

## Mesure de charge d'espace à l'échelle sub-micrométrique par Microscopie à sonde de Kelvin (KPFM): application à l'étude de l'interface Al/SiNx

Christina Villeneuve-Faure, Laurent Boudou, Kremena Makasheva, Gilbert

Teyssedre

### ▶ To cite this version:

Christina Villeneuve-Faure, Laurent Boudou, Kremena Makasheva, Gilbert Teyssedre. Mesure de charge d'espace à l'échelle sub-micrométrique par Microscopie à sonde de Kelvin (KPFM): application à l'étude de l'interface Al/SiNx. 12ème conférence de la Société Française d'Electrostatique, Jul 2023, Cherbourg, France. hal-04310835

## HAL Id: hal-04310835 https://hal.science/hal-04310835

Submitted on 27 Nov 2023

**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.

# Mesure de charge d'espace à l'échelle sub-micrométrique par Microscopie à sonde de Kelvin (KPFM): application à l'étude de l'interface Al/SiN<sub>x</sub>

C. Villeneuve-Faure, L. Boudou, M. Makasheva et G. Teyssedre LAPLACE, Université de Toulouse, CNRS, 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse Cedex 9, France

**Résumé**— Les phénomènes d'injection et de transport de charge aux interfaces métal/diélectrique ont un impact majeur sur les performances et la fiabilité des systèmes. Toutefois, ces phénomènes demeurent mal connus. En effet, la résolution spatiale des techniques classiques de mesure de charge d'espace étant au mieux de l'ordre du micron, elles ne permettent pas d'étudier finement les phénomènes physiques à l'échelle de l'interface. Dans cette étude, nous proposons de coupler la Microscopie à Force de Kelvin (KPFM) et la modélisation par éléments finis, pour déterminer la densité de charge d'espace à l'échelle sub-micrométrique. Nous focaliserons notre étude sur un système modèle constitué d'électrodes latérales en aluminium enfouies dans une couche mince diélectrique de SiN<sub>x</sub>. Les résultats présentés ici montrent que des charges négatives et positives sont injectées respectivement près de la cathode et de l'anode. Ces accumulations de charges restent localisées près de l'électrode ( $0,5 - 1 \mu m$ ) et leur densité augmente avec la tension (i.e. le champ électrique) appliquée sur les électrodes. Après injection, la dynamique de dissipation des charges montre que la quantité de charge diminue et le nuage de charge s'étale légèrement en s'éloignant de l'interface. De plus, une mobilité de  $1 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{V/s}$  a été déterminée pour les électrons, ce qui est proche des rares valeurs reportées dans la littérature.

Mots clefs- Charge d'espace, microscopie à sonde de Kelvin, mesure sub-micrométrique

#### I. INTRODUCTION

Les phénomènes d'injection et d'accumulation de charge au sein des diélectriques constituent une cause principale de défaillance des systèmes électroniques. Parmi les phénomènes que l'on cherche à éviter, on peut citer les courants de fuite et/ou les ruptures des diélectriques dans les transistors CMOS (Complementary Metal-Oxide-Semiconductor) [1] ou le phénomène d'adhérence électrostatique dans les microsystèmes électromécaniques (MEMS) pour les applications Radio Fréquence [2]. Dans un tout autre contexte, le phénomène double couche électrostatique à l'interface de solide/liquide est critique dans des applications impliquant l'écoulement de fluides [3] Par conséquent, les interfaces jouent un rôle important, car elles conditionnent les phénomènes d'injection à l'origine de l'accumulation de charge. Par conséquent le suivi de la densité de charge d'espace au plus proche de l'interface métal/diélectrique est crucial pour améliorer la compréhension de ces phénomènes et la fiabilité des systèmes. Les méthodes classiques de mesure de charge d'espace ont généralement une résolution latérale assez faible (i.e. au mieux de 1 µm) [4-5], ce qui est trop élevé pour une étude au plus près des interfaces.

Pour essayer d'étudier les propriétés de l'interface et plus particulièrement la densité de charge injectée à proximité de cette dernière, les méthodes dérivées de la microscopie à force atomique (*Atomic Force Microscopy*  - *AFM*) [6-9] sont proposées. Dans le cas de la microscopie à sonde de Kelvin (KPFM), la présence de charges piégées dans la couche diélectrique se traduit par une modification du potentiel de surface [6-9]. A partir de ce profil de potentiel de surface, des approches basées sur des méthodes numériques et/ou sur la résolution de l'équation de Poisson ont été proposées pour déterminer les profils de charge en deux dimensions entre les électrodes [10-12]. Dans cette étude, nous combinerons des mesures de potentiel de surface par KPFM avec une modélisation par éléments finis de façon à déterminer la densité de charge d'espace à proximité de l'interface aluminium/nitrure de silicium. Nous nous intéresserons aux phénomènes d'injection et de transport des charges.

#### II. METHODOLOGIE

#### A. Structures Métal-Isolant-Métal

La structure MIM (Métal-Isolant-Métal) étudiée ici, est composée d'électrodes latérales en aluminium (Al), séparées d'une distance  $W = 10 \mu m$ , et enfouies dans une couche diélectrique de nitrure de silicium (SiN<sub>x</sub>) de 300 nm d'épaisseur. Les couches de SiN<sub>x</sub> ont été déposées par un procédé PECVD [11-12] sur un substrat de silicium fortement dégénéré i.e., de faible résistivité  $(\rho_{Si} = 0.002 \ \Omega.cm)$ . Les électrodes en aluminium (Al) de 70 nm d'épaisseur ont été mise en forme par photolithographie [11]. Pour finir, une couche de passivation en SiN<sub>x</sub>, d'environ 5 nm d'épaisseur, est déposée au-dessus des électrodes afin d'éviter des phénomènes de décharges électrostatiques durant la phase de polarisation des électrodes.

La structure MIM obtenue est présentée en vue de dessus sur la Fig. 1a et en coupe sur la Fig. 1b.

Contact : Christina Villeneuve-Faure

e-mail: christina.villeneuve@laplace.univ-tlse.fr



Fig. 1. (a) Vue de dessus, au microscope optique, de la structure MIM. (b) Schéma vu en coupe de la structure MIM.

## B. Méthodologie pour l'étude de l'injection et du transport de charge

Pour étudier les phénomènes d'injection de charges aux interfaces Al/SiN<sub>x</sub> nous avons développé une méthode en deux étapes. Tout d'abord, la structure MIM est polarisée : une tension continue V<sub>0</sub> est appliquée sur l'électrode de droite alors que la masse est appliquée sur l'électrode de gauche (Fig. 1b). La face arrière de l'échantillon est également reliée à la masse. La tension  $V_0$ est appliquée pendant 1 h et peut prendre les valeurs de 20 V ou 40 V. Après la phase de polarisation, les électrodes sont mises à la masse. La deuxième étape consiste en la mesure du potentiel de surface par KPFM en modulation de fréquence (FM-KPFM) en mode « single pass ». Ces deux étapes sont réalisées au sein d'un AFM Bruker Multimode à l'aide d'une sonde en silicium recouverte d'une fine couche de Pt/Ir (constante de raideur k = 3 N/m et rayon de courbure R<sub>c</sub> = 25 nm).

#### C. Extraction des profils de densité de charge

Pour extraire le profil de densité de charge, un modèle par éléments finis en 2 dimensions a été développé sous COMSOL Multiphysics. Ce modèle représente la géométrie de la structure MIM entourée d'une boite à air [12].

Dans ce modèle, le potentiel de surface V<sub>s</sub> est déterminé en résolvant l'équation de Poisson, dans le SiN<sub>x</sub> et dans l'air, en tenant compte de la présence d'une densité de charge  $\rho(x,z)$ :

$$\frac{d^2 V_s}{dx^2} + \frac{d^2 V_s}{dz^2} = -\frac{\rho(x,z)}{\varepsilon_0 \varepsilon_r}$$
(1)

avec  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide,  $\varepsilon_r$  la permittivité relative du nitrure de silicium ( $\varepsilon_r = 7.5$ ) ou de l'air ( $\varepsilon_r = 1$ )

La densité de charge d'espace est considérée comme gaussienne et est la superposition d'une densité de charge positive et négative.

$$\rho(x,z) = \rho_{+}exp\left(-\frac{(x-x_{0+})^{2}}{0.36W_{+}^{2}}\right) \pm \rho_{-}exp\left(-\frac{(x-x_{0-})^{2}}{0.36W_{-}^{2}}\right)$$
(2)

avec  $\rho_+$  ( $\rho_-$ ) le maximum de densité de charge positive (négative),  $x_{0+}$  ( $x_{0-}$ ) la position du maximum de charge positive (négative) par rapport à la cathode (l'anode) et W<sub>+</sub> (W.) la largeur à mi-hauteur de la distribution de charge positive (négative).

La densité de charge positive (négative) est déterminée en faisant varier les paramètres  $\rho_+$ ,  $x_{0+}$  et  $W_+$  ( $\rho_-$ ,  $x_{0-}$  et  $W_-$ ) de façon à ce que le potentiel de surface calculé ajuste le potentiel de surface mesuré par FM-KPFM [12].



Fig. 2. Cartographies de (a) topographie et (b) de potentiel de surface mesurées par FM-KPFM après une polarisation de 1 h sous 40 V. (c) Profil de potentiel pris au niveau de la ligne en pointillés rouge.

#### **III. RESULTATS ET DISCUSSION**

#### A. Etude de la densité de charge injectée

La topographie de la structure MIM, présentée sur la Fig. 2a, permet d'identifier la position des électrodes en Al de part et d'autre de la couche en  $SiN_x$ . La comparaison de la cartographie de la topographie avec celle du potentiel de surface (Fig. 2b) après polarisation montre la présente d'une zone claire près de l'électrode de droite et d'une zone sombre près de l'électrode de gauche. Cette modification du potentiel de surface est la traduction de la présence de charges positives à droite et de charges négatives à gauche. Cela est d'autant plus visible si on s'intéresse au profil de potentiel présenté sur la Fig. 2c. On observe ainsi un pic de potentiel négatif dont le maximum est situé à 1,8 µm de la cathode et un pic de potentiel positif dont le maximum est situé à 1,4 µm de l'anode.

La Fig. 3a montre l'influence de la tension de polarisation sur le profil de potentiel. On constate que quand la tension de polarisation augmente l'amplitude des pics de potentiel positif et négatif augmente. Cela traduit une augmentation de la quantité de charges injectées. En revanche, on remarque que la position des maximums et la largeur des profils de potentiel ne sont pas influencées par l'augmentation de la tension appliquée.

Pour aller plus loin dans notre analyse nous avons utilisé la méthode décrite dans la partie II.C pour extraire la densité de charge d'espace obtenue pour chacune des polarisations. Les résultats sont reportés sur la Fig. 3b. Comme prévu, nous observons bien une densité d'électrons près de la cathode et une distribution de trous près de l'anode. Les caractéristiques des distributions d'électrons et de trous sont résumées dans le Tableau I. On constate que pour une polarisation donnée, la quantité de charge positive est inférieure à la quantité de charge négative. Si on compare les diagrammes d'énergie à l'interface Al/SiN<sub>x</sub> une barrière d'injection Schottky de 2,1 eV et 3,2 eV est estimée respectivement pour les électrons et les trous. Cette estimation a été réalisée en considérant, à l'interface, l'alignement du niveau de Fermi de l'électrode avec le niveau de neutralité des charges (*Charge Neutrality Level – CNL*) du SiN<sub>x</sub> (*pinning facteur* S = 0,66) [13-14].

De plus on constate que la tension appliquée n'a que peu d'influence sur la position et la largeur de la distribution de charges. En effet, celle-ci reste étroite (largeur à mihauteur de 0,6  $\mu$ m) et proche des électrodes (maximum localisé à 1,0 ± 0,2  $\mu$ m de l'électrode).

Enfin, on constate que l'augmentation de la tension entraine une augmentation de la quantité de charge. En effet, une augmentation du champ électrique d'un facteur 2 implique une augmentation de la densité de charges négatives d'un facteur 1,5.

#### B. Dynamique de dissipation des charges

Après une polarisation sous 20 V pendant 1 h, le potentiel de surface est mesuré par FM-KPFM pendant plusieurs heures, les électrodes étant connectées à la masse (Fig. 4a). Sur ces profils on observe une diminution du maximum de potentiel, un léger élargissement du pic de charges négatives et un déplacement du pic vers le volume diélectrique.



Fig. 3. (a) Profil de potentiel de surface mesuré par FM-KPFM et (b) densité de charge d'espace pour une polarisation sous 20 V et 40 V pendant 1 h.

Т	able	eau I	

Paramètres des distributions d'électrons et de trous : maximum de densité de charges ( $\rho_+$  et  $\rho_-$ ), position du maximum de la densité de charge par rapport à l'anode / cathode ( $x_{0+}$  et  $x_{0-}$ ) et largeur à mi-hauteur des

distributions de charges (W<sub>+</sub> et W<sub>-</sub>).

		0	/
		20 V	40 V
Charges	$\rho_+$ (C/m <sup>3</sup> )	/	560
positives	$x_{0+}$ (µm)	/	1,2
	$W_+$ ( $\mu$ m)	/	0,6
Charges	$\rho_{-}$ (C/m <sup>3</sup> )	1200	1850
négatives	x <sub>0-</sub> (μm)	0,8	0,9
	W <sub>-</sub> (μm)	0,6	0,6

Dans le cas étudié ici, le potentiel de surface avant polarisation n'est pas constant. Il apparait plus faible au niveau du diélectrique de  $SiN_x$  et plus élevé au-dessus des électrodes en Al. Cela est dû à l'influence des électrodes enterrées sous la couche de passivation en  $SiN_x$ . Dans ce cas, pour étudier le phénomène d'injection et de transport de charge, la référence de potentiel est prise sur le potentiel avant polarisation.

Comme précédemment, le profil de densité de charge a été extrait de la mesure du potentiel de surface à l'aide de la méthode détaillée dans la partie II.C (Fig. 4b). Grâce au profil de densité de charge on observe clairement que le profil de densité de charge d'espace a son amplitude qui diminue, sa largeur qui augmente et son maximum qui s'éloigne de la cathode. L'évolution des caractéristiques



Fig. 4. Evolution au cours du temps, après polarisation pendant 1 h sous 20 V (a) du profil de potentiel de surface mesuré par FM-KPFM et (b) de la densité de charge d'espace.

des distributions d'électrons au cours du temps après injection est résumée dans le Tableau II. En considérant la position du maximum de densité de charge au cours du temps, la vitesse de déplacement des charges a été estimée à environ 10 nm/min pour les électrons. Grâce au modèle par éléments finis, utilisé pour déterminer la densité de charge, il est possible d'estimer le champ électrique induit par la distribution de charge d'espace. Le champ électrique résiduel maximum passe de  $6 \times 10^5$  V/m à t = 0 min à 1,5 ×  $10^5$  V/m à t = 120 min. A partir de ces valeurs de champ et de la vitesse de déplacement du pic de charges, nous pouvons estimer que les électrons ont une mobilité de  $1 \times 10^{-11}$  cm<sup>2</sup>/V/s. Cette valeur est très proche de celle déterminée pour le SiNx dans le cas d'une étude du transport de charge sous champ électrique [11]. De plus, cette valeur est également très proche de celle obtenue par des méthodes macroscopiques sur d'autres diélectriques tels que le polyéthylène [15]. L'évolution de la largeur à mi-hauteur du pic de charge met également en évidence l'étalement spatial du nuage de charge au cours du temps après la polarisation.

#### Tableau II

Evolution au cours du temps après polarisation (1 h à 20 V) des paramètres des distributions d'électrons: maximum de densité de charges ( $\rho_{-}$ ), position du maximum de densité de charge par rapport à la cathode

$(x_{0-})$ et largeur à mi-hauteur de la distribution (W <sub>-</sub> ).									
Temps	0	20	40	120					
(min)									
$\rho_{-}$ (C/m <sup>3</sup> )	1200	800	380	300					
<i>x</i> <sub>0-</sub> (µm)	0,8	1,2	1,6	2					
W. (μm)	0,6	1	1,3	1,5					

#### V. CONCLUSION

Dans cet article nous avons pu mettre en évidence la possibilité de mesurer une densité de charge d'espace avec une résolution latérale sub-micrométrique. Pour cela nous avons combiné la mesure de potentiel de surface par FM-KPFM avec une modélisation par éléments finis.

Concernant l'injection de charge, les résultats ont montré que la charge d'espace restait localisée à proximité des électrodes  $(0,8 - 2,2 \ \mu\text{m})$ . De plus, le champ électrique appliqué influence principalement la quantité de charge injectée sans réellement modifier la distribution des charges dans le volume. En utilisant les résultats portant sur la dynamique de dissipation des charges, une mobilité pour les électrons de  $1 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{V/s}$  a pu être extraite ce qui est conforme aux rares résultats reportés dans la littérature.

#### REMERCIEMENTS

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre de l'IDEX Actions Thématiques Stratégiques – ATS 2015 de l'Université de Toulouse, projet SEPHIR (2016-066-CIF-D-DRVD). La fabrication des structures MIM a été réalisée grâce au support du réseau RENATECH.

#### REFERENCES

[1] A. Kerber, E. Cartier, R. Degraeve, P.J. Roussel, L. Pantisano, T. Kauerauf, G. Groeseneken, H.E. Maes and U. Schwalke, "Charge trapping and dielectric reliability of SiO<sub>2</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gate stacks with TiN electrodes," *IEEE Trans. Electron Dev.*, vol. 50, p. 1261, 2003.

[2] A. Witvrouw, H.A.C. Tilmans and I. De Wolf, "Materials issues in the processing, the operation and the reliability of MEMS," *Microelectron. Eng.*, vol. 76, p. 245, 2004.

[3] A Ndour, S Holé, P Leblanc, T Paillat,,"Direct observation of electric charges at solid/liquid interfaces with the pressure-wave-propagation method" *Journal of Electrostatics*, vol. 109, 103527, 2021.

[4] N.H. Ahmed and N.N. Srinivas, "Review of space charge measurements in dielectrics," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 4, pp. 644-656, 1997.

[5] A. Petre, C.-D.Pham, D.Marty-Dessus and L.Berquez "Threedimensional space charge cartographies by FLIMM in electron irradiated polymers," *J. Electrostatics*, vol. 67, pp. 430-434, 2009.

[6] T. Okamoto, S. Kitagawa, N. Inoue and A. Ando, "Electric filed concentration in the vicinity of the interface between anode and degraded BaTiO<sub>3</sub>-based ceramic capacitor," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 98, n° 072905, 2011.

[7] M. Jacquith, E.M. Muller and A. Marohn, "Time-resolved electrostatic force microscopy of charge trapping in polycrystalline pentacene," *J. Phys. Chem. B*, vol. 111, p. 7711, 2007.

[8] T.N. Ng, W.R. Silveira and J.A. Marohn, "Dependence of charge injection on temperature, electric field, energetic disorder in an organic semiconductor," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 98, n° 066101, 2007.

semiconductor," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 98, n° 066101, 2007. [9] B. Martin and H. Kliem, "Space charge measurements with the scanning Kelvin Probe," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 15, p. 560, 2008.

[10] K. Faliya, H. Kliem and C.J. Dias, "Space charge measurements with Kelvin Probe force microscopy," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 24, p. 1913, 2017.

[11] F. Mortreuil, C. Villeneuve-Faure, L. Boudou, K. Makasheva and G. Teyssedre, "Charge injection phenomena at the metal/dielectric interface investigated by Kelvin probe force microscopy," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 50, n° 175302, 2017.

[12] C. Villeneuve-Faure, L. Boudou, K. Makasheva, and G. Teyssedre, "Methodology for extraction of space charge density profiles at nanoscale from Kelvin probe force microscopy measurements," *Nanotechnology*, vol. 28, n° 505701, 2017.

[13] C. Villeneuve-Faure, K. Makasheva, L. Boudou, and G. Teyssedre, "Charge injection in thin dielectric layers by atomic force microscopy: influence of geometry and material work function of the AFM tip on the injection process," *Nanotechnology*, vol. 27, n° 245702(10pp), 2016

[14] J. Robertson, "Band offsets of wide-band-gap oxides and implications for future electronic devices," *J. Vac. Sci. Technol. B.*, vol. 18, pp.1785-1791, 2000.

[15] M.M. Perlman, T.J. Sonnonstine and J.A. St-Pierre "Drift mobility determinations using surface potential decay in insulators" *J. Appl. Phys.*, vol. 47, p. 5016, 1976.