

Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité et de la dégradation de films minces d'oxyde pour applications MOS et MIM

Romain Foissac

► To cite this version:

Romain Foissac. Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité et de la dégradation de films minces d'oxyde pour applications MOS et MIM. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT: 2015GREAT047. tel-01218188

HAL Id: tel-01218188 https://theses.hal.science/tel-01218188

Submitted on 20 Oct 2015

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

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : *Nano-électronique et Nano- technologies* Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

FOISSAC Romain

Thèse dirigée par Franck BASSANI codirigée par Blonkowski Serge et Kogelschatz Martin

préparée au sein du Laboratoire des Technologies de la Microélectronique (LTM-CNRS/UJF) du CEA/LETI et de STMicroelectronics Crolles

à l'École Doctorale « *Electronique, Electrotechnique, Automatisme et Traitement du Signal* » (EEATS)

Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité et de la dégradation de films minces d'oxyde pour applications MOS et MIM

Thèse soutenue publiquement le « **13/05/2015** », devant le jury composé de :

Monsieur, Brice GAUTIER Professeur INSA, Lyon, Rapporteur Monsieur, Alain BRAVAIX Professeur ISEN- IM2NP, Toulon, Rapporteur Monsieur, Bruno GRANDIDIER Directeur de Recherche CNRS-IEMN, Lille, Membre Monsieur, Alain SYLVESTRE Professeur CNRS-G2Elab, Grenoble, Président Monsieur, Martin KOGELSCHATZ Maître de conférence CNRS-LTM, Grenoble, Membre Monsieur, Serge BLONKOWSKI Ingénieur STMicroelectronics, Crolles, Membre Monsieur, Franck BASSANI Chargé de Recherche CNRS-LTM, Grenoble, Invité

Université Joseph Fourier / Université Pierre Mendès France / Université Stendhal / Université de Savoie / Grenoble INP





Table des matières

Introduction Générale	1
1. Fiabilité électrique des oxydes	5
1.1 Propriétés et utilisation des oxydes	5
1.1.1 Le transistor MOS	5
1.1.2 La capacité MOS	6
1.1.3 Tension de bandes plates V _{fb}	8
1.1.4 Effet de champ dans la capacité MOS	8
1.2 Conduction Tunnel	9
1.2.1 Origine du courant de fuite dans les oxydes	9
1.2.2 Courant tunnel Fowler Nordheim	10
1.2.3 Courant tunnel direct	11
1.2.4 Modélisation du courant de conduction	11
1.3 Evolution des oxydes de grille pour diminuer le courant de fuite	12
1.3.1 Limites des oxydes de grille à base de silicium	12
1.3.2 Introduction des matériaux à haute permittivité (High- κ)	13
1.4. Dégradation et défaillance d'un oxyde de grille au cours d'un stress	14
1.4.1 Mécanisme de dégradation	14
1.4.1.1 Ionisation par impact	15
1.4.1.2 Modèle Thermochimique	15
1.4.1.3 Injection de trous de haute énergie (hot holes) à l'anode	16
1.4.1.4 Libération d'hydrogène à l'anode (AHR)	16
1.4.1.5 Modèle Multi-Vibrationnel	16
1.4.2 La rupture diélectrique	16
1.4.2.1 Mesures à tension constante (CVS)	17
1.4.2.2 Application de rampes en tension (RVS)	18
1.4.2.3 Augmentation du courant de fuite après un stress	19
1.5. Etude statistique de la défaillance des oxydes de grille	21
1.5.1 Distributions de Weibull	21
1.5.2 Effet de l'épaisseur d'oxyde sur les distributions Weibulliennes de TDDB	24
1.5.3 Dépendance des distributions avec la tension	25
1.5.4 Loi d'échelle en surface	28

1.5.5 Distribution cumulée des TDDB des oxydes High-k à partir du nœud 28nm	30
1.6. Interprétation des distributions de Weibull et Bimodales	
1.6.1 Modèle à génération aléatoire de défauts	33
1.6.1.1 Modèle de Monte Carlo Cinétique (kMC)	33
1.6.1.2 Modèle statistique de Suñe	35
1.6.2 Effet de l'épaisseur d'oxyde sur les distributions Weibulliennes de TDDB	37
1.6.2.1 Modèle à chemins de conduction corrélés	37
1.6.2.2 Modèle filamentaire	38
1.7. Objectif de la thèse	40
2. La Microscopie à Force Atomique	47
2.1 Invention et principe	
2.2 Pointes AFM utilisées	49
2.2.1 Présentation des pointes conductrices	49
2.2.2 Estimation de la surface de contact pointe/échantillon	51
2.3 Dispositif expérimental	52
2.3.1 AFM en mode conducteur sous ultravide	52
2.3.2 Préparation et calibration de la pointe	54
2.3.3 Préparation des échantillons	57
2.4. Mesures réalisées par AFM	57
2.4.1 Mesures topographiques	57
2.4.2 Mesures électriques	59
2.4.3 Application de pulse	61
2.4.4 Mesures électrostatiques	62
2.4.4.1 Calcul du potentiel de surface	62
2.4.4.2 Calcul de la densité de charge	64
2.5. Etude de la rupture diélectrique et de la dégradation par C-AFM	66
2.6. Conclusion	67
3. Conséquences du caractère bicouche des oxydes de grille High-k	sur le
claquage diélectrique	73
3.1 Introduction	73
3.1.1 Modèles d'extrapolation en tension	73
3.2 Distributions cumulatives de défaillance obtenues par C-AFM	74
3.2.1 Rôle du C-AFM	74

3.2.2 Caractérisation topographique de la couche interfaciale SiON (1,4nm)	75
3.2.3 Etude de la fiabilité de la couche interfaciale SiON	76
3.2.4. Vérification de l'absence de joints de grain sur la couche High-k	78
3.2.5. Etude de la fiabilité de l'oxyde de grille HfSiON (1,7nm)/SiON (1,4nm)	80
3.2.6. Influence du nombre de mesures sur l'extrapolation de la durée de vie	83
3.3 Extrapolation des distributions bimodales aux tensions d'utilisation	84
3.4. Charges piégées lors d'un stess en tension	87
3.4.1 Analyse par ajustement multi-varié	87
3.4.2 Analyse par Microscopie à Force Electrostatique (EFM)	88
3.5. Conclusion	90
4. Effet d'un pré-stress en tension sur la fiabilité des oxydes de grill	e simple
couche et bicouche	93
4.1 Phénomènes de décharges électrostatiques sur les composants électroniq	ues dans le
milieu industriel	93
4.1.1 Génération de charges dans les composants électroniques	93
4.1.2 Décharges électrostatique dans les composants électroniques	
4.2 Etude de l'impact des décharges électrostatiques sur des dispositifs	94
4.2.1 Distributions statistiques des tBD à l'échelle de temps des événements ESD	95
4.2.2. Effet de pré-stress sur la fiabilité des oxydes de grille	
4.3 Effet de pré-stress sur la fiabilité des oxydes à l'échelle locale	97
4.4 Effet d'un pré-stress sur les caractéristiques électriques de la couche inter	faciale 98
4.4.1 Validation du système générateur d'impulsion et caractérisation électrique d	e l'oxyde
après pré-stress	
4.4.1.1 Application de pulses positifs	99
4.4.1.2 Application de pulses négatifs	101
4.4.2 Effet d'un pré-stress sur les distributions cumulées de TDDB	102
4.4.3 Equivalence entre les distributions cumulées de TDDB et V _{BD}	103
4.4.4 Effet d'un pré-stress sur les distributions cumulées de tensions de claquage	105
4.5 Interprétation des distributions statistiques après pré-stress	
4.5.1 Additivité des stress	107
4.5.2 Réduction du paramètre de forme	108
4.6 Interprétation de la réduction de paramètre de forme des distributions	111
4.6.1 Modèles existants de réduction du paramètre β	111
4.6.2 Mécanisme de percolation invasive par croissance filamentaire	112

4.6.3 Validation expérimentale d'une croissance filamentaire déclenchée par un pré-stru	ess 115
4.7 Etude de l'effet de pré-stress sur un empilement High-k/IL	116
4.7.1 Mesures TDDB après contrainte	116
4.7.2 Discussion	119
4.8 Conclusion	121
5. Relation entre la statistique de claquage et la résistance différentielle	9
négative	127
5.1 Introduction	127
5.2 Observations du phénomène NDR sur des oxydes SiON de 1,4 nm	128
5.2.1 Observations expérimentales	128
5.2.2 Avantage du C-AFM pour la détection de la NDR	130
5.3 Modèles existant de Résistance Différentielle Négative	131
5.3.1 Modèles électrothermique	131
5.3.2 Modèles de déplacement de charges	132
5.3.3 Modèle de croissance filamentaire	132
5.4 Modélisations de la Résistance Différentielle Négative	134
5.4.1 Ajustement des phénomènes NDR sur SiON 1,4nm et 2,6nm	134
5.4.2 Reproduction des caractéristiques NDR	136
5.4.3 Interprétation physique du phénomène de NDR	138
5.5 Lien entre la NDR et le claquage diélectrique	141
5.5.1 Retour sur les distributions de temps au claquage	141
5.5.2 Interprétation de la croissance filamentaire	144
5.5.3 Relation entre temps caractéristique de croissance et temps moyen de claquage .	147
5.6 Conclusion	148
6. Applications des mesures C-AFM aux Oxram	153
6.1 Introduction sur les Oxram	153
6.1.1 Principe de fonctionnement	153
6.1.2 Etudes existantes sur les Oxram	154
6.2 Observations expérimentales	155
6.2.1 Résultats préliminaires sur le forming	156
6.2.2 Etudes comparatives entre TiN/HfO2(5nm) et TiN/Ti(10nm)/HfO2(5nm)	157
6.2.2.1 Comparaison des distributions des tensions de « forming »	157
6.2.2.2 Comparaison des courants tunnels	158

Conclusion générale	181
6.6 Conclusion	
6.5 Résultat de cyclage sur HfO ₂	
6.4.3 Interprétation du mécanisme de croissance/décroissance filamentaire	171
6.4.2 Modélisation des caractéristiques I(V)	168
6.4.1 Observations expérimentales	165
6.4 Effet de « guérison » sur TiN/HfO ₂	165
6.3.3 Interprétation	164
6.3.2 Discussion	163
6.3.1 Observation et modélisation	159
6.3 Phénomènes NDR sur TiN/HfO2(5nm) et TiN/Ti(10nm)/HfO2(5nm)	159

Remerciements

Après ces trois années passées au sein du LTM et de STMicroelectronics, il est de temps de remercier chacun d'entre vous grâce à qui cette thèse restera pour moi un excellent souvenir.

Avant tout j'aimerai remercier les deux personnes sans qui ce travail n'aurait jamais été possible, la dream team des encadrants qui m'a accompagnée et épaulée durant ces trois ans et qui m'a permis de réaliser ma thèse dans les meilleures conditions qu'il soit possible d'avoir :

Martin, c'est toi qui m'as appris à me débrouiller tout seul. Tu m'as formé au monde de l'expérimental et de la bidouille. Tu m'as initié aux « joies » de l'AFM, pour lequel tu m'as accordé toute ta confiance, non sans quelque perte de pointes et d'échantillon dans l'UHV, heureusement tu as toujours été là pour réparer mes boulettes mais comme on dit dans ton Allemagne natale : « Vertrauen ist gut, Kontrolle ist besser » ou dans la langue de Molière : « La confiance c'est bien, mais le contrôle c'est mieux ». Enfin je retiendrai ta gentillesse qui ne t'as jamais quittée pendant ces années et puis quel plaisir d'avoir partagé avec toi cette escapade à Singapour.

Quand à Serge, merci infiniment d'avoir partagé avec moi ton immense savoir et de m'avoir transmis le goût de la curiosité scientifique dont tu sais faire preuve. Dommage qu'il n'existe pas encore de livre « le Serge Blonkowski pour les nuls », ça m'auraient peut-être permis d'être un peu moins largué pendant nos longues séances de réflexion, à moins que ton secret se cache dans ton italien sacré du midi. Merci pour toutes ces pages de calculs sans les quelles nos filaments conducteurs n'aurait jamais poussés. An fin, mer si et gars Le Mans pour ta bonne humeur pair paix tu elle et thon sent ce de l'humour qui on fée de ces trois âne nés un ré elle plaie sir.

Je souhaite également remercié Franck pour l'autonomie qu'il m'a donnée durant cette thèse.

Merci à tous les thésards ou ex-thésards, post-docs et permanents du LTM qui sont devenus bien plus que de simples collègues de labo et qui m'ont apporté beaucoup durant ma thèse. Un merci spéciale à Laurence pour ta gentillesse, les pauses café partagées en ta compagnie et les discussions scientifiques que nous avons pu avoir, au plaisir de se revoir autour d'un café gourmand. Merci Pierre, tu as pris le temps à mon arrivée au LTM de m'expliquer toutes les petites astuces qu'elles soient expérimentales ou administratives alors que tu terminais ta rédaction, j'espère que l'on aura l'occasion de se revoir à ton retour d'Irlande. Merci aux thésards matériaux sans qui les pauses café au NanoBio n'auraient pas eu la même saveur. Merci Virginie pour l'initiation à l'escalade, même si un an après je crois que j'ai toujours des courbatures. Romain merci pour toutes nos soirées, mêmes celles finies au Mark XIII avec quelques T2. Comment parler de ces moments sans une pensée pour Cédric, j'espère que tu profites bien de ton aventure japonaise mais revient nous vite quand même! Merci Manuella pour ta bonne humeur et ton sourire qui ont été moralement d'une grande aide. Une grosse pensée pour les thésardes expatriées du LTM : Pauline, quel plaisir de te voir quitter tes quartiers du LMGP pour juste venir nous demander des nouvelles ou nous apporter des palets Bretons, quand à Mathilde, merci pour les cookies et surtout pour les parties de blind test en plein été quand le labo était désert. Merci également à Guillaume pour tes conseils avisés, Reynald et Jérémy pour votre bonne humeur constant et Mika pour tes coups de gueule contre l'Allemagne, la coupe du monde 82 et j'en passe. Je tiens également à remercier toutes les personnes du bâtiment gravure. Mahalo Paulin et Manon, comment oublier notre expédition à Hawai'i, la plongée entre les tortues et les dauphins et la Piña Collada (Vamos à la Copa America !). Une pensée également pour la team Badminton : Alex (content que tu ailles mieux !) Manu, Romuald, et Paulin, trois années à répéter les trois mêmes matches de double sans se lasser, avec une licence pour 4 (Merci Paulin).

Un grand merci également aux gestionnaires du LTM Malou, Sylvaine, Stéphanie et à Valérie du côté ST pour tout le travail que vous réalisé chaque jour avec en prime le sourire et la bonne humeur, sans oublier un grand merci à Jumana pour le temps que tu consacres pour que nos thèses se déroulent les mieux possibles.

Un hommage à la caissière de H3 dont le « bon appétit, bonne journée » aura rythmé mes trois ans au LTM.

Un grosse pensée aux plus Bazouléen des Lyonnais : Pierre, Aurélie, Clément et Aurélie, ne changez rien les copains c'est toujours un plaisir d'être avec vous et vivement que l'on se retrouve à Lacanau pour la prochaine édition du BZL. Sans oublier les anciens collègues de PHELMA, merci Nono pour les slam dunk contest sur le playground (profite bien de ton post-doc au pays du soleil levant), Totocab et tes dumbbels qui font peur, Fabien, Oliver, Thibaud et j'en oublie surement, je vous souhaite le meilleur pour la suite. Je n'oublie pas non plus tous les grenoblois et grenobloises rencontrées pendant cette aventure, merci Marina pour nos soirées instrumentales, Camille, Laurent merci pour les bons moments passé ensemble. Je remercie également tous les membres de Crocus Technology pour m'avoir accueilli dans le monde de la spintronique pour ma vie d'après thèse.

Enfin il est des personnes que je ne saurais oublier. Tout d'abord mes parents qui m'ont toujours soutenu et encouragé tout au long de mes études. «Il y a une école d'ingénieur à Grenoble spécialisée dans les nanotechnologies, ça pourrait être intéressant pour toi. », merci Papa pour ce conseil qui m'aura finalement permis de faire cette thèse et d'évoluer vers un domaine qui me plait vraiment. Maman, merci pour le temps que tu m'as toujours consacré que ce soit pour les études ou en dehors. Je n'oublie pas non plus mes grands frères et sœur : Lilian, Yann, Arnaud et Maud mais

aussi mes belles sœurs Sylvie, Valérie et Capucine, merci de m'avoir supporté et conseillé comme vous l'avez fait. Merci aussi de m'avoir changé les idées pendant nos week-ends à la plage ou au ski.

Je garde le meilleur pour la fin, un immense merci à celle qui m'a accompagnée et soutenue durant ces trois années. Annelise, tu as su me faire déstresser dans les moments les plus critiques, tout en travaillant sans relâche de ton côté. Je suis si fière de ce que tu as réussi à faire en parallèle de mes années de thèse, tu m'apportes tellement, je suis chanceux de t'avoir à mes côtés.

Introduction Générale

« Aujourd'hui m'est apparu l'idée qu'un amplificateur de courant à base de semi-conducteurs plutôt que de tubes à vide était possible. » En notant ces quelques mots dans son cahier de laboratoire, William B. Shockley allait devenir, quelques années plus tard, le père d'une des inventions les plus marquantes du XXème siècle : le transistor à effet de champ, dont les prémices remontent au brevet déposé en 1925 par Julius Lilienfeld.

Si cette invention était en premier lieu destinée à améliorer le système de téléphonie Bell, elle doit surtout sa renommée pour avoir permis le remplacement des encombrantes lampes à vide des premiers ordinateurs au profit⁵ de transistors planaires beaucoup plus petits, plus légers et plus résistants. C'est ainsi qu'en 1962, IBM introduit une nouvelle gamme d'ordinateurs dotés de transistors, présentant comme avantages l'absence de temps de chauffe avant utilisation et une fiabilité nettement accrue. A partir de cette date commence une course à la miniaturisation des dispositifs intégrés permettant de répondre sans cesse aux exigences des marchés de l'industrie microélectronique (Ordinateur Portables, Tablettes, Smartphones, Pacemakers, etc.). La réduction de la taille des composants permet un accroissement des performances des puces via l'intégration d'un nombre croissant de dispositifs pour une même surface disponible. Ce développement a rendu la structure MOS omniprésente, que ce soit dans les domaines informatique, aérospatiale, automobile ou encore médical. De ce fait, la durée de vie des transistors est devenue une problématique capitale pour les fabricants de semi-conducteurs.

A l'époque de l'utilisation des lampes à vide, les causes de défaillance du système étaient facilement identifiable puisque provenant généralement du claquage de la lampe ou de courts-circuits dus à des insectes ou « bug » attirés par la chaleur dégagée. A l'heure actuelle, la défaillance des circuits provient de sources différentes, notamment la perte définitive des propriétés isolante (rupture diélectrique) de la couche d'oxyde présente dans le dispositif MOS. Contrairement au cas des lampes à vide, il est désormais impossible, en raison de la taille des dispositifs, de repérer et de remplacer le transistor défaillant dans la puce. Les fournisseurs sont ainsi obligés de garantir, pour leurs composants, des durées de vie suffisamment longues pour qu'elles ne soient pas limitantes dans la durée de vie totale du produit. La durée de vie des transistors est alors évaluée à partir de tests statistiques accélérés de claquage réalisés en mesurant le temps ou la tension de claquage de

nombreux dispositifs dans des conditions de contrainte beaucoup plus sévères que les conditions standards d'utilisation.

Pour palier aux problèmes entrainés par la réduction des dimensions, la composition de la couche isolante des structures MOS n'a cessé d'évoluer. C'est ainsi qu'ont été intégrés les matériaux à constante diélectrique élevée dits « High-κ » dans les oxydes de grille. Il a notamment été montré que des structures Metal Isolant Metal (MIM) à base de High-κ peuvent être utilisées comme mémoires résistives, très prometteuses pour le remplacement des actuelles mémoires FLASH. Cependant, l'évolution des dimensions et de la composition des oxydes de grille soulève de nouvelles interrogations sur la fiabilité et la dégradation des composants. Pour continuer à étudier la fiabilité de ces oxydes de grille, il devient nécessaire de se rapprocher le plus possible de l'échelle du phénomène de rupture diélectrique estimée à quelques nm². Pour ce faire, il a été montré que la microscopie à force atomique utilisée en mode conducteur propose une surface de test d'une dizaine de nm² et permet des tests de claquage diélectrique similaires à ceux réalisés à l'échelle du dispositif. Ce travail de thèse se propose d'étudier à l'aide de cette technique, la fiabilité et la dégradation à l'échelle locale des oxydes de grille ultra minces, puis d'étendre ces mesures aux échantillons à mémoire résistive qui représentent un futur enjeu majeur des industriels de la microélectronique.

Ce manuscrit débutera par une présentation du contexte général de cette étude. Nous rappellerons ce qu'est une structure MOS ainsi que ses évolutions au cours de la miniaturisation des composants. Puis nous nous attacherons aux mécanismes de dégradation affectant le dispositif, avant d'introduire les principales notions nécessaires à la compréhension de cette étude, notamment la rupture diélectrique, la description statistique de cet événement et enfin les différents modèles existant pour comprendre ce phénomène.

Le deuxième chapitre de ce manuscrit sera dédié à la présentation du microscope à force atomique (AFM), outil de mesure qui sera utilisé tout au long de ce travail. Une attention particulière sera portée sur l'utilisation du mode conducteur (C-AFM) et nous expliquerons les raisons d'utiliser l'AFM sous ultra vide pour des mesures fiables à l'échelle nanométrique. Enfin, le large éventail de possibilités offertes par cette technique et employées dans ce manuscrit sera brièvement présenté.

Le troisième chapitre sera l'occasion de caractériser la fiabilité du diélectrique de grille utilisé pour le nœud 28nm et constitué de deux couches, un oxyde interfacial ainsi qu'un oxyde High-ĸ. Grâce au C-AFM, nous étudierons séparément les distributions de temps au claquage obtenues sur l'oxyde interfacial seul et celles mesurées sur l'empilement complet. La comparaison des résultats acquis pour ces deux échantillons permettra d'apporter une première preuve expérimentale des hypothèses utilisées dans les modèles de prédiction de durée de vie. Pour mieux comprendre les caractéristiques I(V) obtenues lors de la dégradation de l'empilement bicouche, nous testerons par C-AFM la présence de charges piégées au sein de l'oxyde bicouche.

Les études se porteront par la suite sur les distributions de temps au claquage ou de tension de claquage d'oxyde de grille préalablement soumis à des contraintes en tension de forte amplitude et de courte durée (pré-stress). Pour cela, des modifications ont du être effectuées sur le système de mesure. Le dispositif sera d'abord validé dans la première partie du chapitre quatre. Nous présenterons ensuite les résultats obtenus sur les distributions d'oxydes de grille simple couche et sur l'empilement du nœud 28nm en réponse à un pré-stress en tension. Enfin, une interprétation de ces observations sera donnée.

Grâce à des mesures courant-tension, un phénomène de résistance différentielle négative précédant la rupture diélectrique sera étudié dans le chapitre cinq sur différentes épaisseurs d'oxyde interfacial et pour différentes conditions de rampe en tension. Après une rapide présentation des modèles existant concernant ce phénomène, nous développerons notre propre interprétation à partir d'un modèle déjà existant. Cela permettra d'établir un lien entre la résistance différentielle négative et le temps au claquage diélectrique lors de mesures TDDB.

Dans le dernier chapitre, nous étendrons les mesures par C-AFM que nous avons développées au cas des oxydes pour mémoires résistives. L'influence du matériau de l'électrode inférieure sur la topographie, la tension de rupture diélectrique et le courant de conduction sera étudiée. Par la suite nous mettrons expérimentalement en évidence l'existence d'un phénomène de guérison de l'oxyde à l'échelle nanométrique responsable de cycles d'hystérésis lors de l'application de rampes en tension bipolaires et proposerons un modèle permettant de le reproduire. En utilisant cette propriété de guérison une étude sera réalisée sur la stabilité du cycle d'hystérésis lors de la réalisation d'un grand nombre de cycles.

Introduction Générale

1. Fiabilité électrique des oxydes

1.1. Propriétés et utilisation des oxydes

1.1.1. Le transistor MOS

Le transistor MOSFET, pour Metal-Oxide-Semiconductor Field Effect Transistor, a largement contribué à l'omniprésence de la microélectronique dans le monde moderne. En fonction de la tension appliquée au niveau de l'électrode métallique, la grille, ce dispositif peut être passant ou bloquant. Grâce à cette propriété, le MOSFET peut être assimilé à un interrupteur commandé et permet ainsi le développement de circuits logiques complexes à partir d'une brique de base d'une dimension de quelques dizaines de nanomètres. Un schéma du transistor MOSFET de type NMOS est donné dans la figure 1.1.



Figure 1.1 : Schéma d'un composant MOSFET de type NMOS avant et après ouverture du canal par l'application d'une tension sur la grille.

Le transistor MOSFET est une hétéro-structure composée d'un empilement de métal et d'oxyde déposé sur un substrat dopé p dans le cas du NMOS. Un contrôle électrostatique au niveau de la grille permet de moduler le courant entre la source et le drain, deux poches du substrat dopés n. Lorsqu'aucune tension n'est appliquée sur la grille, la jonction p-n entre le drain et le substrat empêche le passage des électrons de la source au drain. Le transistor est à l'état off. Par l'application d'une tension positive à la grille, il est possible de créer un canal dans le substrat autorisant dès lors la conduction des électrons. Le transistor est à l'état On.

Au fur et à mesure des générations technologiques les dimensions du transistor MOS ont été réduites et certains des matériaux le constituant ont été changés afin d'optimiser les performances. Les années d'introduction des différents nœuds technologiques sont présentées dans la figure 1.2.



Figure 1.2 : Evolution des transistors au cours des années en fonction du nœud technologique [Intel]

Dans le cadre de cette thèse nous étudierons la fiabilité de l'empilement d'oxyde de grille utilisé pour le transistor du nœud 28nm produit par STMicroelectronics, nous allons donc nous intéresser principalement à cette structure dans les chapitres suivants.

1.1.2. La capacité MOS

La grille des transistors MOSFET est une structure composée d'une couche diélectrique isolante prise en sandwich entre une couche métallique faisant office d'électrode et de la couche de substrat où va se produire la conduction du courant. Cette architecture forme une capacité dite MOS comme Métal-Oxyde-Semiconducteur. Pris séparément, ces trois composants présentent des diagrammes de bande très différents et inhérents à leur propriété conductrice, semi-conductrice et isolante (Fig.1.3).





• Un métal est caractérisé soit par un nombre d'électrons de valence impair par maille élémentaire (métaux alcalins, nobles) soit par le fait que sa bande de valence (dernière bande d'énergie occupé par les électrons) et sa bande de conduction (première bande d'énergie inoccupée) se chevauchent (métaux alcalino-terreux), ce qui aboutit dans les deux cas à une bande de plus haute énergie partiellement occupée, et donc à la conduction des électrons [1]. Du point de vue du matériau, cela se traduit par la mise en commun et la libre circulation des électrons impliqués dans les liaisons métalliques. Sur le diagramme de bande du métal n'est représenté que le niveau de Fermi correspondant à la limite supérieure de la bande de valence. On définit alors le travail de sortie du

métal ϕ_M qui correspond à l'énergie à fournir pour faire passer un électron de charge q du niveau de Fermi au niveau du vide.

• Un semi-conducteur, au contraire du métal, voit sa bande de valence et sa bande de conduction espacées par un une bande interdite d'énergie relativement faible. Le niveau de Fermi du semi-conducteur (SC) se trouve dans cette bande interdite. Par apport d'énergie thermique, électronique, photonique, il est possible d'exciter les électrons de la bande de valence vers la bande de conduction. Ce mécanisme entraîne la création de porteurs de charges libres capables de circuler dans le semi-conducteur. Ainsi, à l'inverse du métal purement conducteur, la conduction du semi-conducteur est croissante avec la température.

Comme pour le métal, on définit un travail de sortie ϕ_{sc} représentant l'énergie nécessaire pour éjecter un électron au niveau du vide à partir du niveau de Fermi. Cependant, le niveau de Fermi étant inoccupé dans le cas du semi-conducteur car situé dans la bande interdite, on définit également l'affinité électronique χ_{sc} , qui correspond à la différence d'énergie entre la bande de conduction et le niveau du vide.

Afin d'améliorer ses propriétés conductrices, il est possible de doper les semi-conducteurs avec des atomes donneurs (dopage N) ou accepteurs (dopage P) d'électrons. Le dopage des SC a pour effet de modifier la position de son niveau de Fermi. Dans le cas du NMOS traité dans cette thèse, le semi-conducteur est dopé P afin de rapprocher le niveau de Fermi de la bande de valence. Ce rapprochement permet de faciliter le passage des trous dans la bande de valence (bande de conduction pour les trous) et donc d'augmenter la concentration de trous libres. En revanche, le substrat d'un PMOS est enrichi en atomes donneur d'électrons afin de rapprocher le niveau de Fermi de la bande de Sermi de la bande de conduction et d'augmenter la concentration d'électrons libres. On note alors ϕ_F la différence d'énergie entre le niveau de Fermi du SC dopé et le niveau de Fermi intrinsèque du SC non dopé.

• Un oxyde isolant possède également un niveau de valence et un niveau de conduction séparés par une bande interdite. Mais à l'inverse du semi-conducteur, le gap d'énergie d'un oxyde isolant est très élevé, empêchant alors tout transfert d'électrons de la bande de valence à la bande de conduction et la création de porteurs libres. Dans le diagramme de bande de l'oxyde, on s'intéresse surtout à la bande interdite qui est représentée en bleu dans la figure 1.3.a. Comme pour le semi-conducteur, on définit l'affinité électronique χ qui représente la différence d'énergie entre la bande de conduction de l'oxyde et le niveau du vide.

1.1.3. Tension de bandes plates V_{fb}

Lors de la mise en contact des trois matériaux précédents, une structure MOS est créée, dans laquelle se produit l'alignement des niveaux de Fermi (Fig.1.3.b). En raison de la différence des travaux de sortie entre le métal et le semi-conducteur, une faible différence de potentiel interne est créée lors de l'alignement des niveaux. Cette différence de potentiel, due à la mise en contact des matériaux, est égale à $V_c = -(\phi_M - \phi_{SC})$.

Lors de la polarisation de cette structure MOS, la tension appliquée V_G s'ajoute au potentiel de contact initial et modifie la courbure des bandes. Lorsque V_G compense le potentiel de contact, la courbure des bandes est annulée et l'on retrouve des bandes plates. On parlera alors de tension de bandes plates V_{fb} .



Figure 1.4 : Diagramme de bande des composantes de la structure MOS avant (a) et après (b) l'application d'une tension de grille égale à $V_{\rm fb}$.

En réalité, en plus du potentiel de contact, il faut également prendre en compte la présence de charges Q_{ox} à l'interface oxyde/semi-conducteur. La tension de bandes plates vaut alors :

$$V_{fb} = (\phi_M - \phi_{SC}) - \frac{Q_{ox}}{C_{ox}} \quad \text{avec} \quad C_{ox} = \frac{\varepsilon_{ox}}{T_{ox}}$$
 1.1

où Cox représente la capacité de l'oxyde par unité de surface.

1.1.4. Effet de champ dans la capacité MOS

Tant que la tension de grille est suffisamment négative, il se produit une accumulation des porteurs majoritaires dans le cas du NMOS (trous) à l'interface. Il se créée ainsi une zone d'accumulation (Fig.1.5.a). Lorsque la tension de grille imposée est supérieure à V_{fb} la courbure des bandes change de sens et les trous sont repoussés loin de l'interface oxyde/semi-conducteur. De plus, les charges positives présentes au niveau de l'électrode métallique sont compensées dans le semi-conducteur

par des atomes accepteurs du réseau ionisées négativement. Ces atomes créent une zone d'appauvrissement d'épaisseur non négligeable qui entraîne une chute de potentiel à la surface du semi-conducteur.

Lorsque la tension est largement supérieure à la tension de bande plate, les électrons deviennent majoritaires à l'interface oxyde/semi-conducteur. On observe alors proche de l'interface une fine zone d'inversion dans laquelle les porteurs libres sont de charges opposées à celles présentes dans le reste du substrat et l'on parle de régime d'inversion (Fig.1.5.d). C'est cette zone d'inversion qui permet l'ouverture du canal de conduction dans le cas du transistor NMOS.



Figure 1.5 : Schéma des différents états de l'interface oxyde/semi-conducteur d'une structure NMOS en fonction de la tension de grille appliquée. Régime d'accumulation (a), bandes plates (b), faible (c) et forte inversion (d). Les charges négatives entourées représentent des atomes accepteurs ionisés.

1.2. Conduction tunnel

1.2.1. Origine du courant de fuite dans les oxydes

Parallèlement à l'amélioration des performances des dispositifs MOS, leurs dimensions ont subit des diminutions importantes. C'est ainsi que les diélectriques de grille ont atteint des épaisseurs nanométriques. Alors qu'il y a encore quelques années un potentiel de 5V était appliqué sur des oxydes de 50nm d'épaisseur, les épaisseurs ont été divisées par 10 tandis que le potentiel, lui, n'a été réduit que de 50%. Ainsi, les contraintes de champ électrique imposées sur ces couches sont devenues de plus en plus fortes les oxydes nanométriques ne sont plus de parfaits isolants, car le mécanisme quantique tunnel rend possible le franchissement de la barrière énergétique du

diélectrique par les porteurs de charge. L'effet tunnel désigne la propriété que vont avoir les porteurs de charge à franchir une barrière de potentiel qui est supérieure à leur énergie.

D'un point de vue quantique, lorsqu'un porteur de charge atteint la couche isolante, sa fonction d'onde ne s'annule pas en ce point mais subit une atténuation progressive à travers la barrière. Si la fonction d'onde n'est pas nulle de l'autre côté de la barrière, il y existe alors une probabilité non nulle de présence du porteur, ce qui se traduit par un franchissement possible de cette dernière.

Différents types de courant de fuite peuvent être distingués selon que l'on considère un courant à travers un oxyde sans défaut ou intrinsèque, ou un courant assisté par la présence de défauts au sein de l'oxyde.

Considérons une tension V appliquée sur la grille du composant, avec une chute de potentiel négligeable dans le substrat, la tension aux bornes de l'oxyde de grille est alors égale à :

$$V_{ox} = V - V_{fb}$$
 1.2

En fonction de la tension appliquée sur l'oxyde de grille le diagramme de bande de la structure MOS adoptera l'une des deux possibilités suivantes :



Figure 1.6 : Diagramme de bande d'une structure MOS dans le cas d'un mécanisme tunnel Fowler Nordheim (a) ou direct (b).

1.2.2. Courant tunnel Fowler-Nordheim

Pour des champs électriques relativement élevés, la chute de potentiel dans le diélectrique devient supérieure à la hauteur de la barrière à l'interface de l'électrode d'injection des porteurs et de l'oxyde ϕ_b (Fig.1.6.a). La barrière vue par le porteur de charge apparaît alors triangulaire, ce qui se traduit par une réduction apparente de l'épaisseur de cette dernière. Dans cette configuration, il est possible pour les porteurs de traverser la barrière amincie et d'atteindre le métal. Ce type de

conduction qui apparaît à fort champ électrique est appelée mécanisme Fowler Nordheim (FN). La densité de courant dont est responsable ce mécanisme tunnel peut être calculée grâce à [2] :

$$J_{FN} = \frac{q^3}{16\pi^2 \hbar \phi_b} \frac{m_0}{m_{eff}} E_{ox}^2 \exp\left(\frac{-4\sqrt{2m_{eff}}}{3q\hbar} \frac{\phi_b^{\frac{3}{2}}}{E_{ox}}\right)$$
 1.3

Avec q la charge de l'électron, \hbar la constante de Planck réduite, m_0 la masse de l'électron dans le vide, m_{eff} la masse effective de l'électron dans l'oxyde, et enfin E_{ox} le champ électrique dans l'oxyde calculé par :

$$E_{ox} = \frac{V_{ox}}{T_{ox}}$$
 1.4

1.2.3. Courant tunnel direct

Lorsque la tension dans l'oxyde est inférieure à ϕ_b , la barrière ressentie par le porteur est de type trapézoïdal comme illustrée dans la figure 1.6.b. Dans ce cas, il existe une probabilité non nulle pour que les porteurs de charge traversent cette barrière qui correspond à une conduction tunnel directe. En revanche, la barrière étant ressentie dans son épaisseur entière, ce type de conduction ne devient significatif que dans les oxydes de faible épaisseur. En se plaçant dans l'approximation de Wentzel, Kramers, Brillouin (WKB) qui suppose une variation lente des structures de bande par rapport à la longueur d'onde des électrons, il est possible d'exprimer la densité de courant tunnel directe par [3]:

$$J_{Dir} = \frac{q^3}{16\pi^2 \hbar \phi_b} \frac{m_0}{m_{eff}} E_{ox}^2 \exp\left(\frac{-4\sqrt{2m_{eff}}}{3q\hbar} \frac{\phi_b^{\frac{3}{2}} \left(1 - \left(1 - \frac{qV_{ox}}{\phi_b}\right)^{\frac{3}{2}}\right)}{E_{ox}}\right)$$
 1.5

1.2.4. Modélisation du courant de conduction

Afin d'étudier le courant de conduction à travers les oxydes, nous utiliserons dans ce manuscrit l'expression analytique suivante [4] :

$$J = \frac{q^3}{16\pi\hbar\phi_b} \frac{m_0}{m_{eff}} \left(\frac{V}{T_{ox} - X}\right)^2 exp\left[\frac{-4\sqrt{2m_{eff}}}{3} \frac{\phi_b(T_{ox})}{q\hbar} \left(1 - C_{FN} \left(1 - \frac{qV}{\phi_b}\right)^{\frac{3}{2}}\right)\right]$$
 1.6

Le principal avantage de cette formulation est qu'elle convient pour décrire le régime tunnel direct lorsque $V_{ox} < \phi_b/q$, en posant $C_{FN} = 1$ et qu'elle rejoint la formule du courant FN si $V_{ox} = \phi_b/q$. En imposant $C_{FN} = 0$ lorsque $V_{ox} > \phi_b/q$, il sera possible de calculer de manière continue le courant dans le régime tunnel puis dans le régime FN en utilisant un seul set de paramètres.

1.3. Evolution des oxydes de grille pour diminuer le courant de fuite

Outre l'augmentation de la densité d'intégration, la réduction des dimensions des composants électroniques permet de grandement améliorer les performances des futurs nœuds technologiques. Cette progression affecte notamment les couches d'oxyde de grille qui voient leur épaisseur se réduire dans le but d'augmenter leur capacité surfacique C_{ox}, et ainsi augmenter le courant à l'état On des transistors MOS.

En revanche, nous avons vu dans le début de ce chapitre, qu'il existe au niveau de la grille, une forte dépendance du courant tunnel avec l'épaisseur d'oxyde. Une réduction d'épaisseur entraîne ainsi une forte augmentation du courant de fuite à travers l'oxyde de grille.

1.3.1. Limites des oxydes de grille à base de silicium

L'oxyde de silicium (SiO₂) a longtemps été l'unique matériau des oxydes de grille dans la production industrielle des composants électroniques. Les propriétés diélectriques de ce matériau ont permis de l'utiliser jusqu'à des épaisseurs relativement fines. En revanche, les prédictions du courant de fuite dans les nœuds technologiques à base de SiO₂ ont montré qu'au-delà du nœud 90nm, la finesse de l'oxyde conduit à un courant de fuite trop élevé par rapport aux spécifications de l'International Technology Roadmap for Semiconductors (ITRS) [5]. Pour les générations technologiques suivantes, il n'est donc plus possible, de continuer à augmenter la capacité surfacique en diminuant l'épaisseur d'oxyde de grille SiO₂. Pour continuer l'augmentation de C_{ox}, une nouvelle stratégie consiste alors à introduire des oxydes possédant une plus forte permittivité ε_{ox} .

Une première solution à faible coût pour le remplacement du SiO₂ a été de nitrurer la couche d'oxyde de silicium. En déposant une couche de SiO₂, suivi d'une étape de nitruration, un composé de type SiO_xN_Y est obtenu avec une permittivité ε_{SiON} comprise entre 5 et 6, supérieure à celle du SiO₂ ($\varepsilon_{SiON} = 3,9$).

Grâce à l'augmentation de la permittivité diélectrique, il devient possible de continuer à augmenter la capacité surfacique tout en utilisant des épaisseurs de SiO_xN_y supérieures à l'épaisseur limite du SiO_2 . On introduit alors le paramètre d'épaisseur équivalente d'oxyde ou EOT (Equivalent Oxide Thickness) qui définit l'épaisseur de SiO_2 nécessaire pour atteindre une même capacité surfacique :

$$EOT = \varepsilon_{SiO_2} \frac{T_{ox}}{\varepsilon_{ox}}$$
 1.7

En revanche, tout comme le SiO₂, l'oxyde nitruré à également atteint ses limites et les courants de fuite sur ces oxydes de grille sont devenus supérieures aux spécifications préconisés par l'ITRS (2008) [5] au-delà du nœud 45nm.

1.3.2. Introduction des matériaux à haute permittivité (High-κ)

Afin de continuer à augmenter la densité d'intégration tout en répondant à la feuille de route de l'ITRS, un matériau à haute permittivité diélectrique dit High- κ a été introduit. Les propriétés électroniques des potentiels candidats High- κ qui avaient été considérés pour le remplacement du SiO₂ en tant qu'oxyde de grille sont présentées dans le Tableau 1.1. De manière générale, on peut constater que le gap d'énergie E_g ainsi que l'écart entre les bandes de conduction du Si et du High- κ (ϕ_b) sont d'autant plus faibles que la permittivité est élevée.

Oxyde	3	E _g (eV)	$\mathbf{\Phi}_{b}$ (eV)
SiO ₂	3,9	8,9	3,2
Si ₃ N ₄	7	5,1	2
Al ₂ O ₃	9	8,7	2,8
HfO ₂	25	5,7	1,5
HfSiON	$4 \rightarrow 20$	8,9 → 3	$3,2 \rightarrow 1$
La ₂ O ₃	25	5,5	2,3
TiO ₂	86	3,2	1,2
SrTiO ₃	277	3,3	-0,1 → 0,3

Tableau 1.1 : Propriétés (permittivité diélectrique statique ϵ , bande interdite E_g et hauteur de barrières Φ_b) des diélectriques High-k pour le remplacement du SiO₂ [5].

Parmi ces candidats, les diélectriques à base d'hafnium (HfO₂, HfZrO₂, HfSiON,...) possédant une permittivité de l'ordre de 20 ont été retenus. Ces matériaux se sont rapidement imposés pour la production industrielle de par leur stabilité thermodynamique avec le silicium, leur compatibilité avec les étapes d'élaboration des transistors et leur propriétés diélectriques [5].

La qualité d'interface au niveau du canal est un paramètre essentiel pour obtenir une haute mobilité des électrons dans le canal et une bonne stabilité thermique. Pour obtenir une interface de bonne qualité entre le substrat et l'oxyde de grille, la couche de High- κ est déposée sur une fine couche intermédiaire (Interfacial Layer (IL)) de SiO₂ nitruré (SiON) formant ainsi un oxyde de grille à deux couches [6] comme illustré dans la figure 1.7 schématisant l'oxyde de grille du nœud 28nm.



Figure 1.7 : Schéma de l'oxyde de grille High-k utilisé pour le transistor du nœud 28nm. L'oxyde possède une structure bicouche en raison de la couche interfaciale nécessaire pour les performances du dispositif.

1.4. Dégradation et défaillance d'un oxyde de grille au cours d'un stress

Ce travail de thèse s'est porté essentiellement sur la fiabilité de l'oxyde de grille utilisé pour les transistors du nœud 28nm. Dans ce chapitre nous nous intéressons donc essentiellement aux mécanismes de dégradation au sein de l'oxyde déclenchés par l'application d'une tension sur la structure MOS.

1.4.1. Mécanismes de dégradation

Lorsque le champ électrique imposé sur l'oxyde de grille est suffisamment élevé, nous avons vu que le mécanisme tunnel Fowler-Nordheim pouvait être responsable de l'injection d'électrons dans la bande de conduction de l'oxyde (Fig.1.8). Un champ électrique élevé peut également entraîner l'injection de porteurs chauds dont l'énergie est supérieure à la barrière entre le silicium et l'oxyde de grille. En raison de la faible densité de porteurs pour les très hautes énergies un très faible nombre d'électrons sont capables de réaliser ce dernier mécanisme.

Les électrons pouvant pénétrer dans la bande de conduction de l'oxyde acquièrent une énergie cinétique grâce au champ électrique et sont accélérées en direction de l'électrode opposée. Lors de leur passage à travers l'oxyde, ceux-ci dissipent la majorité de leur énergie par interaction avec le réseau atomique. En présence de pièges dans l'oxyde, les électrons injectés peuvent être piégés. Cependant, la majorité des porteurs arrivent jusqu'à l'électrode opposée où ils chutent dans la bande de conduction de l'anode avec une perte d'énergie pouvant aller de 3 à 9eV. La perte de cet excès d'énergie peut alors causer d'importants dégâts à l'interface oxyde/électrode à travers différents mécanismes (Fig.1.8).



- 1) Injection d'électrons de haute énergie
- 2) Les électrons dissipent leur excès d'énergie
- 3) Rupture de liaisons et génération de trou
- 4) Génération de trous de haute énergie
- 5) Les trous dissipent leur excès d'énergie
- 6) Libération d'hydrogène et génération de trou

Figure 1.8 : Résumé des mécanismes de dégradation engendrés par l'injection de porteurs chauds dans la bande de conduction de l'oxyde de grille lors d'un stress à champ électrique élevé.

1.4.1.1. Ionisation par impact

La relation entre l'ionisation par impact et la rupture des diélectriques a été étudiée depuis longtemps [7]. Un modèle très souvent utilisé a été développé en 1990 par [8] pour des oxydes d'épaisseur supérieure à 20nm et pour des champs électriques généralement supérieurs à 7MV/cm. Il décrit la formation d'un défaut dans l'oxyde comme résultant de la génération d'une paire électron-trou par un électron suffisamment énergétique de la couche d'inversion. L'énergie de cet électron doit être proche de celle de la bande de conduction de l'oxyde et du fait de cette énergie élevée, ce mode de création de défaut ne peut advenir que pour la queue de distribution des électrons en énergie et pour de forts champs. Avec l'amincissement des oxydes, les champs électriques mis en jeu peuvent rapidement devenir très élevés. Dans cette thèse des tensions de plus de 3V seront appliquées sur des oxydes de 1,4nm d'épaisseur, soit des champs appliqués de plus de 20MV/cm, le phénomène d'ionisation par impact ne pourra donc pas être négligé durant cette étude.

1.4.1.2. Modèle thermochimique

Outre l'ionisation par impact, une autre cause de rupture diélectrique a été invoquée. En effet, il a été supposé que l'effet direct du champ électrique dans le diélectrique suffisait pour rompre la liaison chimique entre un atome d'oxygène et un atome de métal d'un oxyde métallique [9]. Le champ local ressenti par cet ion est plus élevé que le champ appliqué du fait du champ créé par tous les autres moments dipolaires [1], lui apportant assez d'énergie pour rompre la liaison. Il est complexe de déterminer le champ électrique local, mais en se basant sur un système homogène de constante diélectrique relative ε et composé d'ions identiques, le champ local a pour valeur :

$$E_{loc} = \frac{E(\varepsilon + 2)}{3}$$
 1.8

Ce modèle qui repose sur le champ électrique est également appelé modèle en E.

1.4.1.3. Injection de trous de haute énergie (hot holes) à l'anode

L'énergie acquise par les électrons capables de franchir, par effet tunnel, la barrière diélectrique leur permet de générer par transfert d'énergie des pairs électron/trou de haute énergie. Le modèle d'injection de trous à l'anode ou AHI (anode hole injection) prédit que les trous ainsi générés sont à leur tour accélérés par le champ électrique à travers l'oxyde et transmis en direction de la cathode. De manière similaire aux électrons « chauds », ces trous peuvent également générer des défauts au sein de l'oxyde. Ce mécanisme est schématisé par les réactions (3) à (5) dans la figure 1.8. Ce modèle est également appelé modèle en 1/E, car ce sont les électrons issus du courant Fowler Nordheim qui sont à l'origine de ce mécanisme, et que le courant de trous qui en résulte possède la même dépendance en 1/E. Il a ainsi été montré à partir des années 80 [10] que la rupture diélectrique était corrélée à l'injection de trous.

1.4.1.4. Libération d'hydrogène à l'anode (AHR)

Lors de l'élaboration des oxydes de grille, une étape de passivation des pièges pouvant être présents aux l'interfaces est effectuée. Pour cette étape, un gaz composé d'hydrogène et d'azote est utilisé à une température comprise entre 400 et 450°C. Cela permet de combler les pièges en formant des liaisons Si-O-H. Cependant, ces liaisons sont faibles et peuvent être facilement rompues par des porteurs chauds conduisant à la libération d'hydrogène à l'anode (anode hydrogen release (AHR)) [11]. Des études on montré qu'après diffusion dans l'oxyde, les atomes d'hydrogène génèrent des défauts au sein de l'oxyde qui peuvent conduire par accumulation au claquage diélectrique.

1.4.1.5. Modèle Multi-Vibrationnel

A partir du modèle AHR précédent, Ribes [12] propose un mécanisme de dégradation qui repose sur l'interaction de l'hydrogène libéré à l'interface avec des pièges déjà existant dans l'oxyde générant par la suite la rupture diélectrique. Contrairement au mécanisme précédant, les liaisons de types Si-O-H ne sont plus rompus par un unique électron de forte énergie, mais plutôt par une multitude d'électrons incidents de plus faible énergie [13] qui font augmenter progressivement l'état d'énergie de la liaison par saut de $n+1/2\hbar\omega$, d'où le terme d'énergie vibrationnelle.

1.4.2. La rupture diélectrique

Par accumulation des défauts évoquée ci-dessus (§1.4.1), l'oxyde va subir une rupture diélectrique ou Dielectric Breakdown. C'est-à-dire que l'oxyde perd ses propriétés isolantes. Il existe un large consensus, basé par exemple sur le fait que le courant après claquage ne dépende pas de la surface

du dispositif, pour expliquer la rupture diélectrique par la percolation des défauts. Lorsque le nombre de défauts atteint un seuil critique (Nc), un chemin de percolation conducteur apparait au sein de l'oxyde se traduisant par une augmentation soudaine du courant, comme illustrée dans la figure 1.9. Cette défaillance peut se produire à partir d'un certain seuil en tension ou, si l'on impose une tension constante, au bout d'un certain temps. On parlera alors respectivement de tension de claquage (V_{BD}) et de temps au claquage (T_{BD}).



Figure 1.9 : Schéma de l'oxyde de grille High-κ rendu défaillant lors d'un stress en tension en raison de la création d'un chemin conducteur en son sein. Les points bleus représentent des défauts.

1.4.2.1. Mesures à tension constante (CVS)

Pour étudier la fiabilité des oxydes de grille, la méthode la plus courante consiste à soumettre la structure MOS des dispositifs à un stress en tension constante ou CVS (Constant Voltage Stress) et étudier le courant de fuite à travers l'oxyde au cours du temps. La perte des propriétés isolantes du diélectrique peut alors être détectée lors de l'augmentation abrupte du courant observée pour un temps donné correspondant au temps de claquage T_{BD} comme on peut l'observer dans la figure 1.10. On peut voir sur ces courbes I(t) enregistrées sur un oxyde de 45A d'épaisseur, que le claquage est instantané et que la détection du temps au claquage peut être déterminée avec précision.



Figure 1.10 : Caractéristiques I(t) mesurées sur du SiO₂ 45A lors d'un test CVS avec détection d'un claquage diélectrique franc pour le temps T_{BD} [14].

Avec la réduction des épaisseurs d'oxyde, un nouveau mode de claquage diélectrique a été rapporté dans de nombreux travaux. Il s'agit d'une augmentation progressive et bruitée du courant, similaire au cas du claquage de la figure 1.10, sans pour autant que l'oxyde ne perde totalement ses propriétés isolantes. Ce phénomène est décrit sous le nom de « soft breakdown » (SBD) par opposition au « hard breakdown » (HBD) qui entraîne la perte totale des propriétés isolantes de l'oxyde. Un exemple de caractéristiques I(t) exhibant ce type de claquage est présenté dans la figure 1.11.



Figure 1.11 : Caractéristiques I(t) mesurées sur du SiO₂ 1,1nm lors d'un test CVS à 2,8V avec détection de saut en courant représentatif de soft breakdown [15].

1.4.2.2. Application d'une rampe en tension (RVS)

Le champ et la tension de claquage peuvent quant à eux être déterminés grâce à l'application d'une rampe en tension sur l'échantillon. Au cours de ce stress, la rupture est repérée par l'augmentation abrupte du courant, et l'on enregistre la tension précise pour laquelle le courant atteint le seuil de détection. Il est à noter que la tension de claquage est une grandeur statistique qui dépend de la surface de l'électrode ainsi que de la vitesse de la rampe.

Ce type de stress est également largement utilisé afin d'évaluer le courant tunnel à travers l'oxyde en fonction de la tension. Nous avons vu précédemment que le courant tunnel possède une forte dépendance en champ électrique. Ainsi, lors de la rampe en tension croissante, le courant croît également et l'on peut observer pour des champs électriques relativement élevés l'évolution exponentielle du courant de fuite caractéristique du courant Fowler-Nordheim.

La figure 1.12 témoigne de ces deux phénomènes pour différentes épaisseurs d'oxyde allant de 9,2 à 19,6nm. Pour ces mesures, le seuil de détection pour le claquage diélectrique est fixé à 10⁻²A. Quelle que soit l'épaisseur d'oxyde, on peut suivre le courant FN à partir d'un champ électrique d'environ 0,7V/nm. De plus, le claquage diélectrique se déclenche pour un champ électrique compris entre 1,14 et 1,25V/nm.



Figure 1.12 : Caractéristiques I(V) mesurées sur différentes épaisseurs d'oxyde lors de tests RVS représentés en échelle log pour permettre l'observation du courant tunnel FN et du claquage diélectrique pour V_{BD} [16].

Il a été montré que la vitesse et la tension maximale de la rampe en tension pouvaient influer sur la tension de claquage [17]. La vitesse de la rampe peut être paramétrée grâce au pas en tension (ΔV) et la durée en temps de chaque pas de tension (Δt).

1.4.2.3. Augmentation du courant de fuite après un stress

L'application d'un stress en courant ou en tension peut être fatale pour l'oxyde de grille si on le laisse aller jusqu'à la rupture diélectrique. En revanche, il a été observé par Maserijian et Zamani [18] que si ce stress est stoppé avant le claquage diélectrique, les caractéristiques I(V) enregistrées après stress présentent une augmentation du courant de fuite mesuré à bas champ par rapport au cas initial. Ce phénomène appelé Stress Induced Leakage Current ou SILC est rapporté sur la figure 1.13.



Figure 1.13 : Caractéristiques I(V) mesurées à différents états de rupture diélectrique. La courbe notée « Fresh » est obtenue lors de la première mesure sur un oxyde SiO₂, la courbe SILC est obtenue après une contrainte non destructrice, SBD et BD respectivement obtenues après observation d'un soft breakdown et hard breakdown [19].

Pour expliquer cette élévation de courant, de nombreuses hypothèses ont été proposées dont notamment :

Courant tunnel assisté par pièges (TAT)

Ce type de conduction peut être attribué à la présence de pièges au sein du volume d'oxyde, créés lors de l'application d'un fort champ électrique [20, 21]. Ces pièges au sein de l'oxyde abaissent localement l'énergie de la bande de conduction de l'oxyde, réduisant ainsi partiellement la barrière, et permettent un mécanisme tunnel où les porteurs traversent l'oxyde en sautant de piège en piège jusqu'à atteindre l'électrode opposée.



Figure 1.14 : Diagramme de bande d'une structure MOS dans le cas d'un mécanisme tunnel TAT (a) ou multi-TAT (b). Les pièges au sein de l'oxyde réduisent localement l'épaisseur de barrière énergétique et facilitent le passage d'un courant tunnel.

Dans le cas du TAT ou « Trap Assisted Tunneling » simple, la conduction est assistée par un seul piège au sein de l'oxyde, qui crée un état localisé dans le diagramme de bande (Fig.1.14.a). D'autres modèles de courant tunnel assisté ont été développés dans lesquels plusieurs pièges peuvent participer à la conduction. On parlera alors de TTAT pour « Two Traps Assisted Tunneling » ou multi-TAT. Une expression analytique du courant multi-TAT est donnée dans [22] en fonction de la racine carrée du coefficient de transmission entre le métal et le semi-conducteur T_R :

$$T_R \propto \exp\left(-\frac{4\sqrt{2m_0}}{3q\hbar}\frac{\phi_b^{\frac{3}{2}}V_{ox}}{2T_{ox}}\left(1 - \left(1 - \frac{q(V - V_{fb})}{\phi_b}\right)^{\frac{3}{2}}\right)\right) \quad \text{et} \quad J_{TAT} = qvn_t \frac{J_s \sigma_{capt}}{J_s \sigma_{capt} + qv} T_R \tag{1.9}$$

Dans l'équation 1.9, ν représente la fréquence de piégeage/dépiégeage, σ_{capt} la section efficace de capture d'électron, n_t le nombre de pièges et J_s le courant injecté dans l'oxyde.

Amincissement locale de l'oxyde

Lorsque les électrons traversent l'oxyde de grille, la dissipation de leur excès d'énergie peut entraîner à l'interface oxyde/grille, la rupture des liaisons Si-O dont l'énergie de liaison atteint 5,4eV. Les liaisons pendantes ainsi créées ont pu être mises en évidence par résonance de spin électronique [23] et participent à un effet de réduction locale d'épaisseur de l'oxyde comme décrit dans [24, 25].En raison de cette réduction d'épaisseur le courant tunnel est augmenté d'où le courant SILC.

Courant de percolation

Dans [26, 27], le courant SILC est interprété comme un courant de conduction provenant d'un chemin de percolation composé de défauts créés au sein de l'oxyde. D'après Degraeve [28], une conduction est possible entre des défauts lorsque ceux-ci sont distants de moins de 0,9nm. Ainsi, Houssa et al. [27] montrent qu'il est possible de reproduire les caractéristiques I(V) mesurées après un soft breakdown en simulant la création d'un chemin de défauts entre les deux électrodes et en supposant un courant quadratique en tension entre défauts voisins.

Abaissement locale de la barrière de potentiel

L'application d'une contrainte en tension/courant sur l'oxyde de grille peut générer des pièges chargés. D'après [18], ces charges peuvent entraîner un abaissement local de la barrière d'énergie de l'oxyde. Le potentiel de barrière à franchir étant abaissé, le courant de conduction à travers le chemin de plus faible barrière énergétique est plus élevé.

1.5. Etude statistique de la défaillance des oxydes de grille

Entre plusieurs dispositifs identiques, les mesures de temps au claquage ou de tension de claquage ne donnent pas une valeur unique. Il est donc nécessaire de réaliser des études statistiques de défaillance afin de déterminer la loi statistique donnant la probabilité qu'un oxyde de grille soit détruit après un temps ou une tension de stress donnée. Pour cela, un nombre conséquent de T_{BD} ou de V_{BD} est mesuré et l'on étudie la loi de probabilité cumulée obtenue à partir de cet échantillonnage. Il a ainsi été montré [28] que la fiabilité des oxydes de grille monocouches de type SiO₂ et SiON suit une loi de Weibull.

1.5.1. Distributions de Weibull

Nommée d'après l'ingénieur suédois Waloddi Weibull, qui la décrivit entièrement en 1957, la loi de Weibull est un cas particulier de la loi des valeurs extrêmes t développées en particulier par E. J. Gumbel au cours des années 30. La loi de Weibull fût appliquée pour la première fois en 1933 dans [29] afin d'identifier la répartition statistique de la taille de particules issues d'un processus de broyage ou de fraisage. Depuis, cette loi s'est avérée efficace pour un très large champ d'applications allant de la fréquence des vitesses de vents mesurées en un point jusqu'à la prédiction des distances d'arrêt des avalanches. Cette loi statistique est notamment très employée dans l'industrie pour les

études de fiabilité telle que la rupture de matériaux ou comme dans notre cas la rupture diélectrique.

Il a donc été montré que les statistiques de TDDB des dispositifs MOS suivent la loi de Weibull à deux paramètres dont la densité est donnée par l'expression suivante :

$$p(t) = \frac{\beta}{\tau} \left(\frac{t}{\tau}\right)^{\beta-1} \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)^{\beta}$$
 1.10

où τ et β sont des constantes positives appelées respectivement paramètre d'échelle et de forme de la distribution. Pour faciliter la caractérisation des statistiques de fiabilité obéissant à la loi de Weibull, on étudie les probabilités cumulées de défaillance P(t) que l'on obtient par :

$$P(t) = \int_{0}^{t} p(x)dx = 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)^{\beta}$$
 1.11

On peut alors définir à partir des équations 1.10 et 1.11 le taux de défaillance (λ) comme étant la probabilité qu'une entité ayant fonctionnée correctement jusqu'au temps t tombe subitement en panne l'instant d'après t+dt qui se calcule par :

$$\lambda(t) = \frac{p(t)}{1 - P(t)}$$
 1.12

La figure 1.15.a montre l'effet du paramètre β sur l'évolution du taux de défaillance en fonction du temps. Lorsque le paramètre de forme β , encore appelé pente de Weibull, est inférieur à 1, on observe que le taux de défaillance est initialement élevé et diminue avec le temps. Cela se traduira par le fait que plus de dispositifs fonctionneront longtemps, moins ils seront susceptibles de tomber en panne. Si β est égal à 1, la probabilité de rupture reste constante, le risque de défaillance au temps t ne dépend alors pas des temps précédents. Ce cas particulier correspond à une loi exponentielle et traduit un phénomène de durée de vie sans mémoire. Enfin lorsque β est supérieur à 1, le taux de défaillance est initialement nul et augmente avec le temps, c'est-à-dire que la probabilité de tomber en panne augmente avec l'utilisation du composant.

Le paramètre de forme permet ainsi avec une même loi statistique de reproduire les différents modes de défaillance. Il est ainsi possible d'obtenir la courbe dite en baignoire caractéristique notamment de la fiabilité des composants électroniques et représentée dans la figure 1.15.b.



Figure 1.15 : Influence du paramètre de forme β sur le taux de défaillance de la loi de Weibull (a). Courbe en baignoire caractéristique des trois modes de défaillance rencontrés industriellement et pouvant être reproduite avec la même loi de Weibull simplement en faisant varier β [30].

On observe dans un premier temps des taux de défaillance rapides dus à des défauts de fabrication, suivies d'un palier stable et enfin une période d'usure. Pour éviter de commercialiser des produits présentant des défauts de jeunesse, une étape de stress rapide ou « Burn In » peut être réalisée afin de repérer et d'écarter les composants défaillants.

Au cours de cette thèse, les probabilités cumulées de claquage seront le plus souvent tracées dans une échelle dite de Weibull dans laquelle l'équation 1.11 s'écrit :

$$W(t) = \ln\left(-\ln(1 - P(t))\right) = \beta \cdot (\ln(t) - \ln(\tau))$$
1.13

Dans cette échelle on observe que la probabilité cumulée de défaillance apparaît linéaire en fonction de ln(t). Pour illustrer cette propriété, une distribution expérimentale de probabilité cumulée des temps au claquage obtenue sur des dispositifs est présentée dans la figure 1.16. Le paramètre de forme β représente alors la pente de la droite dans l'échelle de Weibull. Dans cette représentation le temps pour lequel W(t)=0 correspond au temps de stress après lequel 63% des composants sont défaillants et est noté t_{63%}. On remarque que cette condition est réalisée pour un temps au claquage égal à τ .


Figure 1.16 : Distribution cumulée des TDDB d'un oxyde de grille simple couche représentée dans l'échelle de Weibull. Pour t = τ, on obtient W=0 correspondant à 63% de défaillance.

1.5.2. Effet de l'épaisseur d'oxyde sur les distributions Weibulliennes de TDDB

Le facteur de forme est un paramètre essentiel pour l'extrapolation de la durée de vie des composants électroniques. De nombreux travaux ont révélé que l'épaisseur du diélectrique avait une influence majeure sur la pente β des distributions cumulées de TDDB. Pour un même matériau d'oxyde de grille, SiO₂ [31], Al₂O₃ [32] ou encore HfO₂ [33], il a ainsi été montré que le paramètre β diminuait avec l'épaisseur d'oxyde (Fig.1.17) témoignant alors d'une plus grande dispersion des temps au claquage pour les faibles épaisseurs. Cette dépendance en épaisseur peut être reproduite par les modèles de rupture diélectrique permettant d'interpréter les distributions de claquage obtenues et qui seront explicités dans le §1.6.



Figure 1.17 : Diminution du paramètre de forme β avec la réduction d'épaisseur de l'oxyde testé [33]

Il a également été montré sur les distributions des tensions de claquage que le champ de claquage était fortement gouverné par l'épaisseur d'oxyde. Comme illustré sur la figure 1.18, le champ de claquage d'un matériau augmente lorsque son épaisseur décroît [34, 35].



Figure 1.18 : Dépendance du champ de claquage moyen E_{BD} avec l'épaisseur d'oxyde à partir des données de [10, 36, 37, 38].

1.5.3. Dépendance des distributions avec la tension

En plus du paramètre de forme β , l'équation 1.13 met en évidence un second paramètre : le paramètre d'échelle τ . Dans l'échelle de Weibull, on peut remarquer que ce paramètre agit sur la distribution comme une constante de translation selon l'axe des abscisses.

Les études statistiques de fiabilité menées sur un même oxyde pour différentes tensions de stress appliquées ont montré que plus la tension est élevée plus les temps au claquage mesurés sont courts, mais qu'en revanche la linéarité et la pente des distributions cumulées de temps au claquage sont indépendantes de la tension de stress. Grâce au facteur d'échelle τ , il est ainsi possible de reproduire avec une même loi de Weibull les différentes distributions obtenues pour plusieurs tensions de stress sans modifier la forme des distributions. La figure 1.19 montre les distributions de temps au claquage mesurées sur un dispositif d'oxyde de grille SiO₂ de 9nm pour cinq tensions de stress différentes. On peut voir que ces cinq distributions ont la même pente, et qu'elles se décalent vers les temps faibles avec les champs électriques plus élevés.



Figure 1.19 : Distributions cumulées de temps au claquage obtenues pour différents champs électriques. Plus le champ est élevé, plus le temps moyen de claquage est court, en revanche le paramètre de forme est indépendant du champ [39].

La forme des distributions étant conservées avec la tension de stress, il devient possible de caractériser les distributions de TDDB à des tensions de stress élevées afin de réduire les temps de manipulation et d'acquérir un nombre important de données. En revanche, il est nécessaire par la suite de réaliser les extrapolations de durée de vie pour des tensions faibles, afin de fournir aux clients une durée de vie correspondante à des conditions réelles d'utilisation. Il est donc nécessaire d'intégrer dans la statistique des distributions, un modèle d'accélération permettant de décrire l'évolution de la durée de vie en fonction de la tension appliquée. De ce fait, l'accélération de la durée de vie en fonction de stress a largement été étudiée dans la littérature [40, 41], à partir des mécanismes de dégradation menant à la rupture des diélectriques. Trois modèles sont ainsi à considérer pour décrire la dépendance des distributions à la tension de grille.

Le modèle en E : Le modèle en E est basé sur une rupture de liaison comme introduit par le modèle thermochimique de McPherson [9]. La dépendance de la durée de vie de la couche d'oxyde avec la tension appliquée est donnée par :

$$\tau = \tau_0 \exp(-nE_{ox}) \tag{1.14}$$

Dans l'équation 1.14, τ_0 est un pré-facteur exponentiel et n correspond au facteur d'accélération.

Le modèle en 1/E : Dans le modèle en 1/E, la rupture diélectrique est entraînée par les phénomènes AHI et AHR précédemment introduits. On retrouve alors la dépendance en 1/E du courant FN pour décrire l'accélération du temps de vie en fonction de la tension de stress :

$$\tau = \tau_0 \exp(n/E_{ox}) \tag{1.15}$$

Le modèle en Puissance V : Contrairement aux deux précédents modèles, le modèle en puissance prédit une dépendance directe avec la tension :

$$\tau = \tau_0 V_{ox}^{-n}$$
 1.16

Le phénomène d'excitation multi-vibrationnelle (§1.4.1.6) décrit par [12] a permis de donner une justification physique du modèle en puissance.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'impact du modèle d'accélération choisi sur la durée de vie extrapolée pour des conditions de faibles tensions d'utilisation. Sur la figure 1.20, la durée de vie d'un oxyde de grille pour les faibles champs électriques est extrapolée à l'aide des trois principaux modèles d'accélération [42]. On peut ainsi observer qu'aux champs faibles, les modèles prédisent des durées de vie largement différentes, et que le modèle en 1/E est de loin le modèle le plus optimiste, donnant pour des champs de 3MV/cm, des durées de vie jusqu'à deux décades plus longues.



Figure 1.20 : Comparaison de la durée de vie extrapolée en fonction du modèle d'accélération choisi [42].

En revanche, on peut observer que pour des champs élevés, typiquement ceux auxquels sont réalisées les mesures de TDDB, les trois modèles coïncident. Il est donc particulièrement difficile d'opter en faveur d'un des modèles à partir des expériences de TDDB réalisées.

Pour lever cette incertitude, des expériences faisant varier la température, la surface ou les épaisseurs d'oxyde sont réalisées. Dans [43], les auteurs étudient les durées de vie mesurées à partir de distributions statistiques obtenues à fort champ et à haute température (175°C). Les résultats, présentés dans la figure 1.21, indiquent que leurs durées de vie semblent suivre une dépendance en E et non en 1/E. Des résultats similaires obtenus à partir de mesures à 400°C ont été publiés par Suehle [41].

La réalisation de mesures de temps au claquage sur différentes surfaces, tout comme les résultats présentés dans [40] ont écarté encore un peu plus la loi d'extrapolation en 1/E au profit cette fois de la loi en puissance. Dans [44] des mesures de durée de vie pour différentes températures ont également semblé montrer l'obtention de meilleurs ajustements à l'aide de la loi en tension, comparé à ceux obtenus avec la loi en E (Fig.1.22). Cependant, le modèle en E n'est pas à exclure définitivement car les deux modèles (en E et en V) restent très proches pour des faibles tensions.



Figure 1.21 : Comparaison des durées de vie expérimentales mesurées à 175°C avec les prédictions des modèles en E (courbe continue) et 1/E (courbe pointillée). Les données semblent suivre la loi en E [43].

Enfin, des études récentes réalisées à 100°C sur des échantillons SiO₂ avec une électrode en cuivre [42] ont mis en évidence une dépendance des durées de vie expérimentales en 1/E jusqu'à des champs faibles de 3,5MV/cm (résultats de la figure 1.20). A ce jour, aucun consensus en faveur de l'un des modèles n'a été trouvé et une incertitude existe sur les durées de vie réelles des dispositifs à faibles tensions de stress.



Figure 1.22 : Comparaison des durées de vie expérimentales mesurées à 140°C avec les prédictions des modèles en 1/E (a) et en V (b). Les données semblent suivre la loi en V [44].

1.5.4. Loi d'échelle en surface

La surface de l'électrode est un paramètre extrêmement important gouvernant directement les paramètres de rupture d'un échantillon. Il a ainsi été rapporté par Sire [45], des champs de claquage pour une couche SiO₂ de 3nm allant de 15MV/cm pour une surface de $10^5 \mu m^2$ jusqu'à 30MV/cm

pour une surface de 1nm², mettant en évidence une forte dépendance du champ de claquage avec la surface de test. La loi d'échelle est une propriété puissante permettant de relier les distributions TDDB obtenues sur un même échantillon mais avec différentes surfaces de test.

Supposons un dispositif de surface S, composé d'un oxyde de grille dont les propriétés et l'épaisseur sont homogènes sur toute la surface. Divisons maintenant cette surface en N cellules identiques de surface S₀ comme schématisée sur la figure 1.23. N étant alors égal au rapport des surfaces S/S_0 . Chacune de ces cellules est un dispositif dont la probabilité de claquage P_0 suit une loi de Weibull et la probabilité que la cellule soit encore fonctionnelle après un temps de stress t est donnée par la loi : $\overline{P_0} = 1 - P_0(t)$.

A l'échelle du dispositif complet, l'oxyde reste fonctionnel tant qu'aucune des cellules qui le composent n'est défaillante. Ainsi, la probabilité que l'oxyde ne soit pas dégradé est donnée par :

$$\overline{P(t)} = 1 - P(t) = \left(1 - P_0(t)\right)^N$$
1.17

Il en découle alors :

$$\ln(-\ln(1 - P(t))) = \ln(-\ln(1 - P_0(t))) + \ln(N) = \ln(-\ln(1 - P_0(t))) + \ln\left(\frac{S}{S_0}\right)$$
 1.18



Figure 1.23 : La surface S d'oxyde est décomposée en N cellules identiques de surface S₀, dont la probabilité de claquage est P₀ (gauche). Application de la loi d'échelle en surface pour déterminer la loi de probabilité P à partir de P₀.

Les oxydes sous les surfaces S et S₀ étant identiques, les lois de Weibull correspondantes possèdent le même facteur de forme β , et le terme $ln(S/S_0)$ n'ajoute qu'une constante de translation verticale pour reproduire la distribution sous une surface S à partir de la distribution obtenue sous la surface S₀, comme montré sur la figure 1.23.



Figure 1.24 : Distribution cumulée des TDDB expérimentale obtenue avec une surface S₀ et remise à l'échelle pour une surface S. La linéarité de la distribution permet l'extraction de la durée de vie déterminée comme le temps pour lequel un composant sur un million est défaillant (W=-13,8).

La figure 1.24 présente un exemple d'application de la loi de mise à l'échelle avec une distribution expérimentale obtenue avec une surface S_0 et remise à l'échelle pour une surface S. En utilisant cette propriété, associée à la linéarité de la distribution, il devient facile de déterminer la durée de vie des composants, qu'on lit en extrapolant, à partir de la droite reproduisant la distribution, le temps au claquage pour une probabilité de l'ordre d'un composant défaillant pour un million (W=-13,8), comme illustrée dans la figure 1.24 (TTF = 10^7 u.a).

1.5.5. Distribution cumulée des TDDB des oxydes High-k à partir du nœud 28nm

Dans le cas d'une unique couche isolante, nous avons vu que la distribution cumulée des temps au claquage suit une loi statistique Weibullienne, de pente β . En revanche, depuis le nœud technologique 32nm, les dispositifs sont dotés d'un oxyde de grille High- κ comme nous l'avons brièvement mentionné au §1.3.1.2. Les études de fiabilité menées sur des transistors dotés d'oxydes de grille High- κ [46] ont alors révélé que ces structures bicouches ne suivent pas une loi de Weibull mais se caractérisent par des distributions statistiques bimodales. Ces distributions bimodales peuvent être perçues comme deux distributions linéaires possédant des pentes distinctes pour les hauts percentiles (fortes probabilités cumulées correspondant aux ordonnées les plus élevées W typiquement supérieur à 3 sur la Fig.1.25) et les bas percentiles (faibles probabilités cumulées typiquement inférieures à -2 sur la Fig.1.25), comme illustré sur la figure 1.25. Quel que soit le dopage du substrat (PMOS ou NMOS), les auteurs rapportent des distributions non Weibulliennes où la pente des bas percentiles, que l'on notera β_{LP} est plus élevée que la pente des hauts percentiles



Figure 1.25 : Distributions cumulées des TDDB pour des structures NMOS à grille High-k obtenues pour différents aires de test ramenées à une même surface de 1µm² [46]. La pente des hauts percentiles (0,8) est inférieure à la pente des bas percentiles (1,5).

Les distributions de ces oxydes de grille n'étant plus linéaires, il devient beaucoup plus compliqué de réaliser des projections de durée de vie fiables. Cette problématique est représentée en figure 1.26 dans laquelle est tracée une distribution TDDB mesurée sur une version préliminaire de NMOS 28 nm à ST Crolles. On peut voir sur la figure 1.26.b, l'extrapolation du taux de défaillance à 0.01% avec une distribution de Weibull en bleu et une distribution bimodale en rouge. Selon le modèle considéré pour réaliser la projection, la durée de vie extrapolée en année varie de plusieurs décades.



Figure 1.26 : Distributions cumulées des TDDB obtenues sur une structure NMOS (a) et modélisées par une distribution Weibulienne ou bimodale. La durée de vie extrapolée est dépendante du modèle considérée (b) *(data S. Blonkowski).*

Il apparaît donc nécessaire d'élaborer de nouveaux modèles afin d'interpréter les distributions bimodales des empilements High- κ et de comprendre l'impact de chacune des couches dans la fiabilité globale de l'architecture.

1.6. Interprétation des distributions de Weibull et Bimodales

L'interprétation des distributions statistiques de Weibull obtenues pour les oxydes simple couche, et bimodales obtenues dans le cas des empilements High- κ /Interface Layer (HKIL) du nœud 28nm, nécessite de modéliser le phénomène menant à la défaillance de l'oxyde de grille. Pour cela, différentes possibilités ont été envisagées concernant le claquage diélectrique [47, 48, 49]. Ces modèles traitent le phénomène de rupture diélectrique suivant la création, grâce à la génération de défauts, d'un chemin de percolation au sein de l'oxyde. Selon la distribution de génération de défauts, on peut distinguer deux grandes catégories de percolation comme présentées par Stathis dans [50] :

- Si l'on suppose une distribution homogène de défauts dans l'oxyde, alors la génération de défauts est aléatoire et la rupture diélectrique est atteinte lorsque les défauts créés assurent une conduction entre les deux électrodes (Fig.1.27.a).
- Si la distribution de défauts est non uniforme, les défauts sont générés à un endroit privilégié de l'oxyde, généralement une des interfaces, et le claquage diélectrique est atteint lorsque les défauts se sont propagés de proche en proche jusqu'à court-circuiter l'oxyde (Fig.1.27.b). Du fait de la propagation des défauts, nous parlerons alors de percolation invasive.



Figure 1.27 : Schéma de percolation 2D à partir d'une même distribution de défauts de base à l'interface dans le cas d'une génération homogène de défauts (a) ou non-uniforme où seuls les sites en contact avec un défaut déjà présent sont susceptibles de se transformer dans un nouveau défaut (b). Les cases blanches représentent l'oxyde intact et les cases noires représentent les sites occupés par un défaut [50].

A partir de ces distributions de défauts, la probabilité cumulée de claquage est simulée en fonction de la fraction de sites occupés par un défaut pour différentes épaisseurs d'oxyde. On peut observer sur la figure 1.28 que ces modèles permettent de reproduire l'influence de l'épaisseur d'oxyde sur le paramètre de forme des distributions. Plus l'oxyde est fin, plus le paramètre de forme est réduit.



Figure 1.28 : Probabilité cumulée de claquage en fonction de la fraction de sites occupés par un défaut simulée pour différentes épaisseurs d'oxyde en supposant une distribution de défauts homogène. [50].

1.6.1. Modèle à génération aléatoire de défauts

Dans ce scénario, le stress en tension appliqué sur l'oxyde de grille génère de manière aléatoire des défauts électriques, au sein des couches diélectriques. Le claquage diélectrique est alors atteint lorsqu'une succession de défauts forme un chemin conducteur à travers l'épaisseur de l'oxyde.

1.6.1.1. Modèle de Monte Carlo Cinétique (kMC)

Pour tenter d'expliquer la dépendance du facteur de forme des distributions de Weibull avec l'épaisseur d'oxyde, Degreave [28] propose en 1995 un modèle de création de chemin de percolation reposant sur la génération aléatoire de défauts suivant un taux de génération propre à la couche d'oxyde. Il reproduit alors ce mécanisme à l'aide d'une simulation Monte-Carlo en entrant comme paramètre la taille des défauts et l'épaisseur d'oxyde. Lorsque deux défauts sont assez proches, une conduction électrique entre ces défauts est possible (Fig.1.29). Le claquage diélectrique est alors atteint lorsqu'une suite de défauts rallie les deux électrodes et l'algorithme est arrêté.



Figure 1.29 : Illustration du modèle de percolation proposé par Degraeve [28]. Les pièges sont représentés par les sphères de paramètres R, une fois le chemin de pièges formé, la conduction se fait entre les électrodes.

En répétant l'algorithme de nombreuses fois, les auteurs ont été capables de simuler des mesures statistiques, qui témoignent que la densité de charge au claquage suit une loi de Weibull comparable aux distributions expérimentales obtenues.

Cette théorie a par la suite été largement reprise pour l'étude des oxydes de grille simple couche, mais également étendue au cas des oxydes de grille High-κ comme nous allons le voir maintenant.

Initialement introduit par [49] en 2009, le modèle kMC pour les oxydes de grille High-κ suppose que chaque couche de la structure possède son propre taux de génération de défauts. Grâce à un grand nombre de simulations Monte Carlo de la création du chemin de défauts dans un dispositif, il est possible de reproduire les distributions bimodales des temps de claquage comme le montre la figure 1.30 issue de [49].



Figure 1.30 : Distributions simulées des TDDB obtenues par la méthode kMC sur un empilement constitué d'une couche High-k d'une épaisseur de trois cubes et d'une couche IL (a) d'une épaisseur de deux cubes. Défauts créés dans les couches au moment du claguage (b-e) [49].

Les figures 1.30.b-1.30.e représentent les défauts créés dans l'empilement pour former un chemin conducteur. Une conduction entre deux cubes défectueux est possible si deux faces, deux bords ou deux coins se touchent. Les défauts créés dans la couche IL sont représentés par des cubes rouges et les défauts créés dans la couche High- κ par des cubes gris. Le temps au claquage associé à ces motifs de défauts est reporté sur la figure 1.30.a. Pour les hauts percentiles (Fig.1.30.e), la couche High- κ est entièrement remplie de défauts, c'est donc la rupture de l'IL qui gouverne le temps au claquage de la structure. Dans ce cas, la pente de Weibull des hauts percentiles est égale à celle de l'IL seule. Pour les faibles percentiles, le nombre de défauts dans l'IL et le High- κ sont comparables lors du claquage diélectrique, les caractéristiques de claquage dépendent par conséquent des deux couches.

En conséquence, les pentes de l'IL et du High- κ contribuent à la pente des bas percentiles.

1.6.1.2. Modèle analytique de Suñe

En 2001, Suñe [51] propose un modèle analytique du mécanisme de génération aléatoire de défaut précédemment présenté. Son modèle repose sur la division de la couche d'oxyde en plusieurs cellules cubiques identiques comme schématisé dans la figure 1.31

L'oxyde est d'abord divisé en N colonnes de hauteur T_{ox} et de surface de base a_0^2 , puis chaque colonne est divisée en n = T_{ox}/a_0 cubes

Comme dans la partie sur la loi d'échelle en surface, on considère que la couche d'oxyde est défaillante quand l'une des colonnes au moins est défaillante. En notant λ la probabilité qu'une cellule soit défaillante, la probabilité qu'une colonne entière soit défaillante est donnée par :

$$P_{col}(\lambda) = \lambda^n \tag{1.19}$$

Dans [51], l'auteur définit la probabilité λ en fonction de la charge injectée Q :

$$\lambda = \xi Q^{\alpha} \tag{1.20}$$

Dans l'équation 1.20, ξ est un facteur indépendant de la charge et α est déterminé via des expériences de SILC. En reliant l'augmentation du courant de fuite après stress au nombre de charges piégées au cours du stress, différentes valeurs de α ont pu être déterminées : α = 0,26 pour [52] , 0,5 pour [53] et 1 pour [54].

Grille							
		0					
Substrat							

Figure 1.31 : Schéma de la génération aléatoire de défauts au sein d'un oxyde divisé en cellules dans le cas de l'approche de [51].

En appliquant la loi d'échelle en surface à partir de P_{col} relatif à la colonne de surface a_0^2 , on obtient la distribution cumulée de claquage en fonction de la charge injectée pour l'oxyde complet de surface S :

$$W_{BD}(Q) = \frac{T_{ox}\alpha}{a_0}\ln(Q) + \frac{T_{ox}}{a_0}\ln(\xi) + \ln\left(\frac{S}{{a_0}^2}\right)$$
 1.21

On observe alors que la pente de la distribution de Weibull de la charge injectée est dépendante de l'épaisseur d'oxyde et de la taille des cellules :

$$\beta = \frac{T_{ox}\alpha}{a_o}$$
 1.22

A partir de la valeur extraite pour α , il a été possible d'évaluer la taille des défauts a₀ entre 0,4nm [55] et 2,7nm [54].

A l'aide du courant injecté, il est possible de relier les distributions de charges au claquage, aux distributions de temps au claquage. Dans ce cas, pour une couche diélectrique i seule, la probabilité cumulée des TDDB est donnée par :

$$P_i(t) = 1 - \exp(-N(t/\tau_i)^{\alpha_i n_i}) \quad \text{et} \quad W_i(t) = \alpha_i n_i (\ln(t) - \ln(\tau_i)) + \ln(N) \quad 1.23$$

avec $\beta_i = \alpha_i \cdot n_i$ la pente de Weibull (paramètre de forme) de la distribution. Le paramètre n est proportionnel à l'épaisseur de l'oxyde et α représente le paramètre de dégradation. N représente le paramètre de mise à l'échelle en surface.

Ce modèle est ainsi largement utilisé pour l'étude du claquage diélectrique car il permet de reproduire la dépendance de la pente avec l'épaisseur d'oxyde ainsi que la loi d'échelle en surface.

Face à l'introduction des oxydes High- κ formés de deux couches de diélectrique, Suñe propose une extension de son modèle en considérant des défauts dont la taille est propre à chaque couche (Fig.1.32). De même, les couches possèdent les taux de défaillance que l'on notera respectivement τ_{IL} et $\tau_{H\kappa}$ pour l'IL et l'High- κ .

Le claquage à travers la structure bicouche est réalisé lorsque qu'une colonne de défauts (cellules défaillantes) traverse le bicouche, ce qui se traduit par : $P_{HKIL} = P_{HK} * P_{IL}$. La probabilité cumulée des temps de claquage peut alors être écrite [56]:

$$P_{HKIL}(t) = 1 - \exp\{-N(t/\tau_1)^{\beta_1}(1 - \exp\{-(t/\tau_2)^{\alpha_2}\})^{n_2}\}$$
1.24

Les indices 1 et 2 correspondent aux deux couches de l'échantillon. En considérant le facteur d'échelle de la couche 2 beaucoup plus faible que celui de la couche 1, la fonction de probabilité cumulée devient identique à celle de la couche 1 seule pour des hauts percentiles (t>> τ_2). On retrouve donc, comme le modèle précédent, la dépendance des hauts percentiles à la pente d'un oxyde seul.

En revanche dans les bas percentiles, lorsque t est très inférieur à τ_2 , la seconde exponentielle de l'équation 3.2 peut être développée et :

$$P_{HKIL}(t) \approx 1 - \exp\{-(t/\tau_1)^{\beta_1} (t/\tau_2)^{\alpha_2 n_2} \}$$
1.25

Comme montré dans [56], différents couples (α_2 , β_2) avec $\alpha_2 \cdot \beta_2$ constant sont possibles pour parfaitement reproduire les distributions expérimentales sans changer les autres paramètres. Ainsi, le modèle peut être simplifié en remplaçant les paramètres α_2 et n_2 par un unique paramètre de forme β_2 . La pente des bas percentiles est ainsi influencée par les pentes de l'IL et du High- κ .



Figure 1.32 : Représentation d'un oxyde de grille High- κ découpé en cellules avec T l'épaisseur des couches et σ la surface d'une cellule. Pour simplifier, la surface des défauts est identique dans les deux couches, seule l'épaisseur change. Les cubes jaunes représentent la couche interfaciale et les bleus représentent les connections possibles pour former un chemin de percolation [56].

1.6.2. Modèle de percolation invasive

Dans les modèles de création de chemin de percolation présentés dans ce paragraphe, contrairement au cas précédent, les défauts ne sont plus générés aléatoirement au sein de l'oxyde, mais sont générés de proche en proche à partir d'un point de nucléation. Le terme de percolation invasive fait ainsi référence au développement du chemin de percolation à partir de son point de départ.

1.6.2.1. Modèle à chemins de conduction corrélés

Dans [50], l'auteur présente un modèle de percolation dans une couche unique d'oxyde découpée en cellules. Dans ce scénario, les cellules défaillantes ne peuvent se situer que directement à côté d'une cellule déjà défaillante, de manière à former une portion de chemin conducteur relié à l'une des électrodes de l'oxyde de grille.



Figure 1.33 : Représentation du chemin de claquage corrélé. Le chemin se crée dans l'HK à partir du point d'arrivé dans l'IL.

En 2010, ce modèle est repris et adapté pour le cas des oxydes de grille bicouche dans [57]. Le chemin de claquage est alors le résultat d'un premier chemin créé à travers l'une des couches qui initie un chemin dans la seconde couche, comme illustré dans la figure 1.33.

Comme reporté dans de nombreux travaux [58], l'auteur prend pour hypothèse que le premier chemin de percolation se produit dans la couche interfaciale. Le temps au claquage est alors égale à la corrélation du temps pour que la rupture de l'IL se produise (t_{IL}) et du temps pour que le chemin se propage ensuite dans l'High- κ (t_{HK}) ($t_{HKIL} = t_{IL} \oplus t_{HK}$). En considérant le modèle multi-vibrationnel (§1.4.1.6), on trouve:

$$t_{HKIL} = t_{0IL} V_g^{-n_{IL}} S^{\frac{1}{\beta_{IL}}} (-\ln(1-F))^{\frac{1}{\beta_{IL}}} \oplus t_{0HK} V_g^{-n_{HK}} (-\ln(1-F))^{\frac{1}{\beta_{HK}}}$$
 1.26

avec t_{OIL} le temps caractéristique de claquage de l'IL, t_{OHK} le temps caractéristique de propagation dans l'High- κ , V la tension de stress, S la surface de l'échantillon, β_{IL} et β_{HK} les pentes de Weibull et n_{IL} et n_{HK} les facteurs d'accélération des deux couches. Les simulations menées suivant ce modèle reproduisent les distributions des TDDB bimodales des structures PMOS pour des surfaces allant de 0,033 à 33µm².

1.6.2.2. Modèle filamentaire

De récentes études ont montré, en utilisant le C-AFM, que l'extrapolation des temps de claquage restait valide de l'échelle micrométrique jusqu'à des surfaces nanométriques. En conservant les modèles de défauts menant au claquage diélectrique, ces résultats indiqueraient une densité de défauts au moment du claquage proche de la densité atomique, autrement dit les défauts auraient une taille atomique et ce, quelle que soit la surface de test [22].

Un modèle a alors été développé ne faisant plus appel à la taille des défauts [59]. Le phénomène de création d'un chemin conducteur est ainsi décrit comme une croissance filamentaire au sein de l'oxyde. Comme dans le cas précédent, la création du chemin de percolation progresse de proche en proche.

Dans ce scénario, les cellules ne sont plus de types booléens (défaillantes ou non) mais incorporent une composante temporelle pour caractériser la croissance de la dégradation dans la cellule aux cours du temps. Ce mécanisme de croissance peut être décrit par l'équation de Kolmogorov-Avrami-Johnson-Mehl (KAJM) développée dans [60]. La probabilité de défaillance λ introduite dans le modèle de Suñe devient alors :

$$\lambda(t) = a_0(1 - \exp(-t/\tau))$$
 1.27

L'initialisation de la croissance filamentaire est supposée à l'interface oxyde/substrat. Le claquage diélectrique peut alors être considéré atteint lorsque le filament a atteint la seconde électrode. Dans l'hypothèse filamentaire, la dépendance en surface n'est plus donnée par la taille des défauts mais par la section du filament (Fig.1.34).



Figure 1.34 : Schéma de la croissance filamentaire développé dans [61]

En modélisant une telle croissance filamentaire dans un échantillon de SiON de 2,6nm, il est possible de reproduire [61] un phénomène de résistance différentielle négative observé expérimentalement. De plus, ce modèle permet, en contrôlant la longueur du filament au sein de l'oxyde, de reproduire les caractéristiques courant-tension obtenues suite à un hard breakdown, soft breakdown, ou encore le courant SILC, comme montrée dans figure 1.35.



Figure 1.35 : Reproduction du hard breakdown, soft breakdown et courant SILC obtenue expérimentalement (a) [27] à l'aide du modèle filamentaire dans SiON 2,6nm [61] (b)

Pour appliquer ce modèle au cas des oxydes High- κ , les auteurs attribuent à chacune des couches un taux de croissance filamentaire propre notés τ_{IL} et τ_{HK} respectivement pour l'IL et le High- κ . Si ce temps caractéristique de croissance est faible, le filament va croître très rapidement, mais s'il est plus élevé, la croissance du filament sera plus lente. Ainsi, pour les temps au claquage largement supérieurs au plus faible des deux temps caractéristiques, le temps de croissance le plus faible deviendra négligeable devant le temps de croissance le plus long. Le claquage diélectrique sera donc

uniquement gouverné par la couche limitante où la croissance est la plus lente. En revanche, pour des temps au claquage courts, les temps de croissance filamentaire dans les deux couches seront du même ordre de grandeur et le claquage diélectrique sera le résultat d'une contribution des deux couches.

1.7. Objectif de la thèse

Dans ce chapitre, nous avons présenté un bref aperçu des différentes facettes de l'étude de la rupture diélectrique au sein d'une structure MOS. Le courant tunnel étant directement proportionnel à la surface de test, une méthode pour étudier les caractéristiques électriques des diélectriques ultra fins sans être perturbé par le courant tunnel consiste à réduire la surface de l'électrode. La mise au point du mode conducteur pour la microscopie à force atomique a ainsi permis la caractérisation électrique des oxydes à l'échelle locale.

La méthode de caractérisation des oxydes par C-AFM consiste à utiliser une pointe AFM conductrice comme électrode de grille de manière à reproduire localement une structure MOS. Cette technique présente plusieurs intérêts qui sont :

- Economique : Il n'est plus nécessaire d'élaborer tous les dispositifs sur le substrat en silicium, il suffit de déposer sur tout le substrat une couche de diélectrique correspondant à l'empilement d'oxyde de grille.
- Pratique : En déplaçant la pointe de quelques dizaines de nanomètres sur la surface d'oxyde, après une première mesure électrique, on dispose d'un nouvel oxyde n'ayant subi aucun stress. Cela permet de réaliser un grand nombre de claquages sur une surface d'oxyde très faible.

Au cours de cette thèse, nous nous proposons d'approfondir l'étude par C-AFM des phénomènes physiques conduisant à la perte partielle ou totale des propriétés isolantes des diélectriques. Nous procèderons aux distributions statistiques de claquage, ainsi qu'à la caractérisation électrique de la dégradation à l'échelle nanométrique grâce au C-AFM. Nous aborderons également la fiabilité des oxydes soumis à des pré-stress impulsionnels. Nous établirons un lien entre le mécanisme de dégradation mis en évidence au cours de ces travaux et les statistiques de claquages mesurées expérimentalement. Enfin, nous étendrons les méthodes de caractérisation électrique par C-AFM aux structures OxRam qui présentent de nombreuses homologies avec les structures MOS précédemment étudiées. Pour commencer nous allons présenter dans le prochain chapitre les méthodes expérimentales utilisées au cours de ce travail de thèse pour la caractérisation des échantillons par microscopie à force atomique.

Bibliographie du chapitre 1

- [1] C. Kittel, Physique de l'Etat du Solide, Dunod, 1953.
- [2] M. Lenzlinger et E. H. Snow, «Fowler-Nordheim Tunneling into thermally grown SiO2,» J. Appl. *Phys.*, vol. 40, pp. 278,283, 1969.
- [3] Y. Yeo, C. Lu, W. Lee, T. King, C. Hu, X. Wang, X. Guo et T. Ma, «Direct tunneling gate leakage current in transistors with ultrathin silicon nitride gate dielectric,» *Electron Device Letters, IEEE*, vol. 21, pp. 540,554, 2000.
- [4] W. Frammelsberger, G. Benstetter, J. Kiely et R. Stamp, «C-AFM-based thickness determination of thin and ultra-thin SiO2 films by use of different conductive-coated probe tips,» *Applied Surface Science*, vol. 253, pp. 3615,3626, Jan. 2007.
- [5] R. Wallace et G. Wilk, Materials Issues for High-k Gate Dielectric Selection and Integration, Springer Series in Advanced Microelectronics, 2005.
- [6] G. Bersuker et al., «The effect of interfacial layer properties on the performance of Hf-based gate stack devices,» *J. App. Phys.*, vol. 100, 2006.
- [7] J. O'Dwyer, «The effect of interfacial layer properties on the performance of Hf-based gate stack devices,» *J. App. Phys.*, vol. 20, 2006.
- [8] D. DiMaria, D. Arnold et E. Cartier, «Degradation and breakdown of silicon dioxide films on silicon,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 61, 1992.
- [9] J. McPherson, J. Kim, A. Shanware, H. Mogul et J. Rodriguez, «Trends in the Ultimate Breakdown Strength of High Dielectric-Constant Materials,» *Proc. Trans. On Elec. Dev. IEEE*, vol. 50, pp. 1771,1778, Aug. 2003.
- [10] I. Chen, S. Holland et C. Hu, «A quantitative physical model for time-dependent breakdown in SiO2,» Proc. Reliability Physics Symposium, IEEE International, 1985.
- [11] J. Sune et E. Wu, «Hydrogen-Release Mechanisms in the Breakdown of Thin SiO2 Films,» Phys. Rev. Lett., vol. 92, pp. 087601-1,087601-4, 2004.
- [12] G. Ribes, S. Bruyère, M. Denais, F. Monsieur, V. Huard, D. Roy et G. Ghibaudo, «Multi-vibrational hydrogen release: Physical origin of Tbd,Qbd power-law voltage dependence of oxide breakdown in ultra-thin gate oxides,» *Microel. Reliab.*, vol. 45, pp. 1842,1854, 2005.
- [13] Shen, T.C., C. Wang, G. Abeln, J. Tucker, J. Lyding, P. Avouris et R. Walkup, «Atomic-scale desorption through electronic and vibrational excitation mechanisms,» *Science*, vol. 268, pp. 1590,1592, 1995.

- [14] E. Harari, «Dielectric breakdown in electrically stressed thin films of thermal SiO2,» *J. Appl. Phys.*, vol. 49, pp. 2478,2489, 1978.
- [15] N. Rahim, E. Wu et D. Misra, «Investigation of Progressive Breakdown and non-Weibull Failure Distribution of High-k and SiO2 Dielectric by Ramp Voltage Stress,» *Proc. Reliability Physics Symposium, IEEE International,* p. GD.21, 2011.
- [16] C. Chen et C. Wu, «A Characterization Model for Ramp-Voltage Stressed I(V) Caracteristics of Thin Thermal Oxides Grown on Silicon Substrate,» *Solid State Elec.*, vol. 10, pp. 1059,1068, 1986.
- [17] A. Kerber, L. Pantisano, A. Veloso, G. Groeseneken et M. Kerber, «Reliability screening of high-k dielectrics based on voltage ramp stress,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 47, pp. 513,517, 2007.
- [18] J. Maserijian et N. Zamani, «Behavior of the Si/SiO 2 Interface Observed by Fowler-Nordheim Tunneling,» J. Appl. Phys., vol. 53, pp. 559,567, 1982.
- [19] T. Chen, M. Tse, C. Sun, S. Fung et K. Lo, «Snapback behaviour and its similarity to the switching behaviour in ultra-thin silicon dioxide films after hard breakdown,» J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 34, 2001.
- [20] E. Rosenbaum et L. Register, «Mechanism of stress-induced leakage current in MOS capacitors,» *Trans. on Elec. Dev.*, vol. 44, pp. 317,323, 1997.
- [21] S. Aritome, R. Shirota, G. Hemink, T. Endoh et F. Masuoka, «Reliability Issues of Flash Memory,» Proc. IEEE, vol. 81, pp. 776,788, 1993.
- [22] P. Delcroix, «Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité de diélectriques minces pour l'intégration dans les composants microélectroniques du futur,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2012.
- [23] R. Mikawa et P. Lenahan, «Structural damage at the Si/SiO2 interface resulting from electron injection in metal-oxide-semiconductor devices,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 46, pp. 550,552, 1985.
- [24] Y. Wu et S. Sin, «Two-trap-assisted tunneling model for post-breakdown I-V characteristics in ultrathin silicon dioxide,» *Trans. Dev. and Mater. Reliab.*, vol. 6, pp. 75,80, 2006.
- [25] H. Huang, M. Chen, J. Chen et C. Su, «Monte Carlo Sphere Model for Effective Oxide Thinning Induced Extrinsic Breakdown,» J. App. Phys., vol. 39, pp. 2026,2029, 2000.
- [26] A. Halimaoui, O. Brière et G. Ghibaudo, «Quasi-Breakdown in Ultrathin Gate Dielectrics,» *Microelec. Eng.*, vol. 36, pp. 157,160, 1997.
- [27] M. Houssa, T. Nigam, P. Mertens et M. Heyns, «Model for the current–voltage characteristics of ultrathin gate oxide after soft breakdown,» *J. Appl. Phys.*, vol. 84, pp. 4351,4355, 1998.
- [28] R. Degraeve, G. Groeseneken, R. Bellens et M. Depas, «A consistent model for the thickness dependence of intrinsic breakdown in ultra-thin oxides,» *Proc. Electron Devices Meeting, (IEDM),*

1995.

- [29] P. Rosin et E. Rammler, «The Laws Governing the Fineness of Powdered Coal,» *Journal of the Institute of Fuel*, vol. 7, pp. 29,36, 1933.
- [30] G. Klutke, P. Kiessler et M. Wortman, «A Critical Look at the Bathtub Curve,» *IEEE Trans. Reliab.*, vol. 52, pp. 125,129, 2003.
- [31] T. Kauerauf, R. Degraeve, E. Cartier, C. Soens et G. Groeseneken, «Low Weibull Slope of Breakdown Distributions in High-k Layers,» *Elect. Dev. Lett., IEEE*, vol. 23, pp. 215,217, 2002.
- [32] A. Kerber, E. Cartier, R. Degraeve, L. Pantisano, P. Roussel et G. Groeseneken, «Strong Correlation Between Dielecrtric Reliability and Charge Trapping in SiO=AlO Gate Stacks with TiN Electrodes,» VLSI Tech. Deg., pp. 76,77, 2002.
- [33] Y. Kim, K. Onishi, C. Kang, H. Cho, R. Choi, S. Krishnan, A. Shahariar et J. Lee, «Thickness Dependance of Weibull Slopes of HfO2 Gate Dielectrics,» *Elec. Dev. Lett., IEEE*, vol. 24, pp. 40,42, 2003.
- [34] P. Solomon, «Breakdown in silicon oxide-A review,» J. Vac. Sci. Tech., vol. 14, pp. 1122,1130, 1977.
- [35] M. Schatzkes, M. Av-Ron et R. Anderson, «On the nature of conduction and switching in SiO2,» J. *Appl. Phys.*, vol. 45, p. 2065, 1974.
- [36] E. Harari, Appl. Phys. Lett., vol. 30, pp. 601,603, 1977.
- [37] C. Fritzsche, Zeitung fur angewandte Physik, vol. 24, pp. 48,52, 1967.
- [38] M. Osburn et D. Ormond, J. Electrochem. Soc., vol. 119, pp. 591,597, 1972.
- [39] S. Tsujikawa, M. Kanno et N. Nagashima, «Reliable Assessment of Progressive Breakdown in Ultrathin MOS Gate Oxides Toward Accurate TDDB Evaluation,» *Trans. Electron. Dev.*, vol. 58, pp. 1468,1475, 2011.
- [40] D. Pic, D. Goguenheim et J. Ogier, «Assessment to temperature and voltage accelerating factors for 2.3 and 3.2nm SiO2 thin oxides stressed to hard breakdown,» *Microelec. Reliab*, vol. 48, pp. 335,341, 2008.
- [41] J. Suehle, «Ultrathin Gate Oxide Reliability: Physical Models, Statistics, and Characterization,» *Trans. Elec. Dev.*, vol. 49, pp. 958,971, 2002.
- [42] L. Zhao et al., «Direct observation of the 1/E dependence of time dependent dielectric breakdown in the presence of copper,» Appl. Phys. Lett., vol. 98, 2011.
- [43] J. McPherson, V. Reddy, K. Banerjee et H. Le, «Comparison of E and 1/E TDDB Models for SiO2 under long-term low field test conditions,» *Proc. International Electron Devices Meeting*, pp.

7.3.1,7.3.4, 1998.

- [44] E. Wu, J. Sune, C. LaRow et R. Dufresne, «Temperature dependence of TDDB voltage acceleration in high-κ/ SiO2 bilayers and SiO2 gate dielectrics,» *International Electronic Device Meeting (IEDM)*, pp. 28.5.1,25.5.4, 2012.
- [45] C. Sire, S. Blonkowski, M. Gordon et T. Baron, «Statistics of electrical breakdown field in HfO2 and SiO2 films from millimeter to nanometer lenght scale,» *App. Phys. Lett.*, vol. 91, pp. 242905-1,242905-3, 2007.
- [46] A. Kerber, E. Cartier, B. Linder, S. Krishnan et T. Nigam, «TDDB failure distribution of metal gate/high-k CMOS devices on SOI substrates,» *Proc. IEEE Int. IRPS*, pp. 505-509, April 2009.
- [47] J. Sune, E. Wu et S. Tous, «High-K dielectric stack percolation breakdown statistics,» *Proc. IEEE Int. ICSICT*, pp. 1588-1591, 1-4 Nov. 2010.
- [48] T. Kauerauf, R. Degraeve et L. Ragnarsson, «Methodologies for sub-1nm EOT TDDB evaluation,» Proc. IEEE Int. IRPS, pp. 2A.2.1-2A.2.10, 10-14 April 2011.
- [49] T. Nigam, A. Kerber et P. Peumans, «Accurate model for time-dependant dielectric breakdown of High-K metal gate stacks,» *Proc. IEEE Int. IRPS*, pp. 523-530, 26-30 April 2009.
- [50] J. Stathis, «Percolation models for gate oxide breakdown,» J. Appl. Phys., vol. 86, p. 5757 1999.
- [51] J. Sune, «New Physics-based analytic approach to the thin oxide breakdown statistics,» *IEEE Trans. Electron. Dev.*, vol. 22, pp. 296,298, 2001.
- [52] P. Nicollian, A. Krishnan, C. Bowen, S. Chakravarahi, C. Chacellor et R. Khamankar, «The roles of hydrogen and holes in Trap generation and breakdown in ultra thin SiON dielectrics,» *Proc. Inter. Dev. Meet. Tech. Dig.*, pp. 392,395, 2005.
- [53] R. Degraeve, J. Olgier, R. Bellens, P. Roussel, G. Groeseneken et H. Maes, «New insights in the relation between electron trap generation and the statistical properties of oxide breakdown,» *Trans. Elec. Dev.*, vol. 45, p. 904, 1998.
- [54] J. Stathis, «Physical and predictive models of ultra thin oxide reliability in CMOS devices and circuits,» *Proc. International Reliability Physics Symposium*, p. 132, 2001.
- [55] P. Nicollian, A. Krishnan, C. Chancellor et R. Khamankar, «Traps that cause breakdown in deeply scaled SiON dielectrics,» *Proc. International Electronic Device Meeting (IEDM),* 2006.
- [56] S. Tous, E. Wu et J. Sune, «A compact analytic model for the breakdown distribution of gate stack dielectrics,» *Proc. IEEE Int. IRPS,* pp. 792-798, May 2010.
- [57] G. Ribes, P. M. F. Mora, M. Rafik, F. Y. G. R. D. C. W. Guarin et J. Stathis, «High-k gate stack breakdown statistics modeled by correlated interfacial layer and high-k breakdwon path,» *Proc.*

IEEE Int. IRPS, pp. 364-368, May 2010.

- [58] G. Bersuker et al., «Breakdown in the metal/high-k gate stack: Identifying the "weak link",» *Proc. IEEE Int. IEDM,* pp. 791-794, Dec. 2008.
- [59] S. Blonkowski, «Filamentary model of dielectric breakdown,» J. Appl. Phys., vol. 107, pp. 1-9, 2010.
- [60] M. Avrami, « Kinetics of Phase Change. I. General Theory,» *J. Chem. Phys.*, vol. 7, pp. 1103,1112, 1939.
- [61] P. Delcroix, S. Blonkowski et M. Kogelschatz, «Pre-breakdown negative differential resistance in thin oxide film: Conductive-atomic force microscopy observation and modelling,» J. Appl. Phys, vol. 110, pp. 034104 ,034104-6, 2011.

2.La Microscopie à Force Atomique

2.1. Invention et principe

La caractérisation de surface à l'échelle millimétrique ou micrométrique possède un large spectre de techniques. Ainsi, les machines à mesures tridimensionnelles, les profilomètres, les stations de mesure optique ou encore les microscopes optiques reposent sur des senseurs optiques ou à contact pour balayer la surface du matériau et en déterminer le relief. En revanche, les mesures topographiques à l'échelle nanométrique ne disposent pas d'une aussi vaste gamme d'équipements. Le microscope à effet tunnel (Scanning Tunneling Microscopy STM) est le précurseur des imageurs de surfaces à l'échelle nanométrique. Ce type de microscope permet de caractériser la surface en ajustant la hauteur d'une pointe par rapport à l'échantillon de manière à maintenir le courant tunnel entre la pointe et l'échantillon constant [1]. Les variations de hauteur de la pointe alors enregistrées, on peut déduire la morphologie de la surface avec une résolution atomique. L'inconvénient de cette technique est qu'elle requiert un échantillon électriquement conducteur pour qu'un courant tunnel puisse-t-exister.

C'est en voulant s'affranchir de cette contrainte que Binnig et Rohrer eurent l'idée de développer au milieu des années 1980 un nouveau moyen de caractérisation, le microscope à force atomique (atomic force microscopy AFM). Le courant tunnel fut ainsi remplacé au profit d'une force de contact et un premier prototype de microscope à force atomique fut développé en 1986 par G. Binnig, C.F. Quate et C. Gerber [2]. Les variations de surface étaient alors détectées par un diamant retranscrivant ces variations sur une feuille d'or électrisée sur laquelle le diamant est soudé. Les vibrations de la feuille d'or étaient ensuite mesurées par la pointe d'un STM [2]. Malheureusement, la résolution du courant tunnel déclinait rapidement, la feuille métallique étant contaminée par un grand nombre d'impuretés. La détection STM fut alors remplacée par des modes de détection optiques tels que des mesures d'interférométrie ou a détection LASER des mouvements de la feuille. Dans les AFM modernes, le principe repose désormais sur la mesure de la déflection d'un levier au bout duquel se trouve une pointe dotée d'un haut rapport de forme (Fig.2.1).



Figure 2.1: Photo MEB (Microscope à Balayage Electronique) d'un levier (cantilever) et de sa pointe (tip). Image T. Dewolf (CEA-LETI).

Lors de l'approche de la surface par la pointe, cette dernière est d'abord soumise à une force à longue portée de type électrostatique, puis aux forces de Van der Waals et pour des distances encore plus courtes aux forces répulsives. La compétition entre les forces répulsives qui témoignent de la répulsion des nuages électroniques de deux atomes et les forces de Van der Waals (attractives) est généralement représentée suivant le potentiel de Lennard Jones (U_{LN}) en fonction de la distance interatomique (r) :

$$U_{\rm LN}(r) = 4\varepsilon \left[\left(\frac{\sigma_r}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma_r}{r} \right)^6 \right]$$
 2.1

avec ε le potentiel d'attraction et σ_r le rayon de cœur répulsif qui est la distance interatomique pour laquelle les forces attractives et répulsives s'annulent. La figure 2.2 présente le potentiel de Lennard Jones entre deux atomes neutres. Les pointillés rouges correspondent au potentiel zéro défini comme le potentiel pour r = ∞ . Quand la distance interatomique est grande, la force est attractive (potentiel négatif). La force devient ensuite répulsive lorsque la distance interatomique est comparable au rayon de cœur.



Figure 2.2: Représentation du potentiel de Lennard Jones normalisé en fonction de σ_r et ϵ .

Selon la nature des forces qui s'exercent sur la pointe, la flexion du levier sera variable. Afin de quantifier cette déflexion, G. Meyer et N. Amer [3] eurent l'idée de faire réfléchir un faisceau lumineux sur la face arrière du levier supportant la pointe. La détection de cette réflexion par une

photodiode à quatre cadrans permet alors de suivre les déformations du levier et ainsi de mesurer les forces qui agissent sur la pointe. En analogie avec le STM, il fut alors possible de relever la topographie d'un échantillon à l'échelle nanométrique en balayant la surface avec la pointe et en ajustant sa hauteur de manière à garder la déflexion du levier donc les forces de contact constantes. Ce mode de mesure, appelé mode contact est schématisé dans la figure 2.3.



Figure 2.3: Schéma de fonctionnement de l'AFM en mode contact.

Depuis, de nombreux modes de détection ont été ajoutés à l'éventail des possibilités offertes par l'AFM, chacun correspondant à la détection d'une force particulière. Ce travail de thèse portant sur la caractérisation électrique de matériaux, un contact permanent sera nécessaire entre l'échantillon et la pointe. Nous utiliserons donc essentiellement le mode contact tout au long de cette étude.

2.2. Pointes AFM utilisées

2.2.1. Présentation des pointes conductrices

Les pointes généralement utilisées pour la microscopie à force atomique sont composées de silicium. L'élaboration de la pointe ainsi que du levier est réalisée d'un seul bloc à partir d'un wafer. Le wafer de silicium subit ainsi des gravures successives afin d'obtenir un levier d'une finesse de quelques micromètres et de former une pointe à son bout. Pour faciliter la manipulation et le montage des pointes, un large « holder » en silicium est conservé à la base du levier. La schématisation des pointes AFM commercialisées et leurs caractéristiques générales sont données dans la figure 2.4.



Figure 2.4: Schéma et caractéristiques d'une pointe AFM commercialisée par la société Nanoworld.

Selon la force que l'on souhaite détecter, où le mode de détection que l'on souhaite adopter, il est nécessaire d'utiliser une pointe adaptée. De nombreux types de pointe sont ainsi commercialisés pour répondre aux différents besoins.

Dans le cadre des mesures électriques que l'on souhaite réaliser durant cette étude, il est nécessaire de se doter de pointes conductrices. Pour ce faire, les pointes en silicium sont recouvertes d'un revêtement conducteur. Plusieurs types de revêtement existent pour créer des pointes conductrices comme l'alliage Pt/Ir, Cr/Pt, l'or ou encore le diamant dopé au bore. Les tests électriques nécessitant un contact avec la surface de l'échantillon, nous avons opté pour le revêtement en diamant dopé au bore car il associe une bonne conductivité électrique, assurée par le dopage au bore [4, 5], et une forte résistance mécanique à l'usure. De plus, contrairement à un revêtement métallique, le diamant possède une plus haute température de fusion qui lui permet de mieux résister lorsqu'il est traversé par une forte densité de courant.

La figure 2.5.a montre une pointe diamant observée par MEB. Le rayon de courbure de ces pointes diamant est généralement estimé à environ 100nm par les fabricants (Fig.2.5.b). L'observation MEB de la pointe diamant met en évidence le caractère poly-cristallin du revêtement qui confère à la pointe une nano rugosité. En zoomant au niveau de l'apex de la pointe il est possible de détecter les structures cristallines situées en bout de pointe (Fig.2.5.c). Les facettes cristallines possèdent un rayon de courbure de l'ordre de la dizaine de nanomètre permettant d'améliorer la résolution de la pointe. En effet, en contrôlant la force d'appui avec la pointe diamant, le contact avec un échantillon relativement plat, pourra-t-être établi grâce à l'une de ces facettes cristallines permettant ainsi de bénéficier d'un rayon de courbure de 10nm.



Figure 2.5: Image MEB d'une pointe en silicium avec revêtement diamant (a). Le zoom met en évidence le caractère poly-cristallin du revêtement diamant (b). L'apex des pointes peut également présenter une facette cristalline possédant son propre rayon de courbure d'environ 10nm (c). Image [CEA-LETI]

2.2.2. Estimation de la surface de contact pointe/échantillon

Pour les mesures électriques, la surface de contact pointe/échantillon S_{tip} est un paramètre extrêmement important car le courant mesuré est directement proportionnel à la surface de contact. Il est donc essentiel de pouvoir estimer de manière précise cette valeur. Une méthode pour résoudre ce problème est donnée par Landau [6] avec le modèle du contact de Hertz qui permet de déterminer la surface de contact entre deux sphères. Lorsque les deux matériaux entrent en contact, il se crée une déformation aux niveaux des sphères donnant lieu à la création d'une surface de contact plutôt qu'un point unique. L'aire de contact S_c peut alors être calculée par :

$$S_c = \pi \left(\frac{F_c R}{K}\right)^{2/3}$$
 2.2

Avec :

$$R^{-1} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}$$
 2.3

Εt

$$\frac{1}{K} = \frac{3}{4} \left(\frac{1 - \gamma_1^2}{E_1} + \frac{1 - \gamma_2^2}{E_2} \right)$$
 2.4

Dans l'équation 2.2, F_c représente la force d'appui, R_1 et R_2 les rayons des deux sphères, $\gamma_{1,2}$ les coefficients de poisson des deux matériaux et $E_{1,2}$ leurs modules de Young. Dans notre cas, la pointe AFM a été modélisée par une sphère de rayon R_{tip} , correspondant au rayon de courbure de la pointe tandis que l'échantillon a été considéré comme plan donc avec un rayon de courbure infini.

Notre étude portant principalement sur les oxydes de grille à base d'oxyde de silicium nitruré, nous avons réalisé les simulations en utilisant les constantes élastiques spécifiques du SiON pour l'échantillon ($v_{SiON} = 0,2$ et $E_{SiON} = 250$ GPa) et du diamant pour la pointe ($v_{Dt} = 0,2$ et $E_{Dt} = 1220$ GPa). La figure 2.6 montre l'estimation de la surface de contact pointe/échantillon dans le cas des pointes diamant en fonction de la force d'appui.



Figure 2.6 : Surface de contact pointe/échantillon S_{tip} en fonction de la force d'appui de la pointe pour des rayons de courbure de la pointe de 10 et 130 nm. L'extrapolation de la surface est réalisée pour une force de 20nN.

La figure 2.6 met en évidence la dépendance de la surface de contact vis-à-vis du rayon de courbure de la pointe. L'extrapolation de la surface de contact a été faite pour un rayon de courbure de 130nm comme indiqué sur la figure 2.6. Pour tenir compte de la structure du diamant et la possibilité qu'une seule facette cristalline du revêtement soit en contact avec l'échantillon, nous avons également extrapolé la surface de contact pour un rayon de courbure de 10nm. Le revêtement diamant étant extrêmement résistant, toutes les cartographies et les mesures électriques ont été effectuées pour une faible force d'appui, 20nN, pour ne pas altérer la surface de l'échantillon. Pour une telle force d'appui, les surfaces de contact extraites sont de 13,5nm² pour un rayon de courbure de 130nm et 2,5nm² pour 10nm.

2.3. Dispositif expérimental

2.3.1. AFM en mode conducteur sous ultravide

L'AFM utilisé au cours de ces travaux est un microscope à force atomique de la marque Omicron[®] (Fig.2.7) fonctionnant sous ultravide ou UHV pour ultra high vacuum (10⁻⁹ torr soit 1,3x10⁻¹² bar). Dans ce type d'appareil, l'échantillon et la pointe sont disposés sur une nacelle maintenue en lévitation grâce à un système d'aimants afin de réduire au maximum les vibrations. L'ultravide permet quant à lui de diminuer la sensibilité de l'AFM à la dérive thermique et de réduire sensiblement les contaminations particulaires ainsi que l'humidité. Enfin, pour la réalisation des scans de surface, l'AFM Omicron[®] déplace l'échantillon à l'aide de piézo-électriques dures qui ont l'avantage d'être plus stables que des piézo-électriques doux mais qui réduisent la surface de scan maximale à seulement 5x5µm². Toutes ces caractéristiques confèrent à l'appareil une très grande stabilité au niveau des mesures.



Figure 2.7 : Microscope à force atomique (AFM) Omicron[®] avec les pompes à vide permettant d'atteindre l'UHV (1,3x10⁻¹² bar).

L'inconvénient majeur de l'UHV concerne le temps d'insertion et de préparation des échantillons qui est généralement dix fois supérieur au cas de l'AFM fonctionnant à l'air. Pour cette thèse, la motivation d'utiliser l'UHV malgré ses contraintes réside dans l'élimination sous ultravide de toute humidité résiduelle dans l'air. En effet, à l'air ou même sous un vide secondaire, l'humidité présente se condense au niveau du contact pointe/échantillon pour former un ménisque d'eau. La hauteur du ménisque est croissante avec le taux d'humidité environnant comme le montre la figure 2.8 [7].





La présence de ce ménisque d'eau est particulièrement handicapante lors de l'utilisation du mode conducteur. L'application d'une tension par la pointe occasionne des réactions électrochimiques qui peuvent perturber les mesures [8]. L'AFM sous UHV permet donc de s'affranchir de ce ménisque.

Afin d'introduire les échantillons et les pointes au sein de l'ultravide, l'AFM Omicron[®] est composé de chambres successives de pressions décroissantes. Les échantillons sont d'abord placés dans un sas à l'air qui est ensuite pompé jusqu'à une pression de 10⁻³ Torr grâce à une pompe primaire puis jusqu'à 10⁻⁷ Torr grâce à la pompe turbo. Les éléments sont ensuite déplacés à l'aide des bras de transfert vers la zone de scan où la pression est conservée à 10⁻⁹ Torr par une pompe ionique.

2.3.2. Préparation et calibration de la pointe

Les pointes conductrices sont fixées sur un porte pointe en métal grâce à une colle électriquement conductrice pour faciliter leur transfert dans l'AFM.

La détection des déviations de la pointe est faite grâce au faisceau d'une LED se réfléchissant sur la face arrière de son levier. Après introduction de la pointe dans l'UHV, il est nécessaire de régler la position du faisceau sur le levier ainsi que la réflexion du faisceau sur le centre du détecteur quatre cadrans. Ce réglage est possible en contrôlant électroniquement la position des deux miroirs montrés dans la figure 2.3.

Grâce à ce système, un premier réglage visuel est fait pour placer le faisceau sur le levier supportant la pointe. Ensuite, la position du faisceau sur le levier doit être optimisée. Or la résolution du microscope est très sensible à cette position et peut être considérablement améliorée si le faisceau se réfléchit au bout du levier comme illustré dans la figure 2.9 (faisceau bleu). Lorsque le levier fléchit, la déviation du rayon rouge est beaucoup plus faible que celle du rayon bleu ce qui réduit la sensibilité du réglage dans le cas du faisceau rouge.



Figure 2.9 : Schéma de principe montrant l'influence du positionnement du faisceau sur la sensibilité.

Pour affiner ce réglage la pointe est excitée à sa fréquence de résonance et l'on mesure l'amplitude de déviation du faisceau sur le détecteur à quatre cadrans (Fig.2.10). En répétant cette opération pour différentes positions du faisceau sur la face arrière du levier, on identifie la position pour laquelle l'amplitude de résonance est maximale, ce qui correspond au meilleur réglage du faisceau.



Figure 2.10 : Mesure de l'amplitude en fonction de la fréquence d'excitation appliquée sur le levier.

Lorsque la pointe est excitée dans le vide, le système pointe/cantilever peut être assimilé à un oscillateur harmonique forcé et amorti de masse m, dont les oscillations sont gouvernées par :

$$m\frac{d^2z(t)}{dt} + \frac{m\omega_0}{Q}\frac{dz(t)}{dt} + kz(t) = F_0\cos(\omega_d t)$$
2.5

Dans l'équation 2.5, F_0 et ω_d représentent respectivement la force et la pulsation d'excitation, z(t) correspond à la variation de la distance pointe/échantillon par rapport à la position d'équilibre de la pointe, Q est le facteur de qualité de la pointe, k la constante de raideur du levier et ω_0 la pulsation de résonance.

La résolution de l'équation 2.5 permet de déterminer l'évolution de la hauteur de la pointe z(t) = $A(\omega_d) \propto \cos(\omega_d t + \phi)$ en fonction de la fréquence d'excitation f_d avec $A(f_d)$ l'amplitude d'oscillation donnée par :

$$A(fd) = \frac{A_0}{\sqrt{\left(f_d^2 - f_0^2\right)^2 + \left(\frac{f_d f_0}{Q}\right)^2}}$$
 2.6

où A_0 dépend de l'amplitude d'excitation et f_0 est la fréquence de résonance. Les courbes de résonance dans cette étude étant effectuées sous UHV, la pointe est très peu soumise aux forces de frottement et le facteur de qualité ainsi obtenu pour les pointes diamant est environ cent fois supérieur à celui obtenu à l'air (Q_{UHV} = 30000 et Q_{Air} = 300). La figure 2.10 présente une courbe de résonance typique d'une pointe diamant.



Figure 2.11 : Courbe d'approche / retrait de la pointe. L'approche est représentée en bleu, quand la pointe est assez proche de la surface (8nm), celle-ci entre en contact avec l'échantillon. Le retrait est représenté en rouge. Il faut appliquer une force plus grande pour détacher la pointe de la surface.

Une fois la pointe caractérisée, celle-ci peut être mise en contact avec l'échantillon. Comme mentionné précédemment, le contact est établi avec une force de 20nN afin de ne pas endommager la couche d'oxyde.

La détermination de la force d'appui est effectuée par conversion en Newton de la tension détectée au niveau du détecteur quatre cadrans lors de la flexion du levier. Afin de déterminer la force d'interaction entre la pointe et l'échantillon en fonction de l'élongation de l'actuateur piézoélectrique, des courbes d'approche/retrait sont réalisées. Un exemple est illustré en figure 2.11. La constante de raideur de la pointe indiquée par le fournisseur (3nN/nm) a été prise pour la conversion. En bleu est représentée l'approche de la pointe (A). Lors de cette approche, le contact pointe-échantillon est initié en (B) par un saut en contact dû aux forces de Van der Waals qui agissent en tant que force attractive entre l'échantillon et la sonde AFM. Une fois le contact établi, lorsque la céramique réduit la hauteur du levier, la déflexion de la pointe et la force appliquée augmentent linéairement (C). Lors du retrait (D) représenté en rouge, des forces d'adhésions variées agissent sur la pointe, il faut alors une force plus élevée pour la décoller de l'échantillon (E).





Après l'étape de calibration, il est nécessaire de vérifier les propriétés conductrices des pointes utilisées. Pour cela, une mesure I(V) est réalisée sur un échantillon hautement conducteur de graphite ou HOPG (Highly Ordered Pyrolytic Graphite). Pour être utilisées en tant qu'électrodes supérieures de structures MOS ou MIM, les pointes doivent présenter une caractéristique métallique, c'est-à-dire avec un courant de type ohmique comme montré dans la figure 2.12.

Pour une pointe neuve, le courant ohmique permet de relever une résistance de la pointe de l'ordre de quelques dizaines de kilo Ohm. Lorsque la pointe est usée, on peut voir que le courant est bloqué sur une large gamme de tension allant de -1 V à +1V dans le cas de la figure 2.12b. Cette perte des propriétés conductrices peut être due à la perte du revêtement conducteur ou à une contamination de la pointe par une poussière lors des scans répétés de la surface de l'échantillon.

56

Pour la reproductibilité et la fiabilité des mesures électriques que nous allons réaliser, il est nécessaire de conserver les capacités conductrices de la pointe tout au long de l'étude. En effet, le caractère bloquant du courant observé lors de la dégradation de la pointe peut entraîner un décalage des tensions réellement appliquées sur l'échantillon [9]. Pour la reproductibilité et la fiabilité des mesures, il sera donc important de contrôler régulièrement les caractéristiques électriques de la pointe via un test sur HOPG.

2.3.3. Préparation des échantillons

Les échantillons étudiés dans ce travail de thèse sont produits par STMicroelectronics pour les oxydes de grille et par le CEA-LETI pour les couches mémoires. Ces couches sont élaborées sur pleine plaque de 200 ou 300nm. L'AFM Omicron ne dispose pas d'un sas de chargement pour des wafers entiers, la première étape de préparation consiste donc à cliver des échantillons ayant une taille de 1 cm² compatible avec les porte-échantillons de l'AFM. Pour ne pas être assujetti aux variations engendrées lors du dépôt d'oxyde, les échantillons sont prélevés dans la partie centrale des plaques.

Pour assurer le contact électrique, les échantillons sont ensuite fixés sur des porte-échantillons à l'aide d'une soudure à l'indium. Cette technique est bien adaptée aux cas des mesures électriques sous ultravide car l'indium ne dégaze pas. Le porte échantillon permet ainsi de pouvoir manipuler l'échantillon au sein de l'ultravide grâce aux bras de transfert présents sur l'AFM Omicron.

Enfin, pour enlever toute trace d'humidité et d'impuretés organiques sur l'échantillon, celui-ci subit un dégazage à 125°C pendant 4 heures sous une pression de 10⁻⁷ torrs.

2.4. Mesures réalisées par AFM

Le microscope à force atomique en mode conducteur peut aussi bien être utilisé pour réaliser des mesures topographiques de la surface de l'échantillon que pour effectuer des caractérisations électriques des couches d'oxyde. Nous allons voir dans cette partie les différents types de mesure utilisés lors de cette étude.

2.4.1. Mesures topographiques

Afin de caractériser physiquement la surface des oxydes, nous avons mesuré les variations d'épaisseur grâce à des scans de surfaces en mode contact. Le logiciel utilisé pour le traitement des images (WSxM) permet de reconstruire les images 3D de la surface étudiée. La figure 2.13 présente un exemple de topographie AFM obtenue pour un scan de 500x500nm² en mode contact avec une pointe diamant sur un échantillon de SiON de 1,4nm d'épaisseur.

Les variations d'épaisseur mesurées dans le cas des oxydes étudiés dans cette thèse sont de l'ordre du nanomètre pour des surfaces micrométriques, ce qui témoigne de leur uniformité.

Le logiciel WSxM est également capable de calculer la valeur RMS (Root Mean Square) de la rugosité selon la formule :

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (Z_i - Z_{Moyen})^2}{n}}$$
 2.7

Dans l'équation 2.7 Z_{Moyen} et Z_i définissent la hauteur moyenne de la surface scannée et la hauteur mesurée au point i, n correspond lui au nombre de points mesurés.





Cette valeur décrit l'écart type de la distribution des épaisseurs mesurées. Ainsi, plus la valeur RMS sera faible, plus l'épaisseur de l'oxyde sera uniforme.

Enfin, le logiciel permet d'obtenir une évaluation statistique des épaisseurs mesurées sur toute la surface sous forme d'histogramme. Il a été montré que les variations d'épaisseur peuvent être reproduites par une loi normale [10].

Mode Tapping

Le mode tapping consiste à faire osciller une pointe AFM à sa fréquence de résonance et de l'approcher à la surface de l'échantillon jusqu'à ce que l'amplitude d'oscillation diminue à une valeur de consigne.

Un système d'asservissement est ainsi utilisé pour adapter la hauteur de la pointe en fonction de la topographie afin de conserver une amplitude d'oscillation constante. Le mode tapping permet comme le mode contact de réaliser des mesures topographiques. La pointe n'étant pas en contact permanent avec l'échantillon, le risque de dégradation de l'échantillon est beaucoup plus faible que dans le cas du mode contact.

2.4.2. Mesures électriques

L'utilisation de pointes AFM conductrices ainsi que les programmes développés pour piloter l'électromètre ont permis de réaliser des mesures électriques de type CVS et RVS dont les principes ont été expliqués dans le chapitre 1.

La figure 2.14 présente une mesure RVS caractéristique du courant à travers un échantillon de SiO₂ de 4,5nm où une rampe en tension de 0 à 10V est appliquée sur l'oxyde avec une force d'appui de 20nN.



Figure 2.14 : Courant tunnel mesuré par C-AFM sur un échantillon de SiO₂ 4,5nm. Le courant de fuite a pu être reproduit à l'aide d'un courant de type Fowler Nordheim avec une surface de contact de 4nm², une masse effective de 0,42m₀ et un potentiel de barrière de 3,25eV.

Pour les tensions comprises entre 0 et 6V, la caractéristique en courant de la figure 2.14 ne présente que du bruit, le courant étant inférieur à la limite de détection de l'électromètre. Le seuil de détection est fonction du calibre choisi pour la mesure du courant. Plus on va se concentrer sur les forts courants plus le calibre sera élevé et moins l'on pourra détecter les faibles courants. Lorsque les tensions passent au-delà de 6V le courant s'élève jusqu'à atteindre le courant de compliance choisi à 100pA. Cette valeur correspond au maximum que le courant puisse atteindre au cours d'une mesure l(V) ou l(t).

Le SiO₂ est un oxyde dont les paramètres de conduction tunnel sont bien connus [12]. Ainsi, le courant enregistré entre 6 et 10V a été reproduit grâce à un courant de type Fowler Nordheim (eq.1.6) en prenant les paramètres issus de la littérature, à savoir $m_{eff} = 0.42m_e$ pour la masse effective de l'électron et 3,25eV pour la hauteur de barrière à l'interface Si/SiO₂. La tension de bande plate a été prise égale à -0.48V comme extrait dans [13] où les mêmes pointes ont été utilisées. La reproduction du courant tunnel a alors permis d'extraire la surface de test électriquement active dont nous disposons avec la pointe AFM égale à $3nm^2$. Cette valeur est en accord avec les résultats
obtenus avec le modèle de Hertz et semble indiquer que pour une force de 20nN, le contact avec l'échantillon est établi grâce à une facette cristalline située en bout de pointe.

Pour rappel, les résultats extraits du modèle de Hertz donnaient une surface de 2,5nm² pour un rayon de courbure de 10nm (facette cristalline) et 13,5nm² pour un rayon de courbure de 130nm (pointe sphérique). Dans [14], une surface de 2328nm² est extraite par cette méthode grâce à des mesures électriques réalisées à l'air avec des pointes de type Pt/Ir. Cette surface plus grande peut être expliquée par le type différent des pointes et par le ménisque d'eau qui existe en absence d'ultravide conduisant à une large surface de contact avec l'échantillon. De plus, le revêtement métallique de la pointe peut fondre si la densité de courant est trop élevée ce qui agrandit la surface de contact avec l'échantillon.



Figure 2.145 : Cartographie en courant obtenue par C-AFM en appliquant une tension de 4V sur un échantillon SiON 2,6nm après la réalisation d'une grille de claquage. On observe une augmentation du courant de fuite à travers l'oxyde localisée au niveau des points de claquage [10].

Le microscope à force atomique en mode conducteur autorise également la réalisation de cartographies en courant qui sont une combinaison des scans en mode contact et des mesures électriques. La cartographie en courant consiste à appliquer sur la pointe AFM une tension constante durant un scan topographique en mode contact et à mesurer en tout point le courant électrique traversant l'échantillon. Un exemple de cartographie obtenue par C-AFM en appliquant une tension de 4V sur un échantillon SiON 2,6nm après la réalisation d'une grille de 16 points de claquage est présenté sur la figure 2.15.

Les cartographies en courant permettent de détecter des élévations localisées du courant de fuite à travers les échantillons. Ainsi, on peut observer sur la figure 2.15 une augmentation du courant de fuite à travers l'oxyde localisée au niveau des points de claquage. Sur un oxyde frais, ces forts niveaux

de courant de fuite peuvent être dus à des fragilités électriques comme des joints de grain dans les matériaux cristallins.

2.4.3. Application de pulse

Lors de cette thèse, une nouvelle méthode de caractérisation électrique a été développée afin d'étudier la dégradation et la fiabilité des oxydes suite à un pré-stress en tension prenant la forme d'une impulsion. Pour cela, nous avons programmé un générateur de fonction de la marque Stanford Research System (SRS), afin d'appliquer une ou plusieurs impulsions en tension sur l'oxyde, au niveau de la pointe AFM. Le SRS permet alors de déclencher des impulsions de durée minimale de 500ns avec des temps de montée et descente de 30ns.

Pour conserver la forme d'onde en tension de l'impulsion pour des durées très courtes, il est nécessaire de réduire au maximum la longueur des câblages pour éviter les capacités parasites. Le C-AFM sous ultra-vide ne permettant pas d'établir des contacts proches de l'échantillon, nous sommes obligés d'utiliser différents câbles pour accéder à l'échantillon sous UHV. Nous nous sommes donc limités au cours de ce travail à des durées minimales d'impulsion de l'ordre de la dizaine de µs.

La sortie du SRS possède une résistance interne de 50 ohms, qui entraîne une chute de potentiel non négligeable lorsque la tension est appliquée sur un échantillon ayant une impédance du même ordre de grandeur. Pour compenser cette chute de potentiel, le SRS multiplie systématiquement la tension programmée V_{Prog} par un facteur deux de manière à ce que la tension vue par un échantillon de 50 Ω soit égale à la tension programmée (Fig.2.16.a). De manière générale, la tension V_{pulse} vue par l'échantillon en fonction de la tension programmée est donnée par :

$$V_{Pulse} = \frac{R_{\acute{e}chantillon}}{R_{interne} + R_{\acute{e}chantillon}} 2V_{Prog}$$
 2.8

Les échantillons étudiés durant ce travail sont des oxydes de résistance quasi infinie, dans ce cas la résistance interne de l'appareil est négligeable devant la résistance de l'échantillon, et la tension appliquée vaut le double de la tension programmée (Fig.2.16.b).



Figure 2.16 : Pont diviseur formé par la résistance interne du SRS et l'échantillon. Pour compenser la chute de potentiel dans la résistance interne, le SRS double la tension programmée. Si la résistance de l'échantillon est égale à la résistance interne, la tension appliquée est égale à la tension programmée (a). Si la résistance de l'échantillon est échantillon est beaucoup plus élevée, la tension appliquée vaut le double de la tension programmée.

Le générateur de pulse SRS a ensuite été inclus dans le système de mesure, en parallèle de l'électromètre de Keithley, afin d'appliquer un pré-stress impulsionnel sur l'oxyde au niveau de la pointe, suivie par une cartographie en courant ou une mesure de type CVS/RVS réalisée par l'électromètre.

Le programme Labview déjà existant pour réaliser les caractérisations électriques a été modifié afin d'initialiser le pré-stress du SRS, déclencher le pré-stress sur l'oxyde, puis effectuer les mesures de courant sans relever la pointe AFM de l'oxyde.

2.4.4. Mesures électrostatiques

En utilisant les propriétés conductrices de la pointe, l'AFM offre la possibilité de détecter les variations de force électrostatique qui s'exercent sur la sonde. Ainsi, il est possible de mesurer le potentiel de surface en un point ou encore de mesurer une densité de charges localisée.

Lorsque la pointe AFM est positionnée proche de la surface de l'échantillon, la différence des travaux de sortie entre la pointe et l'échantillon crée un champ électrique qui génère une force électrostatique F_{PS} affectant la pointe. Cette force se traduit au niveau de la pointe par une variation de la fréquence de résonance. En considérant que cette force varie de manière linéaire en fonction de la distance pointe-surface (z) (c'est-à-dire en faisant l'approximation que l'amplitude de l'oscillation est petite devant la hauteur de la pointe), cette force se traduit au niveau de la pointe par une constante de raideur modifiée et le décalage de la fréquence de résonance devient [11] :

$$f'_0 = f_0 \left(1 - \frac{1}{2k} \frac{\partial F_{PS}}{dz} \right)$$
 et $\Delta f = \frac{f_0}{2k} \frac{\partial F_{PS}}{dz}$ 2.9

La variation de fréquence de résonance est ainsi fonction du gradient de la force exercée sur la pointe en fonction de la hauteur z.

2.4.4.1. Mesure du potentiel de surface

La pointe et l'échantillon peuvent être considérés comme les deux armatures d'un condensateur entre lesquelles est appliqué le potentiel de surface V_{surf} . Quand on applique une tension supplémentaire V_{gap} sur les électrodes du condensateur pointe/échantillon, la force qui agit sur la pointe devient :

$$F = \frac{1}{2} \left(V_{gap} - V_{surf} \right)^2 \frac{\partial C}{dz}$$
 2.10

Dans ces conditions, le décalage de fréquence de résonance engendré par la force électrostatique peut s'écrire :

$$\Delta f = -\frac{f_0}{4k} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} \left(V_{gap} - V_{surf} \right)^2$$
 2.11

On peut noter que l'application d'une tension $V_{gap} \neq V_{surf}$ aux bornes du système entraîne un décalage vers les fréquences de résonance plus faibles que dans le cas $V_{gap} = V_{surf}$ quel que soit le signe de la différence V_{gap} - V_{surf} (Fig.2.17).



Figure 2.157 : Courbe de résonance d'une pointe diamant mesurée en absence de polarisation et pour une polarisation de -2V. L'application d'une tension de -2V sur la pointe décale la fréquence de résonance vers une fréquence plus faible en raison de la force capacitive.

Intéressons-nous maintenant au déplacement de la courbe de résonance lors d'une rampe en tension où V_{gap} est augmentée de $-V_{max}$ jusqu'à $+V_{max}$. Pour le déterminer, nous suivons l'évolution de l'amplitude lue pour une fréquence fixe f_{Read} légèrement plus faible que la fréquence de résonance f₀ _{vide} enregistrée loin de la surface en absence de forces d'interaction (Fig.2.18.a).



Figure 2.18 : Amplitude d'oscillation de la pointe mesurée à la fréquence f_{read} en fonction de la polarisation de la pointe. La tension appliquée compense le potentiel de surface lorsque l'amplitude atteint le minimum local (a). Décalage de la fréquence de résonance par rapport à celle mesurée à V_{gap}=V_{surf} en fonction de la polarisation de la pointe (b).

Lorsque la tension appliquée fait coïncider la fréquence de résonance et f_{read} , on observe un maximum sur la courbe d'amplitude. La force étant capacitive, la courbe de résonance passe deux fois par ce point et l'on observe deux maxima. En revanche, lorsque $V_{gap} = V_{surf}$, $f_{res} = f_{0 vide}$ et la force capacitive est nulle. Dans ce cas, le décalage en fréquence par rapport à $f_{0 vide}$ est minimal et l'amplitude enregistrée correspondra au minimum local de la courbe d'amplitude = $f(V_{gap})$ (point c).

La mesure de l'amplitude de résonance à une fréquence légèrement différente de $f_{0 \text{ vide}}$, en fonction de la tension appliquée V_{gap} , permet donc de déterminer graphiquement le potentiel de surface sous la pointe. Le potentiel de surface mesuré résulte de la différence des travaux de sortie entre la pointe et l'échantillon. Le chargement localisé de la surface de l'échantillon suite à une rupture diélectrique entraîne une modification de ce potentiel de surface qui peut être déterminée par comparaison avec une zone intacte.

2.4.4.2. Calcul de la densité de charges

Afin de pouvoir remonter à la charge stockée localement dans un matériau à partir du potentiel de surface mesuré, il est nécessaire de pouvoir modéliser les interactions électrostatiques entre la surface et la pointe et donc de modéliser la géométrie des électrodes. Si l'électrode formée par l'échantillon peut aisément être visualisée comme un plan infini, il est en revanche beaucoup plus complexe d'estimer la forme à considérer pour l'électrode formée par la pointe.

La courbe représentant le décalage de la fréquence de résonance en fonction de la tension appliquée permet de déterminer, pour une hauteur de pointe donnée, la valeur de $\partial^2 C/\partial z^2$ (eq.2.11). Pour reproduire la dépendance du terme $\partial^2 C/\partial z^2$ en fonction de la hauteur z, M. Gordon et T. Baron [15]

considèrent la pointe comme une demi-sphère au bout d'un cône tronqué et modélisent la capacité pointe/échantillon par la somme d'une capacité sphère/plan et une capacité cône/plan.

Pour notre étude, nous avons adopté le modèle développé dans [15] pour le cas d'un piégeage de charge au sein d'un oxyde de grille bicouche. Pour quantifier la charge localement piégée, celle-ci est considérée en tant que charge ponctuelle piégée à l'interface SiON/HfSiON. Cette charge ponctuelle crée une charge image dans le substrat et l'ensemble donne naissance à un dipôle (+q/-q). Le champ électrique E_{Dip} généré par le dipôle peut alors se calculer pour toute hauteur z par rapport au centre du dipôle par :

$$E_{Dip}(z,q) = \frac{qT_{ox}}{\pi\varepsilon_0 z}$$
2.12

Ce champ électrique agit en tant que force sur la pointe qui se situe à la hauteur z au-dessus du centre du dipôle et crée un dipôle image au sein de la pointe AFM (q'/-q') à la hauteur 2z (Fig.2.21). Par effet capacitif, la sphère au bout de la pointe accumule également des charges électriques à sa surface dû à la différence de potentiel entre la pointe et l'échantillon qui sont modélisées par une charge ponctuelle équivalente $Q_{sphère}$ dans son centre (théorème de Gauss).

Les charges à la surface du cône de la pointe $Q_{cône}$ sont modélisées par une répartition linéique de charges comme montré sur la figure 2.19. En raison de l'ensemble de ces charges présentes dans le système, la force totale F_{tot} ressentie par la pointe est donnée par la combinaison des interactions dipôle-dipôle F_{d-d} , dipôle-charges et de la force capacitive :

$$F_{tot} = F_{d-d} + Q_{sphère} E_{Dip}(z,q) + Q_{cône} E_{Dip}(z,q) + \frac{1}{2} (V_{gap} - V_{surf})^2 \frac{\partial \mathcal{L}}{\partial z}$$
 2.13





20

Figure 2.19: Schéma de l'interaction électrostatique des charges piégées dans l'oxyde avec la pointe AFM conductrice. Z doit aller jusqu'au centre du dipôle (a). Comparaison des résultats expérimentaux avec le modèle théorique calculé comme la somme d'une capacité sphère-plan (bleu), cône-plan (rouge) et plan-plan (négligeable)(b).

La charge Q_{sphère} peut être calculée grâce à l'expression de la capacité sphère/plan :

$$Q_{sphère} = -C_{sphère} (V_{gap} - V_{surf})$$
 2.14

La contribution de Q_{cone} est quant à elle déterminée en intégrant l'interaction de la distribution linéique de charge de densité linéique λ_c sur la hauteur de la pointe L :

$$Q_{c\hat{o}ne}E_{Dip}(z,q) = \int_{t+T_{ox}}^{t+T_{ox}+L} \lambda_c E_{Dip}(r,q) dr$$
 2.15

On obtient ainsi une expression de la force électrostatique totale entre la pointe et l'échantillon en fonction de V_{gap} et z. L'équation 2.13 est finalement dérivée par rapport à V_{gap} et z et la charge piégée q est déterminée en résolvant l'équation :

$$\frac{\partial^2 F_{tot}}{\partial V_{gap} \partial z} = 0 \text{ pour } V_{gap} = V_{surf}$$
2.16

2.5. Etude de la rupture diélectrique et de la dégradation par C-AFM

L'AFM est un outil désormais largement répandu au sein des laboratoires de microélectronique. La fiabilité des oxydes à l'échelle nanoscopique fût l'un des premiers sujets d'utilisation du C-AFM [16, 17] et reste un sujet très étudié [18, 19]. Les études ont révélé l'efficacité de l'AFM pour réaliser rapidement des études statistiques et répétables sur les temps et tensions de claquage [20, 21].

De nombreux travaux ont démontré la nécessité de travailler sous vide afin d'obtenir des mesures fiables [22] et de prolonger la durée de vie des pointes AFM [8] en évitant les réactions d'oxydoréduction. Dans ces conditions, Polspoel [21] et Wu [23] rapportent des distributions Weibulliennes de temps au claquage à l'échelle de la pointe AFM. En revanche, selon Polspoel, les résultats obtenus à une telle échelle ne seraient pas comparables aux résultats obtenus sur dispositifs, et ne permettraient pas d'extrapoler la durée de vie réelle des composants. Les auteurs supposent que la pointe AFM révèle la défaillance intrinsèque de l'oxyde qui diffère de la défaillance réelle qui tient compte également des défauts extrinsèques. Cependant, dans [24], les auteurs réalisent une comparaison systématique des résultats ont révélé que les paramètres de fiabilité des distributions de claquage étaient conservés à l'échelle nanométrique. De plus, la loi d'échelle en surface appliquée sur ces distributions permet à nouveau d'extraire une surface sous pointe de 10nm².

Une très grande diversité de travaux basé sur l'utilisation de cet outil s'est développée montrant par exemple la possibilité de caractériser les matériaux après claquage [25, 26], la fiabilité et la

dégradation des oxydes ultra fins [27], la nature du courant SILC [28, 29], ou encore d'estimer la surface sous pointe [10, 30].

De nombreux travaux se sont ainsi portés sur l'utilisation du C-AFM pour étudier la conduction électrique à travers des oxydes. En 1995, une première étude sur SiO₂ confirme la présence d'une conduction de type Fowler Nordheim dans les caractéristiques I(V) [31]. En utilisant ce courant de fuite, Frammelsberger [30] et Olbrich [5] montrent qu'il est possible de déterminer l'épaisseur d'oxyde sous pointe à l'aide du courant Fowler Nordheim mesuré par C-AFM. Durant cette étude, différents matériaux de pointe sont utilisés et les auteurs extraient les travaux de sortie pour chaque type de pointe.

La description du courant SILC a également été l'objet d'études par microscopie à force atomique. Ainsi, dans [28], ce courant après stress est interprété comme un courant de type TTAT. L'étude réalisée dans [29] a montré que le courant SILC dans une couche de SiON de 2,6nm pouvait être reproduit à l'aide d'un courant TTAT où les pièges sont tous alignés à travers l'oxyde et que seule la position du dernier piège est déterminante dans ce modèle. Les auteurs ont alors assimilé ces pièges alignés à un filament au sein de l'oxyde dont la longueur est déterminée par la position du dernier piège. Le courant SILC est alors fidèlement reproduit par la somme du courant tunnel initial et du courant tunnel issu du filament. Cette modélisation a également permis de reproduire le phénomène de résistance différentielle négative observé par C-AFM sur des couches de SiON et SiO₂ [29].

2.6. Conclusion

La microscopie à force atomique en mode conducteur offre de nombreuses possibilités de caractérisation à l'échelle locale, particulièrement intéressantes pour l'étude de la dégradation et de la fiabilité des oxydes ultra fins. Grâce à l'ajout d'un électromètre extérieur et d'un générateur d'impulsion à l'AFM, les études possibles avec cet outil ont encore été étendues, avec l'application de pré-stress et une résolution accrue au cours des mesures en courant.

En revanche, l'utilisation d'un tel outil nécessite de porter une attention particulière à tous les paramètres pouvant jouer sur les résultats des mesures telles que la force d'appui de la pointe au niveau de l'échantillon, les caractéristiques physiques et électriques de la pointe, etc. Dans la suite, toutes les mesures présentées ont été réalisées sous une pression de 10⁻⁹ Torr (sauf indication contraire), à température ambiante, à l'aide de pointes recouvertes de diamant dopé dont le caractère métallique a été régulièrement vérifié.

Dans les prochains chapitres, nous utiliserons les possibilités offertes par l'AFM présentées ici pour étudier expérimentalement le phénomène de rupture diélectrique. Toutes les mesures seront répétées de nombreuses fois pour vérifier la reproductibilité des observations et obtenir des descriptions statistiques des événements.

Bibliographie du Chapitre 2

- G. Binnig, H. Rohrey, C. Gerber et E. Weibel, «Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy,» *Phys. Rev. Lett.*, vol. 42, 1982.
- [2] G. Binnig, C. Quate et C. Gerber, «Atomique Force Microscopy,» Phys. Rev. Lett., vol. 56, 1986.
- [3] G. Meyer et N. Amer, «Novel Optical Approach to Atomic Force Microscopy,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 53, 1988.
- [4] A. Malavé, E. Oesterschulze, W. Kullisch, T. Trenkler, T. Hantschel et W. Vandervorst, «Diamand Tips and Cantilevers for the Characterization of Semiconductor Devices,» *Diamand and Related Mater.*, vol. 8, pp. 283,287, 1999.
- [5] A. Olbrich, B. Ebersberger et C. Boit, «Conducting Atomic Force Microscopy for Nanoscale Electrical Characterization of SiO2,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 73, 1998.
- [6] L. Landau et E. Lifshitz, Theory of Elasticity, Pergamon Press, 1959.
- [7] B. Weeks et M. Vaughn, «Direct Imaging of Meniscus Formation in Atomic Force Microscopy using Environnemental Scanning Electron Microscopy,» *Langmur*, vol. 21, pp. 8096,8098, 2005.
- [8] R. Arinero et e. al, «Toward a Better Understanding of the Nanoscale Degradation Mechanisms of Ultra-Thin SiO2/Si Films : Investigation of the Best Experimental Condition with a Conductive Atomic Force Microscopy,» J. Appl. Phys., vol. 110, 2011.
- [9] W. Polspoel, W. Vandervorst, L. Aguilera, M. Porti, M. Nafria et X. Aymerich, «Nanometer-Scale Leakage Measurements in High-Vaccum on De-processed High-K Capacitors,» *Microelcton. Reliab.*, vol. 48, pp. 1521,1524, 2008.
- [10] P. Delcroix, «Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité de diélectriques minces pour l'intégration dans les composants microélectroniques du futur,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2012.
- [11] R. García et R. Pérez, «Dynamic atomic force microscopy methods,» *Surface Science Reports*, vol. 47, pp. 197,301, 2002.
- [12] M. Lenzlinger et E. Snow, «Fowler-Nordheim Tunneling into Thermally Grown SiO2,» J. Appl. *Phys.*, vol. 40, 1969.
- [13] C. Sire, «Propriétés électriques à l'échelle nanomètrique des diélectriques dans la structure MIM et MOS,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2009.
- [14] W. Hourani, «Caractérisation des courants de fuite à l'échelle nanométrique dans les couches ultra-minces d'oxydes pour la microélectronique,» Thèse de doctorat de l'Université de Lyon,

Lyon, France, 2011, 2011.

- [15] M. Gordon et T. Baron, «Amplitude-mode electrostatic force microscopy in UHV: Quantification of nanocrystal charge storage,» *Phys. Rev. B*, vol. 72, pp. 165420-1,14, 2005.
- [16] J. Sune, G. Mura et E. Miranda, «Are Soft Breakdown of Ultrathin Gate Oxides Actually Different Failure Mechanisms ?,» *IEEE Electron Device Letters,* vol. 21, 2000.
- [17] S. Richter, M. Geva, J. Garno et R. Kleiman, «Meta-Insulator-Semiconductor Tunneling Microscope : Two Dimensional Dopant Profiling of Semconductors with Conducting Atomic Force Microscopy,» Appl. Phys. Lett., vol. 77, 2000.
- [18] «Nanoscopic Study of HfO2 Based HK Dielectric Stacks and Its Failure Analysis,» Inter. J. of Mater. Sci. and Engineer., vol. 2, pp. 81,86, 2014.
- [19] M. Lanza, «A Review on Resistive Switching in High-k Dielectrics: A Nanoscale Point of View Using Conductive Atomic Force Microscope,» *Materials*, vol. 7, 2014.
- [20] C. Sire, S. Blonkowski, M. Gordon et T. Baron, «Statistics of electrical breakdown field in HfO2 and SiO2 films from millimeter to nanometer lenght scale,» *App. Phys. Lett.*, vol. 91, pp. 242905-1,242905-3, 2007.
- [21] W. Polspoel, «High resolution study of high k layers using C-AFM,» Arenberg Doctoral School of Science, Engineering and Technology, Leuven, Belgium, 2012.
- [22] B. Gautier et e. al, «Quelques bonnes raisons pour ne pas faire les mesures électriques par AFM à l'air,» chez *FORUM des microscopies à sonde locale*, St Jacut de la Mer, 2012.
- [23] Y. Wu, S. Lin et C. Lee, «Time-to-Breakdown Weibull Distribution of Thin Gate Oxide Subjected to Nanoscaled Constant-Voltage and Constant-Current Stresses,» *IEEE Trans. Device Mater. Rel.*, vol. 8, pp. 352,357, June 2008.
- [24] P. Delcroix et e. al, «SiON and SiO2/HfSiON gate oxides time dependent dielectric breakdown,» *Microelectronic Engineering*, vol. 88, pp. 1376,1379, 2011.
- [25] M. Porti, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich et B. Ebersberger, «Electrical Characterization of Stressed and Broken Down SiO2 films at a Nanometer Scale using a Conductive Atomic Force Microscope,» J. Appl. Phys., vol. 91, 2002.
- [26] M. Porti, R. Rodriguez, M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich et B. Ebersberger, «Feasibility of the Electrical Characterization of Single SiO2 Breakdown Spots Using C-AFM,» J. Non-Crystalline Solids, vol. 280, 2001.
- [27] P. M., M. Nafria, X. Aymerich, A. Olbrich et B. Ebersberger, «Nanometer-scale electrical characterization of stressed ultrathin SiO2 films using conducting atomic force microscopy,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, pp. 4181,4182, 2001.

- [28] Y. Wu et S. Sin, «Two-trap-assisted tunneling model for post-breakdown I-V characteristics in ultrathin silicon dioxide,» *Trans. Dev. and Mater. Reliab.*, vol. 6, pp. 75,80, 2006.
- [29] P. Delcroix, S. Blonkowski et M. Kogelschatz, «Pre-breakdown negative differential resistance in thin oxide film: Conductive-atomic force microscopy observation and modelling,» J. Appl. Phys, vol. 110, pp. 034104,034104-6, 2011.
- [30] W. Frammelsberger, G. Benstetter, J. Kiely et R. Stamp, «C-AFM-based thickness determination of thin and ultra-thin SiO2 films by use of different conductive-coated probe tips,» *Applied Surface Science*, vol. 253, pp. 3615,3626, Jan. 2007.
- [31] S. Zafar, Q. Liu et E. Irene, «Study of tunneling current oscillation dependence on SiO2 thickness and Si roughness at the Si/SiO2 interface,» J. Vac. Sci. Technol. A, vol. 47, 1995.

3. Conséquences du caractère bicouche des oxydes de grille High-κ sur le claquage diélectrique

3.1. Introduction

En raison de la diminution constante des dimensions des composants électroniques, l'introduction d'un diélectrique à haute permittivité (High- κ) est, comme nous l'avons souligné dans le §1, devenue primordiale, remplaçant alors les traditionnels SiO₂ et SiON au sein de l'oxyde de grille des transistors MOS (Fig.1.7). Ce nouveau type de matériau permet de réduire significativement l'épaisseur de l'oxyde de grille, tout en conservant un faible courant de fuite mais soulève de nouvelles interrogations concernant la fiabilité de la structure MOS (§1.5.5). Il apparaît donc nécessaire de comprendre l'origine des distributions de TDDB des empilements High- κ et l'impact de chacune des couches dans la fiabilité globale de l'architecture.

3.1.1. Modèles d'extrapolation en tension

Les distributions de TDDB sont réalisées à des tensions de stress données, généralement beaucoup plus élevées que la tension de fonctionnement afin de réduire les temps de manipulation et d'acquérir un nombre important de données. Il est donc important pour réaliser des extrapolations de durée de vie à des tensions d'utilisation dans les dispositifs, d'intégrer dans les modèles des distributions un paramètre d'accélération qui permet de décrire l'évolution de la durée de vie en fonction de la tension appliquée. Les trois modèles considérés pour décrire la dépendance des distributions à la tension de grille sont présentés dans le chapitre 1 et brièvement rappelé ici.

Le modèle en E

$$\tau_i = \tau_{0i} \exp(-n_i E_i) \tag{3.1}$$

Le modèle en 1/E (AHI) donne

$$\tau_i = \tau_{0i} \exp(n_i / E_i) \tag{3.2}$$

Enfin le modèle en puissance se traduit par :

$$\tau_i = \tau_{0i} V_i^{-n_i} \tag{3.3}$$

Dans ces modèles, chaque couche possède son propre facteur d'échelle déterminé en fonction du facteur pré exponentiel τ_{0i} , le temps caractéristique initial relatif à la couche i, de n_i, le facteur

d'accélération en tension de la couche i et de E_i, le champ électrique appliqué à la couche i. En négligeant la chute de potentiel dans la zone de déplétion du substrat ce dernier est égal à V_i/d_i, où V_i est la tension appliquée à la couche i et d_i son épaisseur. Pour connaître la répartition de la tension de stress appliquée à chacune des couches de la grille, on considère dans un premier temps, qu'il n'y a pas de charge à l'interface IL/HK. La continuité du champ de déplacement électrique à l'interface se traduit alors par :

$$\varepsilon_{HK}E_{HK} = \varepsilon_{IL}E_{IL} \tag{3.4}$$

Sachant que la tension de stress peut s'écrire V = $V_{IL} + V_{HK}$, on obtient :

$$V_{IL} = \left[\frac{d_{IL}\varepsilon_{HK}}{d_{IL}\varepsilon_{HK} + d_{HK}\varepsilon_{IL}}\right] V$$

$$V_{HK} = \left[\frac{d_{HK}\varepsilon_{IL}}{d_{IL}\varepsilon_{HK} + d_{HK}\varepsilon_{IL}}\right] V$$

3.5

Grâce à l'équation 3.5 il est possible de déterminer la chute de potentiel dans chaque couche en fonction de la tension de stress appliquée.

3.2. Distributions cumulatives de défaillance obtenues par C-AFM 3.2.1. Rôle du C-AFM

La majorité des modèles de distributions bimodales présentés précédemment dans le chapitre 1 prédisent que les deux couches de l'empilement ont une contribution dans les bas percentiles tandis que la partie des hauts percentiles serait entièrement gouvernée par les paramètres de la couche résiduelle de SiON seule. Malgré le fait que ces hypothèses puissent paraître logiques aux vues de la nature des empilements, peu de démonstrations expérimentales ont à ce jour été présentées permettant d'attribuer une des pentes à un matériau donné (SiON ou HfSiON). Une des possibilités qui nous est offerte pour obtenir une réponse est d'étudier la fiabilité de la couche SiON séparément. En revanche, le courant tunnel existant à travers une couche isolante de 1,4nm empêche toute détection précise du claquage diélectrique à travers cette couche à l'échelle du dispositif.

Grâce à la faible surface de contact entre la pointe de l'AFM et l'échantillon, le courant tunnel est largement réduit ce qui permet la détection de phénomènes de dégradation dans cette gamme d'épaisseur. Nous avons ainsi pu comparer grâce au C-AFM, la statistique de fiabilité de l'empilement de grille HfSiON (1,7nm)/SiON (1,4nm) avec celle de la couche interfaciale SiON (1,4nm) seule ayant été déposée avec le même procédé que celle présente dans la grille High- κ . Toute l'étude a été réalisée sur des oxydes déposés sur un substrat de Si-(P) (Fig.3.1).



Figure 3.1 : Représentation des échantillons monocouche et bicouche caractérisés par C-AFM. La couche de SiON seule a été déposée avec le même procédé que la couche interfaciale de l'empilement High-κ.

Afin de comparer les paramètres des distributions statistiques des deux échantillons, nous ajusterons les distributions expérimentales obtenues à l'aide des équations présentées dans le modèle à découpage cellulaire du chapitre 1. Ces ajustements sont effectués grâce au module d'ajustements non linéaires multivariés du logiciel Origin[™]. Les trois modèles de facteur d'accélération ont été considérés. Cependant, aucun élément n'a permis de déterminer la prévalence d'un modèle sur les deux autres.

3.2.2. Caractérisation topographique de la couche interfaciale SiON (1,4nm)

Pour effectuer une comparaison complète des échantillons de couche interfaciale seule et d'oxyde bicouche, nous avons réalisé une mesure topographique d'une surface de 500x500nm² de SiON représentée en 3D dans la figure 3.2.a avec une hauteur maximale (axe z) inférieure à 5Å. L'échantillon de SiON semble présenter une surface relativement plane. La figure 3.2.b présente la topographie de l'échantillon selon une section parallèle à l'axe X de la surface.



Figure 3.2 : Profil topographique 3D de la couche SiON mesuré en mode contact à l'aide d'une pointe diamant. Section du profil selon l'axe X (b).

D'après la figure 3.2.b, les variations d'épaisseur enregistrées dans le cas de la couche interfaciale de 1,4nm sont inférieures au nm. Grâce au logiciel WSxM, nous avons calculé une rugosité RMS pour cet échantillon de 0,16nm. Il a également été possible de tracer un histogramme des variations d'épaisseurs détectées sur toute la surface par rapport à la hauteur moyenne mesurée pour un total de plus de 200 000 mesures (Fig.3.3).



Figure 3.3 : Distributions des variations d'épaisseur mesurées par C-AFM sur SiON (1.4nm) par rapport à une hauteur moyenne. Cette distribution a été reproduite à l'aide d'une loi normale.

La distribution des variations d'épaisseur a pu être approximée par une loi normale d'écart type 0,16nm. Cette valeur indique que plus de 68% de la surface présente une épaisseur comprise dans la gamme (1,4±0,16)nm. La couche d'oxyde peut donc être considérée avec une épaisseur relativement constante. Ceci est important pour les tests de fiabilité électrique dans la mesure où la résistance au stress en tension est largement dépendante de l'épaisseur d'oxyde. Il a été montré dans [1] que des variations très faibles d'épaisseur comme celles mesurées sur l'échantillon de SiON ne perturbaient pas les statistiques de claquages. Une variation de 3Å n'est pas vraiment négligeable en termes de courant tunnel à travers une couche de 14Å d'épaisseur. Cependant, il est nécessaire de rappeler que ces mesures ont été réalisées en mode contact avec une pointe diamant, c'est-à-dire un système qui ne présente pas la résolution topographique optimale.

3.2.3. Etude de la fiabilité de la couche interfaciale SiON

La figure 3.4 montre l'évolution du courant au cours du temps enregistré à différents endroits de la couche interfaciale soumise à un stress de 3,8V par la pointe AFM. On peut observer la forte augmentation de courant lorsque le claquage diélectrique se produit, permettant de reporter le temps au claquage t_{BD} . Il est également à noter la présence d'une légère dégradation intervenant quelques secondes avant le claquage destructif.



Figure 3.4 : Exemples d'évolution du courant au cours du temps mesurés par C-AFM sur une couche de SiON 1,4nm soumise à un stress de 3,8V. Le t_{BD} est enregistré pour une élévation de courant de 100nA.

Pour chaque tension de stress, un minimum de 50 caractéristiques courant tension, I(t) ont été enregistrées pour réaliser la distribution cumulée associée. Les statistiques de temps au claquage obtenues sur la couche interfaciale pour quatre tensions de stress comprises entre 3,6 et 3,9V sont présentées dans la figure 3.5. Comme pressentie, pour les quatre tensions de grille, les distributions suivent une loi de Weibull et semblent, de plus, toutes posséder la même pente de Weibull β_{IL} . Les distributions semblent également subir un décalage constant en échelle semilog en fonction de la tension. Un ajustement de ces courbes est possible à l'aide de la probabilité cumulée introduite pour les oxydes simple couche (eq.1.22):



Figure 3.5 : Distributions des t_{BD} obtenues par C-AFM sur la couche IL de 1,4nm pour quatre tensions de grille (3,6-3,9V). Les distributions ont été ajustées avec l'équation (1.22) en utilisant le modèle en puissance (courbe rouge).

Nous avons ainsi réalisé un ajustement des quatre distributions prises simultanément afin d'extraire les paramètres relatifs à la couche de SiON : β_{IL} , τ_{OIL} et n. Le terme ln(N) de l'équation 1.23 est regroupé dans le terme en ln(τ_{OIL}). Les paramètres extraits dans le cas des trois modèles

d'accélération sont présentés dans le tableau 3.1, les courbes théoriques obtenues avec ces paramètres sont affichées dans la figure 3.6 (courbes rouges).

	In(τ _{οιL})*	n	βιι	R²
Modèle en puissance	46,1	32,3	0,97	0,96824
Modèle en 1/E	-28,9	86,4	0,96	0,96593
Modèle en E	35,8	12,1	0,97	0,97031

Tableau 3.1 : Paramètres extraits de l'ajustement simultané des quatre distributions de Weibull du SiON (1,4nm) présentées dans la Fig.3.6. *τ_{OIL} est en (s).

Le paramètre R² représente le coefficient de détermination et permet de juger de la qualité de l'ajustement, plus sa valeur est proche de 1, plus l'ajustement est fidèle aux courbes expérimentales. L'ajustement simultané de ces quatre distributions permet d'extraire les paramètres de la couche SiON indépendants de la tension du tableau 3.1.

3.2.4. Vérification de l'absence de joints de grain sur la couche High-ĸ

Le microscope à force atomique permettant à la fois de procéder à des mesures électriques et de morphologie de surface, il a été possible de démontrer l'importance de la nanostructure des couches d'oxyde dans les statistiques de défaillance [2]. L'AFM étant avant tout un outil de caractérisation topographique, il permet d'étudier avec précision la topographie à la surface de la couche supérieure d'oxyde. De plus, grâce au faible rayon de courbure des pointes AFM il est possible d'appliquer un stress en un point très précis de l'oxyde. L'étude des oxydes de grille à base de HfO₂ dans [3] par cartographie STM et [4] par cartographie AFM a révélé comme le montre la figure 3.6.a [3], la présence de grains et de joints de grain à la surface de la couche High-κ.





La réalisation de CVS en plaçant la pointe conductrice au milieu d'un grain ou sur un joint de grain met en évidence une dégradation accélérée au niveau des joints, aboutissant dans ce cas à un temps au claquage plus court (Fig.3.6.c). L'existence de ces fragilités aux joints de grain joue un rôle majeur dans les distributions statistiques de défaillance et serait dans ce cas à l'origine de la bimodalité des distributions (Fig.3.7) comme développé dans [3] et [5]. Dans la figure 3.7, on peut voir que les distributions cumulées de claquage sur les grains seuls et les joints de grains seul présente un caractère weibullien avec comme attendu, un claquage plus rapide pour le cas des joints de grains. Les auteurs [4] ont créé la distribution cumulée de claquage totale en regroupant les temps au claquage mesurés sur les grains et les joints de grains et en tenant compte de la proportion de joints de grain sur l'échantillon. On observe dans ce cas que la distribution présente un caractère bimodale.



Figure 3.7 : Distributions statistiques de claquage mesurées sur les joints de grain et sur les cristaux (a). La distribution totale qui regroupe les probabilités de claquage des joints de grains et des cristaux et qui tient compte de la proportion de grains et de joints de grain présente une caractéristique bimodale.

Les simulations Monte-Carlo (kMC) intégrant l'existence des joints de grain a permis de reproduire fidèlement des distributions expérimentales obtenues sur un empilement HfO_2 (4nm)/SiO₂ (1nm) [6].

Au vue de l'importance de la microstructure des oxydes sur la fiabilité électrique, une attention particulière a été portée sur la caractérisation physique par AFM de l'empilement HfSiON/SiON (Fig.3.8.a et b). Contrairement au HfO₂ qui possède une température de cristallisation inférieure à la température nécessaire à l'élaboration des couches (≈1000°), la température de cristallisation du HfSiON est plus élevée et lui permet de demeurer amorphe lors de sa fabrication. En effet, l'ajout d'oxygène et d'azote dans l'oxyde d'hafnium permet de retarder la cristallisation [7] en particulier grâce aux liaisons Si-O qui retardent la cristallisation lors des activations thermiques [8].

La figure 3.8.c présente la topographie de l'échantillon bicouche mesurée par AFM en mode tapping (§2.4.1) en utilisant une pointe sans revêtement pour obtenir une meilleure résolution spatiale. Cette cartographie ne permet pas réellement d'écarter l'hypothèse de la présence de joints de grain. On peut effectivement observer la présence de reliefs pouvant correspondre à des grains, cependant sous cette hypothèse les joints de grain mesureraient environ 50nm d'épaisseur contrairement au cas de la figure 3.6 où les joints ont une épaisseur de l'ordre du nm.



Figure 3.8 : Profil topographique de la couche HfSiON mesuré en mode contact avec une pointe diamant (a) et (b). Cartographie par AFM en mode tapping avec une pointe Silicium de l'empilement High-κ (c).
 Fréquence des courants initiaux observés sur l'échantillon High-κ pour une tension de 3,7V (d). Aucune fragilité électrique n'a été détectée ce qui semble révéler l'absence de joint de grain.

Cependant, il faut prendre en compte le fait que les topographies mesurées par STM dans la figure 3.6 ont une meilleure résolution que les topographies mesurées par AFM dans la figure 3.8.a et c. L'homogénéité des propriétés électrique de la couche a ensuite été vérifiée en enregistrant le courant initial pour une tension donnée sur une grille de 10x10 mesures avec une pointe avec revêtement diamant. La figure 3.8.d donne la fréquence des courants initiaux mesurés à 4,7V à différents endroits de l'empilement de grille HfSiON/SiON. Du fait de la faible dispersion du courant initial, nous pouvons supposer que la couche High- κ de HfSiON ne révèle pas de fragilité électrique caractéristique des joints de grain.

3.2.5. Etude de la fiabilité de l'oxyde de grille HfSiON (1,7nm)/SiON (1,4nm)

Afin de déterminer l'influence de chacune des couches sur la fiabilité totale de la structure MOS, des tests TDDB ont été menés par C-AFM sous UHV sur l'échantillon bicouche. La figure 3.9 présente l'évolution du courant au cours du temps mesuré à différentes positions sur la structure bicouche soumise à une tension de 4,5V par C-AFM. Ces courbes présentent à nouveau une forte élévation de courant lorsque le claquage diélectrique se produit, on peut noter de plus l'apparition d'une augmentation progressive du courant précédant le claquage. Ce phénomène pourrait être attribué à

un chargement progressif de l'oxyde engendré par des charges piégées à l'interface IL/High- κ au cours du stress en tension.



Figure 3.9 : Exemples d'évolution du courant au cours du temps mesurés par C-AFM sur un empilement de grille HfSiON 1,7nm/SiON 1,4nm soumis à un stress de 4,5V.

Pour chaque tension de stress, un minimum de 200 caractéristiques I(t) ont été mesurées pour obtenir les distributions statistiques de temps au claquage. Les distributions TDDB obtenues pour des tensions de 4,5 à 4,7V sont affichées sur la figure 3.10. On remarque que contrairement au cas d'un oxyde seul, les distributions ne suivent plus une statistique linéaire, mais présentent un comportement bimodal. Les distributions bimodales peuvent être visualisées comme l'addition de deux droites linéaires possédant chacune son propre facteur de forme (pente). On peut voir sur la figure 3.10 que les distributions bimodales obtenues pour différentes tensions de stress semblent posséder les mêmes pentes pour les parties supérieures et inférieures.



Figure 3.10 : Distributions des t_{BD} obtenues par C-AFM sur l'empilement HfSiON 1,7nm/SiON 1,4nm pour trois tensions de grille (4,5-4,7V). Les distributions ont été ajustées avec l'équation (3.2) en utilisant le modèle en puissance (courbe rouge).

Ces courbes ont été ajustées à l'aide de l'équation 1.23, les paramètres extraits en utilisant les trois modèles d'accélération sont présentés dans le tableau 3.2. Les distributions théoriques obtenues avec ces paramètres sont représentées sur la figure 3.10 (traits rouges).

En raison d'un plus faible nombre de mesures décrivant les bas percentiles des distributions, le paramètre β_2 à été extrait avec une incertitude de 2% contrairement à la pente β_1 , extraite avec une incertitude de 0,4%.

On peut voir que l'ajustement reproduit fidèlement les trois courbes expérimentales prises simultanément, comme l'indique la valeur du coefficient de détermination R².

	Ln(τ ₀₁)*	n ₁ *	β1	ln(τ ₀₂)*	n₂*	β₂	R²
Modèle en Puissance	41,6	33,8	0,95	6,5	20,1	1,33	0,99671
Modèle en 1/E	-32,4	79,3	0,95	-18,6	15,2	1,33	0,99671
Modèle en E	35,3	14,4	0,95	25,1	30,7	1,35	0,99208

Tableau 3.2 : Paramètres extraits de l'ajustement simultané des trois distributions de la structure présentées dans la Fig.3.10. *τ₀ est en (s). *n est en (V⁻¹) pour le modèle en puissance, en (V/nm) pour le modèle en 1/E et en (nm/V) pour le modèle en E les autres modèles.

D'après le tableau 3.2, on peut voir que le pré-facteur du paramètre d'échelle de la couche 2 est beaucoup plus faible que celui de la couche 1, impliquant, comme expliqué dans la partie 3.2.1, que la courbe bimodale tend pour les temps au claquage longs vers une statistique de Weibull correspondant à la couche 1. Les paramètres du tableau 3.2 ont été comparés avec les paramètres extraits des distributions simple couche. Il apparaît clairement que la pente des hauts percentiles β_1 est identique à la pente β_{IL} de la couche SiON seule. De plus, les paramètres ln(τ_{01}) et n₁ sont très proches de ceux du SiON 1,4nm. L'indice 1 est ainsi rattaché à la couche interfaciale tandis que l'indice 2 correspond au matériau High- κ . Les hauts percentiles de la distribution semblent ainsi entièrement gouvernés par les paramètres de fiabilité de la couche interfaciale et tendent vers une distribution linéaire donnée par :

$$W_{HKIL} \approx \beta_{IL} (\ln(t) + \ln(\tau_{IL}))$$
 3.6

Pour les bas percentiles, la statistique de Weibull devient :

$$W_{HKIL} \approx (\beta_{IL} + \beta_{HK}) \ln(t) + \beta_{IL} \ln(\tau_{IL}) + \beta_{HK} \ln(\tau_{HK})$$
3.7

D'après l'équation 3.7, la pente des bas percentiles est donnée par la somme de β_{IL} et β_{HK} . Les asymptotes données par les équations 3.6 et 3.7 ont été tracées avec les distributions

expérimentales obtenues pour 4,5 et 4,7V sur la figure 3.10. On peut voir que les asymptotes traduisent fidèlement les deux parties des distributions bimodales.

3.2.6. Influence du nombre de mesures sur l'extrapolation de la durée de vie

Pour des questions de rapidité, il n'est pas toujours possible en milieu industriel de réaliser de grands échantillonnages pour les probabilités de défaillance. Pour des composants à oxydes simple couche, le nombre de mesures n'a pas une grande influence car les distributions cumulées de claquage sont linéaires. Un faible nombre de tests permet d'extrapoler l'allure finale de la distribution de la durée de vie. En revanche, pour les oxydes de grille modernes, nous avons montré que leur caractère bicouche entrainait la bimodalité des distributions de claquage. Ce caractère bimodal ne peut être obtenu qu'à partir d'un nombre important de temps au claquage.



Figure 3.11 : Comparaison des distributions cumulées de claquage obtenues sur l'oxyde High-κ avec 80 et 260 mesures (a). Pour 80 mesures le comportement linéaire de la distribution a un fort impact sur la durée de vie extrapolée (b).

Il est donc intéressant d'étudier l'influence du nombre de mesures de temps au claquage sur la distribution des oxydes bicouches et donc sur la durée de vie extrapolée à partir de ces distributions. La figure 3.11.a compare la distribution bimodale obtenue par C-AFM sur l'empilement High-κ avec 260 mesures de temps de claquage pour une tension de stress de 4,5V avec une distribution construite avec les 80 premières mesures obtenues. On observe alors que si on se limite à un faible échantillonnage, la distribution obtenue sur l'échantillon bicouche apparaît linéaire comme dans le cas d'un oxyde simple couche. Nous nous sommes ensuite intéressés à la durée de vie à 4,5V extrapolée pour ces deux distributions. Dans le cas de la distribution bimodale nous avons utilisé l'asymptote des bas percentiles pour extrapoler la durée de vie, tandis que dans le cas de la distribution obtenue à partir de 80 mesures, nous avons utilisé une loi de Weibull pour reproduire la distribution et extrapoler la durée de vie associée. Nous avons alors mesuré pour une Weibit W=-13, une différence de quasiment deux décades entre les deux durées de vie extrapolées (Fig.3.11.b). En conclusion, la réalisation de statistiques de défaillance sur les oxydes de grille bicouches avec un

faible échantillonnage peut entrainer une sous-estimation de la durée de vie de quasiment deux décades.

3.3. Extrapolation des distributions bimodales aux tensions d'utilisation

L'intérêt pratique des distributions de Weibull réside dans le fait qu'il est possible de reproduire la statistique pour toutes les tensions de stress par une simple translation en temps. Cette transformation est utile pour extrapoler la durée de vie à très faible percentile puisque la forme des distributions est indépendante de la tension de stress. En revanche, une telle transformation n'est pas applicable dans le cadre des distributions obtenues sur des empilements High- κ .



Figure 3.12: Résultats de mise à l'échelle en tension pour 3,9V de la distribution de Weibull obtenue sur SiON à 3,7V (a). Une transformation identique à été appliquée sur la courbe bimodale obtenue à 4,5V pour la remettre à l'échelle à 4,7V (b). Dans ce cas, la courbe remise à l'échelle (courbe rouge) ne reproduit pas correctement la courbe expérimentale.

Comme l'on voit sur la figure 3.12, les distributions bimodales ne peuvent pas se superposer par translation selon l'axe des temps contrairement au cas des distributions de Weibull. Sur la figure 3.13 sont tracées grâce aux équations 3.6 et 3.7, les asymptotes des hauts et bas percentiles pour quatre tensions de stress différentes : 4,7V, 4,5V, 4V et 3,5V en utilisant le modèle d'accélération en 1/E. Les asymptotes rouges ont été extraites à partir des distributions expérimentales obtenues à 4,7V et 4,5V puis les asymptotes grises ont été extrapolées pour des tensions de 4V et 3,5V pour lesquelles nous n'avons pas réalisé les mesures. Ces asymptotes grises représentent les hauts et bas percentiles des distributions théoriques à 4 et 3,5V, et permettent de clairement visualiser le point de rupture de pentes des distributions. Il apparaît nettement que les quatre points d'intersection des asymptotes sont alignés selon une droite (trait bleu) dans l'échelle de Weibull. La forme des distributions statistiques étant indépendante de la tension de stress, il est possible d'extraire une translation selon cette droite permettant de faire des extrapolations en tension en supposant la loi d'accélération valable pour toutes les tensions.



Figure 3.13 : Distributions expérimentales obtenues sur l'empilement HfSiON 1,7nm/SiON 1,4nm pour 4,7 et 4,5V. Les asymptotes des hauts percentiles et des bas percentiles sont également tracées pour 4,7 ; 4,5 ; 4,0 et 3,7V. Les points d'intersection des asymptotes s'alignent tous selon une même droite représentée en bleu.

Pour une tension V donnée, le point d'intersection des asymptotes M a pour coordonnées :

$$M = \left\{ \ln(\tau_{HK}); \beta_{IL} \ln\left(\frac{\tau_{HK}}{\tau_{IL}}\right) \right\}$$
3.8

Il est alors possible de reproduire, à partir d'une distribution à une tension V, la distribution à la tension V' grâce au changement de coordonnées suivant :

$$\begin{cases} \ln(t') = \ln(t) + \ln\left(\frac{\tau_{HK}'}{\tau_{HK}}\right) \\ W' = W + \beta_{IL} \ln\left(\frac{\tau_{IL}\tau_{HK}'}{\tau_{IL}'\tau_{HK}}\right) \end{cases}$$
3.9

Dans la transformation 3.9, le prime fait référence aux paramètres de la distribution à la tension V'. Grâce aux équations 3.9 le point M est translaté au point M' de coordonnées :

$$M' = \left\{ \ln(\tau_{HK}'); \beta_{IL} \ln\left(\frac{\tau_{HK}'}{\tau_{IL}'}\right) \right\}$$
 3.10

Le changement de coordonnées a été appliqué sur les distributions expérimentales pour tracer la statistique à 4,7V à partir de celle obtenue à 4,5V. La distribution remise à l'échelle pour 4,7V représentée dans la figure 3.14, reproduit parfaitement la vraie distribution mesurée à 4,7V. Cela permet de valider la loi d'échelle en tension présentée dans ce paragraphe.



Figure 3.14 : Résultat de la mise à l'échelle à 4,7V de la distribution expérimentale obtenue à 4,5V (courbe rouge). La distribution expérimentale obtenue à 4,7V est également représentée (■).

Après avoir vérifié la validité du modèle, celui-ci peut être utilisé dans le but d'extrapoler la durée de vie des oxydes de grille High- κ à la tension et la surface de test voulues. On peut étendre cette approche pour tenir compte de la mise en échelle en surface. Pour extrapoler à une surface S' à partir d'une surface S l'équation 3.9 devient :

$$\begin{cases} \ln(t') = \ln(t) + \ln\left(\frac{\tau_{HK}'}{\tau_{HK}}\right) \\ W' = W + \ln\left(\frac{S'}{S}\right) + \beta_{IL} \ln\left(\frac{\tau_{IL}\tau_{HK}'}{\tau_{IL}'\tau_{HK}}\right) \end{cases}$$

$$(3.11)$$

Le prime fait référence à la surface et la tension d'extrapolation. Le point d'intersection M' des asymptotes dans les conditions d'extrapolation à pour coordonnées :

$$M^{\prime\prime} = \left\{ \ln(\tau_{HK}^{\prime}); \beta_{IL} \ln\left(\frac{\tau_{HK}^{\prime}}{\tau_{IL}^{\prime}}\right) + \ln\left(\frac{S^{\prime}}{S}\right) \right\}$$
3.12

En connaissant la position du point M", il devient aisé de déterminer la durée de vie (TTF) pour une proportion de défaillances Fd donnée, par exemple Fd =10⁻⁶, correspondant à $WF = \ln(-\ln(1 - Fd) \approx -13)$. Cette durée de vie est déterminée par l'intersection entre la distribution bimodale extrapolée et la droite W=WF. Si l'ordonnée du point M" donnée dans l'équation 3.12 est supérieure à WF alors l'extrapolation de la durée vie peut être faite en utilisant l'asymptote des bas percentiles de pente $\beta_{IL} + \beta_{HK}$. En revanche, si l'ordonnée de M" est inférieure à WF, il faut déterminer la durée de vie à partir de l'asymptote des hauts percentiles de pente β_{IL} . Ceci est illustré dans la figure 3.15 où l'on réalise l'extrapolation de la durée de vie pour une tension d'utilisation de 1,2V et un taux de défaillance de 10⁻⁶ pour deux surfaces différentes. Pour une surface de test égale à la surface de la pointe AFM, le point d'intersection M' est en dessous de la droite à WF et il faut utiliser les hauts

percentiles pour prédire la durée de vie tandis que pour une surface de $1\mu m^2$, le point M'' se situe au-dessus de la droite WF en raison de l'ajout du terme en ln(S'/S). Dans ce cas, il faut extrapoler à partir de l'asymptote des bas percentiles pour extrapoler la durée de vie. On extrait ainsi la durée de vie d'un dispositif de $1\mu m^2$, à 1,2V (TTF) égale à 4.10⁶ u.a.



Figure 3.15 : Extrapolation de la durée de vie de l'empilement High-κ à 1,2V pour une surface de grille de 5nm² et 1µm² à partir d'une distribution expérimentale obtenue par C-AFM à 4,5V grâce aux transformations (3.11 et 3.13). La TTF d'un dispositif de 1µm² @ 1,2V est extrapolée à partir de l'asymptote des bas percentiles.

3.4. Charges piégées lors d'un stress en tension

3.4.1. Analyse par ajustement multi-varié

Comme il a été décrit précédemment (Fig.3.9), le courant enregistré sur l'échantillon bicouche présente une augmentation progressive au cours du temps qui peut être expliquée par le piégeage de charges. Afin de quantifier l'effet de ces charges piégées, nous supposerons dans un premier temps, pour simplifier, que ces charges sont réparties selon une densité surfacique totale de charge σ localisée, à l'interface SiON/HfSiON. Comme l'interface est chargée la relation de continuité du champ de déplacement n'est plus valable et selon le théorème de Gauss on a :

$$\varepsilon_{HK}E_{HK} = \varepsilon_{IL}E_{IL} + \sigma \tag{3.13}$$

Les relations 3.5 deviennent alors :

$$V_{IL} = \left[\frac{d_{IL}\varepsilon_{HK}}{d_{IL}\varepsilon_{HK} + d_{HK}\varepsilon_{IL}}\right]V + \left[\frac{\sigma}{\varepsilon_{HK}/d_{HK} + \varepsilon_{IL}/d_{IL}}\right]$$

$$V_{HK} = \left[\frac{d_{HK}\varepsilon_{IL}}{d_{IL}\varepsilon_{HK} + d_{HK}\varepsilon_{IL}}\right]V - \left[\frac{\sigma}{\varepsilon_{HK}/d_{HK} + \varepsilon_{IL}/d_{IL}}\right]$$
3.14

On remarque que pour une densité de charges piégées σ positive la tension aux bornes de la couche interfaciale est augmentée de la quantité $\delta V_{SION} = \left[\frac{\sigma}{\epsilon_{HK}/d_{HK} + \epsilon_{IL}/d_{IL}}\right]$. Les distributions expérimentales de la figure 3.10 ont ainsi été ajustées en intégrant σ comme nouveau paramètre. Lorsque σ est fixé à 0, on retrouve les paramètres du tableau 3.2. Lorsque l'on augmente la densité de charge supposée, les paramètres $\ln(\tau_{01})$ et n₁ sont ajustés. Par exemple lorsque σ atteint 5.3·10⁻⁶ C·cm⁻², $\delta V_{SION} = 0.42V$ s'ajoute à la chute de potentiel dans le SiON et les valeurs de $\ln(\tau_{01})$ et n₁ sont identiques à celles du tableau 3.1. Ceci correspond à une densité effective totale de charges positives piégées à l'interface de 3.3·10¹³ cm⁻². Cette densité de charge piégée peut paraître élevée par rapport aux valeurs présentées dans la littérature, Samavedam et al. [10] observent par exemple une saturation du niveau des charges piégées autour de 10¹² cm⁻² pour les échantillons à base d'HfO₂. Cet écart de presqu'une décade peut venir du fait que les champs électriques appliqués lors de notre étude (1,5 GV/m) sont plus élevés que les champs appliqués lors des tests sur les dispositifs habituels. De plus, les échantillons High- κ n'ont pas subi tous les procédés d'optimisation des dispositifs avec la grille réalisée.

3.4.2. Analyse par Microscopie à Force Electrostatique (EFM)

Dans le but de confirmer la présence de charges à l'interface, nous avons profité de la polyvalence de l'AFM en réalisant une analyse du potentiel de surface sur l'échantillon HfSiON/SiON après un stress en tension. La microscopie à force électrostatique (EFM), qui permet de détecter des variations de forces électrostatiques, est décrite en détail dans le chapitre 2 (§2.4.4).

Sur la figure 3.16.a, on peut observer que le potentiel de surface mesurée en absence de stress est différent de zéro. C'est la différence des travaux de sortie entre la pointe AFM et l'échantillon qui est responsable de ce décalage. On remarque également que la courbe d'amplitude mesurée sur l'oxyde de grille chargé révèle une faible variation du potentiel de surface par rapport à l'oxyde non chargé provenant du potentiel additionnel créé par les charges piégées. Cependant, les pointes diamants ayant un faible facteur de qualité, les pics de résonance élargis ne permettent pas une bonne détection de la variation. De plus, ces pointes ayant un rayon de courbure plus grand que les pointes habituellement utilisés pour l'EFM, en plus de la zone chargée, une large surface autour de la zone de



Figure 3.16: Amplitudes d'oscillation mesurées à une fréquence fixe en fonction de la tension appliquée avec une pointe diamant conductrice, à 50 nm au-dessus d'un oxyde non chargé et d'un oxyde chargé par stress à 4,7V (a). Comparaison des résultats obtenus au-dessus d'un oxyde non chargé avec une pointe diamant (la courbe obtenue pour la pointe diamant a été multiplié par 7 ou une pointe PtIr (b). La pointe PtIr permet de faire des mesures EFM avec une meilleure précision.

charge restée intact contribue au potentiel de surface mesuré. Cela a pour effet de masquer le décalage de la courbe d'amplitude provoqué par la présence des charges piégées.

L'étude a été poursuivie en utilisant des pointes Iridium-Platine (IrPt) qui possèdent un facteur de qualité élevé (40 000) et un rayon de courbure plus faible que les pointes diamant. A titre de comparaison, les résultats obtenus sur l'empilement non stressé et stressé avec les deux types de pointes sont montrés en figure 3.16.b. On peut voir que les profils enregistrés avec les pointes IrPt présentent des pics de résonnance plus étroits et permettent d'avoir une meilleure sensibilité.



Figure 3.17 : Amplitudes d'oscillation mesurées à une fréquence fixe en fonction de la tension appliquée avec une pointe IrPt, à 50 nm au-dessus d'un oxyde non chargé et d'un oxyde chargé par stress à 4,7V pendant 10s. Pour les deux conditions deux courbes sont représentées. Pour l'oxyde non chargée la reproductibilité est bonne. Pour l'oxyde chargé, le nombre de charges injectées peut varier entre deux mesures.

La figure 3.17 met en évidence les résultats obtenus avec les pointes IrPt. Sur cette figure, deux courbes correspondante à l'oxyde non stressé obtenues à deux positions différentes ont été tracées en noir et en gris. Leur superposition montre la bonne reproductibilité des mesures par EFM. Deux mesures effectuées sur l'oxyde ayant vu une tension de 4,7V pendant 10 secondes sont également représentées. Les potentiels de surface après stress, extraites à partir des profils de la figure 3.18 sont égales à 0,72 et 0,64V. Cette différence de potentiel peut provenir d'un nombre différent de charges injectées dans l'oxyde lors du stress.

La variation du potentiel de surface observée étant directement reliée à la charge totale injectée, il est possible comme décrit dans [11, 12], de calculer la densité effective totale de charges piégées à l'interface des deux matériaux. Le modèle décrit dans le paragraphe 2.4.4.2 a été appliqué aux résultats expérimentaux présentés dans la figure 3.18. En supposant que les charges sont réparties dans un disque de 5nm de rayon, les densités de charges effectives piégées extraites sont égales à $3.7 \cdot 10^{13}$ cm⁻² et $3,3 \cdot 10^{13}$ cm⁻² respectivement pour les deux décalages de potentiel de surface mesurés. On peut remarquer que cette valeur est très proche de la valeur extraite par ajustement ($3.3.10^{13}$ cm⁻²).

3.5. Conclusion

Grâce à la faible surface de contact entre la pointe et l'échantillon, il a été possible d'effectuer des tests de durée de vie sur la structure d'oxyde de grille High-κ et sur la couche interfaciale seule. La comparaison des résultats des TDDB à permis de montrer expérimentalement que la couche interfaciale gouverne la fiabilité de l'empilement NMOS HK/IL du nœud 28nm au niveau des temps de claquage les plus longs. Ainsi, les hauts percentiles des distributions bimodales partagent les mêmes paramètres de forme et d'échelle que les distributions de la couche interfaciale seule. Il s'agit de la première preuve expérimentale que la probabilité de claquage des empilements de grille High-κ est gouvernée par la fiabilité des deux couches qui les composent. A partir des paramètres extraits pour l'oxyde de grille IL/High-κ, une loi d'extrapolation de la durée de vie en tension et en surface a été déduite permettant de prédire la statistique de défaillance à l'échelle du dispositif. Les caractéristiques l(t) de l'échantillon bicouche semblent montrer un chargement progressif de l'oxyde. Il a aussi été possible de déterminer par microscopie à force électrostatique la présence d'une densité de charges piégées de l'ordre de 10^{13} cm⁻², et d'expliquer grâce à cette densité, la faible différence du paramètre d'échelle extrait entre la couche interfaciale seule et les hauts percentiles de l'oxyde High-κ.

Bibliographie du Chapitre 3

- P. Delcroix, «Etude à l'échelle nanomètrique par sonde locale de la fiabilité de diélectriques minces pour l'intégration dans les composants microélectroniques futurs,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2012.
- [2] K. Shubhakar, N. Raghavan, S. Kushvaha, M. Bosmanc, Z. Wang, S. O'Shea et K. Pey, «Impact of local structural and electrical properties of grain boundaries in polycrystalline HfO2 on reliability of SiOx interfacial layer,» *Microelectronics Reliability*, vol. 54, p. 1712–1717, 2014.
- [3] K. S. Yew, D. S. Ang et G. Bersuker, «Bimodal Weibull Distribution of Metal High-k Gate Stack TDDB—Insights by Scanning Tunneling Microscopy,» *Electron Device Letters, IEEE*, vol. 33, pp. 146,148, Feb. 2012.
- [4] K. Shubhakar, K. Pey, N. Raghavan, S. Kushvaha, M. Bosman, Z. Wang et S. O'Shea, «Study of preferential localized degradation and breakdown of HfO2/SiOx dielectric stacks at grain boundary sites of polycrystalline,» *Microelectronic Engineering*, vol. 109, pp. 364,369, Sep. 2013.
- [5] N. Raghavan, K. L. Pey, K. Shubhakar et M. ". Bosman, «Modified Percolation Model for Polycrystalline High-k Gate Stack With Grain Boundary Defects,» *Elec. Dev. Let.*, vol. 32, pp. 77,80, Jan. 2011.
- [6] K. Shubhakar, N. Raghavan et K. L. Pey, «Nanoscopic study of HfO2 based HK dielectric stacks and its failure analysis,» *Int. J. Mater. Science and Engineering*, vol. 2, pp. 81,86, Dec. 2014.
- [7] M. Gros-Jean, «Etude des procédés de dépôt et caractérisation de couches minces d'oxydes à forte permittivité diélectrique.,» Habilité à diriger des thèses, Université de Grenoble, France, 2012.
- [8] G. Bersuker, P. Zeitzoff, G. Brown et H. Huff, «Dielectrics for future transistors,» *Materials Today*, vol. 7, pp. 26,33, Jan. 2004.
- [9] X. Garros, «Caractérisation et modélisation de l'oxyde d'hafnium comme alternative à la silice pour les futures technologies CMOS submicroniques,» Thèse de Doctorat de l'Université d'Aix Marseille 1, Aix-en-Provence, France, 2004.
- [10] S. Samavedam, C. Hobbs, S. Kalpat et al., «Issues in Implementing Hf-based Dielectrics,» 6th Annual Topical Research Conference on Reliability, SEMATECH, vol. Session n°2, 2003.
- [11] R. Dianoux, «Injection et détection de charges dans des nanostructures semiconductrices par Microscopie à Force Atomique,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2004.

[12] M. Gordon et T. Baron, «Amplitude-mode electrostatic force microscopy in UHV: Quantification of nanocrystal charge storage,» *Phys. Rev. B*, vol. 72, pp. 165420,165420-14, Oct. 2005.

4. Effet d'un pré-stress en tension sur la fiabilité des oxydes de grille simple couche et bicouche

4.1. Phénomènes de décharges électrostatiques sur les composants électroniques dans le milieu industriel

4.1.1. Génération de charges dans les composants électroniques

Dans l'environnement de fabrication des circuits intégrés, les puces électroniques ont de nombreuses occasions d'accumuler des charges électriques non désirées. Ces chargements ont généralement pour origine [1]:

- la triboélectrification, lorsque la puce est mise au contact d'un matériau de nature différente puis séparée, comme lors d'un frottement. C'est par ce phénomène qu'un opérateur peut, en marchant, accumuler des charges électrostatiques par le simple frottement de ses chaussures sur le sol, ou qu'un composant électronique peut se charger en glissant dans une barrette en plastique utilisée pour son transport.
- l'induction, lorsque la puce est placée à proximité d'un objet chargé. Le champ électrique émis par ce deuxième objet sépare les charges dans la puce sans en perturber la neutralité. Si celle-ci est ensuite momentanément reliée à la masse, elle lui cède une partie de ses charges. Lorsque la puce est déconnectée de la masse, elle devient donc chargée. C'est ainsi qu'un circuit intégré peut accumuler des charges électrostatiques en étant manipulé à proximité d'un moniteur chargé, puisque l'opérateur qui le manipule ainsi que la surface de travail sur laquelle il est déposé sont en général reliés la masse. Cette situation est aujourd'hui très fréquente car les environnements de travail sont de plus en plus automatisés.
- Lors des traitements par plasma, les ions et électrons de l'environnement sont accélérés par un champ électrique sur la surface du wafer. Les ions accélérés vont alors graver physiquement les couches de matériaux ou participer aux réactions chimiques qui se déroulent à la surface des couches. Cependant, lors de ces étapes, une dégradation des oxydes de grille des dispositifs MOS à été détecté et principalement attribuée à un chargement électrique de l'oxyde.

4.1.2. Décharges électrostatiques dans les composants électroniques

Une fois chargés, les dispositifs sont susceptibles de déclencher une décharge électrostatique (ESD) lors du transfert des charges piégées vers un objet conducteur jouant le rôle de masse virtuelle. Dans le cas d'un opérateur chargé, le transfert de charges peut s'effectuer de l'individu vers le composant. La durée de ces ESD est très faible, généralement estimée à quelques centaines de nanosecondes [2]. L'énergie délivrée lors du transfert de charges constitue une cause principale de défaillance des circuits intégrés. L'afflux d'électrons peut être responsable de la diffusion du métal des contacts dans les matériaux semi-conducteurs. Concernant les oxydes de grille, les effets peuvent aller de la création de défauts latents à la destruction du dispositif [3]. Un événement ESD étant toujours accompagné de la présence d'un fort champ électrique, celui-ci peut être la cause du piégeage de charges et du claquage électrique des oxydes fins dans les technologies CMOS [4]. Les décharges électrostatiques affectent sensiblement la fiabilité des circuits intégrés (Fig.4.1).



Figure 4.1 : Image par Microscopie électronique à balayage d'un claquage diélectrique destructeur déclenché sur l'oxyde de grille par un événement ESD [4].

Afin d'optimiser les protections contre les décharges électrostatiques et de pouvoir les adapter aux futurs nœuds technologiques, il est nécessaire de comprendre les mécanismes de dégradation des phénomènes d'ESD. Dans le paragraphe suivant nous allons voir les méthodes mises en place pour caractériser ces phénomènes.

4.2. Etude de l'impact des décharges électrostatiques sur des dispositifs

Afin de définir une mesure de la robustesse ESD c'est-à-dire son niveau de défaillance ESD, différentes techniques ont été développées. Ces méthodes tentent de reproduire les différentes formes d'ondes en courant générées lors des événements ESD (Human Body Model, Charge Device Model) en reproduisant la charge et la décharge des composants. Cependant, ces tests sont destructifs, par conséquent ils n'apportent pas d'information sur la compréhension du

comportement de la structure de protection. Afin de caractériser physiquement les événements ESD et les phénomènes de dégradation qu'ils induisent, de nouvelles méthodes ont été élaborées. Ces dernières reposent sur la génération de pulses d'énergie et de durée contrôlées afin de reproduire au mieux les décharges électrostatiques. Il est alors possible d'adopter différents points de vue afin d'étudier la fiabilité des oxydes de grille soumis à une impulsion. Dans la suite de ce chapitre, deux approches seront abordées :

- La réalisation de distributions statistiques des temps au claquage à l'échelle de temps des événements ESD
- L'étude de distributions statistiques des t_{BD} après l'application d'une impulsion.

4.2.1. Distributions statistiques des t_{BD} à l'échelle de temps des événements ESD

La réalisation de protections adaptées contre les évènements ESD nécessite notamment la connaissance de la probabilité de claquage au cours d'une décharge électrostatique. Afin d'identifier le modèle décrivant cette statistique, il est possible de mesurer le temps au claquage de l'oxyde lors de l'impulsion. Pour cela, une impulsion de durée et de tension fixée est déclenchée à chaque mesure, la différence de potentiel et le courant au niveau de la grille sont mesurés lorsque l'échantillon ressent l'impulsion, comme montré dans la figure 4.2.a. Le claquage diélectrique est alors détecté lors de l'élévation subite du courant qui s'accompagne d'une chute de tension. La réalisation de distributions cumulées de temps au claquage pour différentes tensions de décharge [5] a révélé que le caractère Weibullien des distributions était conservé pour les échelles de temps de la centaine de nanosecondes correspondant aux durées usuelles des ESD [6].



Figure 4.2: Forme d'onde en tension ressentie au niveau de l'oxyde de grille lors d'une impulsion de 100ns. Le claquage diélectrique est détecté durant l'impulsion grâce à la mesure du courant à travers l'oxyde de grille (a). Distributions des temps au claquage dans la gamme de temps des ESD (b) [5].
De plus, la modélisation de l'évolution du temps t_{63%} mesuré pour W=0 en fonction de la tension a montré que la loi d'accélération de puissance pouvait être étendue aux temps très courts pour extrapoler la durée de vie selon la tension de l'impulsion. La statistique des temps de claquage lors d'un événement ESD est donc similaire à celle obtenue lors de mesures CVS classiques. Dans ces études, les décharges provoquent le claquage diélectrique de l'oxyde avec un temps au claquage inférieur à la durée du pulse. Les impulsions sont donc destructrices.

Cependant, afin de mieux comprendre les phénomènes de dégradation menant à la rupture, il est intéressant de s'intéresser à la fiabilité de l'oxyde après application d'une décharge non destructive.

4.2.2. Effet de pré-stress sur la fiabilité des oxydes de grille

Les décharges électrostatiques, de manière similaire aux stress à tension constante sont capables de mener au claquage diélectrique. Les impulsions déclenchées sont donc à l'origine de dégradations dans l'oxyde. Ainsi, même en cas d'évènements d'ESD non destructifs, des dégradations peuvent être générées, fragilisant ainsi la fiabilité de l'oxyde de grille. Afin d'identifier les phénomènes initiés dans l'oxyde par une impulsion, des études se sont intéressées aux probabilités de défaillance faisant suite à une décharge sur des dispositifs micrométriques [7, 8, 9]. Chaque mesure de t_{BD} est réalisée par un test CVS classique sur un échantillon ayant subi une impulsion pré-stress. La figure 4.3 montre un exemple de distributions cumulées des t_{BD} enregistrées à 3V sur des dispositifs de 1,2 μ m² non stressés, et ayant été soumis à un pré-stress de 10 μ s à 4V [7].



Figure 4.3 : Comparaison des distributions cumulées t_{BD} obtenues à 3V pour des oxydes de 1,5nm non stressés et stressés avec une impulsion de 10µs à 4V avec une surface de test de 1,2µm² [7].

La comparaison des distributions de la figure 4.3 révèle l'effet du pré-stress sur la fiabilité de l'oxyde de grille. On peut voir que les décharges entraînent une diminution de la pente de Weibull. Les auteurs [7] interprètent cette réduction des t_{BD}, très prononcée pour les bas percentiles, par le caractère cumulatif du claquage diélectrique. Le pré-stress consommerait une fraction de la durée de vie du dispositif, ce qui peut être vu au niveau de la distribution comme le retrait d'un temps constant pour chacun des points de la distribution. Les abscisses étant en ln(t), le retrait d'un temps

consommé t_c va grandement affecter les t_{BD} les plus courts donc les bas percentiles tandis qu'il sera négligeable devant les t_{BD} les plus long.

Une étude similaire a été réalisée mais en s'intéressant cette fois aux probabilités cumulées de tension de claquage V_{BD} [10]. Les auteurs ont soumis des capacités NMOS avec un oxyde de grille de 7nm d'épaisseur à des impulsions de 1,3 à 5 secondes, ainsi qu'a des séries d'impulsion de 100ns (Fig.4.4). Les distributions de défaillance enregistrées mettent également en évidence la diminution de la pente de Weibull.



Figure 4.4 : Comparaison des distributions cumulées V_{BD} obtenues à 3V pour des oxydes de 7nm non stressés et stressés avec une impulsion de 10μs à 4V avec une surface de test de 1,2μm² [10].

En se basant sur des mesures de capacité en fonction la tension ainsi que des mesures I(V), les auteurs ont conclu que les pré-stress favorisait le piégeage de charge dans l'oxyde ainsi qu'à l'interface Si/SiO_2 [10].

En conclusion, il a été montré à l'échelle du dispositif que les propriétés principales du claquage diélectrique (pente de Weibull et facteur d'accélération) extraites pour les temps habituels des mesures TDDB sont conservées à l'échelle de temps des décharges ESD. En revanche, à cette échelle les décharges ESD non destructrices semblent affecter légèrement la fiabilité des oxydes.

4.3. Effet de pré-stress sur la fiabilité des oxydes à l'échelle locale

Comme il a été montré dans le chapitre 3, le C-AFM s'est révélé être un outil remarquable pour étudier à l'échelle locale le claquage diélectrique dans les oxydes ultra fins. De plus, à l'échelle nanométrique, grâce à la loi d'échelle en surface, le champ de claquage des oxydes de grille est suffisamment élevé [11] pour mesurer l'effet de pré-stress non destructifs mais beaucoup plus intenses que sur les dispositifs. Nous allons donc étudier l'impact de pré-stress non destructif sur la fiabilité des oxydes de grille. Dans ce chapitre, l'effet d'un pré-stress sur la fiabilité d'un oxyde de grille a été caractérisé en réalisant des distributions cumulées de tension de claquage par RVS ou de temps au claquage par CVS sur des oxydes, soumis au préalable à une impulsion en tension. Pour chaque mesure de V_{BD} ou de t_{BD} , la pointe est arrêtée sur l'échantillon, une impulsion est déclenchée puis l'on réalise un RVS ou un CVS jusqu'à ce que le claquage diélectrique soit détecté. Un exemple d'impulsion mesurée directement à la sortie de générateur est montré dans la figure 4.5. On peut voir que les temps de montée et de descente de 40ns sont négligeables face à la durée de l'impulsion. De plus, on peut observer que la décharge présente un léger overshoot de quatre pourcents par rapport à la tension de pré-stress.



Figure 4.5 : Impulsion de 10µS à 5V générée grâce à un générateur de fonction et transmise sur la pointe AFM pour créer un pré-stress sur l'oxyde. L'impulsion a un temps de monté de 40ns et présente un overshoot de 4%.

4.4. Effet d'un pré-stress sur les caractéristiques électriques de la couche interfaciale

L'étude d'un pré-stress sur un oxyde de grille simple couche possède un intérêt particulier en raison de la simplicité de la distribution statistique de Weibull. Il a été montré qu'à l'échelle microscopique, des impulsions déclenchées avant le test de temps au claquage pouvaient entraîner une faible diminution de la pente de Weibull et modifier ainsi le temps de vie du dispositif. En revanche, aucune extrapolation n'a été réalisée permettant d'anticiper la réduction du temps de vie en fonction des caractéristiques du pré-stress.

Dans cette partie, nous nous intéressons à la caractérisation électrique, notamment en terme de fiabilité de l'oxyde de grille simple couche composé d'une couche de SiON de 1,4nm soumis à des pré-stress d'intensité et de durée variables.

4.4.1. Validation du système générateur d'impulsion et caractérisation électrique de l'oxyde après pré-stress

4.4.1.1. Application de pulses positifs

La figure 4.6.a montre des exemples de caractéristiques I(V) mesurées sur un oxyde non stressé et sur un oxyde stressé par un pré-stress de 100µs à 5V. Dans le cas de l'oxyde non stressé (courbes noires) le courant augmente brusquement lorsque la rampe en tension atteint la tension de claquage. Les tensions de claquage semblent toutes se regrouper sur une gamme de 0,5V. Les caractéristiques I(V) en bleu ne sont pas caractéristiques d'un oxyde défaillant, l'impulsion n'a pas déclenché de rupture diélectrique dans l'oxyde. En revanche, les tensions de claquage obtenues après le pré-stress semblent réduites et plus dispersées qu'en absence de pré-stress. De plus, il apparaît que le pré-stress semble responsable des larges fluctuations en courant précédant le claquage.



Figure 4.6 : Caractéristiques I(V) obtenues par C-AFM sur un échantillon de SiON 1,4nm avant stress (noir) et après un pré-stress à 5V pendant 100µs (bleu) (à gauche) et après un stress à 4V pendant 10ms (à droite).

La figure 4.6.b montre le courant de fuite mesuré sur un point non stressé (courbe noire) et sur un point stressé par un pré-stress de 4V et 10ms. Pour de tel pré-stress, les caractéristiques I(V) en échelle linéaire ne présentent pas de grandes différences par rapport aux cas non stressé (non représenté). En revanche, un zoom sur le courant tunnel révèle que le pré-stress induit un courant de fuite plus élevé qu'à travers l'oxyde non stressé, comme relevé dans [4, 10]. Cette conduction peut être assimilée à un courant de type SILC.

Afin d'étudier l'origine de cette augmentation du courant de fuite et tester la validité du système de pulse, nous avons reproduit la mesure du courant de fuite après un pré-stress de 10ms à 4V en retardant la mesure de courant de 10 secondes après l'application de l'impulsion. Le résultat de cette

mesure est présenté en rouge dans la figure 4.7. On peut voir que malgré le délai imposé entre l'application du pré-stress et la mesure I (V), on observe la même élévation de courant de fuite que dans le cas où les deux étapes sont effectuées à la suite. Ce résultat montre que l'effet du pré-stress dans le diélectrique est permanent.



Figure 4.7 : Caractéristiques I(V) mesurées immédiatement après un pré-stress de 4V et 10ms (courbe bleue) ou avec un délai de 10sec après un pré-stress de 4V et 10ms (-o-). La dernière courbe est réalisée avec un plus faible nombre de mesures ce qui explique la différence de fluctuations entres (-o-) et (--).

De nombreuses études [12, 13, 14] ont montré l'apparition de bosses topographiques aux lieux où la pointe AFM est arrêtée lors d'un test de TDDB, il a donc été intéressant de réaliser une cartographie de la surface de l'oxyde après l'application de pré-stress. La topographie mesurée en mode contact avec une pointe diamant est présentée dans la figure 4.8, l'oxyde ayant, au préalable été stressé aux niveaux des flèches avec des impulsions de 5V durant 1000, 100 et 50µs et 4V pendant 100 et 50ms respectivement de bas en haut (2,85 et 3,57 V/nm). Aucune modification topographique à la surface de l'oxyde ne semble apparue aux endroits où les pré-stress ont été effectués.



Figure 4.8 : Topographie de la couche interfaciale SiON 1,4nm soumise à 5 pré-stress (▼) mesurée par AFM en mode contact avec une pointe diamant (à gauche). Cartographie en courant obtenue sur le même échantillon en appliquant une tension de 2V (à droite). De bas en haut les triangles correspondent à des pré-stress de 5V, 1000, 100 et 50µs et 4V, 100 et 50 ms.

La figure 4.8 montre également une cartographie en courant enregistrée en appliquant une tension de mesure de 2V sur le même échantillon. Les spots blancs révèlent une valeur du courant de fuite supérieur à 1nA localisée au niveau des points de pré-stress. Les pré-stress sont donc à l'origine de dégradations au sein de l'oxyde. Il est à noter que la surface des spots est croissante avec l'intensité et la durée des impulsions.



Figure 4.9 : Cartographie en courant de la figure 4.8 représentée en 3D. Le relief selon l'axe z traduit de manière relative la valeur du courant de fuite mesuré.

La figure 4.9 montre la cartographie en courant de la figure 4.8 représentée en 3 dimensions dans laquelle la valeur du courant de fuite est représentée selon l'axe Z. On observe clairement une augmentation localisée du courant tunnel au niveau du point d'application des pulses. Cette cartographie est mesurée après application de tous les pulses, le courant de fuite est donc sondé plusieurs minutes après l'application du pulse. Ces résultats confirment donc la persistance des dégradations engendrées par l'application des pré-stress.

4.4.1.2. Application de pulses négatifs

Dans cette thèse, nous avons principalement travaillé en condition d'inversion sur le NMOS, c'est-àdire en appliquant une tension positive sur la pointe AFM. Ainsi, la partie précédente présente les caractérisations électriques d'un oxyde SiON après application d'un pré-stress positif. Dans ce paragraphe nous allons étudier l'effet d'un pré-stress négatif.

La figure 4.10 compare le courant de fuite mesuré après application d'un pulse de 10ms avec une amplitude de 4V (courbe bleue) ou une amplitude de -4V (courbe rouge). Les caractéristiques sont obtenues en appliquant après le pré-stress une tension positive au niveau de la pointe. On observe un courant SILC beaucoup plus important dans le cas d'un pré-stress négatif (courbe rouge) que dans le cas du pré-stress positif (courbe bleue). En effet, après un stress en tension négative, le courant de fuite est supérieur à 0,1nA pour des tensions proches de 1V, tandis qu'il faut des tensions supérieures à deux volts pour atteindre cette valeur après un stress en tension positive. Cette courbe

I(V) peut être assimilée à une caractéristique de « soft breakdown ». La dégradation apportée par le pré-stress semble donc beaucoup plus importante dans le cas d'une tension négative que dans le cas d'une tension positive.



Figure 4.10 : Caractéristique I(V) mesurée après application d'un pré-stress en tension positive (bleue) ou négative (---). Les caractéristiques sont mesurées en appliquant une tension positive sur la pointe.

Les précédents travaux [15] menés sur le SiON à l'aide de pointes similaires à celles utilisés durant cette thèse ont permis d'extraire une valeur de tension de bandes plates de ~-0,5V. Lors de l'application d'un pulse en tension négative, la chute de potentiel vu par l'oxyde serait plus grande en valeur absolue que pour un pulse en tension positive. Cette différence pourrait expliquer l'impact plus important relevé pour les pré-stress en tensions négatives.

4.4.2. Effet d'un pré-stress sur les distributions cumulées de TDDB

Les caractérisations électriques préliminaires de l'échantillon de SiON ont révélé l'apparition de fragilités au sein de l'oxyde suite à l'application de pré-stress non destructifs. Dans cette partie nous allons étudier en quoi ces dommages peuvent influencer la statistique de défaillance de l'oxyde de grille. La figure 4.11 présente les distributions statistiques des t_{BD} obtenues à 3,7V sur la couche nonstressée et stressée avec des impulsions de 10ms à 4V. La statistique menée sur la couche d'oxyde soumise aux impulsions montre qu'une grande proportion de la distribution suit une loi de Weibull. On peut néanmoins noter que quelques points des bas percentiles (entre 2 et 3sec) perturbent légèrement le caractère Weibullien. Cependant, ces points sont moins significatifs pour un échantillonnage modéré comme celui-ci. On peut néanmoins observer que le pré-stress induit une transformation de la distribution qui se traduit par une réduction de la pente de Weibull ainsi que du temps de claquage le plus probable $t_{63\%}$. Chapitre 4



Figure 4.11 : Distributions cumulées des TDDB obtenues à 3,7V par C-AFM sur SiON (1,4nm) non stressé (□) et après un pré-stress de 4V pendant 10ms (○). Les courbes ont été ajustées à l'aide de l'équation 1.23 en ne modifiant que le paramètre de forme β entre les deux courbes (droites rouges).

4.4.3. Equivalence entre les distributions cumulées de TDDB et de V_{BD}

Les travaux de Berman [16] et Kerber [17] montrent qu'il existe une équivalence entre les distributions cumulées de temps au claquage, obtenues grâce aux tests CVS et les distributions de tensions de claquage obtenues par RVS. Cette relation se base sur la définition du facteur d'accélération dans le modèle en puissance.



Figure 4.12 : Distributions cumulées des TDDB pour quatre tensions de stress différentes (Chapitre 3) (a). Valeurs de t_{63%} extraites en fonction des tensions de stress. La courbe rouge est l'ajustement des données expérimentales suivant log(t_{63%}) = const – n.log(V) (b).

Comme on peut le voir sur la figure 4.12.b qui représente les $t_{63\%}$ expérimentaux extraits des distributions du SiON (couche IL) du chapitre 3 (Fig.4.12.a) en fonction de la tension de stress dans une échelle log-log, le facteur d'accélération est donnée par la relation :

$$n_{IL} = \frac{\log(t_2) - \log(t_1)}{\log(V_1) - \log(V_2)}$$
Soit $t_1 V_1^{n_{IL}} = t_2 V_2^{n_{IL}}$ 4.1

Dans le chapitre 3, nous avons extrait un facteur d'accélération égale à 32,3. A partir de l'équation 4.1, Kerber propose une équivalence entre un stress RVS de pas Δt et un stress CVS avec une tension de référence V_{ref} de durée t :

$$t = \sum_{i} \Delta t_{i} \left(\frac{V_{i}}{V_{ref}}\right)^{n_{IL}}$$
4.2

En intégrant la relation 4.2 jusqu'au claquage diélectrique, on obtient l'équivalence entre le temps au claquage et la tension de claquage [17] :

$$t_{BD} = V_{ref} / (R(n_{IL} + 1)) (V_{BD} / V_{ref})^{n_{IL} + 1}$$
4.3

où V_{ref} est la tension utilisée lors du test CVS, R est la vitesse de la rampe lors du RVS (V/s). En substituant t_{BD} suivant l'équation 4.3 dans la probabilité cumulée de Weibull (eq.1.23), avec un facteur d'accélération suivant une loi de puissance de la tension (eq.1.16), on obtient la loi théorique de probabilité cumulée des tensions de claquage [17] :

$$W(V_{BD}) = \beta_{IL}(n_{IL} + 1) \left(\ln(V_{BD}) - \ln(R(n_{IL} + 1)) + \frac{\ln(\tau_{0IL})}{n_{IL} + 1} \right) + \ln(N)$$
 4.4

D'après l'équation 4.4, on peut en déduire le comportement en accélération en fonction de la vitesse de rampe :

$$\frac{V_1^{n_{IL}+1}}{R_1} = \frac{V_2^{n_{IL}+1}}{R_2}$$
 4.5

Nous avons mesuré des distributions cumulées de tensions de claquage grâce à des tests RVS pour différentes vitesses de rampes (0,02V/s, 0,14V/s et 1V/s) (Fig.4.13.a). Les valeurs des V_{63%} ont été extraites pour une Weibit W = 0, et représentées en fonction de la vitesse de rampe (Fig.4.13.b). A partir de l'équation 4.4, nous avons extrait la valeur du facteur d'accélération n_{IL} grâce à l'équation log(R) = const - (n+1)log(V). Une valeur de n_{IL} égale à 31 a été extraite, ce qui est très proche de la valeur extraite à partir des distributions TDDB ($n_{IL} = 32,3$). Cette étude permet de vérifier l'équivalence entre le t_{BD} et V_{BD} à l'échelle nanométrique, qui a déjà été démontrée à l'échelle des dispositifs [16, 17].



Figure 4.13 : Distributions cumulées des V_{BD} pour trois vitesses de rampe différentes R = 0,02 ; 0,14 et 1V/s (a). Vitesses de rampes en fonction des valeurs de V_{63%} extraites. La courbe rouge est l'ajustement des données expérimentales suivant log(R) = const – (n+1)log(V_{63%}) (b).

4.4.4. Effet d'un pré-stress sur les distributions cumulées de tensions de claquage

Pour la même condition de pré-stress que dans la figure 4.11, une distribution cumulée de tension de claquage a été mesurée par RVS et comparée avec la distribution obtenue sans pulse préalable. En utilisant la représentation décrite dans [16] (i.e. le temps au claquage ou la tension de claquage en fonction de la Weibit) dans la figure 4.14, nous avons comparé les distributions t_{BD} et V_{BD} obtenues dans les mêmes conditions. Grâce à l'équivalence entre les distributions TDDB et V_{BD} démontrée dans le paragraphe 4.4.3, les distributions obtenues par CVS et RVS se superposent.



Figure 4.14 : Distributions cumulées des TDDB (bleu) et des tensions de claquage (rouge) obtenues par C-AFM sur SiON (1,4nm) sur un oxyde non stressé (carrés) et après un pré-stress de 4V pendant 10ms (ronds). Les tensions de claquage ont été obtenues avec une vitesse de rampe de 1V/s.

On observe ainsi que les effets de pré-stress observés sur les distributions TDDB sont également observables pour des distributions de tensions de claquage. Les mesures de temps de claquages peuvent se révéler longues, de plus, sélectionner une tension de stress pour les mesures CVS n'est pas aisé, ne connaissant pas à l'avance l'effet des différents pré-stress sur l'oxyde. Ainsi, pour des raisons pratiques, nous avons étudié l'effet des pré-stress sur les distributions en tension de claquage à l'aide de rampes en tension. En effet, les tensions de claquage restant faibles, la mesure d'une tension de claquage peut être réalisée en un temps relativement faible et l'application d'une simple rampe en tension suffit pour cela. De plus, les valeurs des temps de claquage pourront ensuite être déduites en utilisant l'équivalence t_{BD} -V_{BD} donnée par l'équation 4.3.

La figure 4.15 présente les distributions cumulées de V_{BD} obtenues sur la couche de SiON 1,4nm ayant été soumise à des pré-stress sur une gamme de 3,5 à 5V en tension et sur une gamme de 10µs à 75ms en durée.



Figure 4.15 : Distributions cumulées des tensions de claquage obtenues par C-AFM sur SiON (1,4nm) sur un oxyde non stressé et après des pré-stress de 50ms à différentes tensions (a), des pré-stress à 5V de différentes durées (b) ou à 4V avec différentes durées (c). Les tensions de claquage ont été obtenues avec une vitesse de rampe de 1V/s. Les courbes ont été ajustées à l'aide de l'équation 4.4 en ne modifiant que le paramètre de forme β entre les courbes (droites rouges).

Chapitre 4

Les distributions de tensions de claquage présentent également une transformation avec une réduction du facteur de forme et de la tension de claquage la plus probable V_{63%}. Il est à noter que ces réductions sont d'autant plus importantes que la durée ou l'amplitude du pulse sont élevées. Avec l'équation 4.4, la pente de la distribution des V_{BD} de la couche non stressée extraite est égale à $\beta_{IL}(n_{IL}+1)$.La valeur du facteur de forme de la distribution TDDB correspondante est ainsi extraite à 0,93. On peut remarquer que la valeur de β_{IL} extraite pour la couche non stressée à partir des distributions de tensions de claquage est très proche de la valeur extraite à partir des distributions TDDB. On observe sur les courbes de la figure 4.13 que malgré l'application de pré-stress d'amplitude et de durée variable, les distributions semblent conserver leur caractère linéaire initial. De plus, on peut voir que les effets initiés par le pré-stress sur les distributions TDDB (rotation des distributions) sont également visibles sur les distributions des tensions de claquage avec une diminution de la pente ainsi qu'une réduction de V_{63%}. Nous allons désormais essayer de relier ces résultats aux phénomènes physiques déclenchés par le pré-stress au sein de l'oxyde.

4.5. Interprétation des distributions statistiques après pré-stress

Il a été observé que l'application d'un pré-stress en tension sur l'oxyde de grille entraînait des modifications visibles au niveau des distributions TDDB et V_{BD} avec une diminution du facteur de forme de la distribution, d'autant plus importante que l'amplitude et la durée du pré-stress est importante. Afin de pouvoir interpréter les phénomènes physiques dus à l'application de pré-stress, nous avons reproduit numériquement les distributions expérimentales.

4.5.1. Additivité des stress

Une première hypothèse pour expliquer les effets des pré-stress sur les distributions cumulées est présentée dans la thèse de Laurent Nègre [18]. En appliquant un premier stress de quelques secondes pour une tension donnée V_{stress}, suivi d'une mesure de temps de claquage à la même tension V_{stress}, il est observé que les distributions de temps de claquage présentent une légère diminution de la pente. Il est montré que ces distributions modifiées par un pré-stress, peuvent être reproduites à partir d'une distribution obtenue à V_{stress} dans des conditions standards et en retirant à chacun des temps de claquage mesurés, le temps de pré-stress. Les distributions étant représentées dans une échelle logarithmique, lorsque l'on retire un temps constant à chacune des mesures, les temps courts sont plus affectés que les temps longs, ce qui peut se traduire par une variation courbure des distributions.

Nous avons donc essayé de reproduire la distribution des TDDB obtenue à 3,7V pré-stressée avec une contrainte de 4V durant 10ms présentée dans la figure 4.11, à partir de l'ajustement de la distribution initiale obtenue à 3,7V et en retirant un temps constant à chacun des T_{BD}. Les résultats sont présentés dans la figure suivante.



Figure 4.16 : Tentative de reproduction de la distribution TDDB après pré-stress par la méthode d'additivité des stress en retirant un temps constant à la distribution initiale de 10, 20 et 50% du t_{63%} initial. La courbe rouge (trait plein) correspond à l'ajustement de Weibull de la distribution non stressée. Les courbes pointillées représentent l'ajustement théorique (courbe rouge) auquel à été retirée 10%, 20% et 50% du t_{63%}.

On observe que pour s'approcher de la transformation subie par la distribution après l'application d'un pré-stress, il est nécessaire de retirer un temps approximativement égal à 50% du $t_{63\%}$. En revanche, le retrait d'un tel temps de stress ne permet pas un ajustement fidèle de la courbe. De plus, à l'inverse des distributions expérimentales, on peut voir que les courbes théoriques où l'on à retiré un temps de pré-stress ne possèdent plus de caractère Weibullien. L'approche ne semble pas adaptée pour reproduire l'effet d'un pré-stress court à fort champ. Il est à noter que dans notre étude, le pré-stress n'est pas réalisé à la même tension que la mesure du temps de vie, mais avec une tension et surtout un champ électrique beaucoup plus important.

4.5.2. Réduction du paramètre de forme

Afin de quantifier l'effet des pré-stress sur les distributions cumulées, nous avons tenté d'ajuster la distribution TDDB après pré-stress de la figure 4.11 à l'aide de la loi de Weibull (eq.1.23)

Dans cette partie nous allons étudier les effets de la variation du paramètre β uniquement comme le suggèrent les distributions mesurées après l'application d'un pré-stress. Il est donc nécessaire de décorréler le terme en ln(τ_{IL}) qui est multiplié par β et celui en ln(N) qui correspond au terme de loi d'échelle en surface. Dans le cas présent, nous prenons comme surface de référence la section de la dégradation tandis que la surface de test correspond à la surface de contact pointe/échantillon. Dans

la littérature, N qui correspond au rapport entre la surface de contact pointe/échantillon et la section efficace d'un site de dégradation, est généralement compris entre 10 et 100 [19].

Pour les ajustements, nous avons utilisé les paramètres d'accélération extraits dans le chapitre précédant pour les distributions obtenues sur SiON non stressé pour quatre tensions de stress différentes et seul le paramètre de forme β est ajusté. On peut noter que dans le cas d'une variation de β seul, il se crée au point d'intersection des distributions un centre de rotation. Cette intersection est obtenue pour un temps de claquage t = τ_{IL} . Pour cette abscisse particulière, la statistique de Weibull à pour valeur ln(N).

Pour réaliser l'ajustement le plus fidèle possible, nous avons extrait une valeur de N égale à 10. Cette valeur est en accord avec les données de la littérature car elle correspond à une surface de pointe de 5nm² et un site de dégradation de rayon égal à 0,3nm [19]. Avec une telle valeur de N, les constantes des ajustements extraites dans le chapitre précédent deviennent :



Tableau 4.1: Paramètres fixes pour l'ajustement des distributions TDDB et V_{BD} obtenues après pré-stress.

Les ajustements obtenus sont représentés par les courbes rouges dans la figure 4.11. L'ajustement de la distribution TDDB obtenue après un pré-stress de 10ms à 4V donne ainsi une pente réduite de 0,74 (Fig.4.11) alors qu'elle valait 0,97 pour l'oxyde non stressé.

L'équation 4.4 permet d'ajuster les distributions de tensions de claquage avec le même set de paramètres que celui utilisé pour les distributions TDDB. Dans ce cas, la pente des distributions est égale à β (n+1). Le facteur d'accélération des distributions TDDB à été extrait avec plus de points de mesures et pour quatre tensions différentes, il est donc plus précis que celui extrait pour les distributions V_{BD} extrait avec seulement trois vitesses de rampe. Nous utiliserons des paramètres extraits avec les distributions TDDB pour l'ajustement des distributions de tensions de claquage. En utilisant les paramètres du tableau 4.1, nous avons ajusté les distributions des tensions de claquage après application de pré-stress en ne faisant varier que le paramètre β_{IL} . Les valeurs de β_{IL} ainsi extraites en fonction des caractéristiques du pré-stress sont présentées dans le tableau 4.2.

	Non stressé	3,5V; 50ms	3,7V; 50ms	4V; 50ms		
β _{IL}	0,93	0,66	0,56	0,5		
	4V; 10ms	4V; 50ms	4V; 75ms	5V; 10µs	5V; 50μs	5V; 100µs
β _⊫	0,61	0,47	0,33	0,71	0,47	0,38

Tableau 4.2: Paramètres de forme extraits par ajustement des distributions V_{BD} obtenues après pré-stress des distributions présentées dans la figure 4.15.

Comme il a été montré dans les figures 4.11 et 4.15, les pré-stress sont responsables de la diminution des pentes de Weibull β_{IL} . Cette diminution du β_{IL} entraîne une réduction du $t_{63\%}$ ou du $V_{63\%}$. Il est possible de caractériser la réduction du $t_{63\%}$ causée par la diminution de β_{IL} grâce à [20]:

$$t_{63\%} = (\tau_{0IL} V^{-n_{IL}}) N^{-1/\beta_{IL}}$$
 4.6

En appliquant l'équivalence entre t_{BD} et V_{BD} (eq.4.3) à l'équation 4.6, on obtient :

$$V_{63\%} = V_{ref}(\tau_{0IL}R(n_{IL}+1)/V_{ref})^{1/(n+1)}N^{-1/[\beta_{IL}(n_{IL}+1)]}$$
4.7

En supposant que le facteur d'accélération est complètement indépendant des caractéristiques du pré-stress, c'est-à-dire que seule la pente est modifiée par un pré-stress, il est possible de calculer les ratios $V_{63\%}/V_{63\%_F}$ et $t_{63\%}/t_{63\%_F}$ en fonction de β_{IL}/β_{IL_F} , où l'indice F correspond aux paramètres de la distribution non stressée.

$$V_{63\%} / V_{63\%F} = N^{1/[\beta_{ILF}(n_{IL}+1)][1-(\beta_{ILF}/\beta_{IL})]}$$
et
$$t_{63\%}/t_{63\%F} = (V_{63\%}/V_{63\%F})^{n_{IL}+1}$$
4.9



Figure 4.17 : Rapports expérimentaux des $V_{63\%}/V_{63\%F}$ extraits des distributions de V_{BD} représentés en fonction de β/β_F . La courbe rouge correspond au rapport théorique des $V_{63\%}/V_{63\%F}$ calculé grâce à l'équation 4.8.

Sur la figure 4.17 les ratios $V_{63\%}/V_{63\%_F}$ relevés expérimentalement sont superposés à la courbe donnant les ratios théoriques de l'équation 4.8, supposant que seule la pente est affectée par le préstress. Les données expérimentales semblent clairement suivre la loi théorique. Nous pouvons donc conclure que l'hypothèse selon laquelle seul le facteur de forme de l'oxyde de grille est modifié par l'application d'une impulsion en tension sur l'oxyde est vérifiée. Nous allons dans la suite de ce chapitre étudier ce qu'implique un tel résultat.

4.6. Interprétation de la réduction de paramètre de forme des distributions

4.6.1. Modèles existants de réduction du paramètre β

L'application d'un pré-stress de courte durée a, au vu des résultats précédents, un impact non négligeable sur la fiabilité des oxydes grille simple couche. En interprétant la diminution du paramètre de forme des distributions statistiques, nous allons modéliser les dégradations physiques entraînées par l'impulsion au sein de l'oxyde.

Comme nous l'avons rappelé dans le §1.5.2, il est généralement admis et vérifié expérimentalement que le paramètre de forme est directement relié à l'épaisseur de l'oxyde de grille [21, 22]. D'après [21], la génération de défauts proche de l'interface ne modifie pas le caractère Weibullien de la distribution statistique des TDDB mais diminue la pente de Weibull. Les auteurs s'appuient sur le modèle de percolation pour simuler une distribution de défauts prenant naissance à l'une des interfaces de l'oxyde (Fig.4.18.a).



Figure 4.18 : Simulation Monte Carlo d'une percolation invasive dans une couche d'oxyde 2D (a) et distributions cumulées de sites occupées par un défaut lors du claquage diélectrique en fonction du rapport entre Tox et la taille d'une cellule de percolation (b) [21].

Des distributions cumulées de temps de claquage, tenant compte de la densité de défauts, sont ensuite calculées en fonction du rapport t_{ox}/taille d'un défaut. On peut voir que pour une épaisseur

d'oxyde fixe, l'augmentation de la taille des défauts entraîne une réduction de la pente de Weibull (Fig.4.18.b).

En 2000, Huang [23] simule les distributions de défaillance extrinsèques en termes de charges au claquage en introduisant au centre de l'électrode inférieure, une zone d'épaisseur ΔT_{ox} pour simuler une réduction locale d'épaisseur. La figure 4.19.a montre la structure 3D de l'oxyde utilisé pour les simulations Monte Carlo avec au centre de l'électrode inférieure le cube traduisant la réduction locale d'épaisseur à partir duquel se crée un chemin de percolation menant au claquage. Les simulations de percolation conduisant à la rupture diélectrique ont été effectuées sur des oxydes de 4 et 6nm d'épaisseur avec différentes valeurs de ΔT_{ox} . Il a alors été montré qu'en réduisant progressivement l'épaisseur locale d'oxyde, on pouvait observer une diminution du paramètre de forme identique aux résultats expérimentaux présentés dans ce manuscrit (Fig.4.19).



Figure 4.19 : Simulation Monte Carlo d'une percolation à partir de la zone d'épaisseur réduite dans une couche d'oxyde 3D (a) et distributions de densité critique de charge associées en fonction de ΔT_{ox} qui traduit la réduction locale d'épaisseur(b) [23].

Nous avons montré que les distributions de temps au claquage et de tensions de claquage obtenues après application d'un stress pouvaient être reproduites numériquement en ne faisant varier que le paramètre de forme de la distribution initiale. Il apparaît donc raisonnable de penser que le préstress affecte l'oxyde en déclenchant une percolation au niveau d'une interface provoquant alors une réduction locale de l'épaisseur et donc une réduction de β .

4.6.2. Mécanisme de percolation invasive par croissance filamentaire

Dans le §1.6.2 nous avons donné une définition brève de ce que nous entendons par percolation invasive. Les défauts générés dans l'oxyde sont supposés être distribués préférentiellement au voisinage d'une électrode. Dans le cadre de notre étude ceci peut s'illustrer schématiquement sur la figure 4.20.



Chapitre 4

Figure 4.20 : Schéma illustrant l'impact d'un pré-stress sur la couche d'oxyde. Après l'impulsion, l'épaisseur de l'oxyde a été localement réduite au niveau de la pointe AFM.

Après le pré-stress on suppose qu'une épaisseur maximale, X(t) a été dégradée. L'épaisseur la plus faible de l'oxyde après le pré-stress est donc T_{ox} -X(t). Il nous faut alors évaluer X(t). La percolation invasive peut être interprétée grâce au modèle filamentaire décrit brièvement au §1.6.2. Un filament peut être considéré comme une suite de défauts successifs. Il est probable que plusieurs filaments existent. La couche d'épaisseur X(t) peut alors être considérée comme une distribution de filaments. L'évolution de la croissance a été développée dans [19] et nous allons l'utiliser pour décrire l'évolution de la percolation invasive durant l'application du pulse. Il est plus juste de calculer l'épaisseur moyenne d'oxyde dégradé $\langle X \rangle$ qui prend origine à l'interface Si/SiON.

L'épaisseur moyenne $\langle X \rangle$ peut-être estimée d'après [19, 24], où la dégradation suit une loi de croissance sigmoïdale. L'épaisseur effective d'oxyde restant peut alors être calculée par [19, 24] :

$$T_{ox} - \langle X \rangle = T_{ox} exp(-t_p/\tau_p)$$
4.10

Dans l'équation 4.10, τ_p représente la durée du pré-stress et τ_p le temps caractéristique de croissance qui peut être calculé en utilisant la loi en puissance :

$$\tau_p = \tau_0 V_p^{-n_{IL}} \tag{4.11}$$

Du point de vue des distributions cumulées de claquages diélectriques, la pente β_{IL} étant proportionnelle à l'épaisseur effective d'oxyde, on peut aisément relier la pente β_{IL} après pré-stress à la pente initiale β_{IL_r} .

$$\beta_{IL} = \beta_{IL_F} \exp(-t_p / \tau_p) \tag{4.12}$$

On retrouve bien l'effet de diminution de la pente de Weibull avec les conditions du pré-stress. En conséquence, en reportant l'expression de la pente après pré-stress (eq.4.12) dans les équations 4.8 et 4.9, on obtient l'évolution de $t_{63\%}$ en fonction des caractéristiques du pré-stress et du $t_{63\%F}$ initial.

$$\ln(t_{63\%}) = \ln(t_{63\%_F}) + \frac{1}{(n_{IL} + 1)\beta_{IL_F}} \ln(N)(1 - \exp(t_p/\tau_p))$$
4.13

L'équation 4.13 devient pour des temps de pré-stress très courts :

$$\ln(t_{63\%}) = \ln(t_{63\%_F}) + \frac{1}{(n_{IL} + 1)\beta_{IL_F}} \ln(N)(-t_p/\tau_0) V_p^{n_{IL}}$$

$$4.14$$

En utilisant l'équation 4.9, les rapports $t_{63\%}/t_{63\%_F}$ ont été calculés à partir des rapports $V_{63\%}/V_{63\%_F}$ expérimentaux mesurés sur les distributions de la figure 4.15. La figure 4.21 compare les ratios expérimentaux $t_{63\%}/t_{63\%_F}$ en fonction de la durée du pré-stress avec les ratios théoriques calculés grâce à l'équation 4.13. On peut voir que l'équation 4.13 décrit correctement la réduction du $t_{63\%}$ en fonction des paramètres du pré-stress.

Le paramètre N (correspondant au rapport entre la surface de contacte pointe/échantillon et la surface du filament) permet dans les équations 4.13 et 4.14 d'extrapoler les distributions à d'autres surfaces de test. Par exemple, un pré-stress de 1ns à 6V sur un dispositif de 1,2µm² devrait réduire la durée de vie de 28%, alors qu'un pré-stress de 6V mais durant 1ps n'aura aucun effet. Une impulsion de 1ps à 7V réduira quant à elle la durée de vie de 7%.

Il est à noter que des résultats similaires ont été obtenus en utilisant une loi linéaire plutôt que sigmoïdale pour la croissance de la percolation. Notre approche ne semble donc pas être dépendante du modèle de croissance et possède un caractère général.



Figure 4.21 : Rapports expérimentaux des $t_{63\%}/t_{63\%F}$ extraits à partir des distributions de V_{BD}, représentés en fonction de la durée du pré-stress. La courbe rouge correspond à l'évolution du rapport théorique des $t_{63\%}/t_{63\%F}$ calculé en fonction de la durée de pulse grâce à l'équation 4.13.

4.6.3. Validation expérimentale d'une croissance filamentaire déclenchée par un préstress

Dans l'hypothèse d'une percolation invasive comme présentée dans la figure 4.20, le courant de fuite possède une composante de courant provenant du chemin conducteur créé. La dépendance en épaisseur d'oxyde du courant tunnel étant exponentielle, le courant tunnel est gouverné par le courant de fuite issu du plus long filament, où l'épaisseur d'oxyde est la plus faible. En tenant compte de l'épaisseur de la couche d'oxyde étudiée, il est raisonnable de supposer une croissance filamentaire verticale, c'est-à-dire perpendiculaire au plan du substrat. Afin de simplifier le modèle, le filament peut être considéré comme un cylindre de section S_{fil}.

Reprenons le courant tunnel enregistré par C-AFM sur un oxyde non stressé et sur un oxyde soumis à un pré-stress de 10ms à 4V. Dans le cas de la couche de SiON de 1,4nm non stressée, le courant enregistré pour des tensions inférieures à 1,5V est en dessous du seuil de détection de l'électromètre. Au-delà de 1,5V le courant augmente de manière exponentielle et peut être reproduit dans la figure 4.22 avec la formule du courant tunnel présentée dans le chapitre 1 (eq.1.6) (courbe rouge). L'ajustement est réalisé avec une surface de pointe de 5nm² ainsi qu'une hauteur de barrière à l'interface Si/SiON de 3eV cohérente avec la littérature [19, 11]. La masse effective m_{eff} extraite pour une épaisseur de 1,4nm est égale à 0,9m₀ comme reportée dans [25, 26, 27].



Figure 4.22 : Reproduction du courant tunnel mesuré après pré-stress à l'aide du courant tunnel théorique issue d'un filament de 5A de longueur et de rayon de 2A (a) comme schématisé dans (b) ou les flèches représentent les lignes de champ issues du filament.

En nous basant sur le modèle filamentaire présenté dans [19], nous avons tenté d'ajuster le courant de fuite induit par l'application du pré-stress en ajoutant au courant tunnel initial, une composante due à la présence du filament de longueur X_{fil} et de section S_{fil} . Au niveau de l'apex du filament, le champ électrique local est donné par $E_{fil} = V/(T_{ox} - X)$. Dans ce cas, la formule du courant tunnel devient :

$$\begin{aligned} I_{Tun} &= (S_{tip} - S_{fil}) \frac{q^3}{16\pi\hbar\phi_b} \frac{m_0}{m_{eff}} \left(\frac{V}{T_{ox}}\right)^2 exp\left[\frac{-4}{3} \frac{\sqrt{2m_{eff}}}{q\hbar} \frac{\phi_b T_{ox}}{V} \left(1 - C_{FN} \left(1 - \frac{qV}{\phi_b}\right)^{\frac{3}{2}}\right)\right] \\ &+ S_{fil} \frac{q^3}{16\pi\hbar\phi_b} \frac{m_0}{m_{eff}} \left(\frac{V}{T_{ox} - X}\right)^2 exp\left[\frac{-4}{3} \frac{\sqrt{2m_{eff}}}{q\hbar} \frac{\phi_b (T_{ox} - X)}{V} \left(1 - C_{FN} \left(1 - \frac{qV}{\phi_b}\right)^{\frac{3}{2}}\right)\right] \end{aligned}$$

$$4.15$$

En conservant les mêmes paramètres que dans l'oxyde natif, on peut voir que la formule reproduit correctement le courant tunnel après un pré-stress pour une longueur de filament de 5Å et un rayon de 2Å ($S_{fil} = 0,12nm^2$). On peut noter qu'après le pré-stress, l'épaisseur réduite d'oxyde implique que l'augmentation du courant due à la dégradation devient non négligeable. Ces observations sont en accord avec l'hypothèse que le pré-stress déclenche une percolation invasive responsable de la réduction locale de l'épaisseur d'oxyde.

4.7. Etude de l'effet de pré-stress sur un empilement High-k/IL

Grâce aux travaux présentés dans le chapitre précédant, nous connaissons maintenant l'influence que possède la couche interfaciale sur les distributions statistiques de claquage d'un oxyde de grille High-k. Les paramètres décrivant la distribution statistique (paramètre de forme et d'échelle) des hauts percentiles sont entièrement gouvernés par les paramètres (pente et facteur d'accélération) de la couche SiON.

A partir de ces conclusions et des observations décrites dans le cadre de pré-stress appliqué à la couche interfaciale seule, il est intéressant de mener une étude sur l'effet des pré-stress appliqués à un empilement de grille High-k. La réduction de la pente de Weibull présentée pour la couche interfaciale seule affecte-t-elle également les distributions bimodales ?

Bien que de nombreux travaux aient été publiés sur le claquage diélectrique et la fiabilité des oxydes de grille High-k pour des situations proches des conditions réelles d'utilisation, très peu se sont intéressés à l'impact de pré-stress à très haut champ électrique sur ces dispositifs. Dans cette partie nous allons vérifier si le modèle de percolation invasive développé pour la couche SiON seule est applicable dans le cadre d'un empilement bicouche.

4.7.1. Mesures TDDB après contrainte

L'objectif de cette étude est de comprendre l'effet des pré-stress sur la fiabilité des oxydes de grille bicouches, en s'aidant des résultats déjà obtenus sur la couche interfaciale seule. La bimodalité des distributions et l'influence de la couche SiON n'ont été démontrées, dans ce travail, que sur des distributions statistiques cumulées de temps au claquage.



Figure 4.23 : Caractéristiques I(t) mesurées par C-AFM sur l'échantillon bicouche sur un empilement non stressé (a) et après un pré-stress de 5V, 100ms (b).

Ainsi, contrairement au cas de la couche interfaciale seule, seules des distributions TDDB (mesures CVS) seront utilisées pour caractériser l'effet des pré-stress sur les oxydes High-k. La figure 4.23 compare des caractéristiques I(t) mesurées par C-AFM lors de tests TDDB sur l'empilement HfSiON/SiON intact (a) et pré-stressé par des impulsions de 100ms à 5V (b). Le claquage diélectrique est détecté pour un seuil de courant de 100nA.

Les résultats des mesures CVS sur l'oxyde de grille non stressé ont déjà été présentés dans le §3.2.3. Comme le montre la figure 4.23, après le pré-stress, le courant précédant le claquage est plus élevé et beaucoup plus bruité que dans le cas non stressé. En revanche, le critère de détection du claquage reste valable après le pré-stress.

La figure 4.24 compare les distributions cumulées de t_{BD} obtenues par C-AFM à 4,6V sur l'empilement High-k non stressé et après application d'un pré-stress. Des pré-stress à 5V durant 100 et 500µs sont utilisés dans la figure 4.24.a, la figure 4.24.b présente quant à elle les résultats obtenus avec des impulsions à 6V durant 50 et 100ms.



Figure 4.24 : Distributions des TDDB obtenues sur l'échantillon bicouche par C-AFM sur l'empilement non stressé et après un pré-stress à 6V pendant 100 et 500µs (a) et après un pré-stress à 5V pendant 50 et 100ms.

Ces distributions montrent que l'application d'un pré-stress, quelle que soit l'amplitude ou la durée, ne modifie pas le caractère bimodal de la statistique de fiabilité des oxydes de grille High-k. Comme le montre la figure 4.24, le pré-stress entraîne une réduction très visible de la pente des hauts percentiles. En raison du nombre plus réduit de points décrivant les bas percentiles, il est plus difficile de conclure sur la pente des bas percentiles.

Un ajustement de ces courbes a été fait en utilisant la probabilité de claquage P_{HKIL} présentée dans le chapitre 1 (eq.1.24). Les paramètres de la couche non stressée proviennent du fit des distributions obtenues à trois différentes tensions (tableau 3.2). Dans ce cas, les valeurs extraites sont 0,97 pour β_{IL} et 1,34 pour β_{HK} . Compte tenu des observations présentées pour le cas de la couche interfaciale seule, les distributions après contrainte ont été reproduites avec les paramètres du tableau 3.2 sauf pour β_{IL} qui a été ajusté pour chaque condition de pré-stress. Les ajustements sont représentées sur la figure 4.24 (courbes rouges). On peut voir que les courbes obtenues en ne modifiant que la pente de la couche interfaciale reproduisent correctement les distributions après pré-stress. Les valeurs de β_{IL} extraites sont regroupées dans le tableau 4.3

	Non Stressé	5V; 50ms	5V; 100ms	6V; 100μs	6V; 500μs
β _{IL}	0.97	0.69	0.56	0.69	0.54

 Tableau 4.3 : Paramètres de forme extraits par ajustement des distributions TDDB obtenues après préstress des distributions présentées dans la Figure 4.24.

Nous avons vu dans le chapitre 3, que la pente des bas percentiles des distributions bimodales correspond à la somme $\beta_{IL} + \beta_{HK}$. La diminution de β_{IL} s'accompagne donc d'une faible diminution relative de la pente des bas percentiles. Comme le montre la figure 4.24, la queue des bas percentiles

est fidèlement reproduite avec cette variation de pente provenant uniquement de la diminution de β_{IL} .

4.7.2. Discussion

Dans cette partie, l'interprétation développée pour les oxydes simple couche est étendue au cas des empilements bicouches High-k utilisés pour la technologie du nœud 28nm.

Les ajustements des distributions bimodales présentées dans la figure 4.24 ont été faites avec les mêmes hypothèses que dans le §4.6. Ces ajustements reproduisent bien le comportement observé. Après application du pré-stress, la pente des hauts percentiles des distributions bimodales décroît de manière similaire à la pente de Weibull de la couche interfaciale seule.

Les ratios expérimentaux β_{IL}/β_{ILF} mesurés dans le cas du SiON seul et de l'empilement d'oxyde de grille IL/High-k sont présentés dans la figure 4.25 en fonction de la durée de la contrainte et de la tension appliquée. Malgré les amplitudes plus élevées utilisées pour les pré-stress sur l'oxyde de grille High-k, on observe, que l'impact des pulses sur cet échantillon est réduit par rapport au cas du SiON. Ainsi pour une même durée de 100µs, une contrainte de 5V conduit à une réduction du paramètre de forme de 60% sur le SiON seul, alors qu'une contrainte de 6V entraîne une diminution de seulement 30% sur le bicouche. Dans le cas de l'empilement High-k, il est nécessaire de prendre en compte la chute de potentiel qui se produit à travers la couche interfaciale et qui peut être calculé grâce à la continuité du déplacement électrique (eq.3.8).



Figure 4.25 : Rapports expérimentaux des β_{IL}/β_{ILF} extraits à partir des distributions de V_{BD} obtenues sur la couche SiON et des distributions TDDB obtenues sur l'échantillon bicouche, représentés en fonction de la durée du pré-stress. Les courbes rouges correspondent aux rapports théoriques des β_{IL}/β_{ILF} des distributions sur SiON calculés en fonction de la durée de pulse grâce à l'équation 4.12. Les courbes bleues correspondent aux rapports théoriques des β_{IL}/β_{ILF} des hauts percentiles des distributions bimodales calculés en fonction de la durée de pulse grâce à l'équation 4.12.

Selon l'équation 3.8, une impulsion de 6V provoque une chute de potentiel dans le SiON de la couche interfaciale de 4,2V. Cette tension, réduite par rapport à l'échantillon de SiON seul, peut expliquer l'impact moins important relevé pour les pulses sur le bicouche. Les ratios expérimentaux ont été comparés dans la figure 4.25 aux ratios β_{IL}/β_{ILF} théoriques calculés avec l'équation 4.10 et la chute de potentiel à travers la couche SiON. On observe un très bon accord entre les résultats expérimentaux et les calcules présentés. Il semble donc que le même mécanisme de dégradation que celui développé dans le paragraphe 4.6.2 se produise dans les oxydes de grille bicouche.

Le tableau 4.4 donne les paramètres extraits des ajustements des distributions bimodales après préstress et qui sont modifiés par rapport au cas non stressé.

	Non Stressé	5V; 50ms	5V; 100ms	6V; 100μs	6V; 500μs
β _{IL}	0,97	0,86	0,76	0,89	0,78
ln(τ _{1L0})	44,4	44,4	45	44,8	45,9

Tableau 4.4 : Paramètres de forme extraits par ajustement des distributions TDDB obtenues après pré-stress des figures 4.24.

Il apparaît que pour présenter le meilleur ajustement possible des distributions statistiques des oxydes pré-stressés, le facteur pré-exponentiel τ_{IL0} doit être légèrement adapté pour chacune des distributions. Cependant, les différences entre les valeurs de ce paramètre sont faibles et τ_{IL0} reste proche du paramètre original. Ces légères modifications pourraient être interprétées par un effet de chargement de l'oxyde lors de l'application du pré-stress, comme développé dans [28]. D'après l'équation 1.23, une modification du paramètre de forme β_{IL} seul devrait conduire à un unique point d'intersection entre toutes les distributions de coordonnées (τ_{IL} ; ln(N)). En raison des faibles variations expérimentales de τ_{IL0} , les distributions de la figure 4.24 ne suivent pas cette propriété.

Les paramètres qui ne sont pas présentés dans le tableau 4.4 ne sont pas modifiés pour l'ajustement des distributions après stress. Cela vaut en particulier pour le paramètre de forme de la couche Highk β_{HK} , qui semble donc ne pas être modifié par l'application du pré-stress. Nous avons vu qu'il était possible d'ajuster correctement les bas percentiles des distributions pré-stressées en conservant la valeur initiale de β_{HK} et en ajustant simplement β_{IL} . De plus, d'après les asymptotes des hauts et bas percentiles donnés par les équations, une rupture de pente se produit pour t = τ_{HK} . Les distributions soumises au pré-stress (Fig.4.24) montrent que l'abscisse de cette rupture de pente ne change pas significativement avec l'application d'un pré-stress. Cela est en accord avec le fait que le paramètre de forme de la couche High-k τ_{HK} n'est pas modifié par le pré-stress. Ces observations conduisent au fait que le pré-stress en tension peut altérer la couche interfaciale SiON sans modifier la couche Highk de HfSiON. Cela implique, comme observé dans [29], que la couche interfaciale serait la première couche à se dégrader au sein de l'empilement.

Sachant cela, une explication peut être donnée pour justifier du fait que les hauts percentiles sont gouvernés par la couche interfaciale seule. En effet, même si l'IL est la première couche à se dégrader, le mécanisme de croissance filamentaire dans l'High-k est plus rapide que dans l'IL. Cette supposition est raisonnable étant donné que l'High-k, possédant un gap plus faible que la couche interfaciale, est plus susceptible de se dégrader par l'injection de porteur franchissant la barrière énergétique. Ainsi, pour les temps au claquage les plus longs, si la dégradation se produit au bout de 100s dans l'IL, le temps de dégradation dans l'High-k sera négligeable et aura une contribution mineure dans le temps au claquage total. Le temps de claquage des hauts percentiles est alors contrôlé par la couche IL. En revanche, pour les temps au claquage courts, les durées des mécanismes de croissance sont comparables ce qui conduit à une contribution identique des deux couches pour le temps au claquage des faibles percentiles.

4.8. Conclusion

Grâce à l'ajout d'un générateur d'impulsion au système de mesure du C-AFM, il a été possible de caractériser à l'échelle locale, la fiabilité des oxydes de grille soumis au préalable à une forte contrainte en tension de courte durée. Grâce à l'échelle nanométrique de la pointe AFM, une large fenêtre d'amplitude et de durée de la contrainte est possible. Dans ce chapitre nous avons pu comparer les distributions cumulées de claquage de la couche SiON seule obtenue après pré-stress avec les distributions de l'oxyde de grille bicouche HfSiON/SiON mesurées également après pré-stress.

Nous avons montré que pour les deux échantillons, seuls les paramètres de forme des distributions sont affectés par l'application d'un pré-stress tandis que les facteurs d'accélération demeurent inchangés. Plus l'amplitude ou la durée de l'impulsion sont élevées plus la valeur du paramètre de forme de la couche interfaciale β_{IL} décroît, ce qui se traduit par une réduction du temps moyen de claquage et de la tension moyenne de claquage. Nous avons observé dans le cas de l'oxyde de grille High-k, que les réductions absolues des pentes des hauts percentiles et des bas percentiles sont identiques. A partir de cette observation, nous avons conclu que la couche interfaciale est la première à se dégrader.

En accord avec la relation qui existe entre le facteur de forme et l'épaisseur des couches d'oxydes, nous avons interprété la réduction du paramètre de forme selon un mécanisme de percolation invasive où les defaults se propagent de proche en proche dans l'oxyde à partir d'une interface contrairement au cas de la génération aléatoire des défauts. A partir de cette interprétation nous avons développé une analyse quantitative ainsi que donné une formule analytique de la réduction du temps moyen de claquage en fonction des paramètres de la contrainte impulsionnelle en tension.

Bibliographie du Chapitre 4

- C. Salamero, «Méthodologie de prédiction du niveau de robustesse d'une structure de protection ESD à l'aide de la simulation TCAD,» Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 2005.
- [2] A. Amerasekera, L. Van Roozendaal, J. Bruines et F. Kuper, «Characterization and modeling of second breakdown in NMOST's for the extraction of ESD-related process and design parameters,» *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 38, pp. 2161,2168, Sep. 1991.
- [3] K. Bock, «ESD issues in compound semiconductor high-frequency devices and circuits,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 39, pp. 1781,1793, Nov. 1998.
- [4] A. Ille, W. Stadler, T. Pompl, H. Gossner, T. Brodbeck, K. Esmark, P. Riess, D. Alvarez, K. Chatty, R. Gauthier et A. Bravaix, «Reliability aspects of gate oxide under ESD pulse stress,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 49, pp. 1407,1416, 2009.
- [5] A. Ille, W. Stadler, A. Kerber, T. Pompl, T. Brodbeck, K. Esmark et A. Bravaix, «Ultra-thin gate oxide reliability in the ESD time domain,» *Proc. Electrical Overstress/Electrostatic Discharge Symposium (EOS/ESD)*, pp. 285,294, 10-15 Sept. 2006.
- [6] N. Guitard, «Caractérisation de défauts latents dans les circuits intégrés soumis à des décharges électrostatiques,» Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 2006.
- [7] A. Kerber, M. Rohner, C. Wallace, L. O'Riain et M. Kerber, «From wafer-level gate-oxide reliability towards ESD failures in advanced CMOS technologies,» *Trans. Electron. Dev.*, vol. 53, pp. 917,920, Apr. 2006.
- [8] K. N. ManjulaRani, S. Samanta, N. Mathur et H. Puchner, «Simulating degradation of TDDB lifetime due to burn-in using pre-conditioning pulses,» *Workshop Physics of Semiconductor Devices (IWSPD)*, pp. 250,252, 16-20 Dec. 2007.
- [9] A. Cester, S. Gerardin, A. Tazzoli et G. Meneghesso, «Electrostatic discharge effects in ultrathin gate oxide MOSFETs,» *Trans. Device Mater. Rel.*, vol. 6, pp. 87-94, Mar. 2006.
- [10] J. C. Tseng et J. G. Hwu, «Effects of electrostatic discharge high-field current impulse on oxide breakdown,» J. App. Phys., vol. 101, pp. 014103,014103-6, Jan. 2007.
- [11] C. Sire, S. Blonkowski, M. Gordon et T. Baron, «Statistics of electrical breakdown field in HfO2 and SiO2 films from millimeter to nanometer length scales,» *App. Phys. Lett.*, vol. 91, pp. 242905,242905-3, Dec. 2007.
- [12] C. Tung et e. al, Appl. Phys. Lett., vol. 83, 2003.

- [13] K. Pey, C. Tung, M. Radhakrishnan, L. Tang et W. Lin, «Dielectric Breakdown Induced Epitaxy in Ultrathin Gate Oxide A Reliability Concern,» *Proc. Elec. Dev. Meet. (IEDM)*, pp. 163,166, 2002.
- [14] K. Pey et C. Tung, «Physical Characterisation of Breakdown in MOS Transistor,» *Nanotechnology*, vol. 4, p. 347, 2007.
- [15] P. Delcroix, «Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité de diélectriques minces pour l'intégration dans les composants microélectroniques du futur,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2012.
- [16] A. Berman, «Time-Zero dielectric reliability test by a ramp method,» *Proc. Reliability Physics Symposium (IRPS),* pp. 204,209, Apr. 1981.
- [17] A. Kerber, L. Pantisano, A. Veloso, G. Groeseneken et M. Kerber, «Reliability screening of high-k dielectrics based on voltage ramp stress,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 47, pp. 513,517, April-May 2007.
- [18] L. Nègre, «Caractérisation et modélisation de la fiabilité des transistors MOS en Radio Fréquence.,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2011.
- [19] P. Delcroix, S. Blonkowski et M. Kogelschatz, «Pre-breakdown negative differential resistance in thin oxide film: Conductive-atomic force microscopy observation and modelling,» J. App. Phys., vol. 110, pp. 034104,034104-6, Aug. 2011.
- [20] S. Blonkowski, F. Bana et D. Ney, «Using Statistics of Extremes for Electromigration and Time-Dependent Dielectric Breakdown,» *Trans. Device Mater. Rel.*, vol. 42, pp. 74,82, March 2014.
- [21] J. Stathis, «Percolation models for gate oxide breakdown,» J. App. Phys., vol. 86, pp. 5757,5766, Nov. 1998.
- [22] R. Degraeve, G. Groeseneken, R. Bellens, M. Depas et H. Maes, «A consistent model for the thickness dependence of intrinsic breakdown in ultra-thin oxides,» *Proc. Electron Devices Meeting (IEDM)*, pp. 863,866, 10-13 Dec. 1995.
- [23] H. Huang, M. Chen, J. Chen et C. Su, «Monte Carlo Sphere Model for Effective Oxide Thinning Induced Extrinsic Breakdown,» J. App. Phys., vol. 39, pp. 2026,2029, 2000.
- [24] S. Blonkowski, «Filamentary model of dielectric breakdown,» J. App. Phys., vol. 107, pp. 084109,084109-9, Apr. 2010.
- [25] C. Ng, T. Chen et C. Ang, «Dependence of barrier height and effective mass on nitrogen concentration at SiOxNy/Si interface and gate oxide thickness,» *Smart Mater. Struct.*, vol. 15, pp. S39,S42, 2006.
- [26] K. Khairurrijal, W. Mizubayashi, S. Miyazaki et M. Hirose, «Analytic model of direct tunnel current through ultrathin gate oxides,» J. App. Phys., vol. 87, pp. 3000,3005, Mar. 2000.

- [27] M. Städele, F. Sacconi, A. Di Carlo et P. Lugli, «Enhancement of the effective tunnel mass in ultrathin silicon dioxide layers,» *J. App. Phys.*, vol. 93, pp. 2681,2690, Mar. 2003.
- [28] R. Foissac, S. Blonkowski, M. Kogelschatz, P. Delcroix, M. Gros-Jean et F. Bassani, «Impact of bilayer character on High K gate stack dielectrics breakdown obtained by conductive atomic force microscopy,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 53, pp. 1857-1862, Dec. 2013.
- [29] A. Padovani, N. Raghavan, L. Larcher et K. Pey, «Identifying the First Layer to Fail in Dual-Layer SiOx/HfSiON Gate Dielectric Stacks,» *Electron Device Letters, IEEE*, vol. 34, pp. 1289,1291, Oct. 2013.

Chapitre 4

5. Relation entre la statistique de claquage et la résistance différentielle négative

5.1. Introduction

Dans les chapitres précédents, le C-AFM s'est révélé être un outil efficace pour étudier les statistiques de claquage diélectrique à l'échelle locale d'oxydes frais ou pré-stressés. Un mécanisme de percolation invasive a ainsi pu être mis en perspective.

L'utilisation de l'AFM permet, grâce à la faible surface de contact pointe/échantillon de grandement réduire la composante en courant tunnel des caractéristiques I(V). De cette manière, les phénomènes de dégradation précédant la rupture diélectrique sont moins masqués à l'échelle locale qu'à l'échelle du dispositif. Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser à la dégradation des oxydes qui précède le claquage mis en évidence lors de mesures CVS.

Les modèles de rupture diélectrique sont généralement basés sur la création d'un chemin de conduction à travers la génération aléatoire de défauts dans le volume d'oxyde stressé [1], [2] (§1.6.1). Ces modèles reproduisent fidèlement les distributions expérimentales de temps au claquage obtenues pour des stress à tensions constantes. Il a notamment été montré que le facteur de forme des distributions (β) est proportionnel à l'épaisseur d'oxyde [3]. La dépendance du paramètre β à l'épaisseur d'oxyde peut alors différer selon si on considère une distribution de défauts uniforme dans tout le volume de l'oxyde ou alors non uniforme [4]. Ce dernier cas pouvant alors être assimilé à un mécanisme de dégradation par percolation invasive, où les défauts sont générés de proche en proche, comme présenté dans le chapitre précédant.

En stoppant le stress en tension avant d'atteindre la rupture diélectrique, il a été observé l'apparition d'un courant de fuite supérieur au courant de fuite mesuré initialement. Ce courant tunnel induit, connu sous le nom de courant SILC [5] a été le sujet d'un grand nombre d'études et de modèles présentés dans le chapitre 1. Nous rappelons très succinctement ici les principales hypothèses admises :

- Génération de pièges responsables d'un courant TAT ou TTAT.
- Amincissement local de l'oxyde conduisant à un courant tunnel plus élevé.
- Croissance d'un chemin de percolation menant à un courant tunnel entre son extrémité et l'électrode opposée.

 Création de pièges chargés entraînant un abaissement local du potentiel de barrière et conduisant à un courant tunnel plus élevé.

De nombreux phénomènes sont donc possibles lors de l'application d'une contrainte sur un oxyde. L'étude du courant SILC peut être une solution pour comprendre les événements physiques aboutissant à la rupture diélectrique au sein des oxydes. Au cours de ce chapitre nous nous intéresserons aux origines et à la dynamique du courant précédant le claquage, puis nous tenterons de relier les phénomènes responsables de ce courant au phénomène de claquage diélectrique des oxydes de type SiO_x.

Le phénomène de NDR à déjà été observé sur un échantillon de SiON de 2,6nm par P. Delcroix [6, 7]. Les auteurs traitent ce phénomène suivant un mécanisme de croissance filamentaire assistée par le champ électrique appliqué. Dans ce chapitre nous allons étudier le phénomène NDR sur les oxydes de grille de 1,4 et 2,6nm et comparer systématiquement les paramètres d'ajustement des deux épaisseurs afin d'apporter des précisions sur le mécanisme de croissance filamentaire. Enfin nous tenterons de relier les observations faites sur la NDR avec les distributions cumulées des temps au claquage diélectrique réalisées sur les mêmes oxydes.

5.2. Observations du phénomène NDR sur des oxydes SiON de 1,4 nm

Pour observer le phénomène de résistance différentielle négative, il est nécessaire de commencer par déterminer la tension de claquage de l'oxyde grâce à des mesures RVS. Les conditions de rampe sont ensuite ajustées pour observer la résistance différentielle négative.

5.2.1. Observations expérimentales

Lors de ces mesures, une tension croissante est appliquée sur l'oxyde jusqu'à atteindre une tension maximale (V_{max}) puis la tension est diminuée de manière symétrique jusqu'à OV. Cette rampe en tension peut être entièrement décrite par le pas en tension utilisé (ΔV), la durée du pas (Δt) et sa tension maximale. La vitesse de rampe est le pas en tension utilisé (V) divisé par la durée du pas (s). La figure 5.1 montre les courants mesurés lors de l'application de trois rampes en tension différentes sur l'échantillon de SiON de 1,4nm d'épaisseur.



Figure 5.1 : Caractéristiques I(V) obtenues sur SiON (1,4nm) par C-AFM avec $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 60$ ms, Vmax = 4V (\Box) et 3,8V (\odot) et $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 1,6s$ et Vmax = 3,4V (Δ).

Comme le montre la figure 5.1, si la rampe est renversée à une tension trop élevée (carrés noirs), la caractéristique I(V) montre une forte élévation de courant témoignant du claquage diélectrique. Le courant atteint alors la limite de compliance et reste à cette limite sur une grande partie de la décroissance en tension. On observe enfin un courant retour non-ohmique comme observé sur les mesures AFM issues de [8].

La figure 5.1 présente également une caractéristique I(V) obtenue pour une même vitesse de rampe (0,8V/s) mais avec une tension maximale plus faible (cercles bleus). La croissance du courant se déclenche pour des tensions avoisinant 3,6V et la rampe est renversée à $V_{max} = 3,8V$. On détecte alors sur les premiers temps de la décroissance en tension, une croissance continue du courant jusqu'à un courant maximum de 0,7nA dans ce cas. Par la suite le courant décroit avec la tension décroissante. Ce type de comportement a pu être reproduit à différentes positions de l'oxyde ainsi que pour différentes conditions de rampe.

Ainsi, on peut voir qu'en ralentissant la rampe jusqu'à 0,03V/s, un phénomène NDR est toujours observable. En revanche, la croissance en courant se déclenche pour des tensions plus faibles que dans le cas d'une rampe rapide. Dans ce cas, pour un V_{max} de 3,4V on observe un phénomène de NDR d'amplitude légèrement supérieure à la précédente. Pour une vitesse de rampe de 0,03V/s, une nouvelle mesure a été effectuée en limitant V_{max} à 3,1V. Le courant mesuré dans ce cas est représenté dans la figure 5.2 et comparé à la caractéristique obtenue pour $V_{max} = 3,4V$.

On peut observer que lorsque la tension maximum de la rampe est trop faible, aucun phénomène NDR n'est observé, et le courant retour se superpose au courant initial. L'effet de NDR ne semble donc pas être dû à un artefact de mesure, mais plutôt dû au stress exercé par la rampe en tension. Le courant retour observé peut ainsi être assimilé à un courant de type SILC.

En modifiant la vitesse et l'amplitude de la rampe il est ainsi possible de moduler le phénomène de résistance différentielle négative.



Figure 5.2 : Caractéristiques I(V) obtenues sur SiON (1,4nm) par C-AFM avec $\Delta V = 0,05$ Vet $\Delta t = 1,6s$ et Vmax = 3,4V (\bullet) ou Vmax = 3,1V (\blacksquare).

5.2.2. Avantage du C-AFM pour la détection de la NDR

Nous avons comparé les caractéristiques NDR obtenues lors de mesures C-AFM avec le courant Fowler-Nordheim théorique à travers la couche de SiON de 1,4nm d'épaisseur mais pour une électrode de 0,04 μ m² de surface typique de dispositifs. Le courant théorique a été calculé à l'aide de l'équation (1.6) et la comparaison est donnée dans la figure 5.3.a.



Figure 5.3 : Comparaison du courant mesuré sur SiON (1,4nm) par C-AFM avec ΔV = 0,05V, Δt = 60ms et V_{max} = 3,4V (○) et du courant tunnel théorique à travers le même oxyde mais sous une électrode de 0,04µm² (trait plein noir) (a). Extrapolation de la tension la plus probable de claquage pour une surface de 0,04µm² à partir de la distribution expérimentale obtenue avec une surface supposée de 5nm² (b).

On observe au maximum de la rampe en tension lors du phénomène de NDR, un écart de quatre décades entre le courant mesuré par C-AFM et le courant tunnel sous une électrode submicrométrique standard. En accord avec la loi d'échelle en surface, l'oxyde claquerait à une tension plus faible sous une électrode de 0,04µm². A partir d'une distribution cumulée de claquage mesurée sous une surface de 5nm², nous avons calculé, la tension de claquage la plus probable du

SiON 1,4nm sous une surface de 0,04 μ m² (Fig.5.3.b) : V_{BD} = 2,4V. Il faudrait donc travailler à des tensions proches de 2,4V pour observer la NDR sous une telle surface. Il apparaît clairement d'après la figure 5.3.a que le niveau élevé de courant de fuite (10⁻⁸ A) sous une surface de test usuelle masque la détection du phénomène de NDR sur l'échantillon de 0,04 μ m². En revanche, grâce à la faible surface de la pointe, le courant NDR se trouve au-dessus du courant tunnel détecté par C-AFM.

5.3. Modèles existant de Résistance Différentielle Négative

Il existe dans la littérature d'autres exemples d'observation de NDR durant des étapes de création de chemin conducteur sur des oxydes. Ainsi, il a pu être observé des phénomènes NDR à travers une couche d'Al₂O₃ de 30nm avec une surface de test de 1mm² [9] (Fig.5.4) ou encore une couche de SiO_x de 86nm [10]. Pour expliquer ce phénomène, différents modèles ont été exposés, reposant par exemple sur des effets électrothermiques ou de déplacements de charges.



Figure 5.4 : Phénomène NDR obtenu sur un échantillon d'Al₂O₃ de 30nm avec une surface de test de 1mm² [9].

5.3.1. Modèle électrothermique

Dans [11], une résistance différentielle négative est observée lors de mesures I(V) sur des couches diélectriques non homogènes soumis à un fort champ. Pour modéliser ce phénomène, les auteurs se basent sur les interactions possibles entre les électrons mobiles, piégés et les ions mobiles résiduels ou créés par électrodissociation. Ces interactions peuvent aboutir à la formation de chemin de dissipation d'énergie accumulée par l'échantillon.

Dans ces chemins, décrits comme des cylindres de longueur L et de rayon R, la température augmente avec l'énergie dissipée, ce qui conduit à une augmentation de la conductivité du cylindre par rapport à la conductivité de la couche isolante.
L'augmentation locale de la conduction avec la température permet alors de compenser la réduction de tension lors de l'inversion de la rampe, ce qui se traduit par une résistance différentielle négative sur les caractéristiques I(V).

Dans [6], ce modèle a été testé pour reproduire les phénomènes de NDR observés par C-AFM sur une couche SiON de 2,6nm, mais un tel mécanisme ne permet pas de reproduire les caractéristiques I(V).



v=V/Vc

Figure 5.5 : Caractéristique I(V) obtenue sur SiON (2,6nm) par C-AFM [6] et simulation à l'aide du modèle électrothermique [11].

5.3.2. Modèle de déplacement de charges

Un autre modèle est proposé dans [12] pour expliquer l'observation de deux types de phénomènes NDR, un contrôlé par le courant et un par la tension. Selon l'auteur

- l'existence d'une NDR contrôlée par le courant résulte de la création d'un filament conducteur composée de charges.
- la NDR déclenchée par l'application d'une tension provient de la présence de zones de forts champs et de faibles champs qui se déplacent dans le matériau.

Il n'est pas donné de relation analytique décrivant le courant mesuré durant la NDR mais les courbes NDR contrôlées par la tension donnée dans ce modèle ne correspondent pas à celles obtenues dans notre étude.

5.3.3. Modèle de croissance filamentaire

Dans la thèse de P. Delcroix [6], les caractéristiques I(V) retour mesurées lors des phénomènes NDR obtenus sur SiON ont été analysées suivant une conduction par piège au sein de l'oxyde. Il a ainsi été montré que le courant post NDR ne peut être reproduit avec un courant TTAT ou TAT, que si les pièges sont alignés et non distribués aléatoirement dans l'oxyde. Cette observation a incité les auteurs à considérer l'alignement des défauts comme un filament conducteur. Le courant post NDR à

ainsi pu être ajusté avec un courant FN émis d'un filament conducteur de longueur et de section données. Il a ensuite été montré que les caractéristiques I(V) des phénomènes NDR peuvent être reproduites en modélisant, pendant l'application d'une rampe en tension, la croissance d'un filament conducteur au sein de l'oxyde. La croissance du filament est décrite par le modèle de Karpov et al. [13] initialement créé pour les mémoires à changement de phase. Dans ce modèle, la croissance du filament est caractérisée par une barrière de nucléation W_{cyl} qui est abaissée par effet du champ et dont le temps caractéristique de nucléation τ est donné par:

$$W_{cyl}(E) = \frac{1}{E} \sqrt{\frac{W_0}{R_0} \frac{1}{3\pi\varepsilon\varepsilon_0}} \quad \text{avec} \quad W_0 = \frac{2\pi R_0^{-3}\mu}{3} \qquad R_0 = \frac{\sigma}{\mu}$$

$$\tau(E) = \tau_0 \frac{S_{fil}}{S_{tip}} \exp\left(\frac{W_{cyl}(E)}{kTE}\right) \qquad 5.1$$

où ε est la permittivité diélectrique relative du diélectrique (oxyde) dans lequel croît le filament, σ la tension de surface et μ la différence de potentiel chimique entre le filament conducteur et le diélectrique. E est le champ électrique appliqué à l'oxyde, R₀ le rayon et W₀ la barrière de nucléation lorsqu'aucun champ n'est appliqué.

Lorsque le champ électrique augmente, la barrière et le temps de nucléation sont abaissés. Pour un champ suffisamment élevé, le filament commence à croître et la longueur du filament dans l'oxyde X(t,E) peut alors être déterminée à tout instant t en fonction de la valeur de la rampe en champ électrique [14] :

$$X(t, E) = X_0 (1 - \exp(-t/\tau(E)))$$
 5.2

Quand la rampe en tension est inversée, la valeur du champ est encore assez élevée pour permettre la croissance du filament.

En adoptant une approche similaire à celle développé dans [15], il résulte de la croissance filamentaire un courant tunnel possédant deux contributions : une composante de conduction proportionnelle à la surface de la pointe AFM à laquelle s'ajoute une composante issue du filament. Au cours de la croissance, l'épaisseur d'oxyde résiduel entre le bout du filament et l'électrode opposée se réduit, entrainant l'augmentation du champ électrique à l'apex du filament $E_{ox}(t)$ (Fig. 5.6), qui peut être décrite par :



Figure 5.6 : Schéma de principe de la croissance filamentaire dans l'oxyde. E_{fil} augmente avec la longueur du filament X_{fil} donnée dans l'équation 5.2. Le courant tunnel mesuré par la pointe est la somme du courant tunnel issu de S_{tip} suivant le champ E_{ox} et du courant filamentaire issu de S_{fil} suivant E_{fil}

$$E_{fil}(t) = \frac{V_{ox}(t)}{T_{ox} - X(t, E)}$$
 5.3

avec $V_{ox} = V - V_{fb}$. Par conséquent, le courant tunnel issu du filament augmente quand le champ (E_{fil}) augmente et que l'épaisseur d'oxyde se réduit. Ainsi, la composante de courant filamentaire croît avec la croissance du filament. Puisque le filament continue sa croissance lors de la réversion de la rampe, le courant filamentaire donc le courant total continue également sa croissance malgré la décroissance en tension. D'où le phénomène de NDR.

5.4. Modélisation de la Résistance Différentielle Négative

Le modèle décrit précédemment permet de bien reproduire l'effet de NDR. Cependant, il doit exister un lien entre le facteur d'accélération de la distribution statistique des temps au claquage et le temps caractéristique de croissance du filament τ_f puisque le claquage se produit lorsque le filament relie les deux électrodes. Le modèle précédent issu d'une théorie de nucléation assistée par champ électrique donnerait lieu à un facteur d'accélération avec une énergie d'activation d'environ 4 eV ce qui est à peu près 8 fois supérieur à l'activation thermique du claquage observée (~0,5 eV). Une telle différence nous pousse donc à rechercher une autre cause au mécanisme de croissance. De plus, le facteur d'accélération en tension est indépendant de l'épaisseur de l'oxyde selon le modèle du paragraphe précédent, ce qui n'est pas en accord avec nos observations expérimentales.

5.4.1. Ajustement des phénomènes NDR sur SiON 1,4nm et 2,6nm

On considère une croissance filamentaire prenant naissance au niveau de l'électrode inférieure et dont le taux de croissance est proportionnel à la distance entre l'apex du filament et l'électrode supérieure. Ainsi, la longueur du filament obéit à l'équation différentielle suivante :

$$\frac{dX(t)}{dt} = \frac{1}{\tau_f(E(t))} \left(T_{ox} - X(t) \right)$$
5.4

Le temps caractéristique de croissance filamentaire τ_f dépend du champ électrique appliqué sur l'oxyde. Pour tous temps t, le champ appliqué entre la pointe AFM et le substrat peut être calculé à partir de la rampe en tension appliquée. La rampe en champ électrique peut ainsi être décrite par :

$$E(t) = \frac{V_{ox}(t)}{T_{ox}} = \frac{\Delta V}{T_{ox}} \left\{ \sum_{j=0}^{\frac{V_{max}}{2\Delta V}} H(t - j \cdot \Delta t) - \sum_{j=0}^{\frac{V_{max}}{\Delta V}} H(t - j \cdot \Delta t) \right\}$$
5.5

où H(t) représente la distribution de Heaviside. Le champ électrique appliqué étant fonction du temps, τ_f est également fonction du temps et doit être pris en compte pour le calcul de la longueur du filament.

La solution de l'équation différentielle 5.4 sans second membre est donnée par :

$$X(t) = K \exp\left(-\int_0^t dt' / \tau_f(t')\right)$$
 5.6

Avec K une constante d'intégration. En observant l'équation 5.4, on peut voir que T_{ox} est une solution triviale de l'équation. Ainsi, en respectant comme condition initiale que la longueur du filament est nulle pour t =0, on obtient la formule permettant de calculer la longueur du filament pour un temps donné :

$$X(t) = T_{ox} \left[1 - \exp\left(-\int_{0}^{t} dt' / \tau_{f}(t') \right) \right]$$
 5.7

Il est important de noter que cette loi de croissance diffère de celle présentée dans [6] (eq. 5.2), car elle tient compte de l'évolution de la tension appliquée en fonction du temps avant l'instant t pour calculer la longueur du filament. Afin de faciliter l'intégration de l'équation 5.7, le temps caractéristique de croissance du filament est défini à partir d'un modèle en 1/E, qui a la même dépendance fonctionnelle que le modèle de Karpov mais où la constante de proportionnalité est de nature complètement différente ce que nous discuterons dans la suite. Dans ce cas la dépendance de τ_f au champ électrique est décrite par :

$$\tau_f = \tau_{f0} exp \left(A_f / E(t) \right)$$
5.8

Dans l'équation 5.8 le terme A_f est égal à Wcyl/kT (eq.5.1) pour le modèle de Karpov utilisé dans [6] et correspond au champ électrique d'activation de la croissance. La longueur du filament peut alors être déduite pour tous temps à partir des équations 5.7 et 5.8.

Pour reproduire le courant des phénomènes NDR, on suppose que les électrons peuvent traverser l'épaisseur réduite d'oxyde, de l'apex du filament jusqu'à l'électrode supérieure par effet tunnel. La probabilité de transmission dépend alors du champ électrique existant entre l'extrémité du filament et l'électrode supérieure noté $E_{fil}(t)$ et reste donnée par l'équation 5.3.

Le courant total à travers la couche diélectrique est alors considéré comme la somme du courant tunnel issu de la surface de contact pointe/échantillon, traversant la totalité de l'oxyde et du courant tunnel issu de la section du filament traversant l'épaisseur d'oxyde résiduel comme décrit par l'équation 4.15. En injectant l'équation 5.7 pour décrire la longueur du filament dans l'équation 4.15, on peut déterminer le courant à tout instant lors de l'augmentation et la réduction de la rampe en tension.

5.4.2. Reproduction des caractéristiques NDR

Les équations 5.4, 5.5, 5.7 et 5.8 permettent d'ajuster les caractéristiques de NDR avec comme paramètres la valeur de A_f (eq.5.8) ainsi que les masses effectives et les surfaces de contact pointe/échantillon et ceci pour plusieurs vitesses de rampe. Afin de réduire le nombre de paramètres d'ajustement, la surface de contact et la masse effective peuvent être ajustées à partir du courant tunnel avant la dégradation. Pour cela, nous avons mesuré le courant tunnel existant avant la création de la dégradation sur les deux échantillons d'oxyde et un ajustement des résultats a été réalisé à partir de la formule du courant de fuite donnée dans le chapitre 1 (eq.1.6). La figure 5.7 présente les courants obtenus ainsi que leurs ajustements.

La surface de contact extraite lors de ces ajustements est comprise entre 4 et 5nm². Le courant de conduction à travers la couche de SiON de 2,6nm a été reproduit avec une masse effective de 0,5 fois la masse de l'électron. De même, la masse effective extraite dans le cas de la couche de 1,4nm est égale à 0,9m₀. Ces valeurs sont en accord avec celles reportées dans la littérature [16], [17] et en particulier la dépendance de la masse effective avec l'épaisseur.



Figure 5.7 : Courant tunnel obtenu par C-AFM sur SiON 1,4nm et 2,6nm et reproduit par un courant de type FN avec une masse effective de 0,5m₀ pour une épaisseur de 2,4nm et 0,9m₀ pour 1,4nm avec une surface de contact pointe/échantillon de 5nm².

Les caractéristiques NDR mesurées sur l'échantillon SiON de 1,4nm et 2,6nm d'épaisseur ont pu être reproduites en résolvant l'équation 5.7, puis en injectant la solution dans l'équation 4.15 pour obtenir le courant I(t) en fonction de la tension appliquée V(t). Nous avons alors directement extrait les valeurs du paramètre A_f dans l'équation 5.8.



Figure 5.8 : Phénomènes NDR obtenus par C-AFM sur SiON (1,4nm) avec $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 60ms$ et Vmax = 3,8V ($^{\circ}$) et $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 1,6s$ et Vmax = 3,4V ($^{\Delta}$). (a) sur SiON (2,6nm) avec $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 50ms$ et Vmax = 5,3V ($^{\circ}$) et $\Delta V = 0,05V$, $\Delta t = 1,6s$ et Vmax = 5V ($^{\Delta}$) (b) reproduits avec le modèle filamentaire en utilisant les conditions de rampe respectives à chaque caractéristique (traits pleins).

Les courbes NDR de la figure 5.1 obtenues pour deux conditions de rampe différentes ont été représentées dans la figure 5.8 avec les courants théoriques calculés grâce au modèle présenté dans lequel nous avons rentré les conditions réelles de rampe.

Pour ces ajustements, nous avons utilisé de manière cohérente les mêmes masses effectives de $0.9m_0$ et $0.5m_0$ que celles provenant du courant tunnel de la figure 5.7. La hauteur de barrière entre la bande de conduction du silicium et celle de l'oxyde ϕ_b a été prise égale à 3eV. Les paramètres

extraits des ajustements sur les deux échantillons ainsi qu'un rayon de filament de 0,2nm sont en accord avec les expériences présentées précédemment dans ce manuscrit.

A partir des caractéristiques I(V) obtenues pour différentes vitesses de rampe, il est possible d'extraire les paramètres de croissance filamentaire A_f et τ_{of} .

	A _f (0,8V/s)(V/nm)	A _f (0,03V/s)(V/nm)	$\tau_{0f}(s)$
SiON 2,6nm	82,9	83,8	1,2 x 10 ⁻¹⁶
SiON 1,4nm	111,9	110,0	1,2 x 10 ⁻¹⁶

Tableau 5.1 : Paramètres extraits des ajustements des caractéristiques NDR obtenues sur SiON (1,4 et 2,6nmd'épaisseurs) pour différentes vitesses de rampe grâce à l'équation 5.7.

Dans le cas de la couche de 2,6nm, le paramètre A_f a été évalué égal à 82,9 V/nm et 83,8 V/nm respectivement pour les rampes de 0,8 et 0,03 V/s. De même, nous avons extrait pour la couche de 1,4nm des valeurs de 111,9 et 110 V/nm. Les deux vitesses de rampe correspondant à des expériences séparées, il n'est pas surprenant, pour une même couche, de relever de faibles différences entre les paramètres extraits. On peut noter la forte augmentation du paramètre A_f lorsque l'épaisseur d'oxyde est réduite, cette variation sera discutée dans la suite du chapitre.

5.4.3. Interprétation physique du phénomène de NDR

Le mécanisme de croissance filamentaire présenté dans cette étude permet de reproduire fidèlement le phénomène de résistance différentielle négative en fonction de l'épaisseur d'oxyde et de la rampe en tension appliquée. L'épaisseur ainsi que la vitesse de rampe ont une forte influence sur la tension de claquage comme reporté dans [18]. Ainsi par exemple, plus la rampe est lente plus le claquage va se produire pour des faibles tensions. La croissance filamentaire étant significative pour des tensions proches de V_{BD}, l'augmentation du courant relative à la NDR va donc être dépendante des paramètres qui gouvernent la tension de claquage.

Différents exemples de croissance filamentaire sont illustrés dans la figure 5.9 pour les épaisseurs d'oxyde de 1,4nm et 2,6nm et des vitesses de rampe de 0,8 et 0,03 V/s. Les courbes représentent l'évolution de la longueur du filament pendant différentes rampes en tension lors des montées et descentes. On peut voir que quelles que soient les conditions de rampe, le filament atteint une hauteur significative que pour des tensions relativement proches de la tension maximale V_{max}, qui rappelons-le a été choisie pour renverser la rampe juste avant d'atteindre la rupture diélectrique. De plus, on observe que le filament continue sa croissance durant quelques pas qui suivent la réversion de la rampe. En fonction des conditions de rampe, la hauteur du filament est variable. Comme on

pouvait le supposer, les caractéristiques montrant les plus grandes amplitudes de NDR dans la figure 5.8 correspondent aux filaments les plus longs.



Figure 5.9 : Longueur du filament calculée lors de l'ajustement des caractéristiques NDR obtenues sur SiON (1,4nm (rouge) et 2,6nm (bleu)) avec R = 0,8V/s (traits pointillés) et R = 0,03V/s (traits pleins).

Lorsque la rampe en tension atteint des valeurs proches de la tension de claquage, une croissance filamentaire se déclenche dans l'oxyde. On observe alors une augmentation du courant mesuré, dépendant du champ électrique à l'apex du filament ainsi que de l'épaisseur d'oxyde. Lorsque la rampe est inversée, la tension est encore suffisamment élevée pour continuer le mécanisme de croissance, continuant également la réduction locale de la couche d'oxyde ainsi que l'augmentation du champ électrique en bout de filament. De ce fait, malgré une diminution de la tension appliquée, le courant mesuré continue à croitre, et ce, jusqu'à ce que la tension soit suffisamment faible pour arrêter la croissance filamentaire. Le filament conserve ensuite une longueur constante, et le courant subit une décroissance correspondant au courant tunnel circulant entre l'extrémité du filament et la pointe AFM.

On peut se poser la question de savoir si dans le cas présent la croissance filamentaire qui est l'hypothèse fondamentale de notre approche est partiellement réversible. Pour tenter de répondre à cette question, deux rampes en tension ont été appliquées successivement sans déplacer la pointe AFM, le courant mesuré lors des deux stress sont reportés dans la figure 5.10. La première rampe en tension est appliquée suivant une vitesse de 0,5V/s ($\Delta V = 0,05V$ et $\Delta t = 100$ ms), avec une tension maximale de 3,8V. Le résultat de ce premier stress met en évidence une caractéristique NDR similaire à celles décrites dans les sections précédentes (points rouges). Cette caractéristique a également pu être reproduite grâce à l'équation 5.7 comme le montre la courbe rouge. La seconde rampe est appliquée dans la continuité de la première avec la même vitesse. En revanche, celle-ci est programmée pour se reverser lorsque que le courant dépasse 1nA.



Figure 5.10 : Phénomènes NDR obtenus en appliquant deux rampes successives avec R = 0,1V/s et V_{max} = 3,8V (●) puis 3,4V (△) sur la même position de l'oxyde. Les caractéristiques expérimentales ont été reproduites avec le modèle filamentaire avec les mêmes paramètres en ajoutant une longueur filamentaire initiale de 0,64nm pour la seconde rampe (bleu).

On peut alors observer, sur la mesure effectuée durant la seconde rampe, que l'élévation du courant lors de l'aller de la rampe semble suivre le courant retour observé lors de la première rampe. Cette élévation de courant entraîne une seconde caractéristique NDR (points bleus) qui se produit pour une tension plus faible (3,4V) et une amplitude plus élevée (5nA) que la première. Dans l'insert de la figure 5.10 on remarque que le filament créé lors de la première rampe en tension continue sa croissance lors de la seconde rampe sans s'être rétréci entre temps.

Pour rendre compte de la NDR lors de la seconde rampe, on doit tenir compte de la longueur du filament créé lors de la première rampe. En conservant les mêmes paramètres que pour la courbe initiale (rouge), nous avons pu reproduire la seconde NDR grâce à une longueur initiale de filament de 0,63nm, ce qui correspond à la longueur du filament à l'issu de la première rampe en tension. L'insert dans la figure 5.10 montre l'évolution de la longueur du filament durant les rampes successives. Il y a donc conservation du filament formé lors du premier stress. Lors du second stress, ce filament est réutilisé et la dégradation s'aggrave. On peut noter que la croissance lors de la seconde NDR est beaucoup plus faible que la première croissance. Cela peut s'expliquer par le fait que le mécanisme est déclenché par le champ électrique, le V_{max} de la seconde rampe étant plus faible que la première, on observe une croissance plus faible. De plus, d'après l'équation 5.4 la vitesse de croissance diminue avec la réduction de l'épaisseur de l'oxyde résiduel entre le bout du filament et l'électrode opposée. Dans la plupart des cas la croissance n'est donc pas réversible dans le SiON.



Figure 5.11 : Caractéristiques I(V) obtenues en appliquant deux rampes successives avec R = 0,1V/s et V_{max} = 3,8V (1^{ère} rampe : ●) (2^{nde} rampe : ▲) sur la même position de l'oxyde.

Cependant, de rares exemples de courbe expérimentale qui indiquent une réversibilité du filament ont été observés comme celle montrée dans la figure 5.11 où le courant mesuré durant la seconde rampe commence à croître suivant le courant retour observé lors de la première rampe pour ensuite chuter (flèches bleues) jusqu'au niveau de courant mesuré lors de l'aller de la rampe initiale (courbe rouge). Ensuite, on observe un second phénomène NDR identique au premier (flèches rouges). La question de la réversibilité sera discutée dans le prochain chapitre. Dans la suite de ce chapitre nous considèrerons que la croissance est bien irréversible pour le SiON.

5.5. Lien entre la NDR et le claquage diélectrique

Si la croissance filamentaire au sein de l'oxyde n'est pas limitée, le filament peut croître jusqu'à atteindre la seconde électrode, provoquant alors le claquage diélectrique. Il semble donc naturel d'imaginer l'existence d'un lien entre les distributions statistiques de TDDB témoignant de la rupture des oxydes et les phénomènes de NDR permettant de visualiser la croissance filamentaire. Pour étudier ce possible lien, nous allons, dans cette partie, comparer les paramètres extraits des effets NDR avec ceux extraits de l'ajustement des distributions de TDDB obtenues sur les mêmes échantillons.

5.5.1. Retour sur les distributions de temps au claquage

Pour cette étude, nous allons utiliser les distributions statistiques de temps au claquage enregistrées sur la couche de SiON de 1,4nm d'épaisseur dans le cadre du chapitre 3 ainsi que des distributions obtenues par P. Delcroix sur une couche de SiON de 2,6nm d'épaisseur [6]. Toutes ces distributions ont été réalisées dans les mêmes conditions. La figure 5.12 présente un exemple des distributions

obtenues sur les deux épaisseurs pour deux champs électriques différents (2,03V/nm pour l'épaisseur de 2,6nm et 2,64V/nm pour l'épaisseur de 1,4nm).

Comme observé dans les précédents chapitres, les distributions obtenues sur les oxydes simple couche possèdent un caractère Weibullien. On peut également vérifier la réduction du paramètre de forme (β) qui accompagne la réduction de l'épaisseur (§1.5.2).



Figure 5.12 : Distributions cumulées TDDB obtenues par C-AFM sur SiON 1,4nm avec un champ électrique de 2,64V/nm (□) et 2,6nm avec 2,03V/nm (○) et reproduites avec la probabilité cumulée de l'équation 1.23 (traits pleins).

La figure 5.13 regroupe les distributions cumulées de claquage obtenues pour différentes tensions sur l'échantillon 1,4nm ainsi que celles obtenues par P. Delcroix [6] de manière similaire sur le SiON 2,6nm. Pour chacun des échantillons, les pentes des distributions relevées dans la figure 5.12 sont naturellement indépendantes des tensions de stress. Les distributions de Weibull de la figure 5.13 ont pu être ajustées fidèlement à l'aide de la probabilité cumulée de Weibull (eq.1.23). Les pentes extraites pour chacune des épaisseurs donnent $\beta_{1,4nm} = 0,96$ et $\beta_{2,6nm} = 1,2$, ce qui confirme la dépendance du paramètre de forme avec l'épaisseur d'oxyde.

Afin de comparer les paramètres extraits de ces distributions avec ceux extraits à partir des courbes NDR, nous avons utilisé le modèle en 1/E pour le paramètre d'échelle de la distribution de Weibull :

$$\tau = \tau_0 \exp(A/E(t))$$
 5.9

avec τ_0 un facteur pré-exponentiel, A le facteur d'accélération et E(t) le champ électrique lors du test de TDDB. Pour établir un lien entre les distributions TDDB et les courbes NDR, il est nécessaire d'inclure la tension de bande plate extraite lors des mesures I(V), dans le calcul du paramètre d'échelle (eq.5.9). Dans ce cas le champ électrique E(t) devient (V(t)-V_{fb})/T_{ox}.



Figure 5.13 : Distributions cumulées TDDB obtenues par C-AFM sur SiON 1,4nm pour quatre tensions de stress différentes (a) et sur SiON 2,6nm pour trois tensions de stress différentes (b) et reproduites par simulation Monte-Carlo avec 150 tests en utilisant les paramètres du tableau 5.2.

Les distributions obtenues sur l'échantillon SiON de 1,4nm ont été ajustées simultanément pour les quatre tensions de stress, pour extraire les A = 112,2 V/nm et τ_0 = 7 x 10⁻¹⁵s.

En ajustant les trois distributions obtenues sur l'échantillon d'épaisseur de 2,6nm, les paramètres suivant ont également pu être extraits : A = 84 V/nm et τ_0 = 7 x 10⁻¹⁵s.

Comme dans le chapitre 4, le paramètre N (eq.1.23) correspond au rapport des surfaces de la pointe et du filament. Pour de telles valeurs d'ajustement, les valeurs de N extraites sont égales à 32 et 40 respectivement pour les épaisseurs de 1,4nm et 2,6nm. Ces valeurs sont en accord avec une surface de pointe de 5nm² et un rayon filamentaire de 0,2nm. Pour rappel, le paramètre N extrait dans le chapitre 4 valait 10, malgré le fait que l'écart semble important entre les différentes valeurs de N, cela ne traduit qu'une différence d'1Å sur le rayon filamentaire ou d'une différence de surface de contact entre la pointe et l'échantillon entre les différentes pointes diamants (Nanoworld) utilisées durant cette thèse.

Les distributions obtenues par simulations Monte-Carlo de 150 tests TDDB avec les paramètres précédemment cités ont été tracées dans la figure 5.13 en traits pleins. On peut voir que ces paramètres permettent de reproduire correctement les distributions expérimentales obtenues sur les deux épaisseurs de SiON.

Comme dans le cas des caractéristiques NDR, on observe une dépendance du paramètre A avec l'épaisseur d'oxyde, plus l'oxyde est fin, plus le paramètre A est élevé. Les paramètres utilisés pour les ajustements ont été regroupés dans le tableau 2. On peut noter que si le facteur d'accélération est dépendant de l'épaisseur, les modèles d'extrapolation en champ ou en tension ne sont plus valables quelle que soit l'épaisseur d'oxyde.

	A (V/nm)	$\tau_0(s)$	N
SiON 2,6nm	84	7 x 10 ⁻¹⁵	40
SiON 1,4nm	112	7 x 10 ⁻¹⁵	32

Tableau 5.2 : Paramètres extraits des ajustements des distributions TDDB obtenues sur SiON (1,4 et 2,6nmd'épaisseurs) grâce à l'équation 1.23.

5.5.2. Interprétation de la croissance filamentaire

Dans les sections précédentes, nous avons extrait les différents paramètres du modèle de croissance en 1/E à partir d'ajustements de courbes NDR, où les paramètres sont issus d'expériences isolées de croissance filamentaire et à partir de distributions TDDB, où les paramètres sont des mesures moyennes sur des centaines de claquages. En comparant les résultats des tableaux 5.1 et 5.2, on peut remarquer que les paramètres A_f extraits des expériences NDR sont très proches des paramètres A extraits à partir des distributions TDDB pour les épaisseurs respectives. En considérant le temps de claquage diélectrique comme le temps pour lequel le plus long filament traverse l'épaisseur complète d'oxyde T_{ox}, les phénomènes intrinsèques responsables des deux phénomènes devraient être identiques. Il semble donc raisonnable de considérer que les paramètres A et A_f sont identiques pour une même épaisseur d'oxyde. En raison des différences d'énergie d'activation et de dépendance en épaisseur observée, nous avons pu exclure le modèle de Karpov. En revanche, il nous faut déterminer la nature physique et la signification de A. Les modèles en 1/E des distributions de TDDB suggèrent qu'un mécanisme lié à la génération de trous est à l'origine du phénomène.

Dépendance de type Fowler Nordheim

Si la génération des trous est due à l'injection d'électrons alors A pourrait être le coefficient du courant Fowler-Nordheim:

$$A_{\rm FN} = \frac{4\sqrt{2m_{\rm eff}}\varphi_{\rm b}^{\frac{3}{2}}}{3q\hbar}$$
 5.10

Les valeurs extraites pour le facteur d'accélération A sont beaucoup plus élevées que celles du facteur A_{FN} . A_{FN} varie de 25 à 33 V/nm alors que A possède des valeurs comprises entre 80 et 110V/nm en fonction de T_{ox} . Il ne peut donc pas s'agir du mécanisme Fowler Nordheim pour la croissance filamentaire.

Dépendance de type Zener

Cependant, il existe un autre mécanisme de génération de trous, l'effet Zener (effet tunnel bande à bande) [19]. La probabilité qu'un trou soit généré au sein de l'oxyde est inversement proportionnelle à $exp(A_{Zener}/E)$ où le coefficient A_{Zener} défini dans l'équation suivante [19] présente les mêmes dépendances que A_{FN} en fonction de l'épaisseur.

$$A_{\text{Zener}} = \frac{\pi^2}{\text{hq}} \sqrt{2m_{eff}} (E_{Gap})^{\frac{3}{2}}$$
 5.11

Dans l'équation 5.11, E_{Gap} correspond au gap d'énergie du diélectrique de grille. Pour un échantillon de SiON de 2,6nm d'épaisseur, avec $E_{Gap} = 6eV$ et $m_{eff} = 0,5m_0$, le coefficient Zener vaut 83,5 V/nm, tandis que pour un échantillon de SiON de 1,4nm d'épaisseur, où $m_{eff} = 0,9m_0$, le coefficient Zener est trouvé égal à 112 V/nm. La dépendance de A_{Zener} à l'épaisseur est due à la dépendance de la masse effective avec l'épaisseur d'oxyde. Ainsi, les valeurs du coefficient Zener sont en excellent accord avec les valeurs expérimentales de A.

Ainsi, il doit être possible de décrire la croissance filamentaire en considérant un mécanisme de type tunnel bande à bande : on peut imaginer que des trous sont générés au sein du film d'oxyde par effet Zener et sont attirés jusqu'à l'électrode inférieure de silicium dopé, par le champ électrique imposé lors du stress. Les trous ainsi générés sont préférentiellement piégés à l'apex du filament qui est au même potentiel que l'électrode. Or la capture d'un trou est équivalente à la disparition d'une liaison. La capture de trous de proche en proche constituerait la force motrice de la croissance filamentaire, comme illustré dans la figure 5.14. Le taux de croissance est alors proportionnel au nombre de trous générés en amont du filament. La probabilité qu'un trou soit présent entre la fin du filament et l'électrode supérieure diminue lorsque l'espace ainsi décrit diminue, c'est-à-dire lorsque le filament croit. Le taux de croissance du filament est ainsi dépendant de la propre longueur du filament, et l'on retrouve donc l'équation différentielle formulée précédemment (eq.5.4). D'un point de vue statistique, le temps au claquage va correspondre au temps t_{cross} pour lequel le plus long filament traverse la couche diélectrique. La distribution statistique d'un tel évènement correspond à la statistique de distribution du temps le plus court parmi les temps de court-circuit des N filaments pouvant croître sous l'électrode. La loi de probabilité correspondante est naturellement la loi des valeurs extrêmes (du minimum dans notre cas). Ainsi, si la queue de distribution des t_{cross} suit asymptotiquement une loi de puissance, alors la loi des valeurs extrêmes qui régit le plus faible des t_{cross} est la loi de Weibull [20].



Figure 5.14 : Illustration de la croissance filamentaire assisté par un mécanisme de génération de trou en amont du filament suivant la probabilité Zener.

5.5.3. Relation entre temps caractéristique de croissance et temps moyen de claquage

Lors de ces travaux de thèse, nous avons donc réalisé par C-AFM des études statistiques du claquage diélectrique au travers des distributions TDDB, ainsi que des mesures isolées de caractéristiques NDR nous renseignant sur la dynamique de la rupture diélectrique.

Les distributions statistiques de TDDB permettent d'extraire une valeur moyenne du facteur d'accélération A. De plus, pour des distributions de Weibull, le temps de claquage moyen en fonction de la tension de stress est donné par :

$$< tbd >= \tau. N^{-\frac{1}{\beta}} \Gamma(1 + \frac{1}{\beta})$$
 5.12

Dans l'équation 5.12, la tension est présente via le paramètre τ . Cette équation correspond au calcul de l'espérance d'une loi de Weibull où Γ représente la fonction gamma.

D'autre part, on peut considérer que le claquage diélectrique est atteint lorsque le filament a quasiment traversé l'épaisseur d'oxyde, c'est-à-dire lorsque la longueur du filament $X_{fil}(t)$ est égale à T_{ox} - δ , où δ représente approximativement la taille d'un atome. Le temps pour lequel le filament a atteint cette longueur, t_{cross} peut être déterminé dans le cas d'un test à tension constante (à partir de l'équation 5.7 en posant $X_{fil}(t) = T_{ox}$ - δ) par :

$$t_{cross} \cong \tau_{f} \cdot \ln\left(\frac{T_{ox}}{\delta}\right)$$
 5.13

Etant donné la dépendance exponentielle du courant tunnel vis-à-vis de l'épaisseur d'oxyde résiduelle entre le filament et la pointe AFM, il est possible de considérer que le courant lors du phénomène de rupture diélectrique est gouverné par le plus long filament, c'est-à-dire celui pour lequel l'épaisseur d'oxyde résiduelle est la plus faible, et qui court-circuitera le plus rapidement l'épaisseur d'oxyde, les autres filaments, plus courts, étant négligés.

Il devient alors raisonnable de considérer le temps moyen de claquage t_{bd} et le temps de courtcircuit du filament t_{cross} comme étant égaux comme le montre la figure 5.15. Cette égalité se traduit alors par :

$$\tau \times N^{-\frac{1}{\beta}} \Gamma\left(1 + \frac{1}{\beta}\right) = \tau_f \times \ln\left(\frac{T_{ox}}{\delta}\right)$$
 5.14

D'après les tableaux 5.1 et 5.2, nous avons montré l'égalité des facteurs A et A_f, il est donc possible d'éliminer de part et d'autre de l'équation (5.14) le terme en exp(A/E) provenant des termes τ et τ_f .



Figure 5.15 : Comparaison des temps moyens de claquage expérimentaux mesurés sur SiON 1,4 et 2,6nm (points) et des temps de claquage considérés lorsque le filament court-circuite la couche d'oxyde (lignes) (eq.5.14) en fonction de la tension appliquée.

On obtient alors :

$$\tau_{f0} = \tau_0 \left(\frac{N^{-\frac{1}{\beta}} \Gamma \left(1 + \frac{1}{\beta} \right)}{\ln \left(\frac{T_{ox}}{\delta} \right)} \right)$$
 5.15

En tenant compte de l'épaisseur des couches d'oxyde étudiées (1,4 et 2,6 nm) ainsi que du rayon atomique d'un atome de silicium ou d'oxygène (~0,3nm), le logarithme du rapport T_{ox}/δ peut être évalué à environ 1,5 ou 2 selon l'épaisseur. De plus, les valeurs expérimentales extraites pour le paramètre de forme β compris entre 0,97 et 1,2 permettent d'approximer la valeur de $\Gamma(1+1/\beta)$ à 1, ce qui mène à l'équation :

$$\tau_{f0} = \frac{\tau_0 N^{-\frac{1}{\beta}}}{\ln\left(\frac{T_{0x}}{\delta}\right)}$$
5.16

Grâce à cette dernière équation (5.16), il est possible de comparer les pré-facteurs du temps caractéristique de croissance filamentaire (eq.5.8) avec les paramètres expérimentaux extraits des distributions cumulées de claquage présentées dans la figure 5.13 (tableau 2). Pour rappel nous avons, dans le cas des mesures NDR, extrait un pré-facteur du temps caractéristique égal à 1,2.10⁻¹⁶s. En prenant $\delta = 0,3$ nm, nous avons calculé ($\tau_0 \ge N^{-1/\beta}$)/2 = 1,5.10⁻¹⁶s pour l'échantillon de SiON de 2,6nm et ($\tau_0 \ge N^{-1/\beta}$)/1,5 = 1,3.10⁻¹⁶s pour la couche de 1,4nm d'épaisseur. L'égalité de ces paramètres permet donc de valider notre approche filamentaire et de quantifier le lien entre le phénomène de résistance différentielle négative et les distributions cumulées de claquage diélectrique. Le lien réside dans le mécanisme de croissance filamentaire qui est responsable des paramètres extraits à partir des deux types d'expériences.

Dans le cas des courbes NDR, les paramètres de croissance filamentaire sont directement reliés aux paramètres permettant de reproduire le courant, tandis que le paramètre N peut être directement identifié à partir de la surface de la pointe AFM et de la section du filament utilisé pour les modélisations. Dans la section 5.3.2, nous avons trouvé une surface de 5nm² pour la surface de contact pointe/échantillon et un diamètre de 0,4nm pour la section du filament, ce qui donne un rapport N égal à 40. Cette valeur est à nouveau en accord avec les valeurs extraites à partir des distributions de Weibull (Tableau 2). Cette comparaison montre donc la validité de notre approche cohérente avec la loi d'échelle (eq.5.16) incluse dans la loi de Weibull (Area scaling) (eq.1.15).

5.6. Conclusion

Grâce au C-AFM, nous avons pu, en appliquant des conditions de rampe en tension adaptées, étudier des phénomènes de résistance différentielle négative sur des oxydes de grille SiON de deux épaisseurs différentes. Ces phénomènes ont pu être reproduits à l'aide d'un modèle de croissance filamentaire et nous avons mis en évidence une dépendance du paramètre d'activation avec l'épaisseur. Nous avons montré que les valeurs du paramètre d'activation extraites pour les deux épaisseurs sont en accord avec les valeurs du coefficient Zener, laissant supposer qu'une génération de trous par transition bande à bande pourrait être à l'origine de la croissance filamentaire. En accord avec le chapitre précédent, le claquage diélectrique semble pouvoir être envisagé comme une croissance de proche en proche plutôt qu'une génération aléatoire de défauts.

Il a été montré une équivalence entre l'inverse du taux de croissance filamentaire avec les facteurs d'accélération extraits sur les distributions cumulées de TDDB obtenues sur les deux mêmes épaisseurs. La rupture diélectrique s'interprèterait comme le résultat du premier filament connectant les deux électrodes. Nous avons déduit de cette interprétation une expression analytique sous forme de loi d'échelle reliant le temps caractéristique de croissance filamentaire et le temps moyen de claquage observé sur les distributions statistiques.

Bibliographie du Chapitre 5

- [1] J. Suñé, I. Placencia, N. Barniol, E. Farrès, F. Martin et X. Aymerich, «On the brakdown statistics of very thin SiO2 films,» *Thin Solid Films*, vol. 185, pp. 347,362, 1990.
- [2] R. Degraeve, G. Groeseneken, R. Bellens, J. Ogier, M. Depas, P. Roussel et H. Maes, «New insights in the relation between electron trap generation and the statistical properties of oxide breakdown,» *IEEE Trans. Electron Devices*, vol. 45, pp. 904,911, 1998.
- [3] J. Suñé, «New physics-based analytic approach to the thin-oxide breakdown statistics,» *IEEE Trans. Electron Device Lett.*, vol. 45, n° %14, pp. 296,298, 2001.
- [4] J. Stathis, «Percolation models for gate oxide breakdown,» J. App. Phys., vol. 86, pp. 5757,5766, Nov. 1998.
- [5] M. Porti, M. Nafría, X. Aymerich, A. Olbrich et B. Ebersberger, «Electrical characterization of stressed and broken down SiO2 films at a nanometer scale using a conductive atomic force microscopy,» J. Appl. Phys., vol. 91, p. 2071, 2002.
- [6] P. Delcroix, «Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité de diélectriques minces pour l'intégration dans les composants microélectroniques du futur,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourrier, Grenoble, France, 2012.
- [7] P. Delcroix, S. Blonkowski et M. Kogelschatz, «Pre-breakdown negative differential resistance in thin oxide film: Conductive-atomic force microscopy observation and modelling,» J. App. Phys., vol. 110, pp. 034104,034104-6, Aug. 2011.
- [8] Y. Wu et S. Sin, «Two-trap-assisted tunneling model for post-breakdown I-V characteristics in ultrathin silicon dioxide,» *Trans. Dev. and Mater. Reliab.*, vol. 6, pp. 75,80, 2006.
- [9] T. Hickmott, «Impurity Conduction and Negative Resistance in Thin Oxides,» J. Appl. Phys., vol. 35, pp. 2118,2122, 1964.
- [10] S. Ismail et C. Hogartth, J. Mater. Sci., vol. 20, pp. 2186,2192, 1985.
- [11] R. Goffaux et R. Coelho, «Sur la rupture thermique filamentaire différée dans les isolants électriques,» *Revue de Physique Appliquée,* vol. 17, pp. 55,64, 1982.
- [12] B. Ridley, Proc. Phys. Soc., vol. 82, p. 954, 1963.
- [13] I. Karpov, M. Mitra, D. Kau, G. Spadini, Y. Kryukov et V. Karpov, «Evidence of field induced nucleation in phase change memory,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, p. 173501, 2008.
- [14] R. Foissac, S. Blonkowski, M. Kogelschatz et P. Delcroix, «A relationship between statistical time to breakdown distributions and pre-breakdown negative differential resistance at nanometric

scale,» J. App. Phys., vol. 116, pp. 024505,024505-7, Jul. 2014.

- [15] A. Halimaoui, O. Brière et G. Ghibaudo, «Quasi-Breakdown in Ultrathin Gate Dielectrics,» *Microelec. Eng.*, vol. 36, pp. 157,160, 1997.
- [16] C. Ng, T. Chen et C. Ang, «Dependence of barrier height and effective mass on nitrogen concentration at SiOxNy/Si interface and gate oxide thickness,» *Smart Mater. Struct.*, vol. 15, pp. S39,S42, 2006.
- [17] K. Khairurrijal, W. Mizubayashi, S. Miyazaki et M. Hirose, «Analytic model of direct tunnel current through ultrathin gate oxides,» *J. App. Phys.*, vol. 87, pp. 3000,3005, Mar. 2000.
- [18] A. Kerber, L. Pantisano, A. Veloso, G. Groeseneken et M. Kerber, «Reliability screening of high-k dielectrics based on voltage ramp stress,» *Microelectron. Reliab.*, vol. 47, pp. 513,517, April-May 2007.
- [19] W. Shockley et W. Read Jr., «Statistics of the Recombinations of Holes and Electrons,» *Phys. Rev.*, vol. 87, p. 835, 1952.
- [20] E. Gumbel, «Les valeurs extrêmes des distributions statistiques,» *Annales de l'I.H.P.,* vol. 5, pp. 115,158, 1935.

6. Applications des mesures C-AFM aux Oxram

Dans les chapitres précédents, nous avons exclusivement étudié des structures MOS destinées aux applications d'oxydes de grille des transistors. Au cours de ce chapitre, nous allons étendre les caractérisations électriques par C-AFM développées durant cette thèse aux empilements d'oxyde développés pour les mémoires de types Oxram.

6.1. Introduction sur les Oxram

6.1.1. Principe de fonctionnement

Afin de surmonter les limites en termes de miniaturisation, consommation électrique et complexité de fabrication des technologies mémoires non-volatiles à grille flottante (mémoires FLASH), l'industrie des semi-conducteurs développe actuellement plusieurs solutions alternatives. Parmi celles-ci, les mémoires résistives non volatiles à base d'oxydes (OxRRAM) offrent des temps de programmation et d'accès très courts, une faible consommation énergétique, un coût par composant mémoire (bit) très concurrentiel et une facilité de co-intégration dans le back-end avec du CMOS avancé [1, 2].

Les dispositifs Oxram se composent d'un matériau isolant et de deux électrodes métalliques formant ainsi une structure Métal-Isolant-Métal très proche des structures MOS étudiées précédemment. Le principe de ces dispositifs repose sur la propriété de certain matériaux diélectriques à pouvoir alterner entre un état isolant initial et un état conducteur généré par création d'un chemin de conduction après application d'une tension suffisamment élevée sur le matériau [3]. Une fois le chemin de conduction formé, celui-ci peut être interrompu en appliquant une tension appropriée de



Figure 6.1: Structure MOS (à gauche) et MIM (à droite) avec leur diagramme de bande respectif à l'équilibre

même polarisation (mémoire unipolaire) ou de polarisation opposée (mémoire bipolaire) [4], mettant l'oxyde dans un nouvel état à haute résistivité. Le passage de l'état isolant à l'état conducteur peut être reproduit sur un grand nombre de cycles donnant ainsi naissance à un composant mémoire à deux états : Off lorsque l'oxyde est isolant et On pour lorsqu'il est conducteur. Les mémoires ainsi formées ont des propriétés non-volatiles car l'état On est conservé en absence de polarisation sur le diélectrique.

Avant de pouvoir effectuer les transitions de résistivité, les structures MIM requièrent la réalisation d'un claquage partiel communément appelé l'étape de « forming » atteinte pour une tension $V_{forming}$. Ce forming, similaire au claquage diélectrique dans le cas des oxydes de grille, laisse les dispositifs dans un état conducteur. En appliquant une tension V_{reset} , qui est de signe opposé dans le cas d'un mémoire bipolaire et du même signe dans le cas d'une mémoire unipolaire, le diélectrique repasse à l'état isolant. Il est ensuite possible en appliquant une tension V_{set} inférieure à $V_{forming}$ de faire repasser le dispositif à l'état On et de réaliser des transitions successives entre les états On et Off grâce aux tensions V_{set} et V_{reset} [5]. Les courbes I(V) présentées dans la figure 6.2 regroupent les différentes étapes de l'effet mémoire unipolaire (a) et bipolaire (b) observées sur des dispositifs Oxram Pt/CoO/Ti/Pt.



Figure 6.2: Caractéristiques I(V) sur des échantillons à mémoires résistives unipolaires (a) ou bipolaires (b) [4].

6.1.2. Etudes existantes sur les Oxram

Depuis plus de 40 ans [6], les propriétés de transitions résistives ont été largement étudiées révélant ainsi une forte influence du matériau de la couche diélectrique et du métal des électrodes utilisées sur le phénomène de transition. En 1967, Simmons [7] et Varker [8] suggèrent pour la première fois d'utiliser cette propriété afin de créer un point mémoire. Dans le but d'une intégration industrielle rapide, de nombreuses études se sont portées alors sur l'optimisation du cyclage mémoire. C'est ainsi que, parmi d'autres oxydes l'HfO₂ est retenu pour ce type de dispositifs car il semble fournir les meilleurs résultats concernant la stabilité des cycles mémoires et la rétention de l'état On au cours du temps. Pour expliquer les différentes étapes de transition, un modèle filamentaire a été développé et est désormais accepté (Fig.6.3) [9]. Lors de l'étape de forming un filament conducteur croît à partir de l'électrode inférieure. Lorsque le filament court-circuite l'épaisseur d'oxyde, le dispositif est dans l'état faiblement résistif. En appliquant une tension de polarité opposée, le filament se rétrécit et un espace isolant est créé entre l'extrémité du filament et l'électrode supérieure permettant de passer à l'état hautement résistif. En jouant sur la tension, on module l'espace filament/électrode ce qui autorise le cyclage entre les états On et Off.



Figure 6.3: Schéma du modèle filamentaire décrivant les étapes de forming et de switching au sein des matériaux des mémoires résistives [9].

Afin de mieux comprendre le mécanisme de croissance filamentaire, un grand nombre de travaux [10, 11, 12] ont été dédiés à la caractérisation physique et chimique des matériaux mémoires à l'état On.

Il existe une grande quantité de travaux dédiés aux étapes de transitions résistives des dispositifs ReRam. En revanche, peu d'études se sont intéressées à l'étape de forming dans ces dispositifs. Au cours de cette thèse, une attention particulière à été portée sur le forming.

6.2. Observations expérimentales

Afin d'étudier l'influence de la couche de titane au niveau de l'électrode inférieure dans les dispositifs OxRam, nous avons comparé de manière systématique les résultats obtenus par C-AFM sur deux empilements. La figure 6.4 présente les topographies mesurées par C-AFM des échantillons TiN(50nm)/HfO₂(5nm) et TiN(50nm)/Ti(10nm)/HfO₂(5nm). Les mesures semblent conformes aux topographies déjà mesurées sur de tels matériaux pour applications mémoires [13]. On peut observer que la présence de titane en tant qu'électrode inférieure ne modifie pas la topographie de la couche d'oxyde d'hafnium, en revanche ces mesures ne permettent pas de déterminer la présence de joints de grain. D'après les travaux de M. Gros-Jean [14], pour une épaisseur d'HfO₂ déposée par ALD à 300°C sans recuit haute température et inférieure à 10nm, la couche reste amorphe et ne présente pas de grain cristallin. La présence de joints de grain sera par la suite étudiée grâce à une étude statistique des tensions de forming sur toute la surface d'HfO₂.



Figure 6.4: Image topographique 1μm x 500nm d'un échantillon TiN/HfO₂ (5 nm) (a) et TiN/Ti/HfO₂ (5 nm) (b) obtenues par AFM en mode contact avec une pointe diamant.

6.2.1. Résultats préliminaires sur le forming

Nous avons vu dans le chapitre 2 que pour conserver l'état de la pointe AFM entre les différentes mesures, il est préférable de limiter le courant à travers celle-ci. Un courant de compliance maximum de 100nA a donc été utilisé durant cette étude. Un exemple de caractéristique I(V) obtenue sur un échantillon de TiN/HfO₂ avec un courant maximum de 100nA est présenté dans la figure 6.5.



Figure 6.5: Caractéristique I(V) obtenue par C-AFM sur TiN/HfO₂(5nm) avec un courant maximum de 100nA.

Sur cette caractéristique, on peut voir que pour une tension légèrement supérieure à 5V, le courant augmente brusquement à la tension de rupture diélectrique, jusqu'à atteindre le courant de compliance de 100nA. Une fois ce courant seuil atteint, la rampe en tension est inversée et l'on observe un palier de courant jusqu'à une tension de 3V. Lorsque l'on repasse en dessous de 3V, le courant décroit de manière exponentielle pour revenir au niveau du courant initial à partir de 2V. La montée rapide du courant au-delà de 5V correspond à l'étape de forming qui sert normalement à initialiser le point mémoire à l'état de faible résistance. La figure 6.5 est à comparer avec la figure 5.1 sur SiON par exemple. L'étape de forming n'est autre que l'étape de claquage et la tension de forming la tension de claquage. La différence réside dans la limitation en courant.

En revanche, dans les cas de forming rapportés pour les structures MIM des dispositifs à mémoires résistives, le retour en courant est caractérisé par un comportement ohmique [2], c'est-à-dire linéaire avec la décroissance en tension. Ainsi, à faible compliance et sous une surface nanomètrique, le courant dans l'état ON semble non ohmique. Dans la suite de ce chapitre, nous utiliserons indistinctement la tension de forming ou de claquage.

6.2.2. Etudes comparatives entre TiN/HfO₂(5nm) et TiN/Ti(10nm)/HfO₂(5nm) 6.2.2.1. Comparaison des distributions des tensions de « forming »

A l'aide de mesures RVS, une étude statistique sur la tension de forming a été réalisée, d'abord sur l'échantillon composé uniquement de TiN et de HfO₂. La distribution de V_{BD} obtenue est représentée sur la figure 6.6. Ce résultat a été comparé avec la loi de probabilité issue de [15] qui reproduit les résultats obtenus par les auteurs sur un empilement TiN/HfO₂ (4 nm) par C-AFM. En accord avec les travaux réalisés sur ces matériaux à l'échelle du dispositif ainsi qu'à l'échelle locale, la distribution statistique de tension de forming apparaît linéaire et ne présente qu'une seule population, ce qui suggère qu'il n'y pas de claquages extrinsèques sur le matériau et donc probablement pas de joints de grain dans la couche de HfO₂ de 5nm. La comparaison sur la figure 6.6 montre que la tension de forming augmente avec l'épaisseur d'oxyde et le facteur de forme est plus élevé pour l'échantillon de 5nm ce qui est conforme avec les travaux de la littérature (§1.5.2).



Figure 6.6: Probabilité cumulée des tensions de forming obtenue par C-AFM sur TiN/HfO₂ (5nm) et un ajustement réalisé avec une loi de Weibull par [15] sur TiN/HfO₂ (4nm). La courbe rouge correspond à un ajustement réalisé avec une loi de Weibull

Une distribution statistique des tensions de forming a également été réalisée sur l'échantillon comportant une électrode inférieure de titane. On peut observer que la dispersion des tensions de

forming est quasi-similaire pour les deux échantillons d' HfO_2 . En revanche, un décalage des tensions de forming de 0,4V vers les tensions plus faibles se produit lors de l'utilisation d'une électrode en Ti. Une électrode inférieure en titane permet donc des tensions de forming et donc des tensions de set plus faibles pour les applications mémoires. Ce résultat est en accord avec [16].



Figure 6.7: Probabilité cumulée des tensions de forming obtenues par C-AFM sur TiN/HfO₂(5nm) et TiN/Ti(10nm)/HfO₂(5nm). Les courbes rouges représentent les ajustements des distributions réalisées avec une loi de Weibull.

6.2.2.2. Comparaison des courants tunnels

Par la suite, des mesures de courant tunnel ont été réalisées sur les échantillons mémoire en appliquant une rampe en tension au niveau de la pointe AFM. Les courants de fuite mesurés sur les échantillons avec (droite) ou sans titane (gauche) sont donnés dans la figure 6.8. Pour des tensions inférieures à 2,5V dans le cas de Ti et 3V dans le cas de TiN, le courant tunnel est inférieur au seuil de détection de l'appareil et l'on n'observe aucun courant. Au-delà de cette tension, le courant de fuite devient détectable et l'on mesure une augmentation progressive du courant tunnel à travers l'HfO₂. A part d'un décalage de 0,5V, l'évolution du courant de fuite semble similaire sur les deux échantillons.

Les courants de fuite mesurés possèdent des caractéristiques de type Fowler-Nordheim et ont été reproduits à l'aide de l'équation 1.6. D'après [17], les barrières de potentiel vues par les porteurs de charge valent dans le cas du TiN 2,5eV et 2V pour une électrode de Ti. Pour les deux échantillons, une masse effective de 0,2m₀ a été utilisée, conformément avec les travaux [18] réalisés sur des oxydes de HfO₂. Grâce aux ajustements, une surface de contact pointe/échantillon de 5nm² à été extraite pour les deux échantillons, cette valeur est proche des surfaces précédemment extraites. Enfin, pour reproduire les courants de fuite mesurés sur ces deux échantillons, une différence de travaux de sortie entre la pointe et l'électrode inférieure de OV à été extraite pour une électrode inférieure de

TiN et de -0,3V pour une électrode inférieure de Ti. Ces différences de travaux de sortie entre les deux électrodes suivent les valeurs de travaux de sortie du TiN et Ti relevée dans [17].



Figure 6.8: Courants de fuite mesurés par C-AFM sur les échantillons TiN/HfO₂(5) et TiN/Ti(10)/HfO₂(5) et reproduits par une caractéristique FN avec les paramètres indiqués.

On peut remarquer que l'écart des travaux de sortie entre la pointe et l'électrode inférieure extraite par l'ajustement des courants de fuite en présence et en absence de Ti est proche du décalage observé sur les distributions des tensions de forming. Selon [19], la différence des travaux de sortie entre la pointe et l'électrode inférieure est à l'origine d'un champ électrique non négligeable dans l'oxyde. En modifiant le potentiel de sortie de l'électrode inférieure, on modifie le champ crée par la différence des travaux de sortie, ce qui induit une variation de la tension de claquage [19]. L'écart des travaux de sortie entre le Ti et le TiN pourrait donc expliquer le décalage noté dans les distributions cumulées des tensions de forming. Pour l'échantillon TiN/Ti/HfO₂, la différence des travaux de sortie entre la pointe et le TiN est égale à -0,3V, ce qui signifie que lorsqu'une tension positive est appliquée par la pointe comme dans le cas des distributions V_{BD} de la figure 6.2, l'oxyde ressent alors la tension totale Vgap – (-0,3), qui se traduit par une tension plus élevée. Pour l'échantillon TiN/HfO₂ la tension de bande plate est nulle. Ainsi, pour une même tension appliquée au niveau de la pointe, l'échantillon avec du Ti ressent une tension plus élevée que dans le cas du TiN, il faut donc appliquer une tension plus élevée pour atteindre le forming dans le cas de l'électrode de TiN.

La présence de titane comme électrode inférieure ne semble donc pas modifier réellement les caractérisations électriques de la couche d'HfO₂, hormis le décalage vers les tensions de forming plus faibles dû à la différence des travaux de sortie entre le Ti et le TiN.

6.3. Phénomènes NDR sur TiN/HfO₂(5nm) et TiN/Ti(10nm)/HfO₂(5nm)

6.3.1. Observation et modélisation

Des expériences de NDR ont ensuite été réalisées sur les deux types d'échantillon. La figure 6.9 présente deux caractéristiques NDR obtenues sur TiN/HfO_2 et $TiN/Ti/HfO_2$ pour des vitesses de rampe identiques égales à 1V/s avec un pas en tension de 0,05V.



Figure 6.9: Comparaison des courbes NDR obtenues avec une rampe de 1V/s pour TiN/HfO₂ (Vmax = 4,3V) et TiN/Ti/HfO₂ (Vmax = 4,2V).

Modèle Zener de création de paires électrons/trous

Nous avons tenté de reproduire ces courbes à l'aide du modèle présenté dans le chapitre 4 en utilisant comme paramètres ceux extraits lors de la caractérisation du courant tunnel dans ces échantillons. Les résultats obtenus pour ce modèle sont donnés dans la figure 6.10. La figure 6.10.a représente l'ajustement pour le phénomène NDR sur TiN/HfO₂. On peut noter que l'ajustement n'est pas fidèle à la courbe expérimentale. Pour l'ajustement en bleu (Az =31,4V/nm) la croissance du courant est correctement modélisée, en revanche le courant simulé revient à zéro à une tension plus élevée que dans le cas de la courbe expérimentale. La figure 6.10 montre également un ajustement avec un coefficient Zener légèrement différent (courbe rouge). Dans ce cas, la décroissance du courant est bien reproduite, contrairement à l'effet NDR. Le modèle n'est donc pas capable de reproduire à la fois la montée et la décroissance du courant.

Ce problème se pose également pour la courbe NDR observée sur TiN/Ti/HfO₂. Pour Az = 32,2V/nm (courbe rouge), le modèle reproduit la croissance du courant mais l'amplitude du phénomène NDR n'est pas assez élevée pour reproduire le courant maximum atteint ainsi que la décroissance de la courbe I(V). Si l'on ajuste le coefficient Zener de manière à bien reproduire la décroissance du courant, la partie NDR n'est plus reproduite de manière satisfaisante, comme dans le cas de l'électrode TiN. Il ne semble donc pas possible de pouvoir reproduire simultanément la montée du courant et la décroissance avec une même valeur de Az.



Figure 6.10: Ajustement des caractéristiques NDR obtenues avec TiN (a) et Ti (b) comme électrode inférieure à l'aide du modèle filamentaire présenté dans le chapitre 5. Aucune valeur de Az ne permet de reproduire à la fois la croissance et la décroissance du courant.

Nous avons calculé le coefficient Zener défini par l'équation 5.17 pour les oxydes d'hafnium en utilisant une masse effective de 0,2m₀ extraite des ajustements du courant tunnel de conduction, et une énergie de bande interdite de 5,7eV [20]. Une valeur de 50V/nm est évaluée pour ces matériaux. On peut donc noter l'écart significatif entre les valeurs d'Az extraites (de l'ordre de 31 à 32 V/nm) et celles calculées pour le coefficient Zener. Le modèle reposant sur la création de paires électron/trou par effet Zener ne semble donc pas suffisant pour reproduire la croissance filamentaire dans les échantillons à base d'hafnium.

Modèle de déplacement ionique

Nous nous sommes alors penchés sur un modèle basé sur la formation d'un filament par déplacement d'ions. En changeant la nature de la croissance filamentaire, l'équation différentielle 5.4 régissant la croissance filamentaire n'est pas modifiée, et seul le temps caractéristique de nucléation est modifié. Dans ce cas, ce temps caractéristique est donné par :

$$\tau_f = \tau'_{f0} exp\left(\frac{E_a - qa_0 E(t))}{k_B T}\right)$$
6.1

Dans l'équation 6.1, Ea est l'énergie d'activation du mécanisme de croissance, a_0 correspond à une distance atomique et t_{f0} ' le temps caractéristique de croissance initiale. Pour les prochains ajustements, nous avons utilisé une valeur de 1,6Å pour a_0 , correspondant au rayon ionique de l'hafnium [21], et une valeur de 10^{-12} s pour τ_{f0} ', correspondant au temps caractéristique de vibration du réseau atomique dans un solide [22].

Les caractéristiques NDR de la figure 6.9 ont été ajustées à l'aide du modèle filamentaire en utilisant l'équation 6.1 pour décrire le temps caractéristique de nucléation (Fig.6.11). Pour ces ajustements,

les paramètres extraits des courbes de courant tunnel de conduction ont été utilisés respectivement pour chacun des échantillons.



Figure 6.11: Ajustement des caractéristiques NDR obtenues avec TiN (a) ou Ti comme électrode inférieure (b) pour des vitesses de rampe de 1V/s (ΔV = 0,05V et Δt = 50ms) (□) et (●) et 0,05V/s (ΔV = 0,05V et Δt = 1s)(●) à l'aide du modèle filamentaire et de l'équation 6.1. Les paramètres utilisés pour ces ajustements sont présentés dans le tableau 6.1.

On peut voir que les caractéristiques obtenues sur les deux échantillons avec une vitesse de rampe de 1V/s sont correctement reproduites à l'aide de ce modèle, contrairement au modèle utilisé dans la figure 6.10. A partir des caractéristiques NDR obtenues pour différents échantillons, il est possible d'extraire les paramètres de croissance filamentaire Ea et τ_{0f} .

	Ea (1V/s)(eV)	Ea (0,05V/s) (eV)	a ₀ (A)	$\tau'_{of}(s)$
TiN/HfO ₂	0,99	-	1,6	10 ⁻¹²
TiN/Ti/HfO ₂	0,99	1,04	1,6	10 ⁻¹²

Tableau 6.1 : Paramètres extraits des ajustements des caractéristiques NDR obtenues sur TiN/HfO₂ et TiN/Ti/HfO₂ pour différentes vitesse de rampe grâce à l'équation 6.1.

Pour une rampe d'1V/s, l'énergie d'activation Ea a été évaluée égale à 0,99eV pour les deux types d'échantillons. Une caractéristique NDR a également été obtenue en appliquant sur TiN/Ti/HfO₂, une rampe plus lente de pente 0,05V/s. Le modèle de croissance utilisé tient compte de la vitesse de rampe et permet de reproduire cette nouvelle courbe avec une valeur de Ea égale à 1,04eV . On remarque que pour ces différentes conditions, la valeur de l'énergie d'activation varie très peu, et seules les variations de barrière d'énergie ou de vitesse de rampe permettent de reproduire les caractéristiques NDR obtenues sur l'HfO₂.

6.3.2. Discussion

Le modèle décrit par l'équation 6.1 semble donc plus approprié pour reproduire le phénomène de NDR observé sur les échantillons à base d'HfO₂ que le modèle électronique présenté dans le chapitre 5. Intéressons nous aux ajustements réalisés avec les deux modèles dans le cas du TiN/Ti/HfO₂ (Fig.6.12.a) et notamment à la croissance filamentaire correspondant à chacun de ces modèles en fonction du temps (Fig.6.12.b) ou de la tension (Fig.6.12.c).

Pour le modèle électronique (courbes rouges) nous avons choisi l'ajustement qui permet de reproduire la décroissance du courant lors du phénomène NDR. On peut observer qu'avec ce modèle, la croissance filamentaire est très rapide et que la taille maximale du filament (2,9nm) est atteinte plus tôt que pour le modèle ionique. Dans ce cas, lorsque la rampe est renversée, le filament atteint sa taille maximale pour une tension de 4V. La grande taille du filament accompagnée de tensions élevées entraîne rapidement un courant tunnel très élevé supérieur à 1nA, qui ne correspond pas au phénomène expérimental. En revanche, à partir de 3,9V, la taille du filament n'évolue quasiment plus. Ainsi à partir de 3,5V, le courant tunnel issu du filament de 2,9nm reproduit correctement la courbe expérimentale.



Figure 6.12: Ajustement des caractéristiques NDR obtenues sur TiN/Ti/HfO2 à l'aide du modèle électronique (rouge) ou ionique (bleu) (a). Longueur du filament correspondant à chacun des ajustements en fonction du temps (b) ou de la tension (c).

Si l'on étudie maintenant le cas du modèle ionique, on peut observer que le filament commence à croître plus tôt, à partir de 2,5V, mais la croissance est beaucoup plus lente que dans le cas précédent. Ainsi, lorsque la rampe en tension est inversée, pour 4V, le filament ne mesure que 2nm et le courant tunnel est donc plus faible que dans le cas du modèle électronique, ce qui permet de reproduire la croissance du courant observé expérimentalement. On observe également sur la figure 6.12.c qu'avec ce modèle, le filament continue à croître jusqu'à une tension 3V. Ainsi, le filament continue sa croissance jusqu'à atteindre une longueur de 2,96nm proche de celle du modèle

précédent. Malgré le fait que le filament croît, la tension décroissante provoque une décroissance du courant qui reproduit la décroissance observée expérimentalement.

6.3.3. Interprétation

A partir des résultats des chapitres 5 et 6, il semblerait donc que les phénomènes de claquage diélectrique dans le SiON et de forming dans l'HfO₂, puissent être expliqués par un même mécanisme de croissance filamentaire ayant cependant deux origines physiques différentes. Cependant, du fait de l'aspect très général du phénomène de rupture diélectrique, il n'y a pas de raison à priori qu'il existe un mécanisme par matériau. Il semble plus raisonnable de supposer l'existence dans les deux matériaux des deux phénomènes ionique et électronique qui n'auraient pas la même ampleur. Ceci peut se traduire dans le cadre de l'approche filamentaire par un temps caractéristique de croissance τ composé du temps caractéristique du modèle ionique τ_{ion} et du temps caractéristique électronique τ_{el} par une règle analogue à celle de Matthiessen pour la conduction dans les métaux [21].

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{ion}} + \frac{1}{\tau_{el}} \tag{6.2}$$

Où τ_{ion} et τ_{el} correspondent au τ_f respectivement présents dans le modèle ionique et le modèle électronique.

En reprenant la valeur du coefficient Zener calculé précédemment pour l'HfO₂ (A_{Zener}=50V/nm), nous avons évalué la valeur de $1/\tau_{el}$ pour une tension appliquée de 4,2 V qui correspond à la tension maximale imposée sur la figure 6.12.a. Dans ces conditions nous avons évaluée l'inverse du temps caractéristique de nucléation électronique à 6,67.10⁻⁸ s⁻¹.

Pour le temps caractéristique de nucléation ionique, en utilisant Ea = 0,99eV, une valeur de 1,125 s⁻¹ à été calculée. On observe donc que pour le calcul du temps caractéristique de nucléation global, τ_{el} est très grande comparée à τ_{ion} . Cette observation pourrait expliquer le fait que dans le cas de l'HfO₂, la contribution de la migration ionique soit l'étape limitante de la croissance filamentaire au sein du matériau plutôt que la génération de paires électron/trou.

A l'inverse, nous avons obtenu de très bons ajustements à l'aide du modèle électronique dans le cas du SiON quelle que soit l'épaisseur étudiée. D'après [23], les liaisons Hf-O possèdent un caractère ionique. En revanche, dans les couches d'oxyde de silicium nitruré les liaisons présentent un caractère plus covalent que dans les oxydes d'hafnium [24]. On peut alors spéculer que c'est le caractère plus ou moins ionique des liaisons qui fixerait les temps caractéristiques de croissance.

6.4. Effet de « guérison » sur TiN/HfO₂

Sans décoller la pointe de la surface de l'échantillon, plusieurs rampes en tension successives ont été appliquées sur la couche d'HfO₂. Différentes conditions de rampe en tension ont été utilisées :

- Soit une succession de cinq rampes balayant les tensions entre 0 et V_{max}, avec V_{max} >0.
- Soit une succession de cinq rampes démarrant à OV, croissantes jusqu'à V_{max} puis décroissantes jusqu'à –V_{max} et retournant à O.

6.4.1. Observations expérimentales

Dans un premier temps, nous avons étudié l'évolution des caractéristiques I(V) lors de l'application de rampes successives avec des tensions uniquement positives (Fig.6.13). Lors de la première rampe, le courant devient significatif pour 4,5V et le forming est observé à partir de 4,6V. Le courant atteint alors le courant seuil de 1nA et ne revient à zéro qu'à partir de 3V lors de la décroissance en tension. Pour la deuxième rampe, le courant commence déjà à croître dès 3,6V soit un décalage d'un volt par rapport au cas initial. On observe ainsi un décalage progressif de la tension de forming vers les faibles tensions au fur et à mesure des rampes. On peut noter que la croissance du courant lors de cette deuxième rampe ne reproduit pas le courant retour mesuré lors de la première rampe. On note également que la décroissance du courant retour se fait toujours entre 2V et 1V.



Figure 6.13: Caractéristiques I(V) obtenues en appliquant 5 rampes successives en tensions positives avec des tensions maximum de 4,8V (noir), 4V (rouge), 3,5V (vert et bleu) et 3V (cyan) avec un courant de compliance de 1nA sans décoller la pointe AFM de l'échantillon.

L'étude a ensuite été réalisée en alternant les rampes en tension positives et négatives comme décrit dans le paragraphe d'introduction. Les caractéristiques I(V) obtenues sont présentées dans la figure 6.14. Dans ces conditions la courbe mesurée durant la première RVS positive (noire) est quasisimilaire à celle de la figure 6.13 avec une tension de forming de 4,4V et un courant retour revenant à zéro pour une tension d'environ 2V. Lors de l'application de la rampe négative, on observe que le courant aller reste sous le niveau de détection de l'appareil de mesure jusqu'à une tension de -4,3V où se déclenche un deuxième forming dans les tensions négatives. On peut alors remarquer la symétrie par rapport à zéro des deux tensions de forming en accord avec une différence de travaux nulle entre la pointe et l'échantillon. Par la suite, lorsque la seconde rampe est appliquée (rouge), un comportement identique à la première caractéristique est détecté. On mesure ainsi une tension de



Figure 6.14: Caractéristiques I(V) obtenues sur HfO₂, en appliquant 5 rampes successives en tension positive puis négative (1^{ère}:■, 2^{ème}:●, 3^{ème}:▲, 4^{ème}:▼et 5^{ème}:◆) avec des tensions maximum de 4,3V (■,●), 4,2V (▲) et 4V (▼, ◆) avec un courant de compliance d'1nA sans décoller la pointe AFM de l'échantillon. Caractéristiques I(V) obtenues sur SiO₂, en appliquant une rampe en tension positive puis négative (□) avec une tension maximale de 11,4V suivie d'une rampe positive (●) avec une tension maximale de 4,7V et un courant de compliance d'1nA sans décoller la pointe AFM de l'échantillon.

forming de 4,35V et un courant retour très similaire au précédent. Enfin, on peut voir que le comportement n'est pas modifié pour les trois rampes suivantes où l'on observe un décalage maximum de 0,3V par rapport à la tension de forming initiale. Il semble donc qu'en appliquant une tension de polarité opposée, l'effet du forming précédent est effacé, ce qui permet de répéter un nouveau cycle similaire au précédent.

A titre de comparaison, nous avons réalisé la même mesure sur un échantillon de SiO₂ de 4,5nm d'épaisseur sur substrat silicium dopé p (Fig.6.14.b). Au cours de la première rampe positive, le claquage se déclenche aux alentours de 11V, puis lors du retour le courant reste au seuil de compliance jusqu'à 5,5V et revient à zéro pour 4V. On observe ensuite quand la tension est inversée, que le courant devient significatif dès -3,5V et atteint la compliance à -5V (flèches noires). On peut également remarquer que la montée en courant pour les tensions négatives ne dégrade pas l'oxyde

car les courants sont identiques à l'aller et au retour. Enfin, lors de la seconde rampe positive on peut voir que le courant évolue en suivant le courant retour de la rampe précédente (flèches rouges). Cette comparaison met ainsi en évidence deux différences majeures entre les deux échantillons.

- Lorsqu'on applique une rampe bipolaire, l'HfO₂ exhibe un comportement symétrique entre les tensions positives et négatives avec deux forming pour 4,4 et -4,3V tandis que le SiO₂ présente un claquage à 11V lors de la rampe positive puis une croissance du courant dès -3,5 lors de la rampe négative.
- Lors de la seconde rampe positive, on observe un nouveau forming pour la même tension que précédemment dans le cas du HfO₂ alors que pour le SiO₂ le courant suit le courant retour de la rampe précédente.

Concernant l'oxyde d'hafnium, nous avons également une réelle différence entre le cas des rampes unipolaires positives et celui des rampes bipolaires, puisque dans le premier cas, la tension de forming est réduite au fur et a mesure des rampes tandis que dans le second cas, la tension de forming n'est pas ou très peu modifiée. Nous avons répété les mesures des figures 6.13 et 6.14 afin d'obtenir des distributions statistiques des tensions de forming pour différentes rampes en tension appliquées (Fig.6.15).



Figure 6.15: Probabilités cumulées des tensions de forming mesurées sur TiN/HfO₂ pour chacune des 5 rampes successives appliquées dans le cas de rampes bipolaires (a) et unipolaires (b).

On retrouve sur les distributions de la figure 6.15 les deux types de comportement observés selon que l'on applique des rampes bipolaires (Fig.6.15.a) ou unipolaires (b). En appliquant des rampes bipolaires, on mesure au terme des cinq rampes, une réduction maximum de la tension de forming la plus probable de 0,35V, tandis que cette réduction est de plus de 1V dans le cas des rampes
unipolaires. Nous avons donc mis en évidence une guérison de l'oxyde en appliquant après forming une tension de polarité opposée, guérison qui n'est pas observée pour les oxydes à base de silicium.

6.4.2. Modélisation des caractéristiques I(V)

En utilisant le modèle de croissance filamentaire permettant l'ajustement des caractéristiques NDR sur l'HfO₂, nous avons reproduit les caractéristiques I(V) des figures 6.13 et 6.14. Pour cela, il suffit d'augmenter la tension maximale du modèle par rapport au cas des courbes NDR pour atteindre le forming. En résolvant l'équation différentielle régissant la croissance filamentaire à l'aide des paramètres proches de ceux extraites des courbes NDR, il est possible de reproduire le cycle en courant mesuré sur l'HfO₂ lors de la première rampe en tension positive comme le montre la figure 6.16.a. En limitant le courant filamentaire théorique au courant de compliance expérimental (1nA), le modèle de déplacement ionique reproduit fidèlement la croissance du courant au moment du forming pour 5V, ainsi que le courant retour aux environs de 2V. En revanche, un problème se pose pour la rampe négative où le courant évolue de manière exponentielle pour atteindre le courant limite dès -2V (flèche rouge) tandis que la courbe expérimentale présente un nouveau forming pour une tension de -5,4V (flèche bleue).



Figure 6.16 : Ajustement d'une caractéristique I(V) mesurée sur HfO₂ lors de l'application d'une rampe bipolaire avec une tension maximum de 5,4V et un courant de compliance d'1nA avec l'équation 5.4 et le modèle ionique avec E_a = 1.09 eV (a). Ajustement d'une caractéristique I(V) mesurée sur SiO₂ lors de l'application d'une rampe bipolaire avec une tension maximale de 11,4V et un courant de compliance d'1nA avec l'équation 5.4 et le modèle électronique (b) avec A_z = 100V/nm.

Cette croissance très rapide du courant filamentaire théorique pour les tensions négatives provient du fait que le modèle suppose que le filament conserve sa longueur maximale après sa croissance. Ainsi, pour des tensions négatives, le modèle présente un courant tunnel de type Fowler Nordheim issu de la pointe en direction du filament, et significatif car l'épaisseur d'oxyde est localement réduite, ce qui n'est pas visible sur la courbe expérimentale. Pour l'échantillon de SiO₂, en utilisant les paramètres extraits de la figure 6.16 (courant tunnel) on peut observer que la croissance filamentaire permet un ajustement fidèle du courant mesuré lors de la rampe positive. De plus, pour cet échantillon le courant filamentaire semble reproduire le courant expérimental mesuré lors de l'inversion de la polarisation contrairement au cas de l'HfO₂.

D'après ces résultats, on peut donc supposer que dans l'HfO₂, qui met en jeu le mécanisme de migration ionique, il se produit une réduction du filament lorsque la polarisation est inversée (le filament se réduit même pour des tensions positives très faibles) tandis que dans le SiO₂, qui met en jeu le mécanisme électronique, le filament conserve sa longueur maximale obtenue après le claquage diélectrique.

Pour inclure l'hypothèse de décroissance filamentaire, nous avons modifié l'équation différentielle 5.4 qui devient :

$$\frac{dX(t)}{dt} = \frac{1}{\tau_{f+}} \left(T_{ox} - X(t) \right) - \frac{1}{\tau_{f-}} X(t)$$
6.3

avec τ_{f_+} , le temps caractéristique de croissance décrit par l'équation 6.1 et τ_{f_-} le temps caractéristique de décroissance qui est lui aussi ionique et donc défini par :

$$\tau_{f-} = \tau_{f0-}' exp\left(\frac{E_{a-} - qa_0 E(t)}{k_B T}\right)$$

$$6.4$$

Dans l'équation 6.3, de même que la vitesse de croissance est proportionnelle à la quantité de matière devant le filament nous avons supposé que la vitesse de décroissance est proportionnelle à la longueur du filament. Par souci de clarté, nous noterons l'énergie d'activation de croissance (eq.6.1) Ea₊ par analogie avec Ea. qui représente l'énergie d'activation de décroissance. Cette nouvelle équation différentielle (eq.6.3) a été utilisée pour ajuster les caractéristiques I(V) mesurées sur l'oxyde d'hafnium (Fig.6.17.a). Les paramètres de croissance utilisés sont identiques à ceux de la figure 6.16.a. Pour reproduire le second forming dans les tensions négatives, il est nécessaire de supposer l'existence d'un autre filament croissant depuis la pointe vers le substrat. Les valeurs des paramètres de croissance pour le premier et le second filament sont présentées dans le tableau 6.2.

	Ea ₊ (eV)	Ea. (eV)	a ₀ (A)	$\tau_{of}(s)$
1 ^{er} filament	1,04	0,73	1,6	10 ⁻¹²
2 nd filament	1,09	0,73	1,6	10 ⁻¹²

Tableau 6.2 : Paramètres extraits des ajustements des caractéristiques NDR obtenues sur TiN/HfO₂ et TiN/Ti/HfO₂ pour différentes vitesses de rampe grâce à l'équation 6.3.

Grâce à la décroissance du filament (Ea.=0,73eV), le courant issu du premier filament en décroissance est réduit par rapport à la figure 6.16.a (courbe rouge) et n'est plus détectable par l'électromètre pour les faibles tensions négatives (Fig.6.17.a). La figure 6.17.b présente la tension et la longueur du

premier (bleu) et du second (noir) filament en fonction du temps. On peut ainsi voir que le premier filament croît jusqu'à une longueur de 3,5nm lors du premier forming ayant lieu à une tension de 5,5V (flèche bleue) puis conserve sa taille maximale lorsque la tension diminue (flèche noire) jusqu'à une tension de 0,8V pour laquelle le filament commence à décroître. Cette décroissance filamentaire s'accélère pour les tensions négatives pour revenir à 0nm pour une tension de -2,9V. Lorsque la rampe avoisine -5,4V, une nouvelle croissance filamentaire se produit correspondant au second forming observé expérimentalement (flèche rouge), puis ce filament va à nouveau décroître lors de l'inversion de la polarisation. Il est ensuite possible de reproduire un nouveau cycle de croissance filamentaire similaire au premier, ce qui permet de reproduire des caractéristiques sans décalage de tension de forming comme observé expérimentalement (Fig.6.17.a).



Figure 6.17: Ajustements des caractéristiques I(V) obtenues en appliquant 2 rampes successives bipolaires avec une tension maximum de 5,4V et un courant de compliance d'1nA avec l'équation 6.3 et le modèle ionique avec Ea₊ = 1,04 et Ea₋ = 0,73eV (1^{er} filament) et Ea₊ = 1,09 et Ea₋ = 0,73eV (2^{ème} filament) (a). Longueur du filament calculée lors de l'ajustement et tension en fonction du temps (b). Les flèches bleues et noires représentent les forming et les croissances filamentaires correspondantes.

Nous allons voir que ce modèle permet également de reproduire les caractéristiques I(V) obtenues en appliquant une série de rampes en tension unipolaires. La figure 6.18.a présente deux caractéristiques I(V) obtenues en appliquant successivement deux rampes unipolaires positives de 1V/s avec des tensions maximales de 4,95V et 4,5V. Comme pour la figure 6.13, on retrouve un décalage de la tension de forming lors de la seconde rampe. Il est possible de reproduire ce comportement à l'aide de l'équation 6.3 et du modèle de déplacement ionique avec des paramètres Ea₊ et Ea. respectivement égal à 1,01 et 0,73 eV. Les ajustements reproduisent le décalage progressif des tensions de forming, sans pour autant que le courant ne reprenne le courant filamentaire du forming précédent.

En termes de longueur du filament, cela indique qu'après la croissance filamentaire provoquée lors du premier forming (flèche bleue), la longueur du filament décroit lors de la rampe retour (flèche noire), cependant, la réduction n'est pas totale, du fait que l'on applique pas de tension négative et un filament résiduel existe au démarrage de la mesure suivante, ce qui explique la croissance du courant pour une tension plus faible (flèche rouge). Comme on peut l'observer sur la figure 6.18.a, il est nécessaire pour reproduire ces courbes I(V) que le filament commence à décroître pour les faibles tensions positives lors du retour de la rampe en tension. On observe que le filament continue à décroître pour les faibles tensions lors de la seconde rampe, en revanche cette décroissance est moins rapide que celle observée dans la figure 6.17.b. pour les polarisations inverses.



Figure 6.18: Ajustements des caractéristiques I(V) obtenues en appliquant 2 rampes successives unipolaires avec des tensions maximales de 4,95V et 4,5V et un courant de compliance d'1nA avec l'équation 6.3 et le modèle ionique avec Ea₊ = 1,01 et Ea₋ = 0,73eV (a). Longueur du filament calculée lors de l'ajustement et tension en fonction du temps (b). Les flèches bleues et rouges représentent les forming et les croissances filamentaires correspondantes.

En revanche, comme la tension maximale de la seconde rampe est moins élevée que la première, et que l'épaisseur d'oxyde résiduel vu par le filament est plus faible, l'amplitude de la seconde croissance filamentaire est plus faible et le filament ne croît que de 0,9nm à partir de sa taille initiale. On obtient alors un filament de longueur quasi similaire à celui de la première rampe ce qui explique que les courants retours (rampes décroissantes) soient si proches.

6.4.3. Interprétation du mécanisme de croissance/décroissance filamentaire

Nous avons vu dans ce chapitre et le chapitre précédent, que selon l'échantillon d'oxyde étudié, un mécanisme de croissance filamentaire ionique ou électronique semble prépondérant. Ainsi, les oxydes à base de silicium semblent suivre le modèle électronique tandis que les oxydes à base d'hafnium semblent suivre le modèle ionique. Nous avons attribué ces différences au caractère covalent ou ionique des liaisons qui composent l'oxyde.

De plus, nous avons mis en évidence un phénomène de décroissance filamentaire au sein de l' HfO_2 qui ne semble pas se produire dans le SiON (Fig.5.9) ou le SiO₂ (Fig.6.14.b). D'après les conclusions du chapitre 5, nous avons proposé une explication du mécanisme de croissance électronique basée sur la création de paires électron-trou suivant la probabilité de génération Zener. Pour un tel phénomène, la génération de porteurs de charge est équivalente quel que soit le signe de la polarisation, le filament tend donc à croître quel que soit la polarité sans aucune occasion de décroître.

En revanche, pour le modèle de migration ionique, les ions étant chargés, le déplacement dépend du signe de la tension appliquée. Il est donc raisonnable d'imaginer que lors de l'inversion de polarisation, le filament créé au moment du forming par migration ionique commence à se dissoudre.

Dans ce paragraphe nous ne considérons que le filament créé lors du forming dans les tensions positives. Nous avons vu dans la figure 6.16.a que si le filament conserve sa taille maximale obtenue après le forming, un courant tunnel filamentaire significatif peut être observé pour les faibles tensions (~-2V) lors de l'application d'une nouvelle rampe. Nous avons également observé dans la figure 6.17.a, qu'en réduisant la taille du filament, le courant issu de ce filament en décroissance est trop faible pour être mesuré par l'électromètre. Cependant, en abaissant le seuil de détection il devrait être possible de détecter le courant filamentaire issu du filament en cours de dissolution.

Nous avons testé cette hypothèse, en réalisant un cycle de forming avec une rampe en tension positive avec un courant de compliance de 10nA, puis en appliquant une rampe en tension négative avec un calibre plus faible pour diminuer le seuil de détection. De nombreuses mesures n'ont montré aucun courant lors de la rampe en tension négative, cependant certaines caractéristiques ont présenté un comportement similaire à celui montré en échelle logarithmique dans la figure 6.19.



Figure 6.19: Valeur absolue du courant I(V) mesuré lors de l'application d'une rampe positive avec une tension maximale de 4,6V et un courant de compliance de 10nA et d'une rampe négative avec une tension minimale de -3V et un courant de compliance de 0,1nA en réduisant le calibre de mesure (○). Ajustement de la courbe (-) avec Ea₊ = 1,01eV et Ea₋ = 0,83eV.

Dans la figure 6.19, pour des tensions positives inférieures à 3,5V le courant est inférieur au seuil de détection. On peut ensuite observer pour des tensions comprises entre 3,5 et 4,2V une croissance progressive du courant qui correspond au courant tunnel à travers la couche intacte d'oxyde. A partir de 4,2V, la croissance du courant est plus rapide et pour une tension de 4,5V on observe le forming avec une forte augmentation du courant jusqu'au seuil. Lors du retour de la rampe en tension, on observe à partir de 2V que le courant décroit de manière exponentielle. Lors de la rampe négative, on observe que la valeur absolue du courant commence à croître pour une tension de -1V, pour atteindre un maximum de 5.10⁻¹¹ A pour -1,5V, puis décroît pour revenir sous le seuil de détection.

Il est possible de reproduire ce comportement à l'aide du mécanisme filamentaire développé dans ce chapitre avec Ea₊ = 1,01eV et Ea₋ = 0,83eV. Pour les tensions positives inférieures à 4,2V le courant tunnel à travers l'oxyde est prédominant puis pour des tensions au-delà de 4,2V le courant filamentaire devient significatif grâce à la croissance progressive du filament jusqu'à reproduire le forming. La rampe est ensuite inversée et le courant reste à la valeur de la compliance, puis pour 2V, le courant tunnel issu du filament reproduit la décroissance du courant expérimental.

Lorsque la rampe en tension négative est appliquée, le courant est gouverné par deux éléments « contradictoires » : d'un côté la tension dont la valeur absolue augmente, ce qui tend à faire croître le courant et le filament dont la longueur diminue tendant à réduire le courant. Quand la rampe négative commence, le filament est encore assez grand pour permettre au courant d'être détectable par l'électromètre, et l'on observe la croissance de la valeur absolue courant avec la valeur absolue de la tension, jusqu'à -1,5V. Au-delà de 1,5V, la décroissance du filament devient trop importante et entraîne une réduction du courant malgré la tension croissante. On peut voir que ce courant théorique reproduit correctement le comportement expérimental observé. Ce type de comportement peut être observé lorsque l'énergie d'activation Ea. de l'oxyde est de l'ordre de 0,83eV, soit légèrement supérieure à celle extraite pour les cycles de forming (0,73eV) (Fig.6.17.a).

6.5. Résultat de cyclage sur HfO₂

D'après les résultats de l'ajustement de la figure 6.19, l'application d'une rampe en tension négative jusqu'à -3V semblerait permettre un effet de guérison de l'oxyde ayant au préalable subit une étape de forming. Nous avons donc essayé de réaliser un grand nombre de cyclages en appliquant une rampe en tension positive jusqu'au déclenchement du forming. Dès que le courant atteint une compliance de 10nA, la rampe est renversée, puis une rampe en tension négative est appliquée avec une tension maximale de -3V. Nous avons réalisé 150 cycles de rampes positives/négatives sans déplacer la pointe AFM. La figure 6.20 présente des caractéristiques I(V) typiques mesurées tout au

long de cette expérience. On peut observer que la tension de forming reste identique au cours des cycles, sans qu'aucune dégradation n'apparaisse au niveau du courant. De plus, on peut noter que la décroissance du courant lorsque que la rampe passe de 3 à 1V semble se superposer de courbe en courbe. Pour les tensions négatives le courant reste sous le seuil de détection hormis quelques caractéristiques (*) qui présentent un comportement similaire à celui présenté dans la figure 6.19.



Figure 6.20: Caractéristiques I(V) usuelles mesurées pendant la réalisation de 150 cycles de rampes bipolaires +4,6V/-3V ajustées à l'aide du modèle filamentaire avec Ea₊ = 1,04 et Ea₋ = 0,73eV.

Les caractéristiques de la figure 6.20 on été ajustées à l'aide du modèle développé dans ce chapitre avec Ea₊ = 0,99eV et Ea. = 0,73eV et une tension maximum de 4,6V. Après le forming, la décroissance du courant suit le courant tunnel issu d'un filament de 3,3nm de longueur. Lorsque la rampe négative est appliquée, le filament décroît et disparaît, puis la rampe positive suivante déclenche un nouveau forming avec la croissance d'un filament de taille quasi similaire au précédent. Au cours de ces cycles, on met ainsi en évidence l'existence d'un état hautement résistif correspondant à une épaisseur d'oxyde de 5nm intacte et un état faiblement résistif correspondant à la présence d'un filament d'une longueur de 3,3nm. Notons qu'il n'y a pas d'effet mémoire puisque les cycles repartent toujours de l'état de la résistance la plus élevée comme le montre la figure 6.17.a. Cependant, par analogie avec les caractéristiques des mémoires résistives, le courant correspondant à l'état le plus résistif est noté I_{OFF} et celui correspondant à l'état le moins résistif est noté I_{ON} . On peut observer qu'il existe un écart de deux décades entre I_{ON} et I_{OFF} . Ces courants ont été relevés pour chacun des cycles réalisés (Fig.6.21.a) et des probabilités cumulées ont été représentées dans la figure 6.21.b.



Figure 6.21: Résistances des états hautement (I_{OFF}) et faiblement (I_{ON}) résistif au cours des 150 cycles, les lignes bleu et rouge correspondent aux valeurs les plus probables respectivement pour I_{OFF} et I_{ON} (a). Probabilités cumulées des valeurs de I_{ON} et I_{OFF} (b).

On peut observer la faible dispersion de la valeur du I_{ON} , cependant on peut voir qu'en fin de mesure, à partir du 130^{ème} cycle, la valeur moyenne du I_{ON} diminue de presque une décade, ce qui provoque la fermeture du cycle d'hystérésis. Pour I_{OFF} , le courant est inférieur au seuil de détection. Ainsi la dispersion du I_{OFF} correspond principalement au bruit de mesure dû à l'appareil de mesure. On peut observer qu'entre le 80^{ème} et le 100^{ème} cycle, la valeur du I_{OFF} diminue d'environ une décade, puis on retrouve des valeurs similaires à celles initiales. Ces figures témoignent d'une grande stabilité de l'hystérésis conforme à l'effet de guérison présenté précédemment dans ce paragraphe. La probabilité cumulée des tensions de forming mesurées pour les 150 cycles est présentée dans la figure 6.22. En accord avec la figure 6.20, on observe que les tensions de forming sont très peu dispersées et regroupées entre 3,5 et 4,5 V.

Ainsi, à l'échelle nanométrique, en appliquant une tension suffisamment négative, un effet de guérison semble possible pour l'oxyde ayant préalablement subi un forming et donc une croissance filamentaire. Cet effet de guérison se traduit par une tension de forming inchangée et une croissance filamentaire similaire à la précédente.



Figure 6.22: Probabilité cumulée des tensions de forming mesurées pour chacun des 150 cycles.

Enfin, il est à noter qu'une même étude à été réalisée sur l'échantillon TiN/Ti/HfO2 avec des résultats sensiblement similaires montrant que l'effet de guérison déclenché par des polarisations opposées n'est pas dû à la présence de TiN en tant qu'électrode inférieure.

6.6. Conclusion

Dans ce chapitre, les mesures à l'échelle nanométrique par C-AFM ont été appliquées sur des échantillons de TiN/HfO₂ et TiN/Ti/HfO₂ avec une épaisseur d'oxyde de 5nm. Il a été montré que les différences de tension de forming observées lors de la caractérisation électrique de ces échantillons pouvaient être expliquées par la différence de travail de sortie entre les deux électrodes inférieures Ti et TiN

Des observations expérimentales de phénomènes NDR réalisés sur ces deux échantillons peuvent, de manière similaire à celui décrit dans le chapitre précédent, s'expliquer par un mécanisme de croissance filamentaire lors du forming. En revanche, nous avons montré que le phénomène physique responsable de la croissance filamentaire n'est pas le même entre les oxydes à base de silicium et HfO₂. Ainsi, pour les oxydes à base d'hafnium, les caractéristiques NDR expérimentales ont pu être ajustées grâce à un mécanisme de croissance filamentaire provoqué par déplacement ionique.

Des mesures I(V) lors de l'application de rampes bipolaires à l'échelle locale ont permis de mettre en évidence un phénomène de guérison au sein des oxydes d'hafnium interprété comme la dissolution du filament créé lors du forming. On observe des cycles d'hystérésis qui ne constituent pas un effet mémoire sans doute parce que le filament ne connecte pas les électrodes pour les valeurs du courant

de compliance utilisées. En optimisant les conditions de rampe, il a alors été possible de réaliser sur un même point de mesure, plus de 100 cycles de forming/guérison.

Bibliographie du Chapitre 6

- [1] P. Calka, «Nanocaractérisation d'oxydes à changement de résistance pour les mémoires résistives,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, France, 2012.
- [2] T. Diokh, «Développement des technologies mémoires "back-end" résistives à base d'oxydes pour application dans des "Systems on Chip" avancés,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, France, 2013.
- [3] R. Waser, R. Dittmann, G. Staikov et K. Szot, «Redox-Based Resistive Switching Memories Nanoionic Mechanisms, Prospects, and Challenges,» *Advanced Materials*, vol. 21, pp. 2632,2663, 2009.
- [4] H. Akinaga et H. Shima, «Resistive Random Access Memory (ReRAM) Based on Metal Oxides,» *Proc. of the IEEE*, vol. 98, pp. 2237,2251, 2010.
- [5] R. Waser et M. Aono, «Nanoionics-based resistive switching,» *Nature Materials*, vol. 6, pp. 833,840, 2007.
- [6] T. Hickmott, «Low-Frequency Negative Resistance in Thin Anodic Oxide Films,» J. of Appl. Phys., vol. 33, pp. 2669,2682, 1962.
- [7] J. Simmons et R. Verderber, «New thin-film resistive memory,» *Radio and Electronic Engineer*, vol. 34, pp. 81,89, 1967.
- [8] C. Varker et E. Juleff, Proc. IEEE, vol. 56, pp. 728,729, 1967.
- [9] M. Lanza, «A Review on Resistive Switching in High-k Dielectrics: A Nanoscale Point of View Using Conductive Atomic Force Microscope,» *Materials*, vol. 7, pp. 2155,2182, 2014.
- [10] J. Son et Y. Shin, "Direct observation of conducting filaments on resistive switching of NiO thin films," Appl. Phys. Lett., vol. 92, pp. 222106 - 222106-3, 2008.
- [11] C. Umberto et al., «Filament observation in metal-oxide resistive switching devices,» *Appl. Phys. Lett.,* vol. 102, pp. 121602 121602-3, 2013.
- [12] T. Nagataa, M. Haemoria, Y. Yamashitaa, H. Yoshikawaa, K. Kobayashia et T. Chikyowa, «Observation of filament formation process of Cu/HfO2/Pt ReRAM structure by hard x-ray photoelectron spectroscopy under bias operation,» J. Mater. Resear., vol. 27, pp. 869,878, 2012.
- [13] S. Lee, H. Kim, J. Lee, I. Yu, J. Leea et C. Hwang, «Effects of O3 and H2O as oxygen sources on the atomic layer deposition of HfO2 gate dielectrics at different deposition temperatures,» *J. Mater. Chem. C, ,* vol. 2, pp. 2558,2568, 2014.
- [14] M. Gros-Jean, Mémoire d'habilitation à diriger des recherches.

- [15] C. Sire, S. Blonkowski, M. Gordon et T. Baron, «Statistics of electrical breakdown field in HfO2 and SiO2 films from millimeter to nanometer lenght scale,» *App. Phys. Lett.*, vol. 91, pp. 242905-1,242905-3, 2007.
- [16] T. Cabout, J. Buckley, C. Caglia, V. Jousseaume, J. Nodina, B. De Salvo, M. Bocquet et C. Muller, «Role of Ti and Pt electrodes on resistance switching variability of HfO2-based Resistive Random Access Memory,» *Thin Solid Films*, vol. 533, pp. 19,23, 2013.
- [17] M. Sowinska, T. Bertaud, D. Walczyk, S. Thiess, M. Schubert et al., «Hard x-ray photoelectron spectroscopy study of the electroforming in Ti/HfO2-based resistive switching structures,» *Appl. Phys. Lett.*, vol. 100, p. 233509, 2012.
- [18] F. Mondon et S. Blonkowski, «Electrical characterisation and reliability of HfO 2 and Al 2 O 3–HfO 2 MIM capacitors,» *Microelec. Reliab.*, vol. 43, pp. 1259,1266, 2003.
- [19] J. Simmons, «Iintrinsic Fields in Thin Insulating Films Between Dissimilar Electrodes,» *Phys. Rev. Lett.*, vol. 10, pp. 10,12, 1963.
- [20] E. Bersh, S. Rangan, R. Bartynski, E. Garfunkel et E. Vescovo, «Band offsets of ultrathin high-k oxide films with Si,» *Physical Review B*, vol. 78, p. 085114, 2008.
- [21] C. Kittel, Physique de l'Etat du Solide, Dunod, 1953.
- [22] C. Kachhava, Solid State Physics, Solid State Device And Electronics, New Age International, 2003.
- [23] X. Zhao et D. Vanderbilt, «First-principles study of structural, vibrational, and lattice dielectric properties of hafnium oxide,» *Phys. Rev. B*, vol. 65, p. 233106, 2002.
- [24] S. Pantelides, The Physics of SiO2 and Its Interfaces, Pergamon Press, 2013.
- [25] T. Diock, «Développement des technologies mémoires,» Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, France, 2013.

Conclusion Générale

Le présent travail a porté sur l'étude des mécanismes de dégradation ayant lieu dans les oxydes utilisés pour les transistors MOS et les mémoires résistives ReRAM.

Afin de réaliser des mesures fiables et reproductibles, nous avons utilisé un AFM en mode conduction fonctionnant sous ultravide. Cette méthode permet d'étudier des empilements d'oxyde sans fabriquer des dispositifs. De plus, la faible surface de contact de quelques nm² entre la pointe et l'échantillon permet une étude très locale de la dégradation ce qui permet d'observer des phénomènes qui ne pourraient pas être observés à l'échelle des dispositifs.

Nous avons ainsi pu comparer les distributions de temps au claquage des oxydes bicouches de grille du nœud 28nm avec les distributions obtenues sur l'oxyde interfacial. Les résultats de ces comparaisons ont mis en évidence le fait que l'oxyde interfacial possède des paramètres de forme et d'échelle très proches de ceux des hauts percentiles de l'empilement complet. Le C-AFM a ainsi permis d'apporter une preuve expérimentale que pour les temps longs les claquages du bicouche sont entièrement gouvernés par la couche interfaciale et que le caractère bimodal des distributions de temps au claquage des oxydes de grille du nœud 28nm est dû à son architecture bicouche.

En intégrant un générateur de pulse dans le système de mesure du C-AFM, il a été possible d'étudier la fiabilité des oxydes de grille soumis au préalable à un pré-stress de tension élevée et de courte durée. Les distributions cumulées de claquage de la couche SiON seule obtenues après pré-stress ainsi que les distributions de l'oxyde de grille bicouche HfSiON/SiON après pré-stress ont été mesurées et comparées.

Pour les deux échantillons, il a été montré que seuls les paramètres de forme des distributions sont affectés par l'application d'un pré-stress tandis que les facteurs d'accélération en tension demeurent inchangés. La valeur du paramètre de forme de la couche interfaciale β_{IL} décroît avec des amplitudes et des durées de contrainte croissantes, ce qui se traduit par une réduction du temps moyen de claquage et de la tension moyenne de claquage. Dans le cas de l'empilement bicouche, il a été montré que seul le paramètre de forme de l'oxyde interfacial est affecté par le pré-stress. Celui de la couche high-k est resté inchangé. A partir de cette observation, nous avons conclu que la couche interfaciale est la première couche à se dégrader. En raison du lien existant entre le facteur de forme et l'épaisseur de l'oxyde, la réduction du paramètre de forme a pu être interprétée selon un mécanisme de percolation invasive où les défauts se propagent de proche en proche dans l'oxyde à partir d'une des électrodes. A partir de cette interprétation il a pu être développé une analyse quantitative et donnée une formule analytique de la réduction du temps moyen au claquage en fonction des paramètres de la contrainte impulsionnelle en tension.

L'intérêt du C-AFM réside également dans la possibilité de caractériser les très faibles niveaux de courant de conduction à travers l'oxyde. Il a ainsi été possible d'étudier des phénomènes de résistance différentielle négative sur des oxydes de grille SiON de deux épaisseurs différentes. Le modèle de croissance filamentaire a permis de reproduire les caractéristiques I(V) obtenues lors des phénomènes NDR et une dépendance du paramètre d'activation avec l'épaisseur à été mise en évidence. Nous avons montré que les valeurs du paramètre d'activation extraites pour les deux épaisseurs sont en accord avec les valeurs du coefficient Zener, laissant supposer qu'une génération de trous par transition bande à bande pourrait être à l'origine de la croissance filamentaire. En accord avec les conclusions du chapitre 4, le claquage diélectrique semble pouvoir être envisagé comme une croissance de proche en proche plutôt qu'une génération aléatoire de défauts.

En interprétant la rupture diélectrique comme le résultat du premier filament connectant les deux électrodes, il a été montré une équivalence entre l'inverse du taux de croissance filamentaire avec les facteurs d'accélération extraits sur les distributions cumulées de TDDB obtenues sur les deux mêmes épaisseurs. De cette interprétation une expression analytique a été déduite sous forme de loi d'échelle en surface reliant le temps caractéristique de croissance filamentaire et le temps moyen de claquage observé sur les distributions statistiques.

Les mesures à l'échelle nanométrique par C-AFM que nous avons développées pour les oxydes de grille ont enfin été appliquées aux empilements TiN/HfO₂ et TiN/Ti/HfO₂ utilisés pour la fabrication des mémoires résistives. Il a été montré que la différence de travail de sortie entre les deux électrodes inférieures Ti et TiN pouvait expliquer les différences observées lors de la caractérisation électrique (tension de claquage et courant de fuite) de ces échantillons.

Des observations expérimentales de phénomènes NDR réalisées sur ces deux échantillons peuvent, de manière similaire à celui décrit dans le chapitre précédent, s'expliquer par un mécanisme de croissance filamentaire lors du forming. En revanche, le phénomène physique responsable de la croissance filamentaire n'est pas le même entre les oxydes à base de silicium et de HfO₂. Pour les oxydes à base d'hafnium, le mécanisme de croissance filamentaire semble être provoqué par déplacement ionique.

Conclusion Générale

Des mesures I(V) lors de l'application de rampes bipolaires à l'échelle locale ont permis de mettre en évidence un phénomène de guérison au sein des oxydes d'hafnium interprété comme la dissolution du filament créé lors du forming. Les cycles d'hystérésis ainsi observés pourraient venir du fait que le filament ne traverse pas toute l'épaisseur de l'oxyde pour les valeurs du courant de compliance utilisées. En optimisant les conditions de rampe, il a alors été possible de réaliser sur un même point de mesure plus de 100 cycles de forming/guérison.

Le C-AFM a permis d'apporter des éléments de compréhension physique et de nouvelles données expérimentales importantes pour les modèles de rupture diélectrique dans les structures MOS et de forming dans les structures MIM. Même si les contraintes que représentent l'ultravide et la durée de vie des pointes sont peu compatibles avec l'utilisation du C-AFM en ligne de production, cette technique se révèle être un outil essentiel pour la caractérisation électrique et physique de nouveaux oxydes de grille et l'étude de leurs mécanismes de dégradation. Grâce au large spectre des mesures possibles avec le C-AFM : topographie, caractérisation électrique, mesures de potentiel de surface et de charges, mesures pulsées, il est possible d'élargir le domaine d'étude des matériaux qui seront utilisés dans le futur.

La suite de ce travail pourrait se concentrer principalement sur l'étude à l'échelle locale du forming et des événements de pré-forming dans les échantillons à effet mémoire résistive qui représentent un enjeu extrêmement important au point de vue industriel. De plus, grâce à sa rapidité de mesure, il serait envisageable d'utiliser l'AFM pour comparer les différents matériaux d'électrodes inférieurs des mémoires résistives. Enfin, l'étude de l'impact de la réduction de la taille des électrodes sur le comportement des cellules de mémoire résistive pourrait être facilité grâce aux dimensions nanométriques de la pointe AFM et sa propriété de pouvoir se substituer à l'électrode supérieure.

Dans un second temps, il serait également intéressant de travailler sur les mémoires à changement de phase où la faible surface de contact entre la pointe et l'échantillon peut constituer un avantage pour étudier les modifications locales du matériau lors de la transition entre les états faiblement et fortement résistifs.

Enfin, les mesures sur les oxydes de grille pourraient être réalisées dans les conditions de fonctionnement, c'est-à-dire à l'aide d'un système sous ultravide à quatre pointes indépendantes afin de polariser la grille ainsi que la source et le drain pour étudier les mécanismes de dégradation de type Bias Thermal Instability ou Hot Carriers Injection.

Conclusion Générale

Glossaire

AFM	Atomic Force Microscopy
АНІ	Anode Hole Injection
AHR	Anode Hydrogen Release
Α	Facteur d'accélération (Modèle Filamentaire)
A _f	Champ électrique d'activation de croissance filamentaire
A _{Zener}	Coefficient de probabilité de transition bande à bande
a ₀	Rayon Atomique
β	Paramètre de forme
βm	Paramètre de forme de la couche interfaciale
β _{нк}	Paramètre de forme de la couche High- κ
C-AFM	Conductive Atomic Force Microscopy
C _{ox}	Capacité surfacique de l'oxyde
CVS	Constant Voltage Stress
d _{IL}	Epaisseur de la couche interfaciale
d _{HK}	Epaisseur de la couche High-κ
E	Champ électrique
Ea.	Energie d'activation de croissance
Ea_	Energie d'activation de décroissance
E _{BD}	Champ de claquage
Ec	Energie de la bande de conduction

E _F	Energie de Fermi
EFM	Electrostatic Force Microscopy
Eg	Energie de bande interdite
ΕΟΤ	Equivalent Oxide Thickness
ESR	Electron Spin Resonance
Ev	Energie de la bande de valence
8 ₀	Permittivité diélectrique du vide
3	Permittivité diélectrique
f	Fréquence
Fc	Force d'appui entre la pointe et l'échantillon
фь	Potentiel de barrière
фм	Travail de sortie du métal
фsc	Travail de sortie du semiconducteur
h	Constante de Planck
ħ	Constante réduite de Planck
Н()	Fonction Heavyside
HOPG	Highly Ordered Pyrolytic Graphite
I(V)	Caractéristique courant tension
IL	Interfacial Layer
ITRS	International Technology Roadmap for Semiconductors
J _{fil}	Courant de conduction issu du filament conducteur
J _{FN}	Densité de courant de conduction de type Fowler Nordheim
J _{Dir}	Densité de courant de conduction de type direct
J _{TAT}	Densité de courant de conduction assisté par pièges

-						
(-1	0	C	C		11	$r\rho$
U.	\cup	э.	21	и	11	L

k	Constante de Boltzmann
LTM	Laboratoire des Technologies de la Microélectronique
LETI	Laboratoire d'Electronique et des Technologies de l'Information
m _o	Masse de l'électron
m _{eff}	Masse effective de l'électron
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MVHR	Multi-Vibrationnal Hydrogen Release
MOS	Metal Oxide Semiconductor
MOSFET	Metal-Oxide-Semiconductor Field Effect Transistor
МІМ	Métal Isolant Métal
MTTF	Mean Time To Failure
n	Facteur d'accélération
N	Rapport entre la surface de la pointe et de la section filamentaire
N _c	Seuil critique de défaut menant au claquage diélectrique
OxRam	Oxide based resistive Random Access Memory
P(t)	Probabilité cumulée de claquage
P _{col} (t)	Probabilité cumulée de claquage d'une colonne de cellules
P ₀ (t)	Probabilité cumulée de claquage d'une cellule
q	Charge de l'électron
R	Vitesse de rampe en tension
R _c	Rayon de courbure
RMS	Root Mean Square
RVS	Ramped Voltage Stress
SC	Semi-conducteur

S _{BD}	Soft Breakdown
SILC	Stress Induced Current Leakage
т	Température
T _{ox}	Epaisseur d'oxyde
ТАТ	Trap Assisted Tunneling
TDDB	Time Dependant Dielectric Breakdown
TTF	Time To Failure
τ	Facteur d'échelle
tee	Facteur d'échelle de la couche interfaciale
τ _{нк}	Facteur d'échelle de la couche High- κ
τ ₀	Pré-facteur du facteur d'échelle
τ20	Temps caractéristique de croissance filamentaire
UHV	Ultra High Vacuum
U _{ln}	Potentiel de Lennard-Jones
v	Tension
V _{BD}	Tension de claquage
Vc	Potentiel de contact
V _{fb}	Tension de bande plate
V _G	Tension de grille
V _{IL}	Chute de potentiel dans la couche interfaciale
V _{HK}	Chute de potentiel dans la couche High- κ
X(t)	Longueur du filament conducteur au sein de l'oxyde
χ	Affinité électronique

Etude à l'échelle nanométrique par sonde locale de la fiabilité et de la dégradation de films minces d'oxyde pour applications MOS et MIM

L'intégration de diélectriques High-k dans les empilements de grille des dispositifs MOS a fait naître de nouvelles interrogations concernant la fiabilité des futurs noeuds technologiques. La miniaturisation constante des dispositifs conduisant à l'amincissement des épaisseurs d'oxyde de grille, leur caractérisation électrique est rendue de plus en plus complexe à l'échelle du dispositif.

Pour palier à ce problème, l'utilisation d'un microscope à force atomique en mode conducteur sous ultravide permet, grâce à la faible surface de contact entre la pointe et l'échantillon de réduire suffisamment le courant tunnel pour pouvoir étudier la dégradation et le claquage diélectrique d'oxydes ultra fin. La comparaison systématique des résultats de fiabilité de l'empilement High- κ du noeud 28nm et de la couche interfaciale seule ayant subi les mêmes étapes de développement que celle présente dans l'empilement, obtenus par C-AFM sous ultra vide, a permis de montrer expérimentalement que la probabilité de claquage des oxydes de grille High- κ est gouvernée par la fiabilité propre des couches qui la composent, et de déduire une loi d'extrapolation de la durée de vie en tension et en surface ce qui permet de prédire la statistique de défaillance du dispositif.

Les impacts d'un pré-stress en tension de l'ordre de la milliseconde sur les distributions de claquage des oxydes de grille simples et bicouches ont été rapportés. Ces résultats sont expliqués dans ce manuscrit par le déclenchement lors de l'application du stress, d'une dégradation au sein de l'oxyde, prenant naissance dans la couche interfaciale des oxydes High- κ et conduisant à une réduction locale de l'épaisseur de diélectrique.

Des phénomènes de résistance différentielle négative au moment de la rupture diélectrique ont été étudiés et modélisés, pour différentes épaisseurs d'oxyde, par une croissance filamentaire de la dégradation. Il a été possible de donner une expression analytique reliant le temps caractéristique de croissance filamentaire et le temps moyen de claquage observé sur les distributions statistiques.

Enfin, les mesures C-AFM de ce travail ont été étendues au cas des structures MIM utilisées pour le développement des futures mémoires résistives OxRAM. Dans ce cas, un effet d'auto-guérison à l'échelle nanométrique a été mis en évidence.

Mots-clés : Fiabilité, Microscopie à Force Atomique en mode Conduction, TDDB, Métal-Oxyde-Semi-conducteur, Oxyde bicouche, Filament, Résistance Différentielle Négative, Caractérisation électrique, Microélectronique, nanoélectronique, ultravide, Pulse, ESD, MIM, mémoires résistives

Integration of High-k dielectrics in gate oxides of MOS raised new issues concerning the reliability of futur technology nodes. The constant miniaturisation of devices leads to thinner gate oxides, making their electrical caracterisation more complex at the device scale. To solve this problem, an atomic force microscope in conductive mode under ultra high vacuum can be used thanks to the readuce contact area between the tip and the sample which allow a drastic decrease of the tunneling current and thus the study of the degradation and the dielectric breakdown of ultra-thin oxides. The systematic comparaison of the TDDB distributions obtained on the High-k gate oxide of the 28nm technology node on one side and obtained on the Interfacial layer alone revealed that the failure probability of High-k oxides is governed by the failure probability of each layer present in the stack. This allow to give an extrapolation law of the High-k gate oxide lifetime as a function of the applied voltage and the electrode area and to predict the failure statistic of the 28nm technology node.

The impact of voltage pre-stress with a microseconde range of duration on the TDDB and VBD distributions of both single layer and High-k gate oxides is given is the manuscript. The results are then interpreted by an invasive degradation nucleating from an interface during a stress and leading to a local thinned oxide.

Pre-breakdown negative differential resistance have been studied and modeled for several oxide thickness, using a growing mecanism of the elctrical degradation. An analytic expression linking the growth caracteristic time of the filament and the mean time to breakdown observed on the statistical distributions has then been given. Finally, C-AFM measurements developped in this work has been extended to MIM structures used for oxide resistive random access memories (OxRAM). A self healing has been observed at the nanometric scale for these samples.

Key words :

Reliability, Atomic force microscopy in conductive mode, TDDB, Métal-Oxyde-Semi-conductor, Bilayer oxide stack, Filament, Negative differential resistance, Electrical caracterisation, Microelectronics, Nanoelectronics, Ultra High Vacuum, Pulse, ESD, MIM, Oxide resistive memories