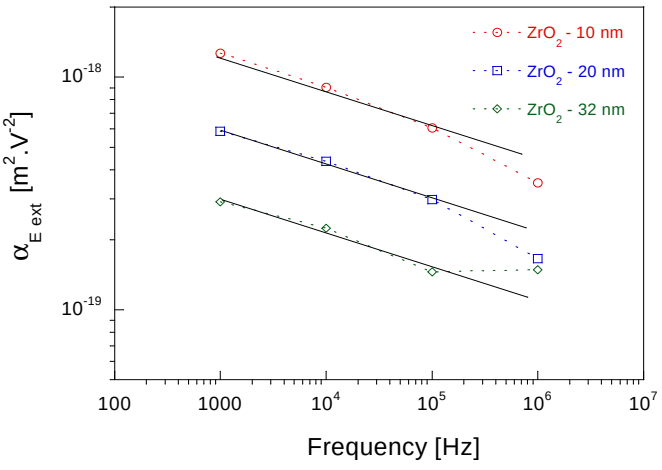


Figure 5-33 : Variation du paramètre α_{Eext} avec la fréquence pour les trios épaisseurs les plus faibles de ZrO_2.

Dans cette gamme, nous observons que la variation de α_{Eext} est indépendante de l'épaisseur du diélectrique et suit une loi puissance avec un exposant m de l'ordre de +0,19. À fréquence constante, nous observons un décalage de α_{Eext} entre les différentes épaisseurs. Nous pouvons penser à une différence dans la conductivité de la couche pour expliquer ce phénomène.

En effet, si nous supposons que les effets extrinsèques proviennent d'un mécanisme de relaxation de charge d'espace comme la polarisation d'électrode citée par [34,40], la fréquence de coupure de ce phénomène est proportionnelle à la conductivité. Ainsi, plus l'épaisseur de ZrO_2 est faible, plus la conductivité de la couche sera élevée. Ceci est vérifié en comparant dans la Figure 5-34 les courants de fuites et les pertes des différents échantillons.

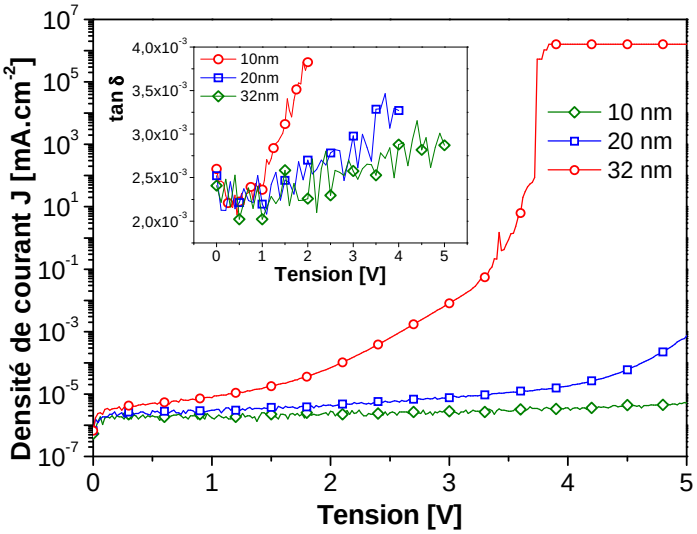


Figure 5-34 : Courants de fuite et tangente de pertes tan δ (à 10 kHz) pour les trois échantillons intégrant les plus faibles épaisseurs de ZrO_2.

Nous remarquons que les pertes du matériau, caractérisées par tan δ, augmentent avec la tension appliquée. Egalement, plus l'épaisseur du diélectrique est faible, plus l'augmentation des pertes est importante. Au niveau des courants de fuites en continu, ces fuites augmentent avec la diminution de l'épaisseur.

Dans cette partie, l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension de capacités à base de ZrO_2 a bien été mis en évidence jusqu'à 1 GHz. Une valeur limite de α_E, correspondant à une contribution intrinsèque du diélectrique à cette linéarité en tension, est obtenue. Cette valeur, aux alentours de 3.10^{-19} $m^2.V^{-2}$ pour le ZrO_2, est en accord avec un modèle précédent [30]. De plus, la variation des VCC avec la fréquence, pour des échantillons très faibles, semble probablement due à des mécanismes extrinsèques liés à une variation de la conduction avec l'épaisseur [34].

V. Conclusions

Dans ce chapitre, deux diélectriques, l'HfO_2 et le ZrO_2, ont été caractérisés. Des valeurs de permittivité relative de l'ordre de 20 pour le premier et de 34 pour le second ont été obtenues jusqu'à 5 GHz. Pour des épaisseurs entre 30 et 40 nm, permettant de conserver des courants de fuite acceptables, la densité surfacique peut monter jusqu'à 6 à 10 $fF.\mu m^{-2}$, dépassant les spécifications de l'ITRS.

Ensuite, pour la première fois, l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM a été caractérisé jusqu'à 1 GHz. Nous avons pu mettre en évidence un découplage entre les effets intrinsèques et extrinsèques au diélectrique sur la valeur de ce coefficient α. Les effets intrinsèques sont principalement observés pour les films les plus épais.

Références du cinquième chapitre :

[1] J. Robertson, "Band offsets of wide-band-gap oxides and implications for future electronic devices", *Journal of Vacuum Science & Technology B (Microelectronics and Nanometer Structures)*, vol. 18, no. 3, pp. 1785-1791, May-June 2000.

[2] G. D. Wilk, R. M. Wallace, J. M. Anthony, "High-k gate dielectrics: Current status and materials properties considerations", *Journal of Applied Physics*, vol. 89, no. 10, May 2001.

[3] K. C. Chiang *et al.*, "Very High-Density (23 $fF.\mu m^{-2}$) RF MIM Capacitors Using high-k TaTiO as the Dielectric", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 26, no. 10, October 2005.

[4] S. M. Sze, Physics of Semiconductor Devices, 2nd ed., Wiley, New York, 1981.

[5] C. Vallee, P. Gonon, T. Bertaud, H. Grampeix and V. Jousseaume, "Atomic Layer Deposition of high k materials for MIM devices: MIM capacitors and non volatile memories (RRAM)", *10th International Conference on ALD*, Seoul, June 20-23 2010.

[6] B. H. Lee, L. Kang, W.-J. Qi, R. Nieh, Y. Jeon, K. Onishi and J. C. Lee, "Ultrathin Hafnium Oxide with Low Leakage and Excellent Reliability for Alternative Gate Dielectric Application", *Proc. Of International Electron Devices Meeting*, pp. 133-136, 1999.

[7] M. Lukosius, C. Walczyk, M. Fraschke, D. Wolansky, H. Richter, C. Wenger, "High performance metal-insulator-metal capacitors with atomic vapor deposited HfO_2 dielectrics", *Thin Solid Films*, vol. 518, pp. 4380-4384, 2010.

[8] N. Gaillard, L. Pinzelli, M. Gros-Jean and Ahmad Bsiesy, "In situ electric field simulation in metal/insulator/metal capacitors", *Applied Physics Letters* 89, 133506, 2006.

[9] N. Inoue *et al.*, "Surface Control of Bottom Electrode in Ultra-Thin SiN Metal–Insulator–Metal Decoupling Capacitors for High Speed Processors", *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 46, no. 4B, pp. 1968–1973, 2007.

[10] S. Blonkowski, M. Regache and A. Halimaoui, "Investigation and modeling of the electrical properties of metal–oxide–metal structures formed from chemical vapor deposited Ta_2O_5 films", *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 3, August 2001.

[11] C. Sire, "Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS", Thèse de doctorat, Laboratoire des Technologies de la Microélectronique, Université Joseph Fourier, 2009.

[12] S. Blonkowski, "Filamentary model of dielectric breakdown", *Journal of Applied Physics*, vol. 107, 2010.

[13] W. R. Harrel and J. Frey, "Observation of Poole-Frenkel effect saturation in SiO_2 and other insulating film", *Thin Solid Films*, vol. 352, pp. 195-204, 1999.

[14] F. Mondon and S. Blonkowski, "Electrical characterisation and reliability of HfO_2 and Al_2O_3–HfO_2 MIM capacitors", *Microelectronics Reliability*, vol. 43, pp. 1259–1266, 2003.

[15] M. Lukosius *et al.*, "Atomic-vapour-deposited HfO_2 and $Sr_4Ta_2O_9$ layers for metal-insulator-metal applications", *Microelectronic Engineering*, vol. 84, pp. 2165–2168, 2007.

[16] B. Miao, R. Mahapatra, N. Wright, A. Horsfall, « Electrical Properties of Thermally Grown HfO_2 and $HfO_2/TiO_2/HfO_2$ MIM Capacitors fabricated on SiO_2/Si Substrate and HfO_2 MIM Capacitors Fabricated on Sapphire", *Material Research Society*, March 24 - 27, 2008.

[17] J.-P. Manceau, S. Bruyère, S. Jeannot, A. Sylvestre and Patrice Gonon "Current Instability, Permittivity Variation With Frequency, and Their Relationship in Ta_2O_5 Capacitor", *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, vol. 7, no. 2, pp. 315-322, June 2007.

[18] J.-P. Manceau *et al.*, "New capacitor parametric test methodology for process issues control", *Proc. Of the 37th European Solid State Device Research Conference*, pp. 398-401, 2007.

[19] T. Bertaud *et al.*, "Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin ZrO_2 and HfO_2 films for integrated MIM capacitors", *Microelectronic Engineering*, vol. 87, no. 3, Pages 301-305, March 2010.

[20] A. Berthelot *et al.*, "Highly Reliable TiN/ZrO_2/TiN 3D Stacked Capacitors for 45 nm Embedded DRAM Technologies", *Proc. Of the 36th European Solid State Device Research Conference*, pp. 343-346, 2006.

[21] C. Wenger *et al.*, "The role of the HfO_2–TiN interface in capacitance–voltage nonlinearity of Metal-Insulator-Metal capacitors", Thin Solid Films, vol. 517, pp. 6334–6336, 2009.

[22] D. Monnier *et al.*, "PEALD ZrO_2 films deposition on TiN and Si substrate", in *Proceddings of the 216th ECS Meeting*, vol. 25, no. 8, pp. 235-241, 2009.

[23] J. Robertson, K. Xiong and B. Falabretti, "Point Defects in ZrO_2 High-k Gate Oxide", *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, vol. 5, no. 1, pp. 84-89, 2005.

[24] J.-H. Kim *et al.*, "Physical and electrical characterization of high-k ZrO_2 metal–insulator–metal capacitor", *Thin Solid Films*, vol. 516, pp. 8333–8336, 2008.

[25] S. Blonkowski, "ZrO_2 based MIM integrated capacitors for DRAM", *Internal report STMicroelectronics*, 2006.

[26] M. Kamijyo *et al.*, "Capacitor property and leakage current mechanism of ZrO_2 thin films prepared by anodic oxidation", *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 42, pp. 4399-4403, 2003.

[27] D. Vanderbilt, X. Zhao, D. Ceresoli, "Structural and dielectric properties of crystalline and amorphous ZrO_2", *Thin Solid Films*, vol. 486, pp. 125– 128, 2005.

[28] T. Bertaud *et al.*, "DC to Radio-Frequency Characterization of ZrO_2 Dielectric for "Metal-Insulator-Metal" Integrated Capacitors", in *Proceedings of the Asia Pacific Microwave Conference*, pp. 1397-1400, 7-10 December 2009.

[29] S. Bécu, "Etudes des non linéarités de permittivité de diélectriques utilisés en microélectronique, application aux capacités MIM", Thèse de doctorat, Université de Provence, 2006.

[30] S. Blonkowski, "Nonlinear capacitance variations in amorphous oxide MIM structures," *Applied Physics Letters*, vol. 91, no. 17, p. 172 903, Oct. 2007.

[31] S. Bécu, S. Crémer, and J.-L. Autran, "Microscopic model for dielectric constant in metal-insulator-metal capacitors with high-permittivity metallic oxides," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 5, p. 052 902, Jan. 2006.

[32] C. Wenger *et al.*, "Microscopic model for the nonlinear behavior of high-k MIM capacitors," *Journal of Applied Physics*, vol. 103, no. 10, p. 104 103, May 2008.

[33] S. Blonkowski, M. Regache, and A. Halimaoui, "Investigation and modelling of the electrical properties of metal-oxide-metal structures formed from chemical vapour deposited Ta_2O_5 films," *Journal of Applied Physics*, vol. 90, no. 3, pp. 1501–1508, Aug. 2001.

[34] P. Gonon and C. Vallée, "Modeling of nonlinearities in the capacitance voltage characteristics of high-k metal-insulator-metal capacitors", *Applied Physic Letters*, vol. 90, no. 14, pp. 142 906, April 2007.

[35] C. Zhu *et al.*, "Voltage and temperature dependence of capacitance of high-k HfO_2 MIM capacitors: a unified understanding and prediction", *IEDM Tech Dig 2003*, pp. 3651-3654.

[36] H. Hu *et al.*, "Physical and electrical characterization of HfO_2 MIMcapacitors for Si analog circuit applications", *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 1, pp. 551-557, July 2003.

[37] T. Bertaud, S. Blonkowski, C. Bermond, C. Vallée, P. Gonon, M. Gros-Jean and B. Fléchet, "Frequency effect on voltage linearity of ZrO_2 based RF Metal-Insulator-Metal capacitors", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 31, no. 2, Pages 114-116, 2010.

[38] A. K. Jonscher, "Dielectric relaxation in solids," *J. Phys. D, Appl. Phys.*, vol. 32, no. 14, pp. R57–R70, Jul. 1999.

[39] A. K. Jonscher, Dielectric Relaxation in Solids. London, U.K.: Chelsea Dielectrics, 1983, ch. 5, pp. 247–251.

[40] F. El Kamel, P. Gonon, and 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, no. 17, pp. 172 909, Oct. 2007.

Conclusion générale

Bilan

Cette thèse portait sur la caractérisation très large bande et *in-situ* de matériaux diélectriques à moyenne ou forte permittivité, intégrés en structure « Métal / Isolant / Métal ». Deux axes principaux ont donc été considérés :

- ✓ la caractérisation électrique de ces matériaux diélectriques, de natures très différentes, à savoir principalement la détermination de leur permittivité et leur tangente de pertes,
- ✓ leur potentialité d'intégration dans des capacités MIM en termes de performances du point de vue de l'ITRS (facteur de qualité, fuites, linéarité en tension,…) ou d'applications pour les matériaux ayant des propriétés ferroélectriques ou piézoélectriques.

Les principales difficultés scientifiques à surmonter sont liées à la méconnaissance des caractéristiques électriques de ces matériaux pour des films de très faibles épaisseurs, les propriétés étant différentes pour des dimensions massives ou nanométriques, et les incertitudes liées aux mesures à très hautes fréquences. Les objectifs de ces travaux de thèse étaient donc :

- ☺ De caractériser ces matériaux sur une large bande (de 10^{-3} Hz à 40 GHz, soit sur 14 décades) afin de déterminer les propriétés électriques du continu à plusieurs dizaines de gigahertz de ces matériaux diélectriques,
- ☺ De caractériser ces matériaux en couches minces (de quelques dizaines à centaines de nanomètres) et de manière *in-situ* (c'est-à-dire en tenant compte des effets du substrat et des différentes métallisations présentes dans le « BEOL » des lignes industrielles) afin d'obtenir les propriétés électriques des matériaux lorsqu'ils sont directement intégrés dans la même configuration que le composant final,
- ☺ De balayer une grande gamme de permittivités (des « low-k » de type SiOCH possédant une permittivité relative entre 2 et 4, aux « giants » comme le $CaCu_3Ti_4O_{12}$ avec une

permittivité relative de l'ordre de 1800), de pertes et de scanner également les propriétés ferroélectriques ou piézoélectriques des matériaux,

☺ De mettre en place un protocole de caractérisation suffisamment générique afin de pouvoir l'appliquer à plusieurs types de diélectriques.

Les travaux ont été organisés autour de quatre points :

- La mise en place d'une méthodologie complète, du développement de la technologie aux méthodes de de-embedding et d'extraction en hautes fréquences, applicables à toutes sortes de diélectriques, en couches minces et indépendamment de leur valeur de permittivité, ou de leurs propriétés physiques.
- Une fois cette méthodologie mise en place et validée, nous avons appliqué ces possibilités à la caractérisation de divers diélectriques, en collaboration avec d'autres laboratoires spécialisés dans le dépôt de ces matériaux.
- Parallèlement, des matériaux dits « matures », c'est-à-dire déjà intégrés dans des technologies industrielles, ont été étudiés.
- Enfin, la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu à partir de l'interprétation des résultats obtenus sur une large gamme de fréquences : relaxations, résonances, effets de la température et du champ électrique, ferroélectricité, piézoélectricité, etc.

L'originalité de ce travail de thèse par rapport à l'état de l'art consiste en cette caractérisation très large bande, sur 14 décades, des propriétés électriques des diélectriques (permittivité relative ε_r et tangente de pertes tan δ), la grande variété de diélectriques caractérisés (oxydes, nitrures, matériau piézoélectrique, ε_r de 5 à 100) et la mise en évidence de l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM. Ces travaux ont été récompensés par 3 publications majeures dans des revues internationales, pour le moment.

Brève synthèse des résultats

Nous avons développé une technologie comportant trois niveaux de masques et une trentaine d'étapes qui permet d'intégrer en couches de quelques dizaines de nanomètres à quelques centaines de nanomètres en structure « MIM » des diélectriques indépendamment de leur nature. Ensuite, nous avons proposés plusieurs méthodes de de-embedding et d'extraction des propriétés électriques en hautes fréquences, suivant les dispositifs mesurés : lignes coplanaires, lignes micro-ruban, capacités parallèles à un ou deux ports. En couplant trois appareils de mesure distincts selon

la gamme de fréquence étudiée, nous sommes capables d'obtenir des caractéristiques de la permittivité relative ε_r et de la tangente de pertes tan δ entre 10^{-3} Hz à 40 GHz. Toute cette méthodologie a d'abord été validée en appliquant le protocole complet à un diélectrique déjà bien connu, le nitrure de Silicium Si_xN_y.

Ensuite, nous avons appliqué cette méthodologie à quatre matériaux diélectriques prometteurs pour l'industrie microélectronique : le nitrure d'Aluminium, piézoélectrique utilisé dans des applications de filtrage en hautes fréquences grâce à des technologies de type « Bulk Acoustic Wave » ou « Surface Acoustic Wave », les oxydes d'Hafnium et de Zirconium, les candidats les plus prometteurs à court terme pour des applications dans des capacités MIM, et l'oxyde de Titane Tantale, dans un registre plus prospectif.

Afin de résumer le travail effectué, nous rappelons sur un même graphique l'évolution de la permittivité relative ε_r des cinq matériaux étudiés en fonction de la fréquence.

- **40 nm de Si_xN_y en violet,**
- **100 nm d'AlN en noir,**
- **20 nm d'HfO_2 en bleu,**
- **45 nm de ZrO_2 en rouge,**
- **100 nm de TiTaO en vert.**

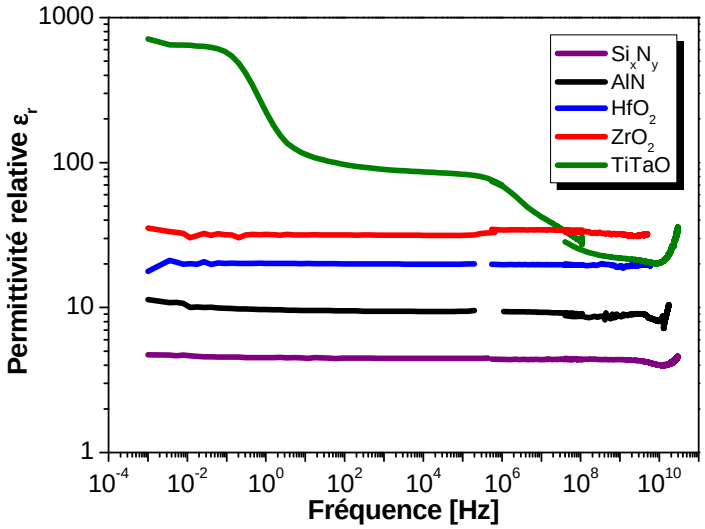


Figure 1 : Permittivité relative sur une très large bande de fréquence (1 mHz à 30 GHz) pour les 5 diélectriques étudiés.

Même si elles sont beaucoup plus difficiles à mesurer, les pertes de ces matériaux, caractérisées par la valeur tan δ, ont également été obtenues.

Des études sont encore en cours sur certains de ces matériaux. Nous avons déjà mentionné la caractérisation de l'AlN dans le sens horizontal (les résultats présentés dans ce manuscrit

concernent le sens vertical) et la mise en évidence de résonances acoustiques. Ensuite, des études en température et en hautes fréquences sur le TiTaO sont prévues. Enfin, d'autres matériaux sont prêts à être caractérisés, comme le $BaSrTiO_3$, et d'autres, qui sont encore à définir, pourront être caractérisés en appliquant la technologie mise au point.

La valeur ajoutée de ce travail de thèse consiste à avoir réussi à obtenir, en même temps, les caractéristiques de la permittivité relative et de la tangente de pertes, dans une configuration in-situ, en structure MIM et en couche mince. De plus, cette approche et toute la méthodologie mise en place peuvent être appliquées à d'autres diélectriques. Avec l'augmentation à la fois des fréquences d'utilisation des dispositifs et des applications « nomades » dans le domaine des micro-ondes, l'apport de ces caractérisations à hautes fréquences des diélectriques utilisés dans ces dispositifs est essentiel afin de comprendre les phénomènes qui se produisent. En ce sens, la mise en évidence de l'effet de la fréquence sur la linéarité en tension des capacités MIM (ZrO_2, chapitre cinq), des relaxations, de charge d'espace ou dipolaires (TiTaO, chapitre quatre), ou des résonances acoustiques (AlN, chapitre quatre) constitue des résultats très intéressants.

Perspectives

Les perspectives à ce travail sont nombreuses, tant au niveau de futurs matériaux à caractériser qu'au niveau des applications.

Comme mentionné précédemment, toute la méthodologie de caractérisation mise en place, fabrication et de-embedding, peut être appliquée à n'importe quel diélectrique ou multi-couches. Il suffit de le déposer sur le niveau métallique inférieur, sur lequel ont été réalisés les premiers motifs, puis de mettre au point la gravure IBE du diélectrique. La caractérisation du $CaCu_3Ti_4O_{12}$ à hautes fréquences et sur une très large bande est un objectif très intéressant. Egalement, l'intérêt des empilements bi ou multi-couches de diélectriques afin de coupler des propriétés complémentaires amène à devoir caractériser ces structures à hautes fréquences. D'autres travaux sur les diélectriques sont également en forte expansion, dans le domaine de l'intégration 3D avec des « low-k » et des mémoires résistives « ReRAM » avec des oxydes métalliques de type HfO_2 ou TiO_2 par exemple. Pourquoi pas le ZrO_2 présenté dans cette étude ?

Sur les échantillons et les masques réalisés, nous avons incorporé des dispositifs prospectifs pour la réalisation de fonctions micro-ondes intégrées sur une puce microélectronique. Par exemple, des coupleurs et des lignes à retard ont été dessinés. Serait-il possible de réaliser ces fonctions directement intégrées dans le BEOL grâce à des diélectriques possédant une permittivité relative élevée ? Ces matériaux permettant de réduire les dimensions de ces composants afin de les intégrer sur une puce.

Dans le domaine des applications, des capacités MIM 3D très intégrées directement réalisées dans le substrat en profitant de la 3ème dimension offerte par les nouvelles architectures 3D (mentionnées dans le premier chapitre) et des diélectriques à permittivité élevée (caractérisés dans ce manuscrit) sont à l'étude. La Figure 2a illustre cette topologie 3D à l'étude. Les points clefs à traiter sont l'influence de la proximité du substrat en Silicium sur les performances des composants, la qualité électrique des diélectriques isolants déposés le long des parois de Silicium et la maîtrise des procédés technologiques pour réaliser ces couches. Nos travaux peuvent parfaitement s'appliquer à ces différentes problématiques.

La réalisation de via de types « TSV » (Through Silicon Vias) de haute performance afin de remplacer les vias actuels présentant une simple métallisation est également à l'étude. Ainsi la réalisation de vias de forme « coaxiale », comme schématisé dans la Figure 2b, avec des isolants de faible permittivité et à très faibles pertes permettrait d'atteindre des performances exceptionnelles en s'affranchissant de la proximité du substrat de silicium, principal désavantage des TSV actuels.

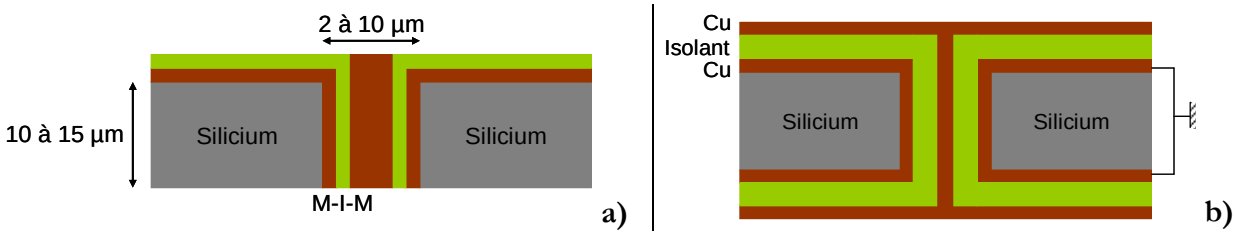


Figure 2 : a) architecture simplifiée d'une capacité MIM 3D de type TSV intégrée dans un substrat de silicium, b) architecture simplifiée d'un TSV de forme coaxiale.

La encore il sera nécessaire de caractériser les différentes couches diélectriques de manière *in-situ* et sur une très large gamme de fréquence étant donné que les signaux mis en jeu seront vraisemblablement numériques et très rapides, c'est à dire couvrant un très large spectre.

Nous pouvons aussi imaginer que ces nouveaux composants passifs 3D intégrés au sein même des substrats pourraient bénéficier des propriétés ferroélectriques et piézoélectriques de certains matériaux que nous avons caractérisés et se transformer en composants agiles et « plus intelligents », tout en étant situés au cœur même des puces au lieu d'être placés comme aujourd'hui en surface et occupant une grande partie de cette dernière.

Pour terminer ce document nous rappelons que ces travaux ont été menés dans le cadre du projet *Mini-π*, soutenu par la Région Rhône-Alpes. Ce projet collaboratif regroupe plusieurs laboratoires universitaires (IMEP-LAHC et LTM), un grand organisme de recherche (CEA-LETI) et un partenaire industriel (STMicroelectronics). Tous les acteurs ont apporté une contribution essentielle à ces travaux et j'ai aussi pu développer d'autres partenariats très constructifs, avec l'IMN à Nantes en particulier.

Annexes

I. Annexes 1 : Caractérisations physiques III
1. Mesure de rugosité (AFM) III
2. Mesure de profil de gravure (MEB) IV
3. Mesure de hauteur de marche (profilomètre) VI
4. Mesure d'épaisseur (ellipsométrie) VI
5. Caractérisation de surface par XPS VII

II. Annexes 2 : les différentes techniques de calibrage en mesures hautes fréquences IX
1. Calibrage OSTL IX
2. Auto-calibrage TRL X

III. Annexes 3 : modèle électrique d'une ligne de propagation XIII

I. Annexes 1 : Caractérisations physiques

1. Mesure de rugosité (AFM)

L'AFM, pour Atomic Force Microscope, est employé pour visualiser la rugosité de la surface d'un échantillon. Dans cette étude, le mode « 3D » (scan en XY de la surface d'une zone définie) pour caractériser la rugosité de cette surface.

Le principe de fonctionnement est basé sur les interactions entre l'échantillon et la pointe montée sur un microlevier (Figure I-1). La pointe, en balayant la surface de l'échantillon, subit des variations de hauteur selon un paramètre de rétroaction. Un ordinateur associé à un capteur enregistre cette variation et peut ainsi reconstituer le profil ou l'image de la surface.

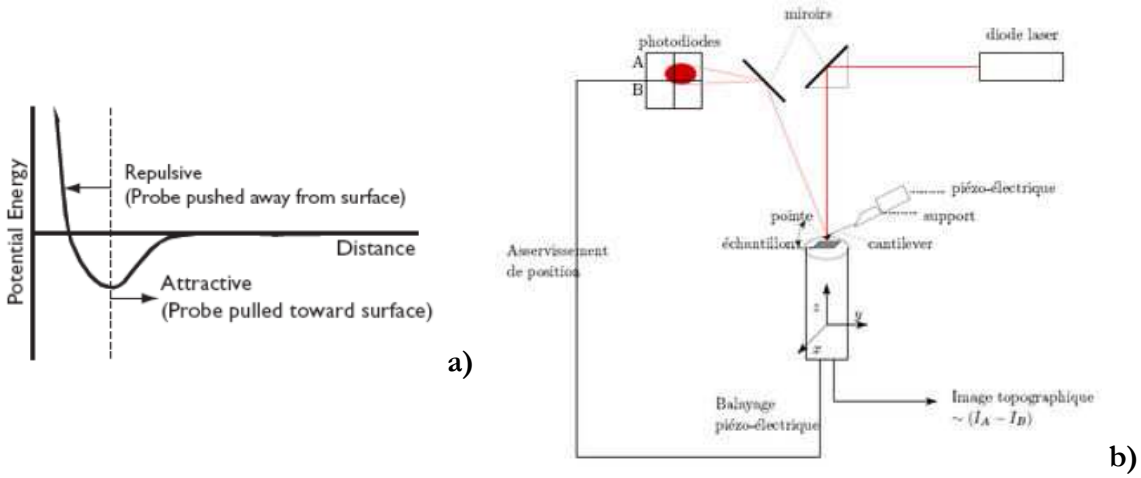


Figure I-1 : Diagramme du potentiel d'énergie entre la pointe et la surface en (a) et Principe de fonctionnement de l'AFM en (b).

L'AFM utilise la déviation du levier, donc indirectement les forces d'interactions entre la surface et la pointe.

Le mouvement de la pointe est contrôlé à l'aide d'un faisceau laser qui est dirigé sur le levier de pointe. Le faisceau réfléchit est dévié en fonction des mouvements du levier. La déviation du faisceau est mesurée avec un quadrant de photodiodes.

Les variations de tension électriques enregistrées sur les photodiodes permettent alors de déduire la topographie rencontrée par la pointe.

Il existe plusieurs modes de fonctionnement :

- Mode contact : il consiste à utiliser les forces répulsives : la pointe appuie sur la surface, elle est donc repoussée du fait du principe de Pauli, et le levier est dévié. La rétroaction s'effectue sur la mesure de la direction de la déviation.
- Mode non-contact : utilise, lui, les forces attractives. Difficile à gérer, il est très peu utilisé en pratique, parce que ces forces sont faibles, et nécessitent un environnement à faible bruit.

- Mode contact intermittent : il consiste à faire vibrer le levier à sa fréquence propre de résonance (typiquement de l'ordre de la centaine de kHz), avec une certaine amplitude. Quand la pointe interagit avec la surface (essentiellement de façon répulsive), l'amplitude décroît (parce que la fréquence de résonance change). La rétroaction se fait alors sur l'amplitude d'oscillation du levier.

2. Mesure de profil de gravure (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique d'analyse basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules.

Un microscope électronique à balayage se compose d'une colonne, d'une enceinte et de périphériques pour le traitement de l'image. La colonne se compose principalement du canon à électrons et des lentilles électromagnétiques qui modèlent le faisceau. L'enceinte contient l'échantillon et les détecteurs. Le tout est soumis à un vide secondaire (entre 10^{-3} et 10^{-7} mbars) afin d'augmenter le libre parcours moyen des électrons.

Le canon à électrons est la source du faisceau d'électrons qui viendra balayer la surface de l'échantillon.

Une lentille magnétique est un dispositif produisant un champ magnétique à symétrie de révolution utilisée pour focaliser les faisceaux d'électrons de la même façon que les lentilles en verre sont utilisées pour focaliser un faisceau lumineux dans les appareils d'optique photonique.

Le balayage du faisceau au niveau de l'échantillon est assuré par les bobines du même nom qui se trouvent à l'intérieur de l'objectif. Elles sont alimentées par un générateur couplé au moniteur qui donne en même temps la position de balayage du faisceau d'électrons sur l'écran TV et sur le rectangle de balayage au niveau de l'échantillon. Le détecteur donnera quand à lui l'intensité du pixel correspondant. On fait ainsi une reconstruction en trois dimensions de l'échantillon.

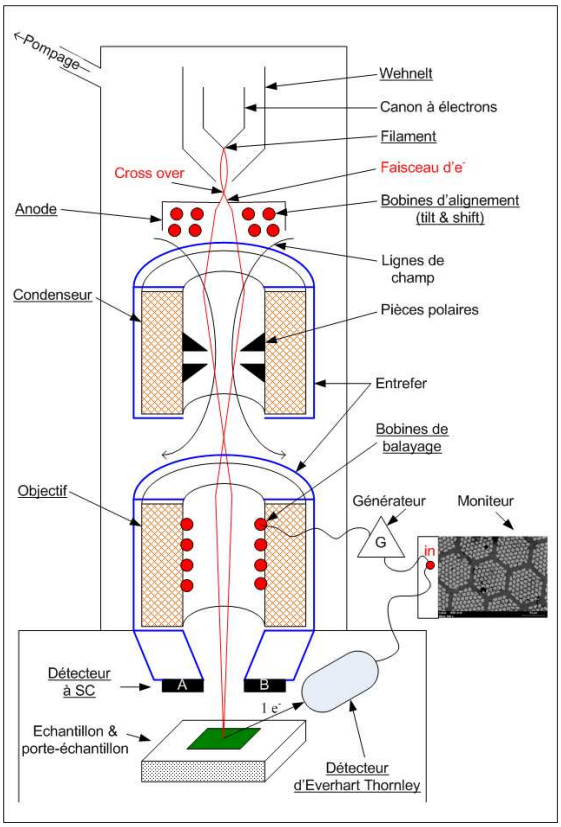


Figure I-2 : Schéma d'un MEB.

Les signaux détectés en retour de l'échantillon sont : les électrons rétrodiffusés, les électrons secondaires et les rayons X.

Les électrons rétrodiffusés résultent d'une interaction élastique avec les atomes de l'échantillon, les électrons primaires sont déviés sans perte d'énergie pour former les électrons secondaires. Le nombre d'électrons rétrodiffusés augmentant avec le numéro atomique, on peut donc détecter une variation de composition chimique et comme ils ressortent perpendiculairement à la surface de l'échantillon, on peut détecter la topographie : analyses chimique et topographique de l'échantillon.

Les électrons secondaires résultent d'une ionisation des atomes de l'échantillon par le faisceau primaire puis d'une désexcitation de ces atomes, il s'agit d'une interaction inélastique car les électrons réémis ont une énergie plus faible que les électrons incidents. Ils se situent très près de la surface donc ils suivent bien le relief de l'échantillon et ils sont donc utiles pour faire la topographie de cette surface étudiée : analyse topographique de l'échantillon.

Les rayons X proviennent des chocs des électrons rétrodiffusés avec la matière. Sous l'impact des électrons primaires du MEB, des électrons des couches profondes (K, L) sont éjectés. Des électrons des couches supérieures descendent combler ces niveaux en émettant des photons X. Ces énergies étant quantifiées pour chaque atome, on peut détecter la composition chimique de la surface (analyse EDX ou micro-analyse X).

3. Mesure de hauteur de marche (profilomètre)

Les topographies à la surface sont caractérisées avec un profilomètre. Cet équipement est constitué d'une pointe reliée à un bras, lui-même relié à une plaque située sous deux capacités comme l'indique la Figure I-3a. La précision de la mesure dépend des dimensions de la pointe (Figure I-3b) et de la sensibilité de la détection du mouvement vertical de la pointe.

Le mouvement vertical de la pointe provient de la variation topographique de la surface caractérisée. Ce mouvement est alors associé à un mouvement opposé de la plaque située sous les deux capacités. Par conséquent, la variation topographique est détectée par la mesure de la variation de la capacité. Finalement, le signal analogique est traduit par un signal numérique donnant un profil topographique.

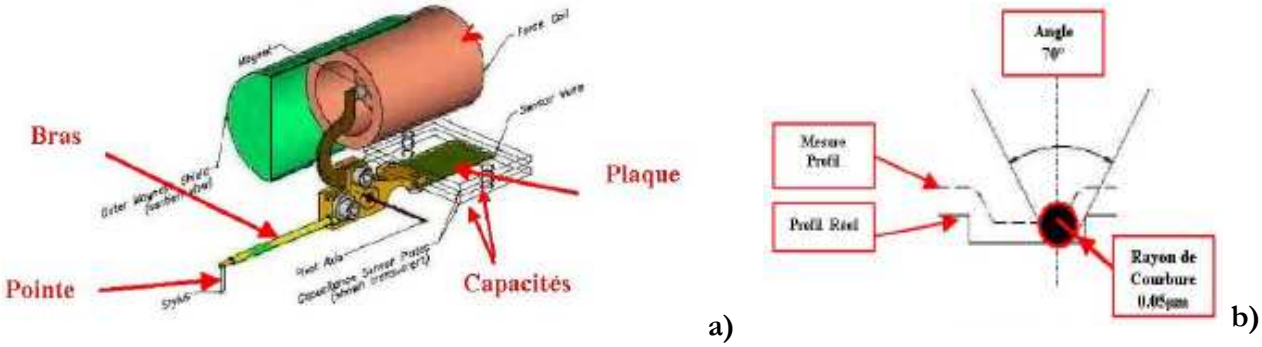


Figure I-3 : Principe de la mesure au profilomètre (a) et détail de pointe utilisée (b).

4. Mesure d'épaisseur (ellipsométrie)

L'ellipsométrie est une méthode non destructive qui permet de mesurer l'épaisseur et l'indice de très fines couches de diélectriques. Cette technique optique d'analyse de surface est basée sur la réflexion d'un faisceau lumineux aux différentes interfaces des matériaux et la mesure du changement de polarisation de la lumière, comme schématisé en Figure I-4.

Une onde plane polarisée rectilignement arrivant sur le substrat peut se décomposer en une onde p, parallèle au plan d'incidence et une onde n, normale au plan d'incidence.

Aux interfaces, les coefficients de réflexion et de transmission sont différents pour les deux composantes. La lumière émergente (réfléchie aux interfaces) possède une polarisation elliptique. Cette dernière est caractérisée par deux paramètres : Δ et Ψ, respectivement le déphasage et le rapport d'amplitudes entre les deux ondes. A partir de la mesure de ces deux paramètres, l'ordinateur nous donne l'épaisseur e de la couche et son indice n connaissant l'ordre de grandeur de l'une des deux valeurs.

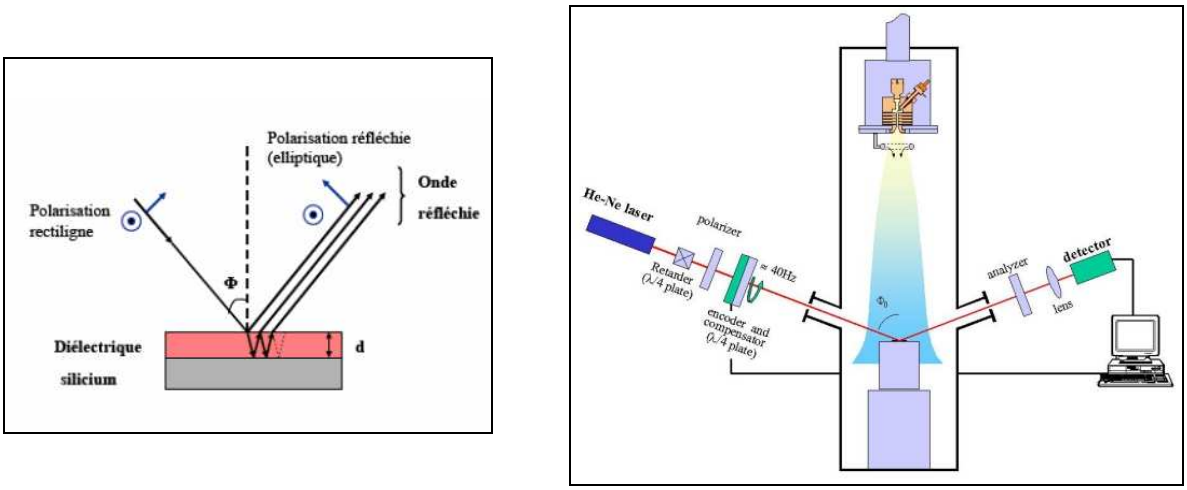


Figure I-4 : Principe de l'ellipsomètre.

Les principaux points forts de cette technique de métrologie optique sont :

- sa grande sensibilité,
- sa large gamme de mesures (couches allant d'une fraction de couche monoatomique à plusieurs micromètres d'épaisseur),
- sa possibilité de contrôle in situ permettant la mesure de films pendant leur croissance en temps réel,
- son caractère non destructif.

Sur ce dernier aspect, ajoutons qu'il n'y a ni perturbation ni interaction avec le matériau mesuré et donc pas de modification des grandeurs déterminées.

En pratique, la taille du faisceau incident (de l'ordre d'une dizaine de micron), ne permet pas de faire des mesures directement sur les motifs de petite taille situés sur le circuit. C'est la raison pour laquelle les mesures sont faites dans des zones plus larges de mesures, spécialement conçues pour répondre à ce besoin.

5. Caractérisation de surface par XPS

La spectrométrie photoélectronique X, ou spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X (en anglais, « X-Ray photoelectron spectrometry » ou « XPS ») est une méthode physique d'analyse chimique.

L'échantillon est irradié par des rayons X monochromatiques qui provoquent l'ionisation de ses atomes par effet photoélectrique (cf. Figure I-5). L'énergie cinétique E_c de ces photoélectrons est mesurée, ce qui donne le spectre de l'intensité des électrons en fonction de l'énergie mesurée.

Chaque photon X incident a la même énergie $h \cdot \nu$, puisque le faisceau est monochromatique (h étant la constante de Planck et ν la fréquence de l'onde lumineuse incidente). Lors de

l'interaction avec l'atome, une partie de cette énergie sert à rompre la liaison, c'est l'énergie de liaison, E_L ; le reste est transféré à l'électron sous la forme d'énergie cinétique.

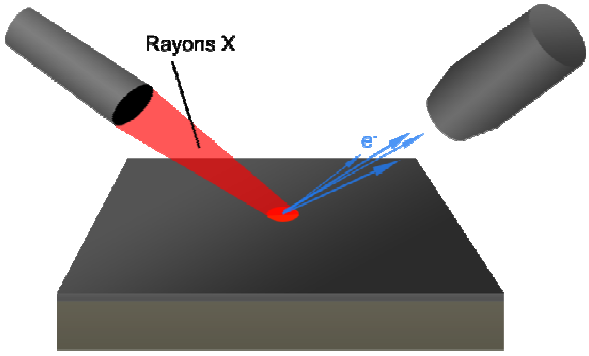


Figure I-5 : Principe de la spectrométrie photoélectronique par rayons X.

Le spectre en énergie cinétique présente donc des pics à partir desquels on peut déterminer l'énergie de liaison correspondant à chaque pic grâce à la relation d'Einstein :

$$E_L = h \cdot \upsilon - E_c$$

Avec : E_L l'énergie de liaison en [J],

E_c l'énergie cinétique électronique en [J],

h la constante de Planck : ~ $6{,}6260755.10^{-34}$ J.s,

v la fréquence de radiation en [s^{-1}].

L'énergie du photon X incident est de l'ordre de grandeur de l'énergie d'ionisation des électrons de cœur : leur émission donne les pics XPS essentiellement caractéristiques de la nature de l'atome ; alors que l'information chimique (surtout le degré d'oxydation) est tirée des petits déplacements du pic XPS correspondant à la variation d'énergie entre couches de valence. Cette dernière (correspondant aux domaine de l'UV/visible/proche IR en général) est faible devant celle des rayons X.

On a finalement accès à la composition chimique de la surface du matériau analysé sur une profondeur de 10 nanomètres environ, par comparaison avec des spectres connus. Des analyses semi-quantitatives peuvent être également extraites des spectres XPS normalisés en se basant sur l'intégrale des pics.

II. Annexes 2 : les différentes techniques de calibrage en mesures hautes fréquences

Le calibrage consiste à calculer les termes d'erreur du modèle choisi pour décrire les imperfections du système de mesure. Pour cela, il est nécessaire de mesurer des dispositifs particuliers appelés standards ou dispositifs de calibrage, présents sur un substrat spécifique, dont le comportement est bien connu. Les deux techniques de calibrage les plus utilisées durant ces travaux de thèse sont le calibrage OSTL et l'auto-calibrage TRL.

1. Calibrage OSTL

Un modèle à douze termes d'erreur est utilisé dans ce type de calibrage comme le montre la Figure II-1. Outre le fait de référencer les paramètres de répartition S_{ij} mesurés à une impédance d'une valeur de 50 Ω généralement, le calibrage OSTL positionne les plans de référence aux extrémités des pointes des sondes de mesures qui sont connectées aux deux ports du VNA. Le graphe de fluence de la Figure II-1 liste les différents types erreurs pris en compte dans le modèle.

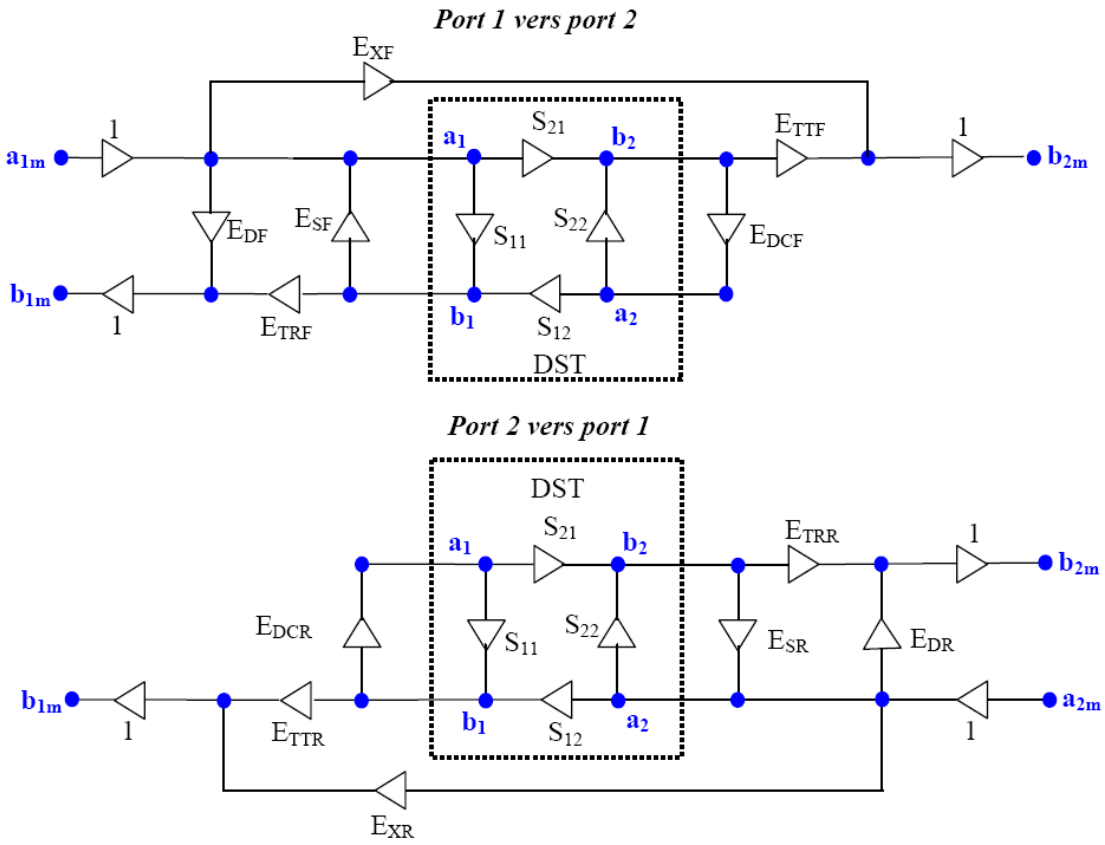


Figure II-1 : Graphe de fluence d'un modèle de douze termes d'erreurs.

Avec : E_{DF} et E_{DR} les erreurs de directivité.

E_{TRF} et E_{TRR} les erreurs de poursuite en réflexion.

E_{DCF} et E_{DCR} les erreurs de désadaptation de la charge.

E_{SF} et E_{SR} les erreurs de désadaptation de la source.

E_{TTF} et E_{TTR} les erreurs de poursuite en réflexion.

E_{XF} et E_{XR} les erreurs d'isolation dues à un éventuel couplage parasite entre les deux accès de l'analyseur vectoriel).

Cette technique de calibrage nécessite quatre standards de mesure préalable : un « Short » (court circuit), un « Open » (circuit ouvert), un « Load » (charge) et un « Thru » (ligne de longueur définie). Les mesures de ces standards permettent d'enlever les douze termes d'erreurs.

Ces quatre différents standards sont présents sur un substrat de calibrage spécifique et sont décrits en Figure II-2. La mesure de ces standards permet d'établir un système d'équations à partir duquel il est possible de déterminer les douze termes d'erreurs.

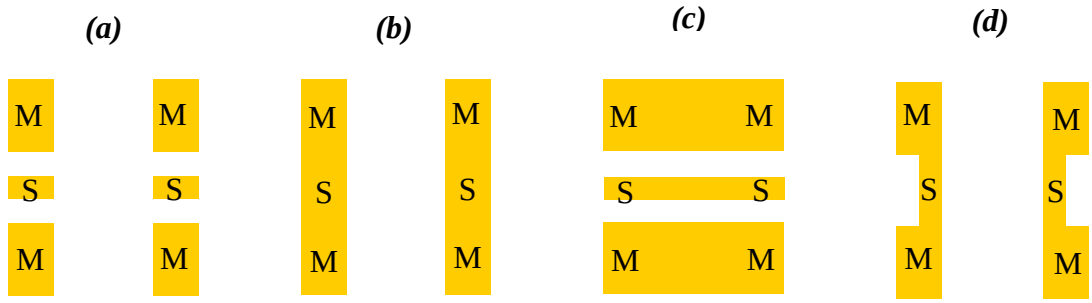


Figure II-2 : Les standards du calibrage OSTL : Open (a), Short (b), Thru (c) et Load (d).

2. Auto-calibrage TRL

A la différence du calibrage OSTL, l'auto-calibrage TRL utilise un modèle moins complet qui comporte huit termes d'erreur. Les deux termes d'erreurs associés à un défaut d'isolation ne sont pas pris en compte. Le graphe de fluence Figure II-3 précise l'origine des erreurs modélisées au travers des dénominations déjà proposées par la Figure II-1.

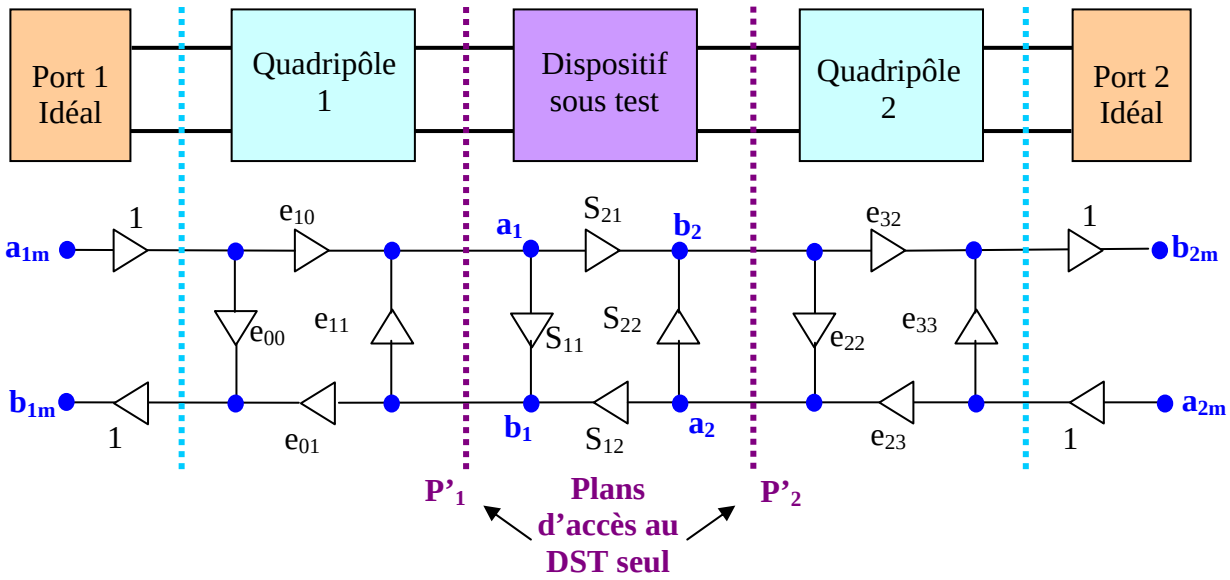


Figure II-3 : Graphe de fluence d'un modèle d'huit termes d'erreurs.

On notera la correspondance donnée ci-après entre les termes d'erreur e_{xy} et ceux décrivant le comportement physique de l'analyseur de réseaux :

$$
\begin{aligned}
e_{10} \cdot e_{01} &= E_{TRF} \\
e_{23} \cdot e_{33} &= E_{TRR} \\
e_{00} &= E_{DF} \\
e_{33} &= E_{DR} \\
e_{11} &= E_{SF} \cdot E_{DCR} \\
e_{22} &= E_{SR} \cdot E_{DCF} \\
e_{10} \cdot e_{32} &= E_{TTF} \\
e_{01} \cdot e_{23} &= E_{TTR}
\end{aligned}
\qquad \text{(II.1)}
$$

La procédure de calibrage TRL comporte trois étapes de mesure : mesure d'un standard nommé « Thru », d'un standard « Reflect » et d'un standard « Line ». Le « Thru » (Figure II-4b) est un tronçon de circuit (plots + ligne) identique à l'association des deux accès menant au dispositif sous test (DST) présenté en Figure II-4a. Le « Reflect » (Figure II-4c) est un tronçon de circuit (plot + ligne) identique en tous points à ceux conduisant au DST et qui débouche sur un circuit ouvert. Le « Line » (Figure II-4d) consiste en un allongement de la ligne du standard « Thru » au moyen d'une ligne de section identique. L'ensemble des mesures des standards permet de former un système d'équations qui assurent la détermination des huit termes du modèle d'erreur.

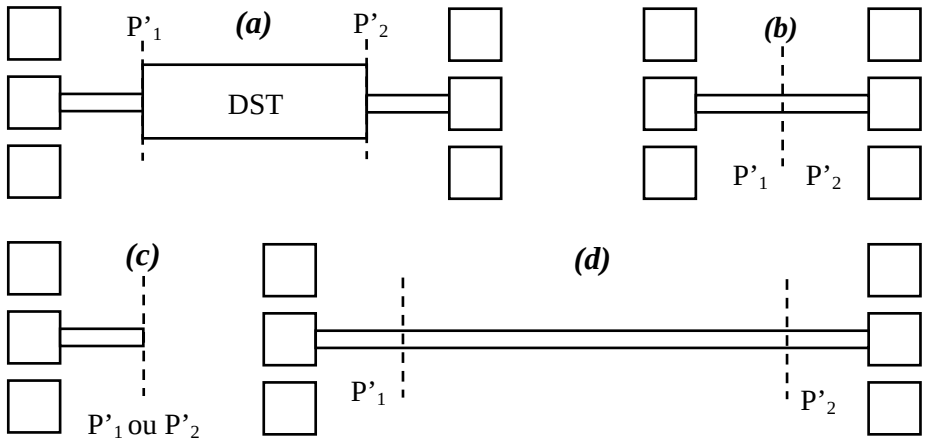


Figure II-4 : Les dispositifs de calibrage TRL : dispositif sous test avec les plots de contact et les tronçons de ligne d'entrée (a), Thru (b), Reflect (c) et Line (d).

Un des avantages de la technique TRL repose sur le fait que les plans de référence de la mesure P'_1 et P'_2 (Figure II-4a) après calibrage sont situés aux bornes du DST. Ceci est de nature à simplifier et optimiser les techniques de « de-embedding » mises en jeu pour extraire la fonction de test « exposant de propagation ». En outre, en comparaison de la technique OSTL, l'auto-calibrage TRL requiert moins de standards de calibrage. Par ailleurs, ils doivent être personnalisés au DST : ils sont donc réalisés selon une technologie identique au DST et à sa proximité ce qui rend plus ergonomique les opérations de mesures.

III. Annexes 3 : modèle électrique d'une ligne de propagation

Une ligne de transmission homogène dans le sens de propagation z peut être modélisée par une succession des circuits élémentaires représentant une longueur infinitésimale dz. Chaque circuit comporte une résistance R (Ω/m), une inductance L (H/m) en série et un condensateur (F/m), une conductance (S/m) en parallèle (Figure III-1) [1,2].

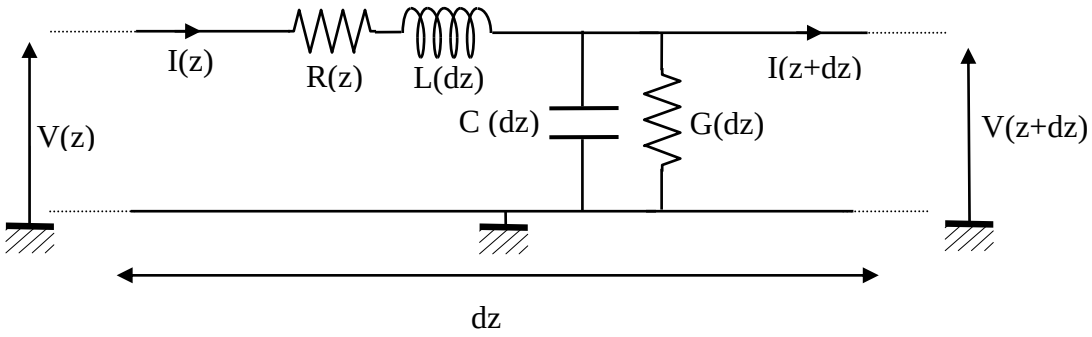


Figure III-1 : Modèle électrique équivalent à une ligne de transmission de longueur infinitésimale dz.

Les paramètres RLCG linéiques sont reliés à l'exposant de propagation γ et à l'impédance caractéristique Z_C par les relations suivantes :

$$\gamma = \sqrt{(R + j\omega L)(G + j\omega C)} = \alpha + j\beta \qquad \text{(III-2)}$$

$$Z_C = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \qquad \text{(III-3)}$$

Les paramètres RLCG linéiques de la ligne sont alors calculés comme suit :

$$R = \alpha \cdot \mathrm{Re}(Z_C) \quad C = \frac{\beta}{2 \cdot \pi \cdot f \cdot \mathrm{Im}(Z_C)} \qquad \text{(III-4 et III-5)}$$

$$L = \frac{\beta \cdot \mathrm{Im}(Z_C)}{2 \cdot \pi \cdot f} \quad G = \frac{\alpha}{\mathrm{Re}(Z_C)} \qquad \text{(III-6 et III-7)}$$

[1] W. Heinrich, "Quasi-Tem Description of MMIC coplanar lines Including Conductor-Loss Effects", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol. 41, no. 1, January 1993.

[2] P.F. Combes, "Micro-ondes. Lignes, guides et cavités", Edition Dunod, Paris, 1996.

Liste des publications :

Publications dans des revues internationales avec comité de lecture :

- T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean, S. Blonkowski, "Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin ZrO_2 and HfO_2 films for integrated MIM capacitors", *Microelectronic Engineering*, vol. 87, no. 3, Pages 301-305, March 2010.
- T. Bertaud, S. Blonkowski, C. Bermond, C. Vallée, P. Gonon, M. Gros-Jean and B. Fléchet, "Frequency effect on voltage linearity of ZrO_2 based RF Metal-Insulator-Metal capacitors", *IEEE Electron Device Letters*, vol. 31, no. 2, Pages 114-116, 2010.
- T. Bertaud, E. Defay, C. Bermond, T. Lacrevaz, J. Abergel, B. Salem, S. Capraro, B. Flechet, "Wideband frequency and in-situ characterization of Aluminum Nitride (AlN) in a MIM configuration", *Microelectronic Engineering*, In Press, Available online July 2010.
- T.T. Vo, T. Lacrevaz, C. Bermond, T. Bertaud, B. Flechet, A. Farcy, Y. Morand, S. Blonkowski, J. Torres, B. Guigues and E. Defay, "In situ microwave characterisation of medium-k HfO_2 and high-k $SrTiO_3$ dielectrics for metal-insulator-metal capacitors integrated in back-end of line of integrated circuits", *IET Microwaves, Antennas & Propagation*, vol. 2, no. 8, Pages 781-788, 2008.

Communications dans des conférences internationales avec comité de lecture :

- T. Bertaud, T.T. Vo, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy , M. Gros-Jean, S Blonkowski, "Wideband frequency in-situ characterization of ultra thin ZrO_2 films for integrated MIM capacitors", in *Proceedings of the Advanced Metallization Conference 2008*, 23-25 September 2008, San Diego (poster).
- T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean, S Blonkowski, "Wideband frequency and in-situ characterization of ultra thin

ZrO_2 and HfO_2 films for integrated MIM capacitors", *Material for Advanced Metallization 2009*, 8-11 March 2009, Grenoble (oral).

- T. Bertaud, C. Vallée, C. Bermond, T. Lacrevaz, B. Fléchet, A. Farcy, S. Blonkovski, "DC to Radio-Frequency Characterization of ZrO_2 Dielectric for "Metal-Insulator-Metal" Integrated Capacitors", in Proceedings of the *Asia Pacific Microwave Conference 2009*, Pages 1397-1400, 7-10 December 2009, Singapour (poster).
- T. Bertaud, E. Defay, C. Bermond, T. Lacrevaz, J. Abergel, B. Salem, S. Capraro, B. Flechet, "Wideband frequency and in-situ characterization of Aluminum Nitride (AlN) in a MIM configuration", *Material for Advanced Metallization 2010*, 7-10 March 2010, Mechelen (oral).
- C. Vallée, P. Gonon, T. Bertaud, H. Grampeix, V. Jousseaume, "Atomic Layer Deposition of high-κ materials for MIM devices: MIM capacitors and non volatile memories (RRAM)", *ALD 2010*, 20-23 June 2010, Séoul (papier invité).

Communications dans des conférences nationales avec comité de lecture :

- T.T. Vo, C. Bermond, T. Lacrevaz, T. Bertaud, S. Capraro, B. Flechet, A. Farcy, J. Torres, E. Defaÿ, « Capacités MIM accordables pour circuits intégrés et caractérisation HF du $SrTiO_3$ », *Journées de Caractérisation Matériaux et Micro-ondes 2008*, 2-4 avril 2008, Limoges.
- T. Bertaud, T.T. Vo, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean, S Blonkowski, « Caractérisation hyperfréquences de condensateurs MIM intégrés et incluant le diélectrique ZrO_2 comme isolant », *Journées Franco-Maghrébines des Micro-ondes et leurs Applications 2009*, 11-13 mars 2009, Agadir (oral).
- T. Bertaud, C. Bermond, T. Lacrevaz, C. Vallée, Y. Morand, B. Fléchet, A. Farcy, M. Gros-Jean, S Blonkowski, « Caractérisation large bande et in-situ de couches minces de ZrO_2 et HfO_2 intégrées dans des capacités MIM », *Journées Nationales Micro-ondes 2009*, 27-29 mai 2009, Grenoble (poster).
- T. Bertaud, E. Defay, C. Bermond, T. Lacrevaz, J. Abergel, B. Salem, B. Fléchet « Caractérisation microondes et in-situ du Nitrure d'Aluminium (AlN) en configuration Métal/Isolant/Métal », *Journées de Caractérisation Matériaux et Micro-ondes 2010*, 31 mars–2 avril 2010, Brest (oral).

Communication dans des conférences nationales sans comité de lecture :

- BERTAUD Thomas, « Caractérisation hyperfréquence et in-situ de diélectriques de type *medium-k* (HfO_2 et ZrO_2) pour capacités MIM intégrées dans le *Back-End Of Line* », *Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique 2008*, 14-16 mai 2008, Bordeaux (oral).
- BERTAUD Thomas, « Caractérisation hyperfréquences de condensateurs MIM intégrés et incluant le diélectrique ZrO_2 comme isolant », *Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique 2009*, 18-20 mai 2009, Lyon (oral).

« Il n'y a que deux façons de vivre sa vie : l'une en faisant comme si rien n'était un miracle, l'autre en faisant comme si tout était un miracle. »

Albert Einstein

TITRE : Elaboration et caractérisation large bande de matériaux à forte permittivité en structure « MIM ».

RESUME :

Afin d'améliorer les performances électriques des circuits intégrés (densité d'intégration, vitesse et fiabilité), des matériaux à permittivité élevée sont introduits dans les composants passifs, notamment les capacités « Métal-Isolant-Métal » (MIM). De nombreux diélectriques, allant d'une permittivité moyenne (Si_xN_y, Ta_2O_5, HfO_2, ZrO_2) à très élevée (les pérovskites $SrTiO_3$ et $BaTiO_3$) en passant par les alliages de plusieurs éléments (HfTiO, TiTaO ou $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$) sont largement étudiés comme candidats prometteurs. Ces composants et ces matériaux ont pour vocation de fonctionner à des fréquences de plus en plus élevées, jusqu'à plusieurs gigahertz. La permittivité complexe ε_r (permittivité réelle ε'_r et pertes ε''_r) des diélectriques peut varier avec la fréquence : des phénomènes de relaxation et de résonance peuvent apparaître. La caractérisation de ces matériaux et l'évaluation des performances des composants intégrant ces diélectriques deviennent nécessaires sur une très large bande de fréquence. Ce travail de thèse a pour objectifs d'obtenir les caractéristiques électriques des diélectriques sur une très large bande de fréquences, du continu à plusieurs dizaines de gigahertz, en configuration *in-situ*, c'est-à-dire en films minces et avec les mêmes procédés d'intégration que dans le composant MIM final. Pour cela, un outil générique, allant du développement de la technologie nécessaire à la réalisation des structures de test et aux procédures d'extraction des propriétés à hautes fréquences, a été développé, validé grâce au Si_xN_y puis appliqué à différents diélectriques : AlN, TiTaO, HfO_2 et ZrO_2.

MOTS-CLES :
High-κ, diélectriques, permittivité, caractérisation, hyperfréquences, large bande, capacités MIM, piézoélectricité, VCC, AlN, TiTaO, HfO_2, ZrO_2.

TITLE: Elaboration and wideband frequency characterization of "high-κ" materials in a MIM configuration.

ABSTRACT:

To improve the electrical performances of integrated circuits (integration density, speed and reliability), high permittivity materials are introduced in passive components, including "Metal-Insulator-Metal" (MIM) capacitors. Many dielectrics, with a permittivity ranging from mean (Si_xN_y, Ta_2O_5, HfO_2, ZrO_2) to very high (perovskites $SrTiO_3$ and $BaTiO_3$) through the alloy of several elements (HfTiO, TiTaO or $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$) are widely studied as promising candidates. These components and materials are designed to operate at frequencies higher and higher, up to several gigahertz. The dielectric complex permittivity ε_r (real permittivity ε'_r and losses ε''_r) may vary with frequency: relaxation and resonances phenomena may occur. The characterization of these materials and the performances evaluation of components integrating these dielectrics become necessary over a wide frequency band. This thesis aims to obtain the electrical characteristics of dielectrics over a wide frequency band, from DC to several tens of gigahertz, in an *in-situ* configuration, i.e. in thin films and with the same processes of integration of the final MIM component. For this, a generic tool, from the development of the technology necessary to realize test structures to the high frequency extraction procedures of the material properties, has been developed, validated through Si_xN_y and then applied to some dielectrics: AlN, TiTaO, HfO_2, ZrO_2.

KEY WORDS:
High-k, dielectrics, permittivity, characterization, high frequency, wide band, MIM capacitors, piezoelectricity, VCC, AlN, TiTaO, HfO_2, ZrO_2.