



HAL
open science

Mesures à l'échelle sub-micronique des charges piégées dans les isolants : utilisation de méthodes dérivées de la Microscopie à Force Atomique

Christina Villeneuve-Faure, Laurent Boudou, Kremena Makasheva, G. Teyssedre

► **To cite this version:**

Christina Villeneuve-Faure, Laurent Boudou, Kremena Makasheva, G. Teyssedre. Mesures à l'échelle sub-micronique des charges piégées dans les isolants : utilisation de méthodes dérivées de la Microscopie à Force Atomique. 9e Conférence Société Française d'Electrostatique (SFE), Toulouse, France, 27-29 Aout 2014, Aug 2014, Toulouse, France. pp. 402-406. hal-03034508

HAL Id: hal-03034508

<https://hal.science/hal-03034508>

Submitted on 1 Dec 2020

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.

Mesures à l'échelle sub-micronique des charges piégées dans les isolants : utilisation de méthodes dérivées de la Microscopie à Force Atomique

C. Villeneuve-Faure^{1*}, L. Boudou¹, K. Makasheva^{1,2} et G. Teyssedre^{1,2}

¹ Université de Toulouse ; UPS, INPT ; LAPLACE (Laboratoire PLAsma et Conversion d'Énergie) ; 118 route de Narbonne, F-31062 Toulouse Cedex 9, France

² CNRS ; LAPLACE ; F-31071 Toulouse, France

* E-mail : christina.villeneuve@laplace.univ-tlse.fr

Résumé:

L'injection et l'accumulation de charges dans les isolants sont des phénomènes à l'origine de nombreuses défaillances. Pour comprendre ces phénomènes, des techniques de mesure de la charge d'espace ont été développées avec succès. Toutefois, leur résolution spatiale reste incompatible avec l'étude des films minces qui nous intéresse ici. Dans cet article nous proposons une nouvelle méthode de mesure de la charge d'espace dérivée de la microscopie à force atomique. Cette méthode, appelée EFDC (Electrostatic Force Distance Curve), permet la mesure directe de la force électrostatique induite par les charges piégées. Nous démontrons ici que cette technique est très sensible à la localisation latérale des charges piégées. La comparaison des résultats obtenus par EFDC avec ceux fournis plus classiquement par microscopie à sonde de Kelvin (KFM), montre que l'EFDC a une meilleure résolution latérale mais un caractère intrusif plus important que la méthode KFM.

INTRODUCTION

Les matériaux diélectriques ont la particularité de pouvoir d'injecter des charges électriques sous un champ électrique. Cette propriété, utile pour certaines applications (électrets, mémoires non volatiles... [1-2]), représente en général une cause de défaillance pour de nombreux systèmes (composants électroniques, câbles haute tension...). Depuis quelques décennies des mesures de charges d'espace basées sur des perturbations acoustiques [3] ou thermiques [4] ont été développées avec succès pour étudier des films d'épaisseur variant de quelques dizaines de μm au mm, ou des câbles haute tension. Malgré des développements récents, ces méthodes ont en général des résolutions en profondeur de l'ordre de quelques microns et souvent aucune résolution latérale. Elles sont donc inadaptées pour caractériser l'accumulation de charges dans des films minces (quelques 100nm d'épaisseur) pour les applications microélectroniques et microsystèmes ou pour les études des phénomènes aux interfaces métal / isolant ou semi-conducteur / isolant. Il apparaît donc indispensable de développer de nouvelles méthodes de mesure de la charge d'espace ayant une résolution en

adéquation avec l'échelle à laquelle se passent les phénomènes pertinents (interfaces ou couches minces) aussi bien dans le plan qu'en profondeur [5]. Les techniques dérivées de la microscopie à force atomique (AFM) du fait de leur résolution inférieure au nanomètre et de leur versatilité pour mesurer aussi bien la topographie de la surface que les propriétés électriques apparaissent comme étant des candidates idéales.

Des études antérieures ont démontré qu'il était possible d'injecter localement des charges, avec une pointe AFM conductrice, et d'étudier leur rétention dans des couches minces diélectriques par AFM. La microscopie à force électrostatique (EFM) longtemps utilisée pour mesurer des densités de charges [6] a montré ses limitations et surtout sa sensibilité aux charges images qui rend le résultat dépendant des conditions de mesure [7]. Pour éviter ces effets, la microscopie à sonde de Kelvin (KFM) est de plus en plus utilisée car elle fournit une mesure directe du potentiel de surface induit par les charges injectées [8]. Toutefois, la détermination de la densité de charges à partir de ce potentiel reste difficile même si quelques tentatives de modélisation ont été présentées [9], moyennant de fortes hypothèses sur leur localisation dans la couche.

Pour remédier à ces problèmes et obtenir des informations quantitatives sur la densité de charges avec une résolution spatiale de l'ordre du nanomètre, une autre technique est nécessaire. Notre intérêt s'est porté sur la mesure des forces d'interaction entre la pointe AFM et la surface grâce à la technique des courbes de force (FDC pour *Force-Distance Curve*) [10-11] du fait de sa sensibilité à la force électrostatique [12-14]. Un autre avantage relatif à l'utilisation de cette technique est que la force électrostatique entre la pointe et la surface peut être modélisée [11, 15-16], avec une bonne correspondance avec les résultats expérimentaux excepté pour les faibles distances pointe-échantillon [16].

Cette étude présente donc le développement d'une nouvelle technique appelée EFDC (*Electrostatic Force Distance Curve*) permettant de mesurer les charges injectées dans une couche mince isolante. Après une brève présentation des conditions expérimentales, nous

présenterons la technique EFDC à partir des mesures FDC. Nous nous intéresserons ensuite aux premiers résultats obtenus grâce à cette technique sur des charges injectées localement. Pour finir, la complémentarité entre l'EFDC et une méthode plus classique telle que le KFM sera présentée.

PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

Pour le développement et la validation de la technique EFDC, nous nous sommes appuyés sur une couche mince isolante dont les propriétés électriques sont bien connues. Notre choix s'est donc porté sur des couches d'oxy-nitride de silicium ($a\text{-SiO}_x\text{N}_y\text{:H}$, $x < 2$, $y < 1$) d'une centaine de nanomètre d'épaisseur élaborées par un procédé plasma radiofréquence entretenu dans un mélange de trois gaz (SiH_4 , N_2O and He) [17]. Ces couches dont les propriétés sont contrôlées par le rapport des gaz précurseurs dans le plasma, ont été bien caractérisées dans les études précédentes [17, 18] et sont des matériaux idéaux pour démontrer les potentialités de la mesure de charges par EFDC.

Les mesures AFM ont été réalisées sous atmosphère contrôlée (N_2) avec un dispositif Multimode 8 de Bruker. Cette précaution sur l'atmosphère permet d'étudier uniquement les mécanismes d'injection et de rétention de charges dans la couche d'isolant en s'affranchissant notamment des effets de la capillarité sur les mesures FDC. Les mesures de forces électrostatiques ont été réalisées par FDC dans la phase d'approche avec une vitesse réduite pour améliorer la sensibilité. Les mesures de potentiel de surface ont été réalisées par KFM en modulation d'amplitude.

Deux configurations ont été utilisées pour les mesures de force. La première consiste à appliquer une tension comprise entre 0V et 30V sur la pointe AFM et à mesurer la force résultante, ce qui nous permet d'étudier la sensibilité de la méthode. La seconde configuration consiste à injecter une charge localisée dans la couche par l'intermédiaire de la pointe AFM [18] et à mesurer le potentiel ou la force électrostatique résultante par KFM ou EFDC, respectivement.

La sonde AFM est constituée d'un bras de levier et d'une pointe (Fig. 1.a.). Pour identifier l'influence de la forme de la pointe AFM sur les mesures, le rayon de courbure R_C (Fig. 1.b.) a été déterminé à partir d'observations au microscope électronique à balayage (MEB) et la constante de raideur k du bras de levier a été déterminée à partir de la fréquence d'oscillation.

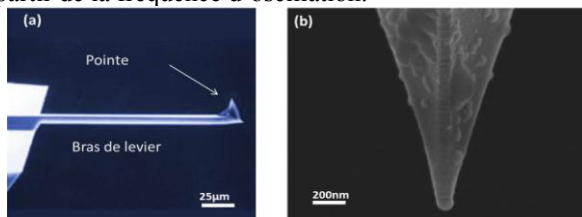


Figure 1. Image MEB (a) de la sonde AFM et (b) zoom sur la pointe AFM permettant de déterminer le rayon de courbure.

PRESENTATION DE L'EFDC

Une mesure FDC représentant l'évolution de la force vue par la pointe AFM en fonction de la distance pointe surface durant la phase d'approche est illustrée à la Fig.2. La caractéristique comporte trois phases, une phase d'approche, un saut au contact dû à la force de Van der Waals et une étape de contact. L'application d'un potentiel sur la pointe modifie la forme de la courbe et plus particulièrement la phase d'approche reflétant le fait que la force électrostatique est une force à longue portée. La force électrostatique peut donc être extraite de ces mesures en soustrayant la courbe de force avec et sans potentiel appliqué sur la pointe (encart Fig.2).

On peut noter que la force électrostatique ne dépend pas du carré de la distance comme on pourrait l'attendre d'une force électrostatique. Cela est principalement dû au fait que nous sommes ici en configuration pointe-plan avec un faible rayon de courbure pour la pointe (typiquement entre 5nm et 120nm) et non en configuration plan-plan. Par conséquent, l'influence de la contribution apportée par chacun des éléments de la sonde AFM (pointe et bras de levier) doit être identifiée et prise en compte.

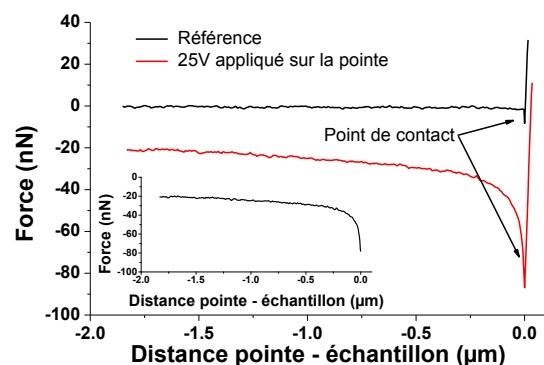


Figure 2. Effet de la tension appliquée sur la pointe AFM sur la mesure FDC. En insert, la force électrostatique résultante (EFDC) pour une tension appliquée de 25V.

INFLUENCE DE LA FORME DE LA POINTE AFM

La Fig.3.a montre l'influence du rayon de courbure de la sonde AFM sur la force électrostatique résultant d'une tension de 25V appliquée sur la pointe. On constate que la forme de la courbe est fortement influencée par le rayon de courbure alors que la ligne de base (force à longue distance) varie peu. En effet, quand le rayon de courbure diminue, le maximum de force diminue et le saut au contact devient de plus en plus abrupt. La Fig.3.b montre l'influence de la raideur du bras de levier sur la force électrostatique. Dans ce cas, la forme de la courbe est la même alors que la ligne de base est plus importante pour la raideur la plus faible. Il semble donc

que la forme de la courbe soit influencée par le rayon de courbure alors que la ligne de base dépend de la raideur. La raideur k du bras de levier dépend des paramètres géométriques tels que sa longueur et sa largeur. En particulier, la raideur diminue quand la surface du bras de levier augmente. Par conséquent, la ligne de base représente la contribution du bras de levier situé à une grande distance de la surface (typiquement la hauteur de la pointe $10\mu\text{m}$) à la force électrostatique.

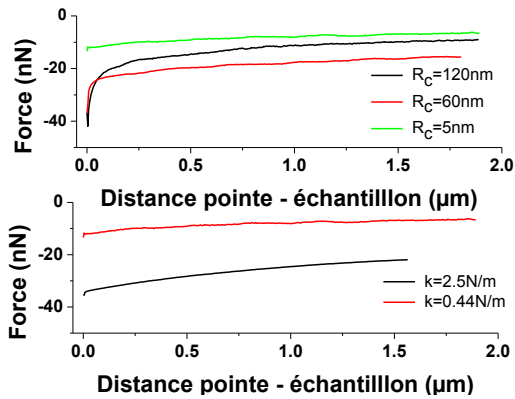


Figure 3. Influence (a) du rayon de courbure (raideur fixée autour de 2.5N/m) et (b) de la raideur (rayon de courbure fixé à 5nm) sur la force électrostatique (tension appliquée sur la pointe de 25V)

La figure 4 représente l'évolution du maximum de force en fonction du carré de la tension appliquée sur la pointe. On constate tout d'abord la dépendance en V^2 caractéristique de l'évolution de la force électrostatique en fonction de la tension. De plus, la sensibilité de la mesure augmente principalement avec le rayon de courbure. La raideur du bras de levier joue un rôle seulement dans la détectabilité de la force. En effet, la force électrostatique F_e est liée à la déflexion du bras de levier δ par la raideur k selon la relation :

$$F_e = k \cdot \delta \quad (1)$$

Par conséquent, pour une force fixée l'amplitude de déflexion est divisée par 10 si la raideur est multipliée par 10. Il sera donc plus aisé de détecter de faibles forces avec une raideur faible. Dans la suite de notre étude nous utiliserons une pointe AFM ayant un rayon de courbure de 60nm et une raideur de 0.44N/m .

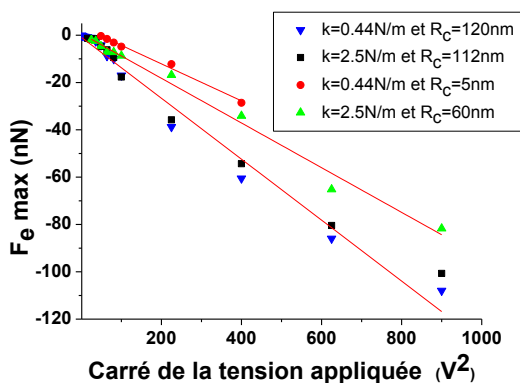


Figure 4. Evolution du maximum de force en fonction du carré de la tension appliquée à la pointe.

APPORT DE L'EFDC AUX MESURES DE DENSITE DE CHARGES

Les mesures EFDC avec un potentiel appliqué sur la pointe ont permis de mettre en évidence la sensibilité de la technique et également de valider la modélisation des courbes de force électrostatique [19]. Nous allons maintenant nous intéresser aux résultats obtenus avec des charges injectées.

L'injection de charges est réalisée en mettant la pointe en contact avec la surface et en appliquant une différence de potentiel pendant un temps variable. La force électrostatique est ensuite mesurée en différents points de la surface à une distance variable du point d'injection. Il est alors possible de représenter le profil du maximum de force en fonction de la position et de le comparer au profil de potentiel mesuré par KFM sur le même spot de charges (Fig. 5). En comparant les deux profils on constate que la résolution latérale de la mesure en force électrostatique semble meilleure que celle du KFM.

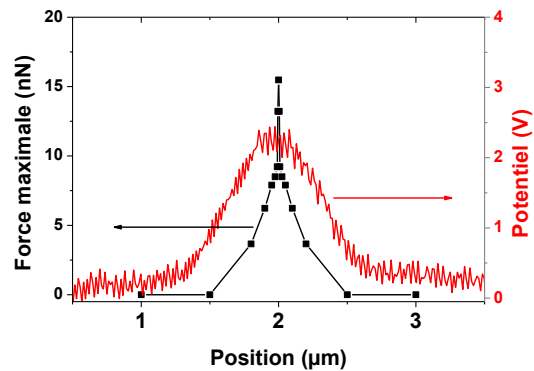


Figure 5. Profil du maximum de force électrostatique et de potentiel de surface mesuré sur un spot de charges injecté localement.

Notre objectif étant d'évaluer la sensibilité de la méthode à la localisation des charges, diverses injections ont été réalisées sur différentes couches de $\text{a-SiO}_x\text{N}_y\text{:H}$ ayant des propriétés électriques différentes [18]. La localisation des charges a été déterminée par une mesure de potentiel KFM (Fig.3 de la réf. [18]) de façon à déterminer le maximum de potentiel et la largeur à mi-hauteur FWHM du spot de charges. Deux cas de figure ont été envisagés. Le premier consiste à se mettre dans une configuration pour laquelle seul le maximum de potentiel induit par la charge augmente (la largeur du spot étant constante). Le second consiste à l'inverse à faire varier la largeur du spot sans modifier le maximum de potentiel.

La Fig.6 compare l'évolution de la force électrostatique en fonction de la distance pointe surface, mesurée au point d'injection pour différents temps d'injection. On constate que la forme de la courbe reste pratiquement inchangée avec l'augmentation du temps d'injection.

Seul le maximum de la force augmente (encart Fig.6). Les mesures KFM réalisées sur ces mêmes spots de charges ont montré que le maximum de potentiel augmente avec le temps d'injection alors que la largeur à mi-hauteur reste pratiquement constante (augmentation de $0.8\mu\text{m}$ à $1\mu\text{m}$). On en déduit que le maximum de force est influencé par la valeur du potentiel de surface induit par la charge.

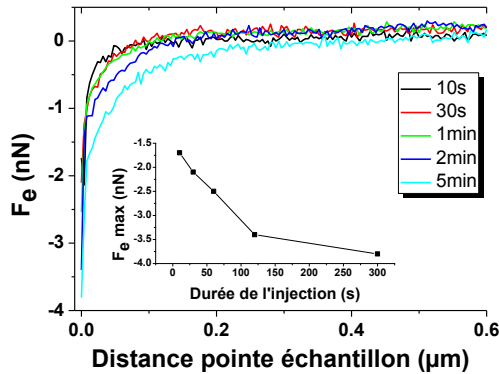


Figure 6. Evolution de la force électrostatique pour différents temps d'injection à 20V. En insert est représentée l'évolution du maximum de force en fonction du temps d'injection.

La Fig.7 compare les mesures EFDC réalisées sur trois spots de charges ayant un maximum de potentiel KFM identique mais de largeurs à mi-hauteur différentes. On constate que quand la taille du spot augmente la forme de la courbe est modifiée. En effet, il apparaît que le saut au contact est de moins en moins abrupt quand la taille du spot de charges augmente. De plus, le maximum de force augmente avec la FWHM.

Par conséquent, la localisation des charges injectées influence uniquement la forme de la courbe de force électrostatique alors que le maximum de force est modifié par plusieurs paramètres. La modélisation de la force électrostatique apparaît donc nécessaire pour pouvoir extraire les différentes contributions. Toutefois la technique EFDC apparaît très prometteuse pour l'étude de la densité de charges d'espace du fait de sa sensibilité à la localisation de charges.

L'observation des Fig.6 et Fig.7 nous montre également que la force électrostatique s'annule rapidement avec la distance. Hors, comme nous l'avons montré au paragraphe précédent (Fig.3), la composante continue de la force est due principalement à la contribution du bras de levier. Par conséquent, la contribution du bras de levier pour les mesures sur des charges localisées paraît négligeable. Ceci explique que l'EFDC présente une résolution latérale meilleure que celle du KFM qui est lui très sensible aux capacités parasites et en particulier à la contribution du bras de levier [20].

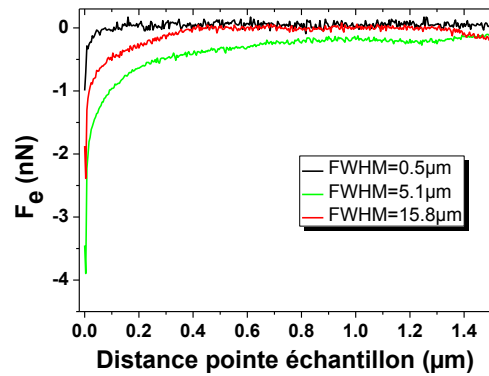


Figure 7. Influence de la largeur à mi-hauteur (FWHM) du spot de charges sur l'évolution de la force électrostatique (potentiel KFM maximum égal à 0.9V).

Toutefois, la mesure de la force maximale se fait au contact avec une force de contact plus ou moins importante. Pour évaluer le caractère intrusif de l'EFDC sur les mesures, nous avons suivi l'évolution de la force électrostatique maximale en fonction des conditions expérimentales (Fig. 8). On constate que les conditions de mesure influencent grandement l'évolution de la force vue par la pointe au cours du temps. En effet quand la force de contact augmente ou le temps entre deux mesures diminue, la vitesse de décroissance de la force induite par les charges augmente. Si on compare l'évolution de la force au cours de temps à celle du potentiel de surface mesuré en KFM on s'aperçoit que la vitesse de décroissance est plus importante en EFDC qu'en KFM. Par conséquent, pour diminuer l'aspect intrusif de la mesure, on utilisera la force de contact la plus faible possible, et on réalisera surtout un échantillonnage temporel avec un grand pas de temps, en particulier pour l'étude des matériaux ayant une rétention de charges très importante près de la surface.

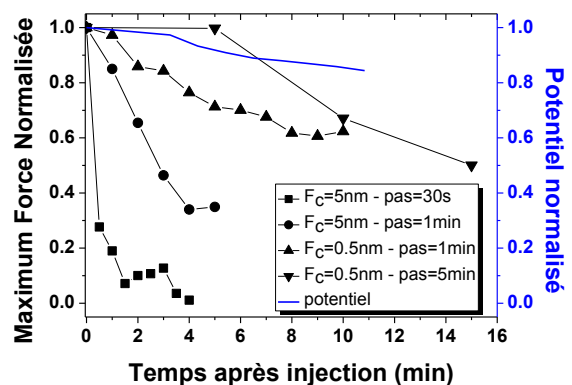


Figure 8. Décroissance temporelle de la force électrostatique et du potentiel KFM, normalisés par rapport aux valeurs initiales. Pour l'EFDC, l'influence des conditions de mesure (force de contact F_c et pas de temps entre deux mesures) est présentée.

CONCLUSION

Dans cette étude nous avons démontré que l'EFDC constitue une méthode prometteuse pour étudier les phénomènes de rétention de charges dans des isolants malgré son côté intrusif. Le principal avantage de cette méthode par rapport à la méthode KFM est sa sensibilité à la localisation de la charge et une meilleure résolution latérale. Des études sont actuellement en cours pour quantifier la résolution en profondeur de l'EFDC.

Toutefois, l'objectif principal n'est pas seulement d'imager la charge, mais bien d'obtenir une information quantitative sur sa densité. Pour cela le développement d'un modèle 3D pour la force électrostatique est nécessaire. Les travaux en cours montrent une bonne correspondance entre la force simulée et mesurée dans le cas d'un potentiel appliqué sur la pointe.

REFERENCES

- [1] R. Gerhard-Mulhaupt and M.C. Joseph, *Electrets* 3rd edn (California: Laplacian Press) 1999
- [2] P. Normand et al., "Effects of annealing conditions on charge storage of Si nanocrystal memory devices obtained by low-energy ion beam synthesis," *Microelectron. Eng.* 67–68, 629–634, 2003.
- [3] T. Maeno and K. Fukunaga, "High-resolution PEA charge distribution measurement system," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 3, 754–757, 1996.
- [4] A. Mellinger et al., "Three-dimensional mapping of polarization profiles with thermal pulses," *Appl. Phys. Lett.* 86, 082903, 2005.
- [5] G. Teyssedre et al. "Challenges in probing space charge at sub-micrometer scale" *Annual Report Conf. Electrical Insulation and Dielectric Phenomena* (CEIDP, p. 234-237), 2012.
- [6] T. Melin et al., "Electric force microscopy of individually charged nanoparticles on conductors: An analytical model for quantitative charge imaging", *Phys. Rev. B* 69, 035321, 2004.
- [7] J. Lambert, C. Guthmann and M. Saint-Jean, "Relationship between charge distribution and its image by electrostatic force microscopy", *J. Appl. Phys.* 93, 5369–5376, 2003.
- [8] C.A. Rezende et al., "Detection of charge distribution in insulator surfaces", *J. Phys.: Condens. Matter* 21, 263002, 2009.
- [9] E. Palleau et al., "Numerical simulations for quantitative analysis of AFM electrostatic nanopatterning on PMMA by Kelvin Force Microscopy", *Nanotechnology* 21, 225706, 2010.
- [10] B. Cappella and D. Dietler, "Force-distance curves by atomic force microscopy", *Surf. Sci. Rep.* 34, 1–104, 1999.
- [11] S. Gomez, et al., "Electrostatic forces between sharp tip and metallic and dielectric surface", *Appl. Phys. Lett.* 79, 24, 2001.
- [12] S. Patil et al., "Investigation in the electrostatic forces in scanning probe microscopy at low bias voltage", *Surf. Interface Anal.* 33, 155, 2002.
- [13] Y. Kim, et al., "Dependance of approaching velocity on the Force-Distance curve in AFM", *Korean J. Chem. Engg.* 27, 324, 2010.
- [14] M.G. Jenke et al., "Two-dimensionnal electrostatic force field measurement with simultaneous topography measurement on embedded interdigitated nanoelectrodes using FDC", *Appl. Phys. Lett.* 92, 063113, 2008.
- [15] J. Colchero, A. Gil and A.M. Baro, "Resolution enhancement and improved data interpretation in electrostatic force microscopy", *Phys. Rev. B* 64, 245403, 2001.
- [16] T.S. Gros et al, "Two-dimensional, electrostatic finite element study of tip-substrate interactions in electric force microscopy of high density interconnect structure", *Ultramicroscopy* 87, 147, 2001.
- [17] K. Makasheva, B. Despax, L. Boudou and G. Teyssedre, "Dielectric Layers for RF-MEMS Switches: Design and Study of Appropriate Structures Preventing Electrostatic Charging", *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.* 19, 1195–1202, 2012.
- [18] C. Villeneuve-Faure, K. Makasheva, C. Bonafos, B. Despax, L. Boudou, P. Pons, and G. Teyssedre "Kelvin force microscopy characterization of charging effect in thin a-SiO_xN_y:H layers deposited in pulsed plasma enhanced chemical vapor deposition process by tuning the Silicon-environment" *J. Appl. Phys.* 113, 204102, 2013.
- [19] A. Boullaras, F. Baudouin, G. Teyssedre, C. Villeneuve, S. Clain "Multi-dimensional modelling of electrostatic forces between atomic force microscopy tip and dielectric surface" *Proc. 11th IEEE Internat. Conf. on Solid Dielectrics* (ICSD), pp. 1040-1043, 2013
- [20] H.O. Jacobs, P. Leuchtman, O.J. Homan and A. Stemmer "Resolution and contrast in Kelvin Probe force microscopy", *J. Appl. Phys.* 84, 1168, 1998.