



HAL
open science

Développement d'outils d'analyse des matériaux pour l'étude du chargement des diélectriques: application à la fiabilité des micro-commutateurs RF à actionnement électrostatique

Mohamed Lamhamdi

► **To cite this version:**

Mohamed Lamhamdi. Développement d'outils d'analyse des matériaux pour l'étude du chargement des diélectriques: application à la fiabilité des micro-commutateurs RF à actionnement électrostatique. Réseaux et télécommunications [cs.NI]. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2008. Français. NNT : . tel-00366723

HAL Id: tel-00366723

<https://theses.hal.science/tel-00366723>

Submitted on 9 Mar 2009

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

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

UNIVERSITE TOULOUSE III – PAUL SABATIER
U.F.R. PCA

THESE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE TOULOUSE

Délivré par l'Université Toulouse III – Paul Sabatier

**Discipline : Matériaux et Technologie des Composantes
Electronique**

Présentée et soutenue

Par

Mohamed Lamhamdi

Le 19 Décembre 2008

**Développement d'outils d'analyse des matériaux pour l'étude
du chargement des diélectriques : Application à la fiabilité des
micro-commutateurs RF à actionnement électrostatique**

JURY

Jean GUASTAVINO,
Serge AGNEL,
Claude PELLET
François DEBORGIES
Patrick PONS,
Laurent BOUDOU,
Robert PLANA
Yvan SEGUI

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Directeur de thèse
Directeur de thèse

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS-CNRS) et le Laboratoire plasma et conversion d'énergie (LAPLACE).

Qu'il me soit permis tout d'abord de remercier vivement ceux qui m'ont guidé et soutenu pour me permettre de mener à bien ce travail pendant ces années de thèse.

Je veux citer en premier Mr. Robert PLANA professeur à l'université Paul Sabatier, responsable de l'équipe Micro et Nano systèmes pour les Communications sans fils et directeur de cette thèse pour la confiance qu'il m'a témoignée en m'accueillant au sein de son équipe, je le remercie également pour le regard qu'il a porté sur cette thèse durant ces années.

Puis Mr Yvan SEGUI directeur de recherche LAPLACE et co-directeur de cette thèse pour m'avoir fait confiance et encouragé tout au long de cette thèse. Ses conseils avisés et son soutien permanent ne sont pas étrangers à l'aboutissement de ces travaux. Je lui exprime ma profonde reconnaissance.

Je tiens à remercier particulièrement Mr Patrick PONS chargé de recherche au CNRS et Mr Laurent BOUDOÜ maître de conférence à l'université Paul Sabatier, pour avoir encadré cette thèse, leurs conseils judicieux, leur soutien permanent et leur grande patience dont ils m'ont fait bénéficier tout au long de ce travail, ainsi que pour tout le temps qu'ils m'ont accordé lors des longues réunions animées mais toujours constructives.

De même je tiens à remercier Mr Serge AGNEL professeur à l'institut d'Electronique du Sud -Université Montpellier 2 et Mr Claude PELLET professeur à l'université de bordeaux, qui ont bien voulu me faire l'honneur de juger ce travail, en acceptant malgré leurs nombreuses activités, d'être rapporteurs de ce travail.

Je remercie aussi Mr François DEBORGIER, Ingénieur au Centre européen de recherche et de technologies spatiales (ESA-ESTEC), Noordwijk Pays-Bas pour le temps consacré à la lecture de ce manuscrit et d'avoir accepté d'examiner mes travaux.

Mes remerciements vont également à Mr Jean GUASTAVINO professeur à l'institut universitaire de technologie de Toulouse pour l'intérêt qu'il porte à mes travaux et en me faisant l'honneur d'accepter de présider mon jury de thèse.

Mes remerciements s'étendent à l'ensemble de mes amis et collègues du laboratoire (LAAS et LAPLACE), les présents comme ceux qui sont déjà partis, pour la convivialité et la bonne humeur. Il me faudrait plusieurs pages pour les citer tous mais j'aimerais mentionner spécialement : David, Fabienne, Aissa, Mahmoud, Fabio, Hikmat, Mehdi, Franck, Houda, Hicham, Sébastien, Mariam, Bader, Juan, Amine Cissé, Hani, Touhami, Amar, Ahmed ; Michel (le syrien), Younes, Karim, Mohamed...

Une pensée à mes amis, je cite : Kader, Saïd, Khalid, Majid et sa femme Claudia, les Moustapha, moubarek (je suis sérieuse) Affaf, Nabila, Estelle, Mehdi, les raïds, Octavie, Mouna, Martin, Ibtisam et sa sœur Wiame, Bouchra (Sarah).

Pour finir, il m'est difficile d'exprimer en quelques mots ce que je dois à ma mère, mes frères et sœurs qui m'ont toujours respecté et soutenu mes choix, ainsi que pour leurs encouragements infailibles. C'est en grande partie grâce à eux que je suis arrivé là. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude et mes sentiments les plus affectueux. J'oublierai jamais ceux que j'ai perdu sur le chemin de cette réussite (mon père et ma sœur), votre amour sera à jamais gravé dans ma mémoire.

Table des matières

LISTE DES FIGUREES	9
LISTE DES TABLEAUX.....	13
INTRODUCTION GENERARLE	15

CHAPITRE -I- CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

INTRODUCTION.....	19
I. LES COMMUTATEURS MEMS-RF.....	20
I.1 Introduction	20
I.2 Type de Configuration	21
I.2.1 Configuration Parallèle.....	21
I.2.2 72BConfiguration Série.....	21
I.3 Type de contact	22
I.3.1 Contact capacitif.....	22
I.3.2 Contact ohmique.....	22
I.4 Type d'actionnement	23
I.4.1 L'actionnement piézoélectrique	23
I.4.2 L'actionnement magnétique	24
I.4.3 L'actionnement thermique	24
I.4.4 L'actionnement électrostatique.....	24
I.4.5 Performances des différents types d'actionnement.....	25
I.5 Exemple de micro-commutateurs développés	25
II. COMMUTATEUR CAPACITIF A ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE DEVELOPPE AU LAAS	28
II.1 Description de la filière technologique.....	28
II.2 Principaux paramètres limitant la fiabilité	30
II.2.1 Introduction	30
II.2.2 Mécanismes de défaillance induits par la fabrication.....	30
II.2.3 Mécanismes de défaillances fonctionnels.....	31
III. MECANISMES DE CHARGEMENT DU DIELECTRIQUE	35
III.1 Introduction	35
III.2 Chargement par polarisation	36
III.2.1 La polarisation électronique	36
III.2.2 La polarisation ionique.....	37

III.2.3	La polarisation dipolaire	37
III.2.4	La polarisation par charges d'espace	37
III.3	Chargement par injection de charges.....	37
III.3.1	Introduction	37
III.3.2	Chargement limité par l'interface électrode-diélectrique	38
III.3.3	Chargement limité par le volume	39
III.4	Paramètres d'influence du chargement des diélectriques	39
IV.	OBJECTIFS DE LA THESE.....	41
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .I.....	44

CHAPITRE II: PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DU NITRURE DE SILICIUM

I.	Introduction	48
II.	Le Nitrure de Silicium	49
II.1	Technique de dépôt.....	49
II.2	Structure du Nitrure de Silicium.....	51
II.2.1	Nitrure de silicium amorphe	51
II.2.2	Structure atomique	51
II.3	Modèles de défauts	52
II.3.1	Défauts de structure	52
II.3.2	Défauts de composition	53
II.4	Procédés standards disponible au LAAS.....	54
III.	Etude de l'environnement chimique et concentration d'hydrogène	54
III.1	Spectroscopie infrarouge.....	55
III.1.1	Principe de la spectroscopie infrarouge	55
III.1.2	Analyse des spectres infrarouge	56
III.2	Etude des films SiNx standards déposés par PECVD	59
III.3	Effet des paramètres d'élaboration sur l'incorporation d'hydrogène	62
III.3.1	Influence de la puissance de décharge	62
III.3.2	Influence du débit du Silane	63
IV.	Etude de la stœchiométrie	64
IV.1	Spectroscopie de Rétrodiffusion Rutherford	64
IV.1.1	Principe	64
IV.1.2	Analyse des spectres RBS.....	65
IV.2	Etude des films SiNx standards déposés par PECVD	67
IV.3	Etude de la diffusion de l'or dans les dépôts SiNx standards déposés par PECVD	68

V.	<i>Rugosité du nitrure de silicium</i>	72
	<i>Conclusion</i>	75
	<i>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .II</i>	76

CHAPITRE III: CARACTERISATION ELECTRIQUE D'UNE STRUCTURE MIM

I.	<i>Introduction</i>	79
II.	<i>Echantillons, banc de mesures et paramètres d'étude</i>	80
II.1	Description des échantillons	80
II.2	Description du banc de mesures	80
II.3	Paramètres étudiés	82
III.	<i>Mesures en atmosphère contrôlée</i>	83
III.1	Analyse du courant permanent	84
III.1.1	$J_p(V)$ pour différentes températures	84
III.1.2	Comparaison des différents nitrures	85
III.1.3	Energie d'activation	89
III.2	Etude des transitoires de décharge	91
III.2.1	Niveau de chargement	92
III.2.2	Cinétique de déchargement	94
III.3	Origine du courant de fuite	102
III.4	Bilan comparatif des propriétés électriques des différents nitrures	104
	<i>Conclusion</i>	106
	<i>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .III</i>	108

CHAPITRE IV: NANO CARACTERISATION PAR AFM

I.	<i>Introduction</i>	111
II.	<i>Description du banc de test</i>	112
II.1	Présentation de l'AFM	112
II.1.1	Sonde de mesure	112
II.1.2	Système de détection	113
II.1.3	Éléments piézoélectriques	113
II.1.4	Boucle de rétroaction	113
II.1.5	Porte échantillon	114

II.2	Principe de fonctionnement de l'EFM	114
II.3	Procédure de test	115
II.3.1	Introduction	115
II.3.2	Injection des charges	116
II.3.3	Détection des charges.....	118
II.3.4	Procédure d'acquisition	119
III.	<i>Principe de détection des charges</i>	<i>121</i>
III.1	Introduction	121
III.2	Mode détection de phase.....	122
III.3	Mode détection Kelvin	125
IV.	<i>Résultats de caractérisation.....</i>	<i>126</i>
IV.1	Introduction	126
IV.2	Impact du collage des échantillons	126
IV.3	Reproductibilité des mesures	127
IV.4	Effet de la tension d'injection	128
IV.5	Effet du temps d'injection.....	130
IV.6	Comparaison des différents diélectriques	131
IV.7	Effet de la distance pointe/surface sur les mesures KELVIN	133
	Conclusion	135
	<i>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV.....</i>	<i>138</i>
	<i>CONCLUSION GENERALE</i>	<i>140</i>
	<i>LISTE DES PUBLICATIONS</i>	<i>143</i>

LISTE DES FIGUREES

Figure 1 : *Choix de la configuration en fonction de la fréquence de travail [2]* 21

Figure 2 : *Configuration parallèle*..... 21

Figure 3 : *Configuration série* 22

Figure 4 : *Contact capacitif [3]*..... 22

Figure 5 : *Contact ohmique [3]*..... 23

Figure 6 : *Micro-commutateur capacitif série (a), capacitif parallèle (b) développés par Texas Instruments [15]*..... 26

Figure 7 : *Micro-commutateur développé par Raytheon [16]* 26

Figure 8 : *Micro-commutateur développé par l'Université d'Illinois [17]* 27

Figure 9 *Micro-commutateur développé par Radant [18]* 27

Figure 10 : *Micro-commutateur développé par Rockwell [20]* 28

Figure 11 : *Description des étapes du procédé de fabrication d'un micro-commutateur capacitif développé au LAAS-CNRS*..... 29

Figure 12 : *Sensibilité des paramètres fonctionnels des MEMS*..... 33

Figure 13 : *Capacité d'air parasite issue de la rugosité du dépôt diélectrique et de la membrane mobile* 34

Figure 14 : *Présentation d'un mauvais contact lié à la non planéité du MEMS [24]* 34

Figure 15 : *Configuration de la polarisation généralement utilisée pour actionner le MEMS* 35

Figure 16 : *Représentation schématique des différents types de polarisation* 36

Figure 17 : *Configuration des bandes d'énergie de l'interface métal-diélectrique-métal* ... 38

Figure 18 : *Paramètre de transmission pour différents temps de stress de tension continue* 42

Figure 19: *Schéma simplifié du bâti de dépôt PECVD* 49

Figure 20 : *Schéma simplifié des différents mécanismes de formation d'un film par PECVD* 50

Figure 21: *Déformation du réseau cristallin Si_3N_4 par l'hydrogène* 52

Figure 22 : *Représentation schématique du gap d'énergie (structure cristalline) et gap de mobilité (structure amorphe)* 53

Figure 23: *Différents modes de vibration d'une liaison* 55

Figure 24: *Schéma de principe des mesures FTIR ainsi que le trajet des faisceaux lumineux* 56

Figure 25: Exemple du spectre FTIR caractéristique d'une couche de nitrure de silicium HF	57
Figure 26: Illustration de la méthode utilisée pour estimer la concentration en hydrogène à partir des spectres d'absorption infrarouge	58
Figure 27: Spectre infrarouge d'échantillons de nitrure de silicium (BF, MF et HF) Les spectres du MF et du BF ont été décalés en absorbance pour des raisons de lisibilité.....	59
Figure 28 : Evolution de la proportion de liaisons Si-H avec la fréquence d'excitation	60
Figure 29 : Evolution du rapport d'amplitude des pics Si-H/Si-N en fonction de la fréquence d'excitation	60
Figure 30: Evolution du spectre d'absorption infrarouge du SiNx-BF avec la puissance de décharge (Les spectres ont été décalés en absorbance pour des raisons de lisibilité)	63
Figure 31 : Evolution du spectre d'absorption infrarouge du SiNx-BF avec le débit de silane	64
Figure 32 : Schéma de principe des mesures RBS	65
Figure 33 : Exemple d'un spectre RBS enregistré sur un échantillon de SiNx déposé sur Si	66
Figure 34 : Structure de test pour l'étude de la diffusion de l'or dans le SiNx.....	68
Figure 35 : Spectre RBS d'un film de SiNx déposé sur une fine couche de Ti/Au	69
Figure 36 : Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiNx-BF déposé sur Si et sur Ti-Au.....	70
Figure 37: Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiNx-MF déposé sur Si et sur Ti-Au.....	71
Figure 38: Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiNx-HF déposé sur Si et sur Ti-Au.....	71
Figure 39 : Topographie des trois types de SiNx déposés sur silicium	72
Figure 40 : Profils topographiques des trois types de SiNx déposés sur silicium	72
Figure 41 : Profils topographiques des trois types de SiNx déposés sur Ti/Au	73
Figure 42 : Topographies des couches de Ti/Au.....	73
Figure 43 : Description des échantillons de capacité MIM	80
Figure 44 : Schéma du dispositif de mesure sous atmosphère contrôlée	81
Figure 45 : Vue du banc sous atmosphère contrôlée	82
Figure 46 : Cycle opératoire de mesure	82
Figure 47 : Protocole 1 de mesure utilisé pour obtenir une courbe I(V) à température constante.....	84

Figure 48 : $J_p(V)$ pour différents types de nitrure (a) SiNx-BF, (b) SiNx-MF et (c) SiNx-HF pour différentes températures.....	85
Figure 49 : Comparaison des différents nitrures à différentes températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C.....	86
Figure 50 : (a) Variation du rapport N/Si en fonction du rapport R (b) Variation de la densité de courant en fonction de la racine carrée du champ pour différentes valeurs de R (d'après [8])	88
Figure 51 : Tracé $J(E)$ pour différents dépôts d'après [9].....	88
Figure 52 : Calcul de l'énergie d'activation à partir des mesures issues du protocole 1.....	89
Figure 53 : Protocole 2: mesure en température	90
Figure 54 : Calcul de l'énergie d'activation à partir des mesures issues du protocole 2.....	90
Figure 55 : Illustration des courants de décharge (a) et de décharge normalisés (b) faisant apparaître les grandeurs caractéristiques	92
Figure 56 : Variation de I_0 pour les différents types de nitrure BF, MF et HF pour différentes températures	93
Figure 57 : Comparaison de I_0 pour les différents diélectriques en fonction de la tension et pour différentes températures.....	94
Figure 58 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure BF pour différentes valeurs de champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C	95
Figure 59 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure MF pour différentes valeurs du champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C	96
Figure 60 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure HF pour différentes valeurs du champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C.....	97
Figure 61 : Variation du temps de décharge en fonction de la tension pour différentes températures et pour les trois types de nitrure.....	99
Figure 62 : Variation du temps de décharge en fonction de la température pour différentes tensions et pour les trois types de nitrure	100
Figure 63 : Comparaison du temps de décharge des différents diélectriques en fonction de la tension et pour différentes températures	101
Figure 64 : Temps de décharge normalisés par rapport au BF en fonction de la tension et pour différentes températures.....	102
Figure 65 : Superposition des courants de charge et de décharge pour des tensions de 4V et 16V - (a) SiNx-BF, (b) SiNx-MF et (c) SiNx-HF.....	103
Figure 66 : Principe général du microscope à force atomique	112

Figure 67 : <i>Variation des caractéristiques d'oscillation du microlevier en interaction avec une surface</i>	114
Figure 68 : <i>Véhicules de test destinés aux mesures EFM</i>	115
Figure 69 : <i>Photo de l'AFM Veeco 3100</i>	116
Figure 70 : <i>Procédure d'injection des charges par la pointe</i>	117
Figure 71 : <i>Génération de charges à la surface du diélectrique</i>	118
Figure 72 : <i>Illustration du double passage pour la détection des charges</i>	119
Figure 73 : <i>Définition de la zone d'acquisition</i>	120
Figure 74 : <i>Exemple d'acquisition 3D montrant la zone chargée</i>	120
Figure 75 : <i>Exemple d'acquisition 2D montrant l'évolution dans le temps de la zone chargée</i>	121
Figure 76 : <i>Variation de phase et de fréquence de résonance du cantilever</i>	122
Figure 77 : <i>Schéma électrique de principe du mode de détection de type phase</i>	123
Figure 78 : <i>Schéma électrique de principe du mode de détection Kelvin</i>	125
Figure 79 : <i>Potentiel de surface avant chargement : a) échantillon non collé, b) échantillon collé : z = 50nm</i>	126
Figure 80 : <i>Reproductibilité du profil de la tâche juste après injection des charges Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm</i>	127
Figure 81 : <i>Reproductibilité du profil de la tâche 28nm après injection des charges Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm</i>	128
Figure 82 : <i>Effet de la tension d'injection sur le profil de la tâche : Temps injection = 30s, z = 50nm, juste après injection, SiNx MF</i>	129
Figure 83 : <i>Effet de la tension d'injection sur le potentiel de surface Temps injection = 30s, z = 50nm, juste après injection, centre de la tâche, SiNx MF</i>	129
Figure 84 : <i>Cinétique de décroissance du potentiel de surface pour différentes tensions d'injection : Temps injection = 30s, z = 50nm, centre de la tâche, SiNx MF</i>	130
Figure 85 : <i>Variation de la phase pour différents temps d'injection : Tension injection = -12V, z = 50nm, centre de la tâche, SiNx HF</i>	131
Figure 86 : <i>Profil de la tâche juste après injection des charges pour différents diélectriques : Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm</i>	132
Figure 87 : <i>Cinétique de décroissance du potentiel de surface pour différents diélectriques : Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm, centre de la tâche</i>	133
Figure 88 : <i>Variation du potentiel de surface pour différentes hauteurs de la pointe : Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, centre de la tâche, SiNx MF</i>	134

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau 1 : Avantages-Inconvénients des différents types d'actionneurs</i>	<i>25</i>
<i>Tableau 2 : Problèmes potentiels lors des différentes étapes du procédé de fabrication</i>	<i>31</i>
<i>Tableau 3 : Paramètres de dépôt des recettes de nitrure de silicium standard.....</i>	<i>54</i>
<i>Tableau 4 : Attribution des pics de vibration des spectres FTIR du nitrure de silicium</i>	<i>58</i>
<i>Tableau 5: Pourcentages et rapports atomiques des différents films de SiNx sur Si</i>	<i>67</i>
<i>Tableau 6: Résultats de simulation SIMNRA, des épaisseurs des différentes couches de la structure analysée.....</i>	<i>69</i>
<i>Tableau 7 : Bilan des rugosités moyennes (en nm)</i>	<i>74</i>
<i>Tableau 8 : Résumé des grandeurs caractéristiques des dépôts.....</i>	<i>86</i>
<i>Tableau 9: Energies d'activation calculées pour les différents nitrures.....</i>	<i>91</i>
<i>Tableau 10 : Variation de τ (en seconde) en fonction de la tension et de la température pour les trois types de nitrures.</i>	<i>98</i>
<i>Tableau 11 : Résumé comparatif des propriétés des différents nitrures pour les 3 températures.....</i>	<i>105</i>
<i>Tableau 12 : Paramètres caractéristiques de la sonde utilisée pour les mesures électriques.</i>	<i>113</i>
<i>Tableau 13 : Angle de contact en degrés des différents diélectriques.....</i>	<i>132</i>

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERARLE

Depuis une quinzaine d'années on a assisté à une profonde mutation des applications utilisant les systèmes électroniques radiofréquence et micro-ondes. En effet les applications hautes fréquences (1GHz à 100GHz) était généralement génératrices de faibles volumes de production qu'il s'agisse d'applications militaires ou civiles (radionavigation, radiodiffusion, télécommunication, ...). Avec la généralisation des communications personnelles et grand public le cahier des charges des systèmes électroniques hautes fréquences a profondément évolué. Afin d'optimiser leurs performances ces systèmes doivent être capables de se reconfigurer en fonction de leur environnement. Comme pour la micro-électronique classique qui a fait le succès des systèmes informatiques, la réalisation de systèmes électroniques hautes fréquences miniatures, performants et à faible coût est un critère majeur de succès.

Les avantages des micro-technologies sont considérables et ont déjà révolutionné le monde des capteurs et des systèmes miniatures. Elles ont permis, depuis une vingtaine d'années, l'industrialisation de nombreux systèmes performants et à faible coût pour de très nombreuses applications.

L'utilisation de ces techniques de fabrication pour les systèmes électroniques hautes fréquences est plus récente (début des années 1990). Depuis, de très nombreux dispositifs innovants et performants ont été développés. Malgré leurs performances très attrayantes, les succès commerciaux de ces dispositifs restent limités en raison notamment de problèmes de fiabilité qui subsistent toujours et retardent leurs industrialisations.

Une brique de base très importante pour de nombreux dispositifs hautes fréquences concerne les micro-commutateurs qui permettent de stopper, aiguiller, déphaser, ... le signal haute fréquence. Ces micro-commutateurs sont généralement réalisés à partir de micro-structures mécaniques mobiles car les performances obtenues sont supérieures à celles atteintes par des dispositifs électroniques (diodes, ...). Pour actionner ces structures mobiles, il existe différentes manière de générer la force d'actionnement. La commande électrostatique est la plus ancienne car elle est la plus simple à mettre en œuvre et permet d'obtenir des forces de contact importantes. Mais ce type d'actionnement souffre d'un problème majeur puisqu'il génère le chargement des diélectriques présents dans le dispositif et conduit à la défaillance de ce dernier à plus ou moins long terme. De très nombreux travaux ont été engagés depuis une dizaine d'années pour résoudre ce problème : développement de nouveaux types d'actionnement (magnétique, thermique, piézoélectrique), de nouvelles stratégies de commande (tensions bipolaires, ...), de nouveaux designs (mécaniques, électrique, ..). L'ensemble de ces travaux a certes permis de très nombreux progrès mais n'a pas résolu complètement le problème de fiabilité ou a généré de nouveaux problèmes (complexité beaucoup plus grande, performances inférieures, ..).

Depuis quelques années un certain nombre de travaux se sont focalisés sur les performances intrinsèques des diélectriques qui ont été longtemps négligés. L'objectif de ces études est d'une part de mieux comprendre les mécanismes qui mènent au chargement des diélectriques lorsqu'ils sont soumis à un fort champ et d'autre part de développer des outils de caractérisation qui permettent d'évaluer facilement les performances des différents diélectriques disponibles. Les travaux présentés dans ce mémoire s'inscrivent dans cette seconde problématique.

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres qui sont présentés ci-dessous.

Le premier chapitre présente le contexte et les objectifs de l'étude. Nous décrivons tout d'abord les différents types de micro-commutateurs à MEMS qui existent. Puis est présentée brièvement la filière technologique développée au LAAS sur les micro-commutateurs capacitifs à actionnement électrostatique ainsi que les principaux paramètres limitant la fiabilité de ces dispositifs. Nous présentons ensuite les différents mécanismes qui sont responsables du chargement des diélectriques. Enfin sont décrits les objectifs de nos travaux.

Le deuxième chapitre est consacré aux caractérisations physico-chimiques et à la description des pré-requis nécessaires à la mise au point des matériaux déposés par plasma. Dans une première partie nous présentons très rapidement le réacteur de dépôt PECVD qui permet la synthèse du nitrure de silicium, à partir d'un mélange silane/ammoniac, ainsi que les phénomènes physiques intervenants dans le plasma. Ensuite nous abordons quelques notions sur le matériau lui-même, à savoir sa structure à l'échelle atomique ainsi que l'identification des défauts qui ont été rapportés dans la littérature. Nous présentons ensuite les éléments constitutifs de la Spectroscopie infrarouge utilisée pour caractériser le matériau. La Spectroscopie de Rétrodiffusion Rutherford (RBS) a permis quant à elle d'accéder à la stœchiométrie des films minces réalisés.

Le troisième chapitre est focalisé sur les caractérisations électriques du diélectrique à l'aide d'une capacité MIM (Métal/Isolant/Métal). Ce dispositif permet d'étudier la réponse propre du matériau aux différentes sollicitations. Nous décrivons tout d'abord le banc de caractérisation utilisé. Puis nous donnons les résultats obtenus en régime permanent et en régime transitoire en fonction de la tension appliquée et de la température. Les résultats issus de la caractérisation électrique sont confrontés aux propriétés physico-chimiques présentées au chapitre 2.

Le quatrième chapitre traite de la nano-caractérisation électrique des films de nitrure de silicium par AFM. Cette technique permet de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation du micro-commutateur pour lequel le contact entre la partie mobile et le diélectrique n'est pas parfait. Après avoir décrit brièvement le fonctionnement de l'AFM en mode électrique, nous présentons la procédure de test utilisée (dépôt de charge par la pointe AFM suivi de l'évolution spatio-temporelle de ces charges par EFM). Puis nous décrivons les deux techniques disponibles pour analyser les charges présentes dans le

diélectrique (mode phase et mode potentiel de surface). Enfin nous présentons les premiers résultats obtenus avec ces techniques de caractérisation.

À la fin de ce manuscrit, nous concluons par une synthèse qui dressera un bilan des résultats obtenus. Enfin, les perspectives de ce travail seront présentées.

Les travaux présentés dans ce mémoire sont menés en collaboration entre le LAAS-CNRS et le LAPLACE.

**CHAPITRE -I-CONTEXTE ET OBJECTIFS
DE L'ETUDE**

INTRODUCTION

Plusieurs définitions sont utilisées pour désigner la dénomination MEMS. Au sens de la définition européenne, ce sont des systèmes miniaturisés intelligents qui combinent des capteurs et des actionneurs à des fonctions de traitement du signal et de l'information. Ce terme laisse donc apparaître la notion de multidisciplinarité propre à ces systèmes. En effet, les signaux utilisés sont aussi bien mécaniques, électroniques qu'optiques ou thermiques. Pour les Américains ce sont des systèmes comportant des capteurs ainsi que des actionneurs fabriqués avec la technique de la microélectronique conventuelle. Ces microsystèmes exploitent les technologies développées en micro électronique pour intégrer de multiples fonctions physiques au sein d'un système miniature.

Les efforts de la communauté scientifique et académique dans la recherche en microsystèmes, souvent guidée par des enjeux industriels importants, faits depuis plus de vingt ans des progrès fulgurants, en proposant sans cesse des nouveaux composants, avec des conceptions différentes toujours plus innovantes. Mais les grands succès de l'industrie des microsystèmes ne doivent pas faire oublier les nombreux échecs, où des projets ambitieux n'ont pas pu aller au bout de l'industrialisation. Parmi les causes d'arrêt de programmes de développement, on peut citer la fiabilité au sens large. Ceci est d'autant plus important que ces composants possèdent généralement une partie mobile.

Dans ce contexte l'étude de la fiabilité des micro-commutateurs RF est devenue un point déterminant dans le développement de ce composant. Pendant longtemps les travaux, sur ce type de composants, ont porté sur les performances micro onde et mécanique. Depuis quelques années les travaux se focalisent sur la fiabilité afin de permettre l'industrialisation de ces systèmes. Dans ce mémoire nous aborderont l'étude de la fiabilité d'un type de micro-commutateurs RF : il s'agit des micro-commutateurs capacitifs à actionnement électrostatique dont le chargement du diélectrique est la principale cause de défaillance.

Au cours de ce chapitre nous rappelons tout d'abord quelques généralités sur les différents types de micro-commutateurs RF. Puis nous présentons les micro-commutateurs capacitifs à actionnement électrostatique développés au LAAS : la filière technologique utilisée et les paramètres limitant leur fiabilité. La troisième partie de ce chapitre est consacrée aux mécanismes de chargement des diélectriques qui est la principale cause de défaillance de ce type de micro-commutateurs. Enfin la dernière partie présente les objectifs de ce mémoire.

I. LES COMMUTATEURS MEMS-RF

I.1 Introduction

Les micro-commutateurs MEMS-RF présentent par rapport aux diodes PIN et au transistor FET des pertes d'insertion plus faibles et une meilleure linéarité. Ajoutées à leurs bonnes isolations sur une large bande fréquentielle, ces caractéristiques font de ces commutateurs des composants privilégiés pour des applications faibles pertes, telles que les déphaseurs ou les circuits reconfigurables (réseaux d'adaptation, atténuateurs, filtres...). Ils peuvent donc être intégrés dans les systèmes de communication au sol, dans les systèmes radar embarqués sur des missiles ou encore dans des systèmes satellitaires. Cette filière par ses excellentes performances RF et sa faible consommation intéresse également les concepteurs de systèmes de télécommunication sans fil grand public. L'approfondissement de chacun de ces domaines a mis en relief des problématiques scientifiques communes. Ce sont ces verrous qui limitent l'arrivée des commutateurs MEMS sur le marché. Le premier verrou concerne la mise en boîtier pour un fonctionnement robuste. Le deuxième qui dépend aussi du premier concerne la fiabilité.

Ces composants utilisent un mouvement mécanique pour réaliser une commutation de la ligne de transmission RF. Ces commutateurs peuvent être classés par catégorie suivant plusieurs caractéristiques : leur structure mécanique et électrique, la forme du contact, leur caractère monostable ou bistable, ou encore le mode d'actionnement utilisé.

Les structures mécaniques les plus communes sont la poutre (cantilever) et le pont (bridge) suspendus. On distingue deux configurations différentes de circuit : série ou parallèle. Les contacts peuvent être de type capacitif (métal-isolant-métal) ou résistif (métal-métal). Ces commutateurs peuvent être alors classés en quatre configurations [1]. Les choix du contact et de la configuration du circuit RF sont fixés au 1er ordre par la fréquence de travail, et au second ordre par la tenue à la puissance RF et la fiabilité (Figure 1).

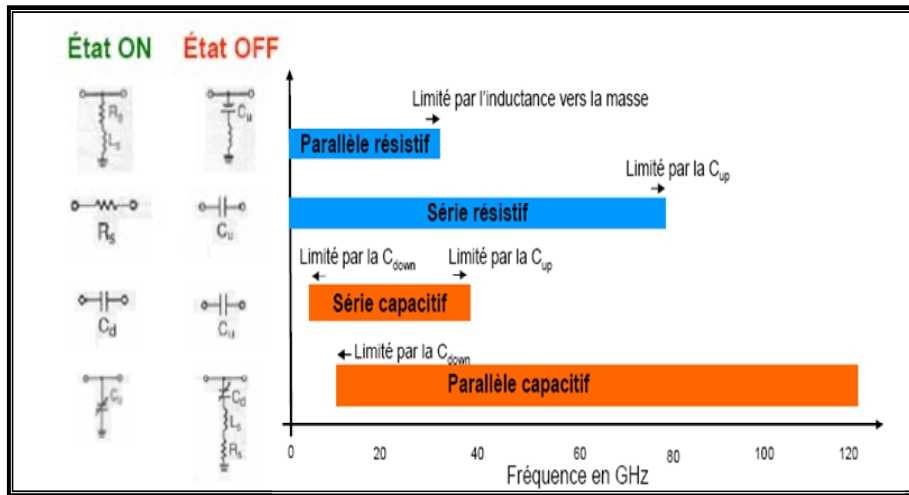


Figure 1 : Choix de la configuration en fonction de la fréquence de travail [2]

I.2 Type de Configuration

I.2.1 Configuration Parallèle

La transmission du signal RF est faite lorsque le commutateur est à l'état haut, on dit que le commutateur est en mode passant. Parallèlement, la transmission du signal RF est coupée lorsque le commutateur est à l'état bas. On parle d'état bloqué. (Figure 2)

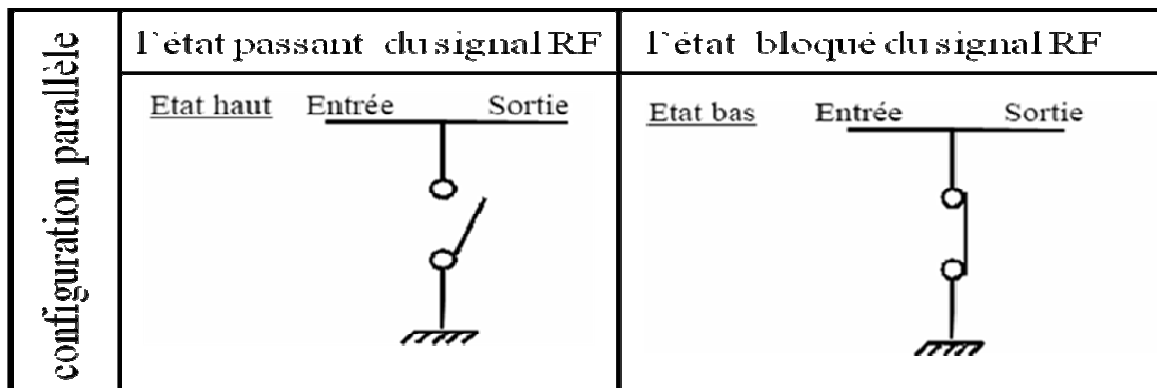


Figure 2 : Configuration parallèle

I.2.2 Configuration Série

La transmission du signal RF dans cette configuration est permise lorsque le commutateur est à l'état bas (mode passant). En revanche, la transmission du signal RF est coupée lorsque le commutateur est à l'état haut (mode bloqué) Figure 3.



configuration Série	l'état passant du signal RF	l'état bloqué du signal RF
	<p><u>Etat bas</u> Entrée Sortie</p> 	<p><u>Etat haut</u> Entrée Sortie</p> 

Figure 3 : Configuration série

I.3 Type de contact

I.3.1 Contact capacitif

Dans le cas d'un contact capacitif (métal-diélectrique-métal), la ligne métallique de signal est recouverte par une couche diélectrique. Lorsque le MEMS est à l'état haut la capacité doit être très faible pour ne pas perturber le signal RF (Figure 4). Lorsque le MEMS est à l'état bas la capacité doit être élevée pour réaliser un court circuit capacitif aux fréquences utilisées. Cette configuration présente une bonne tenue à la puissance. Cependant, elle présente l'inconvénient du collage entre la membrane et le diélectrique lié aux surfaces importantes mises en jeu :

- Collage lors de la libération de la partie mobile.
- Collage lié au chargement du diélectrique lors du fonctionnement du dispositif.

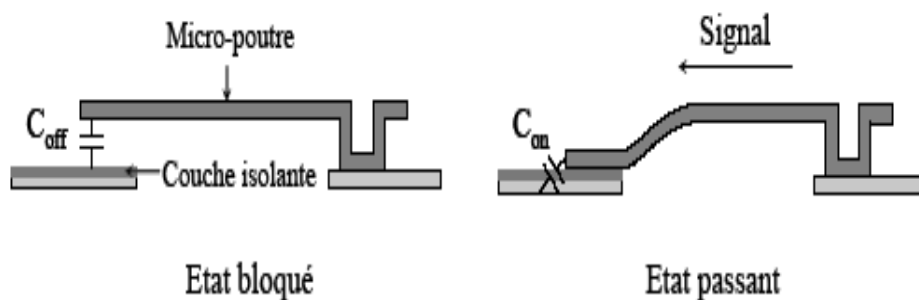


Figure 4 : Contact capacitif [3]

I.3.2 Contact ohmique

Un commutateur à contact ohmique présente un contact direct entre la ligne de signal RF et le MEMS (Figure 5). Ce type de contact permet d'obtenir une capacité très faible lorsque le MEMS est à l'état haut en raison des faibles surfaces en regard, et un court

circuit DC à l'état bas. L'inconvénient de ces commutateurs réside dans la résistance de contact, très sensible à divers facteurs (état de surface, contamination, force d'adhésion, dégradation des surfaces en contact). Pour les applications de puissance où de forts courants sont en jeu, la résistance de contact induit, par effet joule, des risques de micro soudure au niveau du contact [4]. Ces inconvénients ne doivent pas faire perdre de vue le fait que ce type de composant présente d'excellentes performances aux basses fréquences.

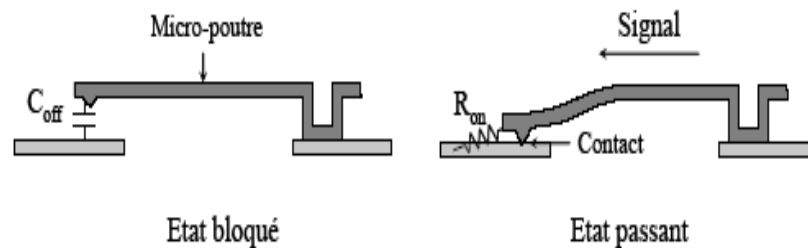


Figure 5 : Contact ohmique [3]

I.4 Type d'actionnement

La déformation mécanique de la partie mobile du micro commutateur nécessite l'action d'une force extérieure. Cette force électromotrice permettant d'en contrôler le mouvement et/ou la position ainsi que la commande associée font partie intégrante du dispositif considéré.

I.4.1 L'actionnement piézoélectrique

Une couche piézoélectrique se dilate ou se rétracte sous l'effet d'une différence de potentiel [5]. Cette couche, disposée sur une structure déformable de type micro-poutre, peut contraindre celle-ci à se fléchir. Les tensions de polarisation sont faibles (généralement de l'ordre de quelques volts) et l'amplitude de la déflexion imposée à la structure peut être importante [6]. La dilatation de la couche piézoélectrique étant progressive avec l'augmentation de la tension d'actionnement, la déflexion de la micro-structure peut être continue. Par conséquent, l'actionnement piézoélectrique semble très intéressant pour réaliser des capacités variables analogiques avec un accord important [6]; ce que ne permet pas un actionnement électrostatique (phénomène d'instabilité).

De nombreux travaux de recherche sont menés actuellement sur ce type d'actionnement [7]. En effet ce mode d'actionnement est devenu très attractif pour les applications de téléphonie mobile en raison de la faible tension d'actionnement. Cependant, la technologie nécessaire pour réaliser ce type de composant est beaucoup plus complexe. Il est notamment difficile d'obtenir des dépôts piézoélectriques à basse température

avec des propriétés suffisantes pour générer des déplacements et des forces de contact suffisantes.

I.4.2 L'actionnement magnétique

Les forces engendrées par ce mode d'actionnement permettent de déplacer les structures mobiles sur des distances importantes (plusieurs micromètres) [5]. Ce mode d'actionnement nécessite la réalisation de l'électrode mobile de la structure à partir d'un matériau magnétique, qui sous l'influence d'un champ magnétique peut se défléchir. Les tensions nécessaires à la commande magnétique sont inférieures à 5 Volts et restent compatibles avec les applications CMOS. En revanche, la puissance consommée lors de l'actionnement est plus importante qu'une commande électrostatique, à cause de la résistance de l'inductance utilisée [8]. En effet, pour générer les intensités de champ magnétique nécessaires à l'actionnement, une inductance de forte valeur (de type solénoïde planaire) est intégrée sous le composant [9]. Elle augmente ainsi fortement la surface occupée par le composant. En revanche, l'actionnement magnétique ne connaît pas de phénomène d'instabilité et peut générer des forces de contact de fortes valeurs [10].

I.4.3 L'actionnement thermique

Ce mode d'actionnement utilise la différence de dilatation thermique d'un couple de matériaux pour générer un déplacement. Le passage d'un courant dans la structure permet d'obtenir la température nécessaire à l'actionnement [5].

L'avantage de ce mode d'actionnement réside dans la faible valeur de la tension d'activation, en revanche un courant de quelques milliampères est nécessaire pendant toute la durée de l'actionnement [11]. La puissance consommée est donc plus élevée que pour un actionnement électrostatique par exemple. Les temps de commutations obtenus sont 10 à 100 fois supérieurs à ceux d'un actionnement électrostatique à cause du temps nécessaire pour chauffer les matériaux [12].

I.4.4 L'actionnement électrostatique

L'actionnement électrostatique est à l'heure actuelle le mode d'actionnement le plus répandu pour les micro-commutateurs MEMS-RF [5]. En effet, une commande électrostatique nécessite seulement deux électrodes conductrices (l'une fixe, l'autre mobile ou intégrée à la zone déformable de la structure), aux bornes desquelles on applique une tension. Cette différence de potentiel génère une force qui fait fléchir l'électrode mobile vers son électrode d'actionnement. Ce mode d'actionnement est très intéressant puisqu'il ne nécessite qu'une très faible puissance. En effet, l'actionnement de la structure se faisant par la capacité formée entre les électrodes fixe et mobile, un très faible courant (de l'ordre du micro-ampère) sera présent dans les lignes de polarisation pendant la durée de charge et de décharge de cette capacité. Par

conséquent, il n'y a de consommation de puissance que lors des mouvements de la structure. Immobile, le composant ne nécessite pas de puissance [13].

I.4.5 Performances des différents types d'actionnement

Le Tableau 1 résume les avantages et les inconvénients des différents types d'actionnement.

Le choix du type d'actionnement dépendra surtout de l'application choisie et donc du cahier des charges. En effet chaque type d'actionnement présente des avantages et des inconvénients et un compromis est donc nécessaire.

	Actionnement électrostatique	Actionnement magnétique	Actionnement piézoélectrique	Actionnement thermique
Consommation	+++	++	+++	---
Amplitude Déplacement	+	+++	Moyenne	Grande
Force de contact	+++	++	+	++
Tension d'actionnement	-	+++	++	+++
Sensibilité à T°	+++	+++	+	+
Temps commutation	+++	++	++	--
Intégration	+++	---	+	+
Collage	---	+++	+++	+++

Tableau 1 : Avantages-Inconvénients des différents types d'actionneurs

I.5 Exemple de micro-commutateurs développés

Le premier commutateur ayant des caractéristiques intéressantes a été développé par Texas Instruments en 1995 [14][15]. Il se décline sous deux formes : un micro commutateur capacitif série et un micro-commutateur capacitif parallèle (Figure 6). Ces composants présentent une isolation de -20dB à 20GHz et des pertes d'insertions de 0.8dB à 20GHz. Tous deux sont à actionnement électrostatique.

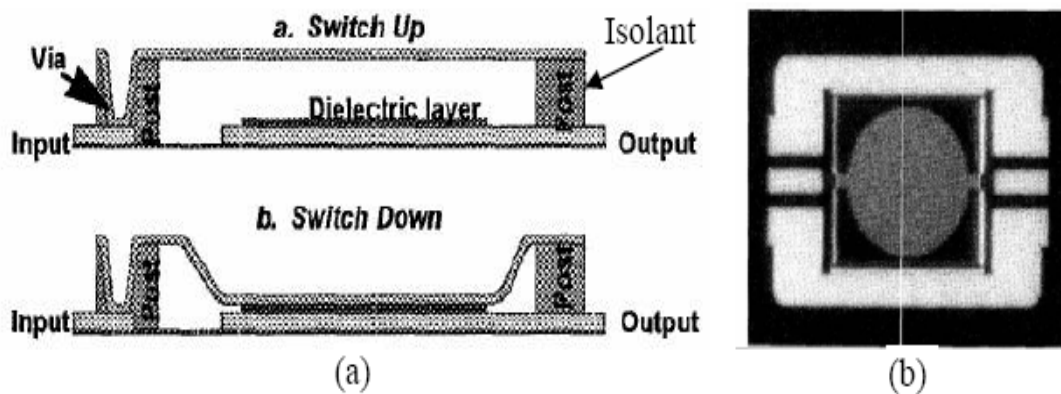


Figure 6 : *Micro-commutateur capacitif série (a), capacitif parallèle (b) développés par Texas Instruments [15]*

Le premier commutateur ayant de très bonnes performances a été développé par Raytheon en 1998 [16] (Figure 7). Il s'agit d'un commutateur capacitif à actionnement électrostatique. Ce dernier offre une isolation de -25dB et des pertes d'insertion de 0.4dB à 20GHz. Le diélectrique utilisé pour réaliser le court circuit capacitif est un nitrure de silicium. La tension d'activation est ici comprise entre 30et 50V.

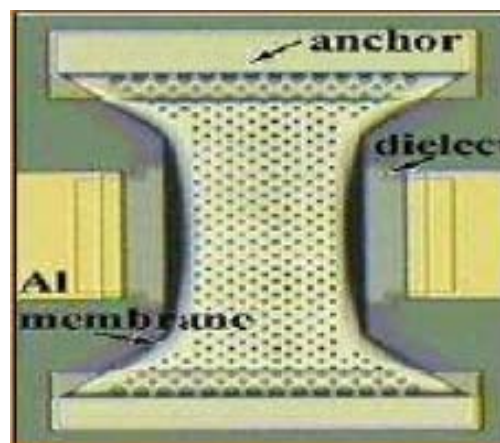


Figure 7 : *Micro-commutateur développé par Raytheon [16]*

Pour réduire la tension d'actionnement des commutateurs à actionnement électrostatique, l'Université d'Illinois a développé en 1999 des structures qui présentent des électrodes d'actionnement séparées de la ligne de signal (Figure 8).

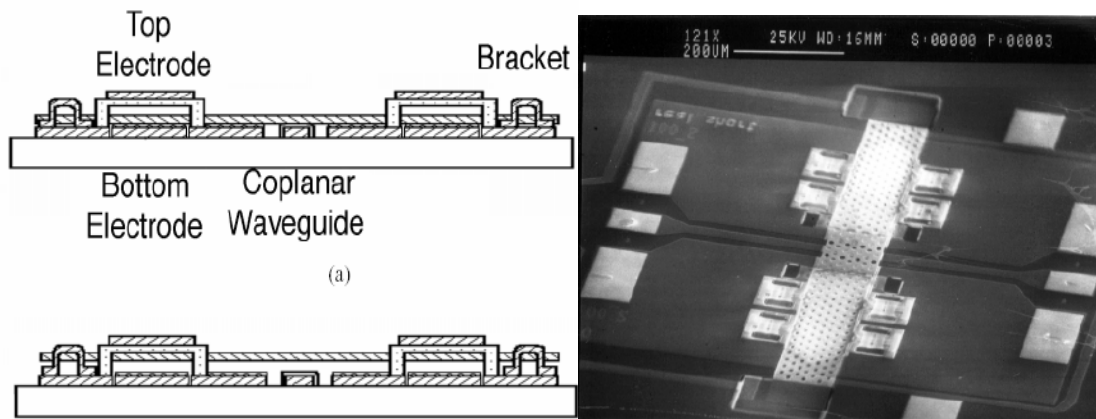


Figure 8 : *Micro-commutateur développé par l'Université d'Illinois [17]*

De nombreux laboratoires ont développé des micro-commutateurs à contacts ohmiques. Deux types de structures sont plus couramment utilisés :

- Celles où la membrane mobile sert de ligne de transmission. Pour ce type de structure, celle qui présente actuellement les meilleures performances est celle de Radant MEMS qui présente une isolation de -27 dB et des pertes d'insertion de 0,15 dB à 20 GHz (Figure 9). La tension d'actionnement varie entre 60 et 80 V et le temps de commutation de 2 à 3 μ s suivant les géométries considérées [18],[19].

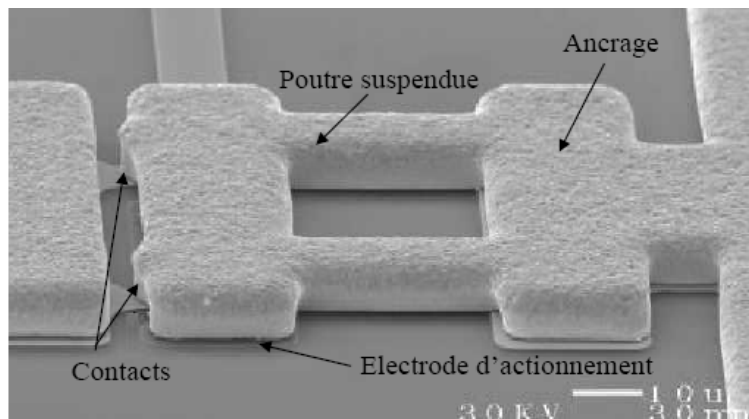


Figure 9 *Micro-commutateur développé par Radant [18]*

- Celles où la membrane va simplement assurer le contact entre les deux extrémités de la ligne de transmission. Dans ce type de structure, le micro-commutateur le plus abouti actuellement est celui développé par Rockwell. Ce composant présente actuellement les meilleures performances, une isolation de -20 dB jusqu'à 90 GHz (-30 dB à 40 GHz), des pertes d'insertion de 0,1 dB pour des fréquences allant de 0,1 à 50 GHz. Le temps de commutation varie de 8 à 10 μ s et sa tension d'actionnement de 50 à 60 V suivant la géométrie considérée (Figure 10) [20],[21].

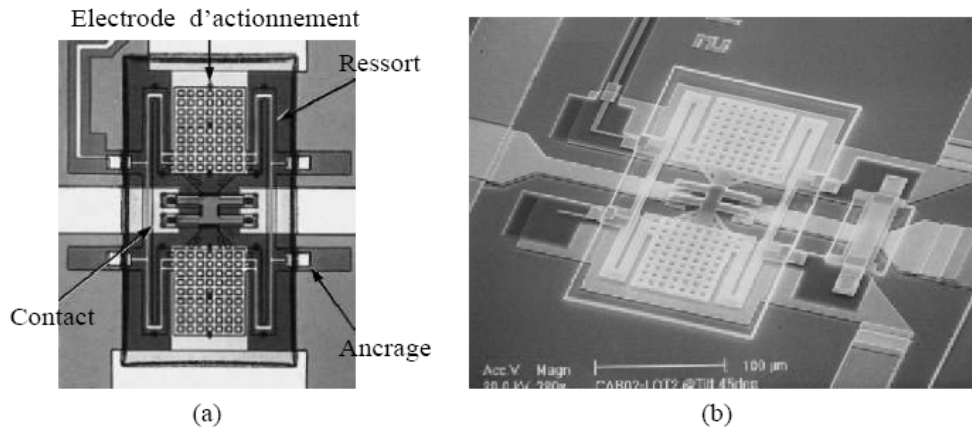


Figure 10 : *Micro-commutateur développé par Rockwell [20]*

II. COMMUTATEUR CAPACITIF A ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE DEVELOPPE AU LAAS

II.1 Description de la filière technologique

Compte tenu de sa simplicité de fabrication et de ces excellentes performances potentielles aux hautes fréquences, le LAAS a choisi de travailler dès 1999 sur des micro-commutateurs capacitifs à actionnement électrostatique.

Ces composants sont constitués :

- De lignes de transmission RF en or. Le choix de l'or est lié à sa très faible résistivité ce qui permet de minimiser les pertes de transmission.
- D'un diélectrique d'isolation en nitrure de silicium qui sert également à réaliser la capacité de court-circuit.
- D'une structure mobile métallique en or qui est actionnée à l'aide d'un champ électrique. Le choix de l'or est également lié à sa très faible résistivité qui permet de minimiser la résistance de court-circuit.

Le procédé de fabrication est décrit sur la Figure 11.

Ce procédé démarre par un nettoyage (de type RCA) de plaquettes de silicium haute résistivité (> 3kOhms.cm). L'utilisation de substrat haute résistivité et ce nettoyage permettent de minimiser les pertes RF des lignes de transmission. Un diélectrique d'isolation est ensuite déposé sur le substrat de silicium.

Les lignes coplanaires en or peuvent être obtenues selon deux procédés technologiques :

- Le « lift off » d'or par évaporation. Une modification du « lift off » conventionnel à base de 2 couches polymères permet d'obtenir des couches d'or de 2µm avec des flancs quasiment verticaux. L'avantage de cette technique est qu'elle permet la réalisation de couches métalliques avec une très faible rugosité ce qui améliore la qualité du contact capacitif.

- Le dépôt électrolytiques d'or dans des moules de résine. On peut ainsi obtenir des couches d'or de plusieurs microns d'épaisseur avec des flancs verticaux très bien contrôlés. L'avantage de cette technique est qu'elle permet de minimiser les pertes résistives grâce aux épaisseurs importantes obtenues ; ceci pour des couts nettement inférieurs.

Le diélectrique, qui sert de court-circuit capacitif, est obtenu par PECVD à basse température (200°C) afin d'éviter la diffusion de l'or dans le diélectrique. L'épaisseur de diélectrique est comprise entre 100nm et 400nm en fonction des valeurs de capacité désirées et des tensions d'actionnement nécessaires pour actionner la structure métallique mobile. Une couche de Titane est nécessaire sous le diélectrique pour en améliorer l'adhérence.

La structure métallique mobile est obtenue en structurant tout d'abord une couche sacrificielle en polymère. Cette couche fixe la hauteur initiale de la structure mobile. Les zones gravées permettent l'ancrage de la structure mobile sur les lignes coplanaires. Puis la structure mobile est élaborée à l'aide d'une bi-couche d'or : une couche d'or évaporée de faible épaisseur (100nm) qui sert de base de croissance à une couche électrolytique d'or de 1µm à quelques µm. Ce bicouche d'or est ensuite structurée par photolithographie et gravure humide.

La dernière étape consiste à libérer la structure mobile en supprimant la couche sacrificielle. Ceci est obtenu par gravure humide sélective. Puis l'ensemble est séché dans un bâti de CO₂ supercritique qui permet de minimiser le collage des structures en supprimant les forces de capillarité.

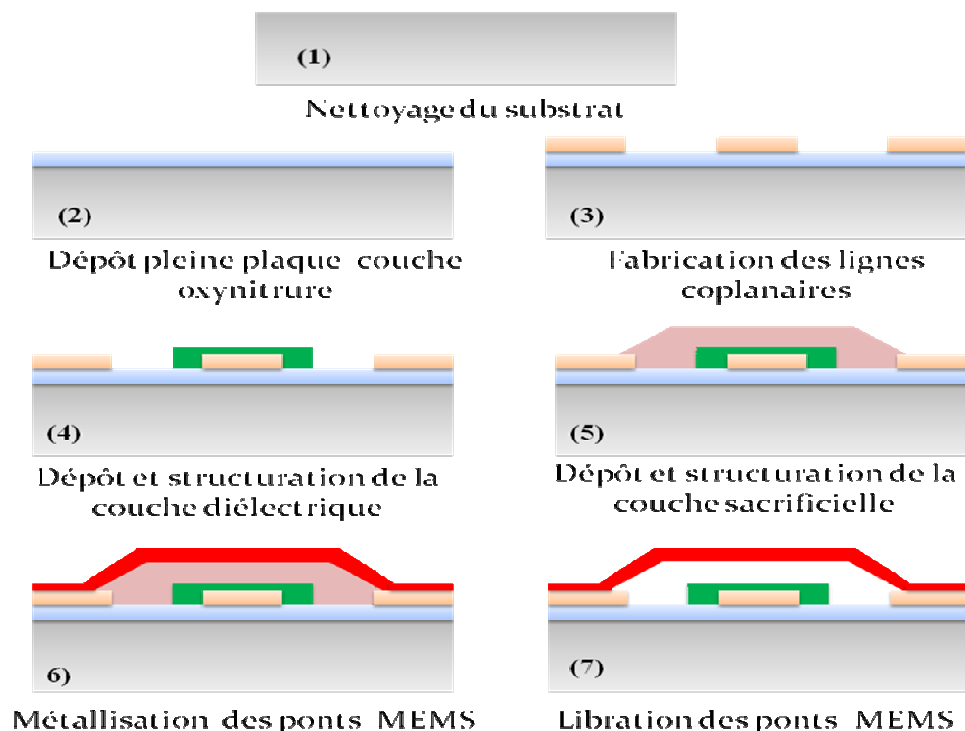


Figure 11 : Description des étapes du procédé de fabrication d'un micro-commutateur capacitif développé au LAAS-CNRS

II.2 Principaux paramètres limitant la fiabilité

II.2.1 Introduction

La fiabilité est la probabilité qu'un dispositif accomplisse une fonction requise dans des conditions données, pendant un temps donné. Un dispositif est dit défaillant lorsqu'une des grandeurs qui le caractérise évolue hors du domaine des valeurs fixées par le cahier de charge de la mission. Estimer la fiabilité est une étape primordiale pour pouvoir passer du stade du laboratoire aux applications industrielles.

De nombreux travaux ont été publiés sur la fiabilité des microsystemes. Ils mettent en avant le fait que la problématique de la fiabilité MEMS se situe plutôt dans l'identification [23] et la compréhension [22] des mécanismes de défaillance. Une spécificité des MEMS par rapport à la micro-électronique est que les matériaux utilisés sont très variés. Les propriétés utilisées sont donc vastes (mécanique, électrique, optique, ...) avec des techniques de fabrication très spécifiques. La connaissance insuffisante des propriétés intrinsèques des matériaux (généralement en couches minces) ainsi que leur évolution dans le temps et sous de fortes contraintes reste une problématique difficile à étudier.

On peut distinguer deux niveaux de fiabilité : le procédé de fabrication et la fiabilité fonctionnelle.

II.2.2 Mécanismes de défaillance induits par la fabrication

Le Tableau 1 donne une synthèse des principaux problèmes induits par la fabrication des micro-commutateurs à actionnement électrostatique développés au LAAS.

Etape technologique	Problèmes potentiels
Substrat	Augmentation des pertes diélectriques liées aux charges d'interface silicium/ligne de transmission.
Ligne de transmission RF	Epaisseur faible (< 1 microns) : - Risque d'électromigration sous forte puissance RF - Augmentation des pertes résistives Epaisseur grande (>2µm): - Augmentation de la rugosité qui affecte la qualité du contact capacitif - Augmentation des discontinuités qui rendent la planarisation plus difficile
Diélectrique d'isolation	- Incorporation d'impuretés, ou présence de vide dans le réseau du matériau : peut modifier les propriétés intrinsèques du matériau et mener à des courts circuits. - Modification des paramètres du dépôt (température, puissance ...): peut affecter l'épaisseur et les propriétés intrinsèques du matériau. Une température de dépôt importante peut mener à la

	diffusion de l'or de la ligne de transmission dans le diélectrique
Couche sacrificielle	<ul style="list-style-type: none"> - Epaisseur non maîtrisée : affecte la hauteur du MEMS et par conséquent la tension d'activation - Rugosité, planéité : affecte la qualité du contact capacitif
Couche structurelle	<ul style="list-style-type: none"> - Epaisseur non maîtrisée : affecte la raideur mécanique du MEMS et par conséquent la tension d'actionnement - Contraintes non maîtrisées : affecte la déformation initiale du MEMS et par conséquent les performances RF et la tension d'actionnement
Libration de la couche structurelle	<ul style="list-style-type: none"> - Modification des propriétés mécaniques de la couche structurelle - Collage des parties mobiles par capillarité

Tableau 2 : *Problèmes potentiels lors des différentes étapes du procédé de fabrication*

II.2.3 Mécanismes de défaillances fonctionnels

Les différents paramètres fonctionnels analysés sont les suivants :

La capacité à l'état haut (C_{up}).

Une faible valeur est nécessaire pour minimiser l'impact du MEMS sur la transmission du signal RF.

La capacité à l'état bas (C_{down}).

Une forte valeur est nécessaire pour obtenir un bon court-circuit capacitif. En pratique, les défaillances se traduisent par une qualité de contact non maîtrisée qui ajoute une capacité à air en série avec la capacité du diélectrique. Ceci réduit considérablement la valeur de la capacité à l'état bas.

La résistance électrique (R_e).

Il s'agit de la résistance série du MEMS. Il convient de la minimiser pour obtenir de meilleures performances RF (meilleure isolation pour une configuration parallèle).

La résistance thermique (R_{th}).

Il s'agit de la résistance série thermique du MEMS. La minimisation de cette résistance permet d'évacuer plus rapidement l'énergie dissipée dans le MEMS surtout lorsque de fortes puissances RF sont utilisées.

La tension d'actionnement (V_p).

La tension appliquée entre le MEMS et la contre électrode génère une force électrostatique qui permet de déplacer le MEMS. Lorsque la force électrostatique est supérieure aux forces mécaniques de rappel, le système devient instable et le MEMS vient se coller contre l'électrode. La valeur de tension nécessaire pour atteindre cet état

d'instabilité correspond à la tension d'actionnement. Certaines applications nécessitent des tensions d'actionnement faible (< 3V pour les applications portables). D'une manière générale une faible tension d'actionnement permet de minimiser le chargement du diélectrique.

La force de rappel du MEMS à l'état bas (F_r)

Le passage du MEMS de l'état bas à l'état haut est obtenu en supprimant la tension appliquée entre le MEMS et la contre électrode. C'est alors la force de rappel du MEMS qui permet le retour à l'état haut. Une force de rappel importante minimise les risques de collage.

La force de collage du MEMS à l'état bas (F_{co})

Lorsque le MEMS est à l'état bas alors que la tension d'actionnement est supprimée, il existe plusieurs forces qui peuvent maintenir le MEMS à l'état bas : les forces de Van der Vals présentes si le contact entre les surfaces est intime (très faible rugosité), les forces de capillarité si l'environnement présente de l'humidité, les forces électrostatiques parasites générées par le chargement du diélectrique. Ces dernières dépendent fortement de la position des charges dans le volume du diélectrique : plus les charges sont éloignées de la face supérieure du diélectrique et plus la force sera faible. Pour obtenir un fonctionnement fiable du dispositif il convient de minimiser toutes ces forces de collage.

La Figure 12 décrit la sensibilité de ces paramètres fonctionnels, aux différents paramètres qui leurs sont associés ainsi que l'effet de la température sur ces derniers.

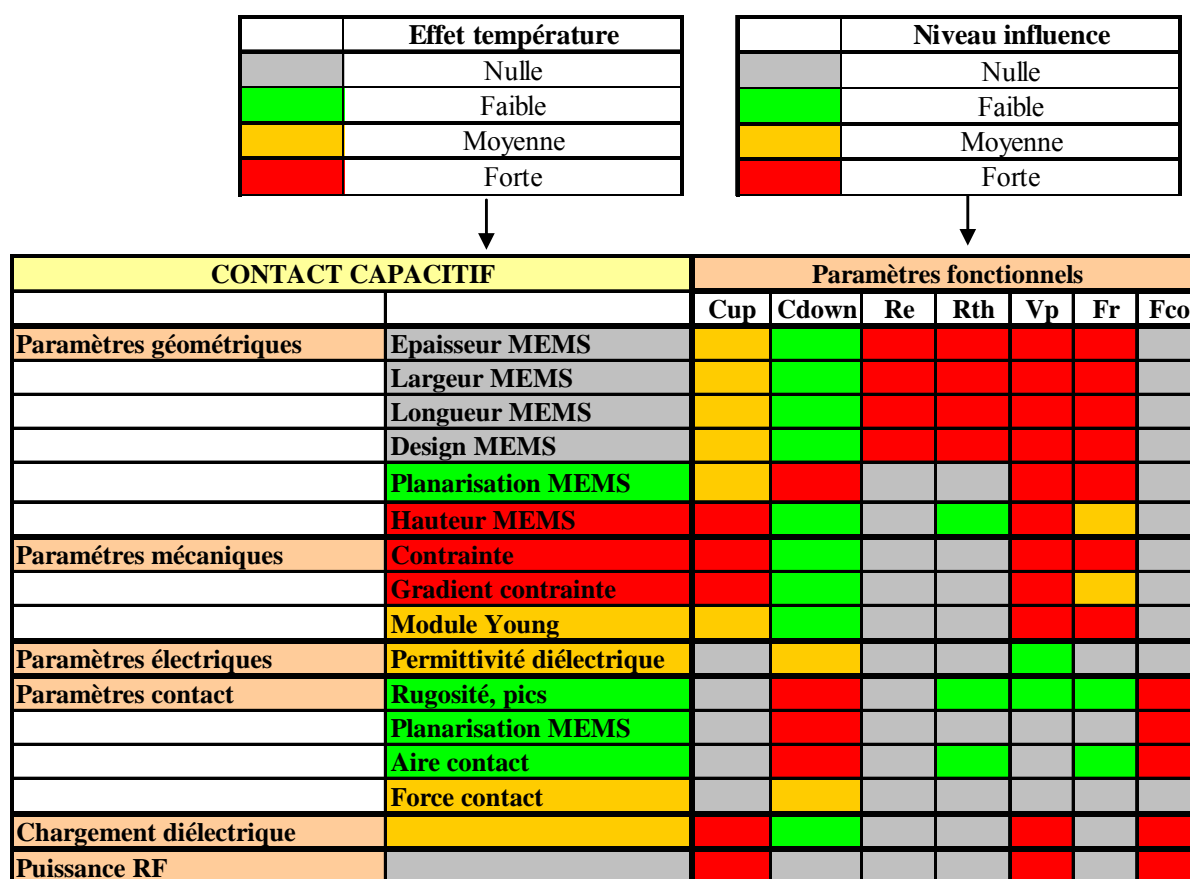


Figure 12 : Sensibilité des paramètres fonctionnels des MEMS

Impact des paramètres géométriques

Les principaux paramètres géométriques du MEMS (épaisseur, largeur, longueur, design) ont un impact moyen sur la capacité à l'état haut à cause de la modification de la raideur mécanique du MEMS qui se répercute sur la déformation initiale du MEMS liée aux précontraintes. Ces paramètres géométriques ont un impact important sur la résistance électrique et thermique, et sur la tension d'actionnement et la force de rappel à travers la raideur mécanique du MEMS. Ces paramètres sont peu sensibles à la température.

La hauteur du MEMS influence fortement la valeur de la capacité à l'état haut et la tension d'actionnement. Cette hauteur dépend non seulement de l'épaisseur de la couche sacrificielle mais également de la déformation parasite du MEMS liée aux précontraintes. Ces paramètres sont très sensibles à la température.

Impact des paramètres mécaniques

Les paramètres mécaniques les plus importants sont la contrainte et le gradient de contrainte dans le MEMS qui impactent indirectement la capacité du MEMS à l'état haut (à travers la hauteur du MEMS) et la tension d'actionnement (à travers la hauteur du MEMS et la raideur mécanique du MEMS). Ces paramètres sont très sensibles à la température. Le fluage et la fatigue mécanique de ces parties métalliques mobiles restent des points peu étudiés pour l'instant.

Impact des paramètres électriques

Le principal paramètre électrique est la permittivité diélectrique du matériau utilisé pour obtenir la capacité lorsque le MEMS est à l'état bas. Ce paramètre impacte directement la valeur de cette capacité mais également les forces de collages électrostatiques car celles-ci sont proportionnelles à la permittivité du matériau.

Impact des paramètres de contact

La qualité du contact entre le MEMS et le diélectrique conditionne la valeur de la capacité à l'état bas obtenue. La moindre couche d'air intercalée entre le diélectrique et le MEMS diminue considérablement la valeur de la capacité à l'état bas. La qualité du contact est fortement liée à la rugosité moyenne des surfaces en contact (face supérieure du diélectrique et face inférieure du MEMS) (Figure 13) mais également à la présence d'aspérités parasites localisées sur ces surfaces. La qualité de planarisation du MEMS a également un impact très important sur la qualité du contact afin d'éviter les contacts parasites (Figure 14). A l'opposé, un contact de mauvaise qualité permet de diminuer les forces de collage.

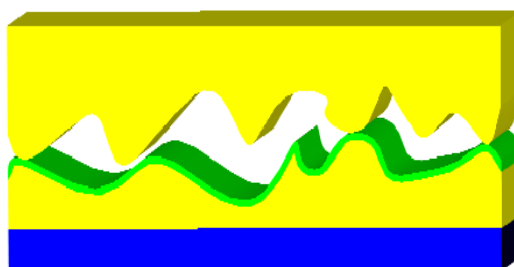


Figure 13 : Capacité d'air parasite issue de la rugosité du dépôt diélectrique et de la membrane mobile

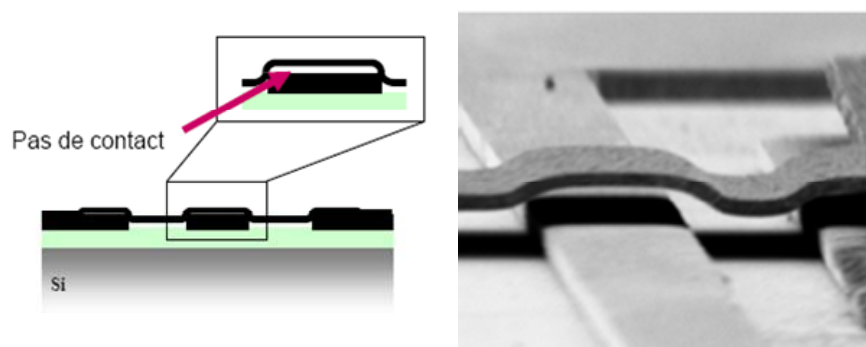


Figure 14 : Présentation d'un mauvais contact lié à la non planéité du MEMS [24]

Impact de la puissance RF

Une puissance micro onde excessive peut engendrer deux types de défaillances : l'électromigration du métal de la ligne RF liée à la forte densité de courant et l'auto-actionnement du MEMS. Dans ce dernier cas c'est le potentiel RF véhiculé sur la ligne qui génère une force électrostatique moyenne non nulle (proportionnelle au carré de la

tension). La puissance RF peut alors être suffisante pour générer une force électrostatique qui actionnera le MEMS.

Impact du chargement du diélectrique

C'est la principale cause de défaillance des MEMS à actionnement électrostatique. Un diélectrique soumis à un champ électrique élevé ($> 100\text{MV/m}$) subit un chargement lié à l'injection de charges qui sont piégées à l'intérieur du diélectrique. Ces charges créent un champ électrique parasite qui commence par augmenter la tension d'actionnement puis qui finit par maintenir le MEMS à l'état bas même sans tension extérieure appliquée.

La Figure 15 présente la configuration électrique généralement utilisée pour actionner le MEMS. Ce dernier est relié à la masse car il repose sur la masse RF du micro-commutateur. La ligne de signal RF est quant à elle portée au potentiel (positif ou négatif) nécessaire pour générer la force électrostatique.

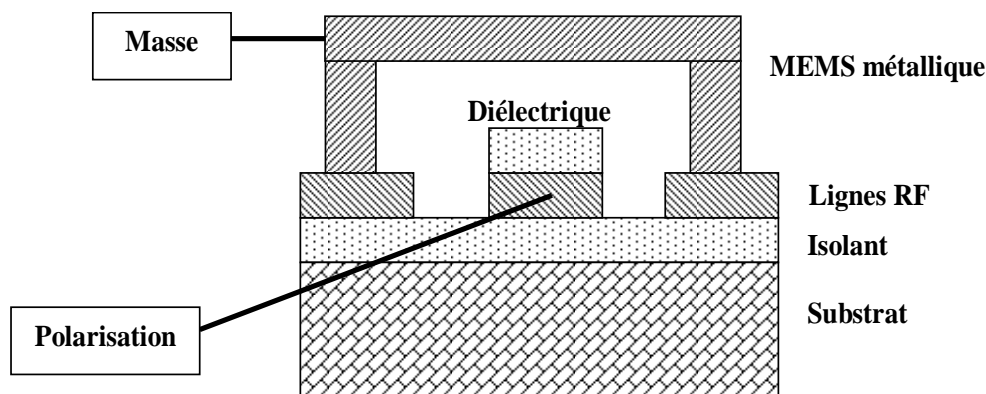


Figure 15 : Configuration de la polarisation généralement utilisée pour actionner le MEMS

III. MECANISMES DE CHARGEMENT DU DIELECTRIQUE

III.1 Introduction

Un diélectrique parfait est, par définition, le cas idéal où aucune charge ne peut traverser le matériau. Dans la réalité, tout diélectrique est le siège de courants électriques plus ou moins importants lorsqu'il est soumis à des champs électriques suffisants. Un des paramètres importants qui caractérise la couche isolante est la densité de courant J qui la traverse lorsqu'une tension continue V est appliquée à ses bornes. Cette grandeur traduit la conductivité et/ou la capacité à se charger du matériau, qui est définie dans un premier temps par la nature physique et chimique du diélectrique. Ce dernier peut être le siège d'une grande variété de mécanisme de propagation des charges qui sont décrits dans ce qui suit.

III.2 Chargement par polarisation

Un matériau se polarise sous l'effet d'un champ électrique externe si les charges liées (c'est à dire les charges qui ne peuvent se déplacer librement dans le matériau) se déplacent sur des courtes distances ou s'orientent. L'origine de cette polarisation est différente selon la structure du matériau.

La polarisation totale est la contribution de plusieurs mécanismes distincts dus à des types de charge différents, qui se mettent en place sur des gammes de fréquence différentes. Plus la fréquence sera élevée et moins les charges pourront suivre le champ appliqué. Ceci sera d'autant plus marqué que la masse de la particule chargée est grande. A chaque processus de polarisation correspond une constante de temps différente, encore appelée temps de relaxation du processus.

Les différents mécanismes de polarisation sont représentés schématiquement sur la Figure 16.

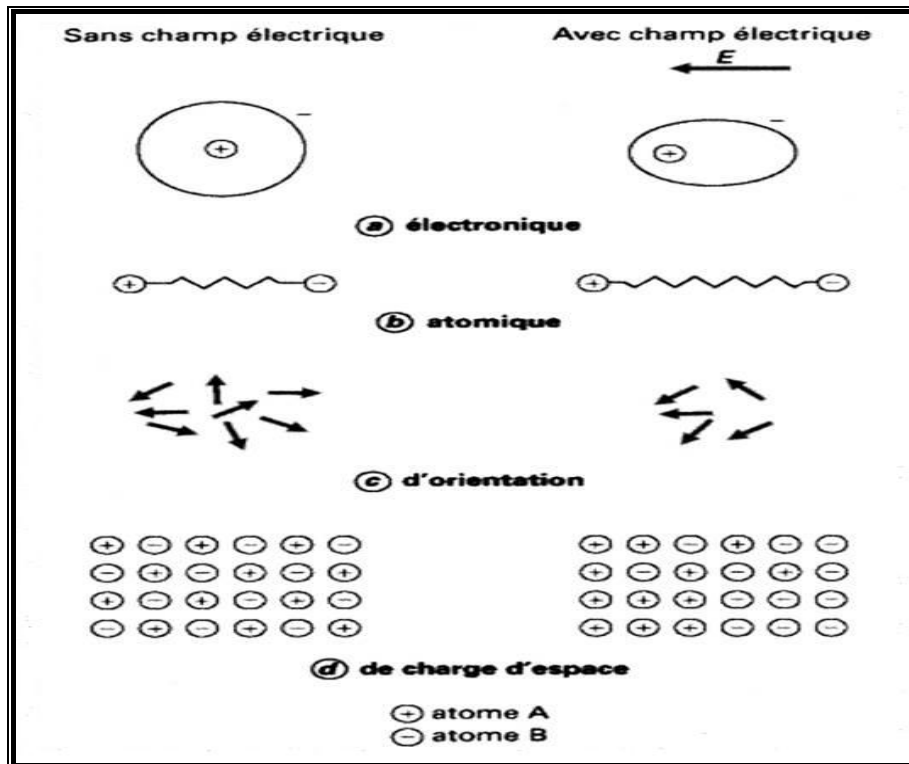


Figure 16 : Représentation schématique des différents types de polarisation

III.2.1 La polarisation électronique

Cette polarisation est due à la distorsion des couches électroniques par rapport au noyau atomique sous l'effet du champ électrique. Elle a lieu dans un atome neutre et lui confère un moment dipolaire. Les électrons ont des masses très petites, ils suivent donc les oscillations du champ électrique jusqu'à des fréquences très élevées de l'ordre de 10^{15} Hz (correspondant à un temps de relaxation de l'ordre de 10^{-15} secondes). Au delà

de cette fréquence, la polarisation électronique peut être considérée comme constante et proportionnelle au nombre d'électrons par unité de volume. Cette polarisation existe dans tous les matériaux.

III.2.2 La polarisation ionique

Ce processus de polarisation est lié au déplacement relatif des atomes les uns par rapport aux autres à l'intérieur même d'une molécule sous l'effet d'un champ électrique externe. Il dépend de la nature des atomes de la molécule et de leurs interactions. La masse des atomes étant bien supérieure à la masse des électrons, les temps de relaxation correspondant à la polarisation ionique sont supérieurs à ceux de la polarisation électronique : de l'ordre de 10^{-12} à 10^{-13} secondes. Pour des fréquences inférieures aux fréquences radio, les contributions ioniques et électroniques sont toujours présentes. Ce sont les seules contributions pour des matériaux isolants, dont les constantes diélectriques varient entre 4 et 15.

III.2.3 La polarisation dipolaire

Ce processus de polarisation est lié à l'orientation des molécules dipolaires (c'est-à-dire porteuses d'un moment électrique permanent) dans la direction du champ. L'agitation thermique tend à maintenir les molécules dans un état d'orientation aléatoire. Ce processus montre donc une forte dépendance avec la température.

III.2.4 La polarisation par charges d'espace

La polarisation d'interface (aussi désignée polarisation par charges d'espace) a lieu lorsque des porteurs de charges migrent sous l'effet du champ électrique externe. Ces charges se retrouvent alors piégées, ou limitées dans leurs mouvements, par des potentiels chimiques ou électriques locaux. Ceci induit une distorsion macroscopique du champ électrique total. Les milieux hétérogènes (composés par exemple d'une matrice isolante et de particules conductrices) peuvent présenter de fortes polarisations dues à ces effets d'interface. Ces effets dépendent de la microstructure et des minéraux constitutifs. Ils sont importants à des fréquences relativement faibles, de l'ordre du kilohertz.

III.3 Chargement par injection de charges

III.3.1 Introduction

L'injection de charges a lieu lorsque le champ créé dans le volume du matériau, grâce aux charges déposées en surface, est suffisamment grand pour provoquer la pénétration d'au moins une partie de ces charges à l'intérieur de l'isolant par un mécanisme d'injection contrôlé par l'interface [25]. Pour que cette injection se produise, les porteurs doivent acquérir un minimum d'énergie. Nous pouvons admettre, dans une première approximation, que toute la charge Q qui pénètre est répartie selon une densité volumique, toujours très concentrée au voisinage de la surface, et qui ensuite

tend à s'uniformiser. Ce flux de porteurs sera soit contrôlé par des phénomènes d'interface électrode-diélectrique, soit par des phénomènes de volume au sein du diélectrique.

III.3.2 Chargement limité par l'interface électrode-diélectrique

La Figure 17 illustre les différents mécanismes qui contrôlent le courant à l'interface électrode-diélectrique.

Le mécanisme Fowler-Nordheim repose sur le fait qu'en mécanique quantique la probabilité de passage d'un électron au travers de la barrière de potentiel est non nulle. Le passage de l'électron peut se faire de manière directe de la bande de conduction de la cathode vers la bande de conduction de l'anode, il s'agit alors de l'effet tunnel pur, ce passage peut aussi se faire à un niveau d'énergie supérieur grâce à l'effet de la température, il s'agit alors de l'effet tunnel assisté thermiquement. L'effet tunnel direct peut être négligé dans notre cas car cet effet ne devient appréciable que pour des couches dont l'épaisseur est inférieure à 3nm [26][27].

L'effet Schottky traduit l'émission thermo-ionique d'un porteur de l'électrode dans le diélectrique. L'expression du courant Schottky reste simple tant que l'on considère que le diélectrique est exempt de pièges. Le courant dépend alors essentiellement du champ, de la température et de la nature du métal constituant l'électrode (au travers de Φ_0 qui représente la hauteur de la barrière de potentiel à franchir par les porteurs) [26][27].

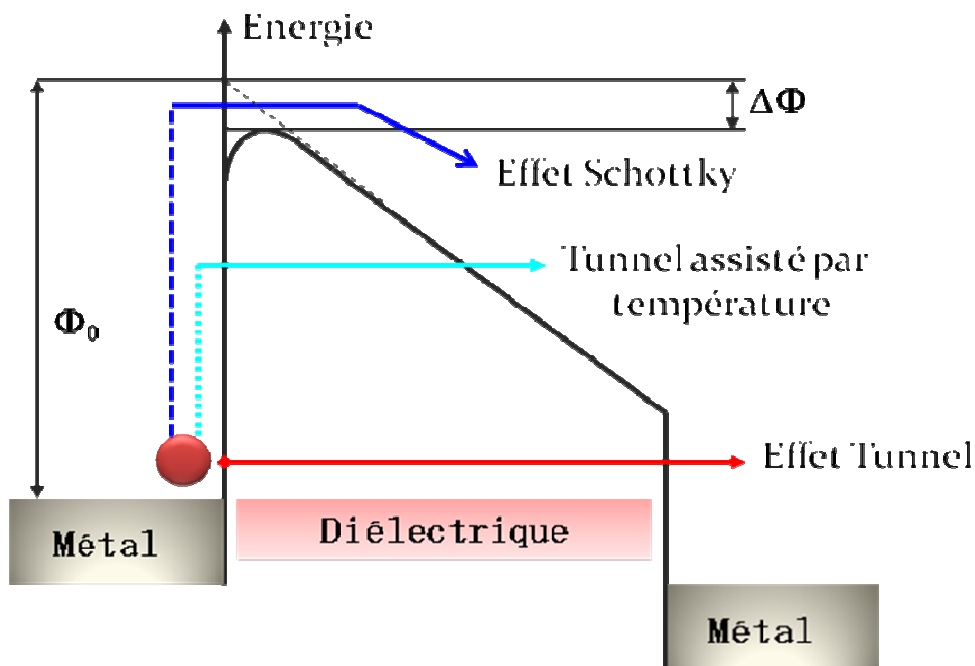


Figure 17 : Configuration des bandes d'énergie de l'interface métal-diélectrique-métal

III.3.3 Chargement limité par le volume

Les charges injectées suivant les mécanismes précédemment décrits peuvent migrer dans le volume de l'isolant au travers de processus de piégeage et dé-piégeage dans des niveaux localisés de la bande interdite. Il existe un nombre important de mécanismes de conduction liés à ce type de transport. Nous n'évoquerons ici que les principaux.

Courants limités par charge d'espace : L'injection d'un porteur dans le volume du diélectrique détruit localement la neutralité électrique du milieu, créant ainsi une charge d'espace. Le champ en un point n'est alors plus égal au champ moyen appliqué. Les phénomènes de transport dans le diélectrique sont ainsi modifiés par la charge d'espace. Les modèles les plus complets prennent en considération différentes distributions de pièges, uniformes ou exponentielles par exemple.

Effet Poole.Frenkel : L'existence de pièges dans le matériau permet de capturer des électrons, qui peuvent être ré-émis dans la bande de conduction ou dans un piège voisin (effet Poole). Comme dans le cas d'une injection Schottky, il existe une barrière de potentiel à franchir par l'électron, dont la forme dépend du champ appliqué.

III.4 Paramètres d'influence du chargement des diélectriques

Plusieurs paramètres influencent le chargement des diélectriques : le champ électrique, la température, la nature des électrodes, la composition du diélectrique.

Le champ électrique

Le poids des différents mécanismes décrits précédemment varie en effet en fonction de la valeur du champ électrique. Que le mécanisme invoqué soit contrôlé par le volume ou l'interface, l'effet du champ est un abaissement de la barrière d'énergie à franchir par les porteurs (barrière entre le métal et l'isolant ou entre deux pièges de l'isolant). Le courant mesuré augmente donc avec le champ extérieur appliqué. Dans le cas de la présence d'une charge d'espace, le champ appliqué localement n'est pas égal au champ extérieur appliqué, il faut alors introduire la notion de champ local qui prend en compte la modification locale du champ par les charges piégées. Suivant la nature et la localisation de ces charges, le champ créé par les charges peut s'additionner ou se soustraire au champ extérieur appliqué.

La température

De manière générale la plupart des mécanismes de conduction sont activés thermiquement. Le courant mesuré augmente donc avec la température. Cette augmentation est le résultat de plusieurs phénomènes pouvant être engendrés par la température :

- L'augmentation du niveau d'énergie intrinsèque des porteurs. Cependant cette augmentation ne vaut que quelques centièmes d'eV et ne peut être à l'origine d'une augmentation appréciable du courant.

- L'augmentation de la mobilité des porteurs.
- La modification de la densité et de la profondeur des pièges.
- Le changement de structure du matériau.

La nature des électrodes

La nature de l'électrode joue un rôle prépondérant sur le niveau de fuite puisque la nature du métal détermine la hauteur de barrière énergétique Φ_0 ($\Phi_0 = \Phi_M - \chi$, Φ_M étant le travail de sortie du métal et χ l'affinité électronique du diélectrique) que les porteurs ont à franchir. Le choix de l'électrode doit aussi prendre en compte les interactions possibles entre le métal et le diélectrique pouvant donner naissance à une couche d'interface. La nature des électrodes, leur méthode de dépôt et les traitements de surface vont également influencer la rugosité des électrodes aux interfaces électrode/diélectrique. Or une forte rugosité peut créer, localement, des pics de champ électrique créant des chemins de fuite préférentiels pouvant favoriser des claquages prématurés.

La composition chimique

Les propriétés physiques et électriques des films minces dépendent, entre autre, de leur composition chimique, cette dernière étant elle-même liée aux paramètres expérimentaux de dépôt. Les technologies traditionnellement employées utilisent des procédés à haute température de manière à développer des couches les plus denses et pures possibles, ou un dépôt à basse température suivi de recuits pour éliminer les défauts et impuretés présents dans les couches. Dans notre cas le diélectrique est élaboré à basse température par PECVD et aucun recuit n'est possible car il pourrait dégrader les fonctionnalités du composant.

Plusieurs paramètres relatifs à la composition chimique ont une influence sur les propriétés électriques. Le taux de cristallinité mesure le caractère cristallin ou amorphe d'un diélectrique et dans la majorité des cas un matériau amorphe, c'est-à-dire désordonné, aura de mauvaises propriétés d'isolation. Les défauts, au travers de leur nature, leur densité et leur répartition dans le volume de l'échantillon ont également une influence non négligeable sur les propriétés électriques du matériau. Ils ont en général des niveaux d'énergie permis dans la bande de conduction et peuvent jouer le rôle de pièges de porteurs. Ces défauts peuvent être chimiques, physiques ou liés à des impuretés ou additifs.

La rugosité :

Elle peut avoir deux influences non négligeables. Dans le cas d'un dépôt conforme du métal sur le diélectrique, ou du diélectrique sur le métal, une grande rugosité de surface peut être à l'origine d'un effet de renforcement de champ électrique modifiant les propriétés électriques et pouvant mener à la rupture. Ce phénomène de renforcement de champ, aussi appelé point chaud, est lié à l'interface métal/isolant qui n'est pas

rigoureusement plane mais présente des pointes métalliques dues aux aspérités de la surface sur laquelle le métal (ou le diélectrique) a été déposé. Dans le cas d'un dépôt non conforme, il est probable que des microcavités soient piégées aux interfaces métal/isolant. Des décharges peuvent avoir lieu dans ces microcavités et peuvent favoriser une accélération du vieillissement du matériau suivi d'une rupture.

IV. OBJECTIFS DE LA THESE

L'analyse du chargement des diélectriques nécessite la réalisation de structures de tests. Plusieurs types de structures de tests sont disponibles et présentent chacune des avantages et des inconvénients.

Micro-commutateur RF

Le véhicule de tests le plus représentatif est bien sûr basé sur la réalisation d'un micro-commutateur RF. Le paramètre observé est ici le décalage de la tension d'actionnement du MEMS à travers la mesure du paramètre de transmission du signal RF [35]. Celui est en effet très sensible à la position du MEMS. La procédure utilisée consiste à superposer deux tensions dépendantes du temps :

- Une tension de forme triangulaire qui permet de visualiser la tension d'actionnement du MEMS.
- Une tension en créneaux de période plus grande qui permet d'appliquer un stress de tension continu en maintenant le MEMS à l'état bas pendant une durée déterminée.

Un exemple de réponse obtenue est présenté sur la Figure 18. On peut observer le décalage de la tension d'actionnement pour différents temps de contact entre le MEMS et le diélectrique sous stress DC.

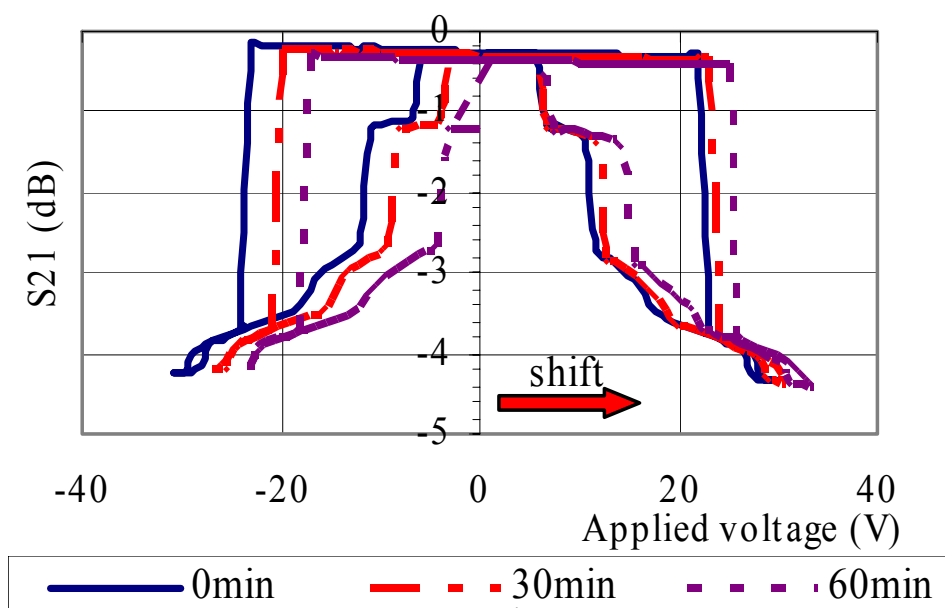


Figure 18 : *Paramètre de transmission pour différents temps de stress de tension continue*

L'inconvénient majeur de cette structure est que le chargement du diélectrique dépend de la qualité du contact entre le MEMS et le diélectrique. A cause des problèmes de dispersion technologique, il est difficile d'obtenir un contact reproductible (forme du pont, contacts parasites, ..). Par ailleurs la qualité du contact dépend de la valeur de la tension appliquée. Pour limiter l'impact de ces deux problèmes, le champ électrique (qui est imposé au diélectrique lors du chargement) est normalisé en tenant compte de la qualité du contact. Pour cela une capacité à air en série d'épaisseur constante est ajoutée sur le modèle afin de retrouver la valeur réelle de la capacité mesurée. Néanmoins cette correction ne prend pas en compte le champ électrique local qui peut être très supérieur au champ moyen à cause des effets de pointes causés par la rugosité.

Un autre inconvénient de cette structure est qu'elle ne permet pas de découpler complètement la partie mécanique de la partie électrique. En effet une modification des propriétés mécaniques du MEMS (fluage, ...) générera une modification de la raideur mécanique de la structure mais surtout de la hauteur du MEMS. Ces deux paramètres impactent directement la tension d'actionnement du MEMS.

Il est donc nécessaire d'étudier d'autres structures de tests complémentaires qui permettent de pallier à ces problèmes en contrôlant les différents paramètres qui peuvent modifier le chargement du diélectrique et en utilisant des outils d'analyse qui découplent les effets électriques et mécaniques. C'est un des objectifs de cette thèse.

Capacité MIM

L'étude de ce véhicule de tests fait l'objet du chapitre III de cette thèse. Il s'agit simplement d'une capacité métal/isolant/métal qui utilise les mêmes matériaux que ceux présents dans le MEMS.

Les avantages de cette structure de tests sont les suivants : une grande simplicité de fabrication, un contrôle de la qualité du contact puisque celui-ci est parfait, une suppression des effets mécaniques.

L'inconvénient majeur est que cette structure de test présente une configuration qui est très éloignée de la configuration réelle. Néanmoins elle permet d'étudier les qualités intrinsèques des diélectriques.

Nano-caractérisation électrique par EFM

L'étude de cette technique fait l'objet du chapitre IV de cette thèse. La pointe de l'AFM, qui est métallisée, est tout d'abord amenée en contact avec le diélectrique à caractériser. Une tension connue est alors appliquée pendant un temps donné afin d'injecter des charges dans le diélectrique. Puis la tension est ramenée à zéro et la pointe AFM est

ramenée à une distance de travail permettant de suivre l'évolution spatio-temporelle des charges injectées.

Les avantages de cette technique sont les suivants : des structures très simples à fabriquer puisqu'il suffit de réaliser le dépôt du diélectrique, un contact ponctuel lors du chargement qui est très proche du cas réel (contact localisé d'une aspérité), un contrôle des paramètres d'injection facile à maîtriser (tension, temps, qualité du contact), un déchargement très proche du cas réel en circuit ouvert.

L'inconvénient majeur de cette technique est qu'elle nécessite un équipement de caractérisation complexe et difficile à maîtriser.

Afin de pouvoir relier les caractérisations électriques des structures de tests aux propriétés intrinsèques des diélectriques, nous avons étudié dans le chapitre II les propriétés physico-chimiques des diélectriques utilisés (rugosité, liaisons chimiques, stoechiométrie).

Les diélectriques étudiés dans ce mémoire sont des diélectriques minéraux classiquement utilisés dans la filière technologique des micro-commutateurs RF développée au LAAS. Il s'agit de nitrure de silicium PECVD déposés à 200°C. Trois types de nitrure ont été étudiés ils ne diffèrent que par la fréquence d'excitation du plasma utilisée : une fréquence d'excitation basse (BF), une fréquence d'excitation haute (HF) et une fréquence d'excitation mixte qui combine séquentiellement les deux fréquences précédentes (MF).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .I

- [1] L. PETIT « Antennes reconfigurable a base de MEMS-RF » thèse de doctorat de L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER février 2007
- [2] : C. Billard, « Micro et nanotechnologies émergentes pour applications radiofréquence; des procédés de fabrication aux applications dans les futurs produits » Journées scientifiques du CNFRS 2007.
- [3] A. POTHIER « Conception, réalisation et test de micro commutateurs micro électromécaniques et application aux circuits hyperfréquences reconfigurables » thèse de doctorat de L'UNIVERSITE DE LIMOGES décembre 2003
- [4] G.M. Rebeiz and J.B. Muldavin, "RF MEMS switches and switch circuits" IEEE Microwave magazine, Déc. 2001, pp.59-71
- [5] <http://matthieu.lagouge.free.fr/mems/>
- [6] J.Y PARK, "Micromachined RF MEMS tunable capacitors using piezoelectric actuators" IEEE International Microwave Symposium Digest, Mai 2001 p.2111- 2114
- [7] US Patent 7215064 « Piezoelectric switch for tunable electronic components » US Patent Issued on May 8, 2007.
- [8] E. DEFAY, « Elaboration et caractérisation de couche minces piézoélectriques de Pb(Zr,Ti) O₃ sur silicium pour applications au microsysteme » thèse de doctorat de l'institut national des sciences appliquées de layon , novembre 1999.
- [9] William P. Fully « Integrated Magnetically Actuated Micromachined Relays » JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 7, NO. 2, JUNE 1998.
- [10] A. Q. Liu, « RF MEMS Switches and Integrated Switching Circuits » JOURNAL OF SEMICONDUCTOR TECHNOLOGY AND SCIENCE, VOL.7, NO.3, SEPTEMBER, 2007.
- [11] J. H. Comtois and V. M . Bright « surface micromachined polysilicon thermal actuator arrays and applications » solid-state ensor and actuator workshop hilton head, south Carolina, June 2-6, 1996
- [12] D. Saias, « An Above-IC RF-MEMS Switch » 2003 IEEE International Solid-State Circuits Conference
- [13] X. Rottenberg, S. Brebels, B. Nauwelaers, R. P. Mertens, W. De Raedt, H. A. C. Tilmans, «Modelling of the RF self-actuation of electrostatic RF-MEMS devices», IEEE MTT-S 2004, pp. 245-248.
- [14] C.Goldsmith, T.H.Lin, B.Powers, W.R.Wu, B.Norvell, «Micromechanical Membrane switches for microwave applications», 1995 IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Dig., Orlando, USA, Mai 1995, pp.91-94.
- [15] C.Goldsmith, J.Randall, S.Eshelman, T.H.Lin, D. Denniston, S.Chen, B. Norvell «Characteristics of micro-machined switches at microwave frequencies», 1996 IEEE MTT-S Int. Microwave Symp. Dig., San Francisco, USA, Juin 1996, pp.1141-1144.
- [16] Z. Jamie Yao, « Micromachined Low-Loss Microwave Switches » IEEE JOURNAL OF MEMSMICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 8, NO. 2, JUNE 1999.
- [17] S-C.Shen, M.Feng, «Low actuation voltage RF MEMS switches with signal frequencies from 0.25GHz to 40GHz», International. Electron Devices Meeting, Washington, USA,1999, pp.689-692.

- [18] <http://www.radantmems.com/radantmems/switchoperation.html>
- [19] B. McCarthy, G. G. Adams, N. E. McGruer, and D. Potter « A Dynamic Model, Including Contact Bounce, of an Electrostatically Actuated Microswitch » JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 11, NO. 3, JUNE 2002
- [20] J. DeNatale « Reconfigurable RF Circuits Based on Integrated MEMS Switches » 2004 IEEE International Solid-State Circuits Conference
- [21] R. E. Mihailovich, M. Kim, J. B. Hacker, E. A. Sovero, J. Studer, J. A. Higgins, and J. F. DeNatale « MEM Relay for Reconfigurable RF Circuits » IEEE MICROWAVE AND WIRELESS COMPONENTS LETTERS, VOL. 11, NO. 2, FEBRUARY 2001
- [22] Muriel Dardalhon « Fiabilité des Briques de base Technologiques Contribuant à la réalisation de Microsystèmes » Journées des jeunes chercheurs du CNES, Toulouse, France, 11-13 juin, 2003.
- [23] M. DARDALHON « CONTRIBUTION A L'ANALYSE DE LA FIABILITE DE MICROSYSTEMES » thèse de doctorat Université MONTPELLIER II - 2003
- [24] C. Bordas « HOptimisation technologique de commutateurs MEMS RF à tenue en puissance améliorée - Application à l'élaboration d'un synthétiseur d'impédance MEMS en bande KH » thèse de doctorat Université Paul Sabatier - Toulouse 2008.
- [25] Y. ségui « contribution à l'étude des mécanismes de conduction dans les films mince de polymère : application à la passivation des composantes à semi-conducteurs ». thèse de doctorat Université Paul Sabatier - Toulouse 1978.
- [26] Y. ségui « Courants de conduction » Techniques de l'ingénieur, traité génie électrique, 2000, pp D2301-1-D2301-12.
- [27] R. Fournié et R. Coelho « Diélectrique base théorique » Techniques de l'ingénieur, traité génie électrique, 2000, pp D2300-1-D2300-18.
- [28] C. Laurent, « Diélectriques solides et charge d'espace », Techniques de l'ingénieur, Traité Génie électrique, 1999, pp. D2305-1-D2305-13.
- [29] D. De Conto, « Caractérisation et modélisation des phénomènes de dégradation des microcommutateurs MEM RF capacitifs » Mémoire du diplôme d'ingénieur CNAM, Septembre 2005.
- [30] L. A. Dissado, G. Mazzanti, and G. C. Montanari, « The role of trapped space charges in the electrical ageing of insulating materials » IEEE Trans. Diel. & Elec. Insul, vol. 4, pp. 496-506, 1997. Chargement par le volume.
- [31] G.M. Sessler, B. Hahn. D. Y. Yoon « Electrical conduction in polyimide films ». Journal Of applied physics (60), pp 318-326 (1986).
- [32] E. Motyl « electrode effect and electrical conduction in polyimide Kapton HN films ». Proceeding of the 6th international conference on conduction and breakdown in solide dielectric (ICSD'98), pp 237-240 (1998).

- [33]** S.J Laihonen, «polypropylene morphology, defects and electrical breakdown. PhD thesis. Royal institute of technology Stockholm (2005).
- [34]** N Gaillard, L. Pinzelli, M. Gros-Jean and A. Bsiesy «In Situ Electric Field Simulation in Metal/Insulator/Metal (MIM) capacitors» Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Multiphysics User's Conference 2005 Paris.
- [35]** S. MELLE « analyse et modélisations des phénomènes de chargement de diélectriques dans les MEMS-RF application à la fiabilité prédictive de micro commutateur électromécanique microondes » thèse de doctorat Université Paul Sabatier – Toulouse 2005

**CHAPITRE II: PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES
DU NITRURE DE SILICIUM**

I. Introduction

Comme nous avons vu dans le premier chapitre de ce manuscrit, pour étudier le chargement du diélectrique, nous sommes amenés d'une part à contrôler et d'autre part à extraire les paramètres intrinsèques et extrinsèques caractérisant la dégradation des diélectriques. Il serait évidemment souhaitable de pouvoir relier le comportement électrique des couches à leur structure et leur composition et, bien sûr, de relier les phénomènes de vieillissement diélectrique à une évolution de la structure et de la composition. En effet cette connaissance pourrait guider les choix vers de meilleurs matériaux pour l'application donnée. C'est pourquoi ce chapitre est consacré aux caractérisations physico chimiques et à la description des pré-requis nécessaires à la mise au point des matériaux déposés par plasma et à la réalisation des structures de tests.

Dans une première partie nous présentons très rapidement le réacteur de dépôt PECVD qui conduit à la synthèse du nitrure de silicium, à partir d'un mélange silane / ammoniac, ainsi que les phénomènes physiques intervenants dans le plasma. Pour approfondir ces mécanismes il est utile de se rapporter aux ouvrages de référence tels que [1] [2]. Ensuite nous aborderons quelques notions sur le matériau lui-même, à savoir sa structure du point de vue atomique ainsi que l'identification des défauts qui a été rapportée dans la littérature par de nombreux auteurs et les modèles de piégeage de charges qui en découlent.

La nature des liaisons chimiques et l'environnement des atomes dans les différentes couches, fait l'objet de la deuxième partie. Nous présentons les éléments constitutifs de la spectroscopie infrarouge que nous avons employée pour remonter aux informations recherchées. Nous avons aussi analysé l'effet des conditions opératoires telles que le débit de silane et la puissance radiofréquence sur les différentes liaisons présentes dans le matériau. La stœchiométrie des films minces réalisés, ainsi que l'éventuelle diffusion d'or dans la couche diélectrique ont été analysées grâce à la Spectroscopie de Rétrodiffusion Rutherford (RBS).

Enfin, dans la dernière partie de ce chapitre, seront présentées les analyses topographiques réalisées sur les couches diélectriques. Cette étude permettra d'identifier l'origine de la rugosité du nitrure de silicium. Toutefois, pour comprendre les différents phénomènes mis en jeu nous nous sommes également intéressés à la topologie des films de nitrure et à sa variation avec les paramètres de dépôt.

II. Le Nitrure de Silicium

Nous disposons au laboratoire d'un bâti PECVD « Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition », qui nous a permis de déposer des diélectriques minéraux dans un procédé basse température. Nous allons détailler dans les paragraphes suivants le principe de la technique d'élaboration, les avantages et les inconvénients de ces diélectriques, ainsi que les différents procédés de dépôt de nitrures de silicium standards disponibles au laboratoire.

II.1 Technique de dépôt

La technique PECVD, permet de déposer des couches solides, à partir d'un gaz réactif. Le réacteur que nous avons utilisé est un bâti à électrodes planes parallèles de la société STS. L'électrode supérieure est reliée au générateur et l'électrode inférieure est reliée à la masse. Le substrat est posé sur l'électrode inférieure qui est maintenue à basse température (entre 100°C et 400°C) (Figure 19).

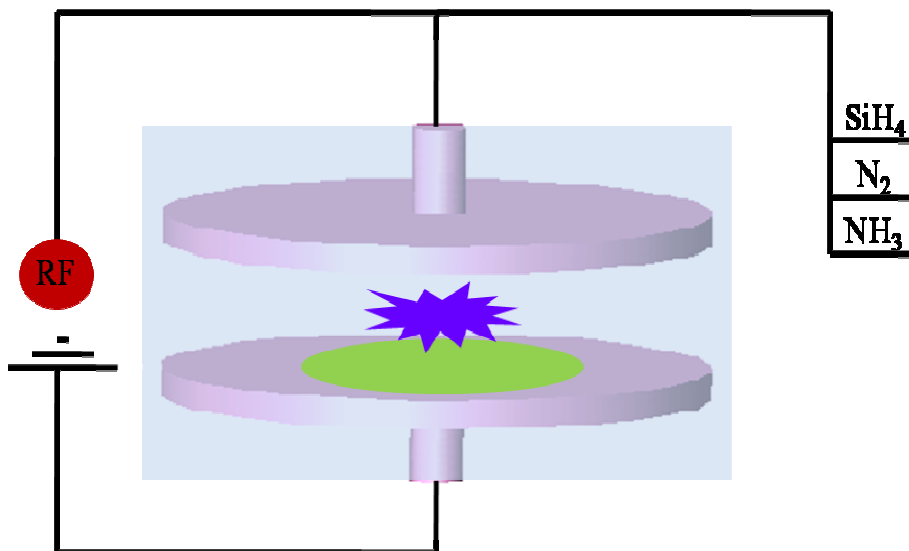


Figure 19: Schéma simplifié du bâti de dépôt PECVD

Après l'introduction et la stabilisation des éléments réactifs dans la chambre, une excitation radiofréquence est appliquée entre les deux électrodes afin d'ioniser le mélange gazeux. Cette ionisation est initiée par la collision des électrons résiduels accélérés par le champ électrique. On atteint un régime stationnaire lorsque le nombre d'électrons générés par les collisions ionisantes devient égal au nombre d'électrons perdus par recombinaison sur les parois du réacteur ou recombinaison sur des espèces du gaz. On a ainsi créé un gaz partiellement ionisé, globalement neutre qui est appelé

« plasma ». Cet état de la matière peut être caractérisé par les densités électroniques et ioniques ainsi que par l'énergie des électrons. En fait la population d'électrons est distribuée en énergie et en toute rigueur c'est la fonction de distribution en énergie qui est caractéristique de l'énergie des espèces d'un plasma de dépôt. Pour les plasmas utilisés dans cette étude, la densité électronique se situe entre 10^8 et 10^{10} électrons par cm^3 et l'énergie moyenne de la distribution est de l'ordre de quelques eV. On peut remarquer que cette énergie moyenne est de l'ordre ou supérieure aux énergies de liaisons chimiques ce qui explique que des molécules de gaz neutres peuvent être dissociées dans un plasma. Les molécules stables donnent alors naissance à des radicaux qui sont des espèces chimiquement actives et qui vont réagir entre elles dans la phase gaz et sur les surfaces en contact avec le plasma.

Un film se forme alors à la surface constitué par les fragments réactifs créés dans la phase gazeuse. Le détail des mécanismes est toujours assez complexe mais on peut dire en simplifiant qu'une espèce venant du plasma réagit avec un site du substrat pour s'y fixer ou bien est adsorbée à la surface puis diffuse pour trouver un site réactif ou bien désorbe et retourne en phase gaz s'il n'y a pas eu réaction [3]. Enfin, les produits volatils non réactifs issus de la décomposition des gaz dans le plasma sont évacués au moyen d'un système de pompage. Par analogie avec la polymérisation par voie chimique, on nomme monomère (ou précurseur) les molécules présentes dans la phase gazeuse et à l'origine de la formation du film. La formation de ces films passe par plusieurs étapes, ces étapes ainsi que les processus physico-chimiques élémentaires mis en jeu sont schématisées sur la Figure 20

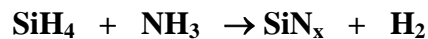
Dissociation	Dissociation des molécules de gaz par apport d'énergie et formation des produits réactifs
Formation des précurseurs de dépôt	Réaction des produits formés avec d'autres molécules ou produits
Transport	Transport des produits par convection ou par diffusion
Réaction en surface	Adsorption à la surface par physisorption
	Décomposition et création de sites radicalaires en surface
	Migration des espèces en surface
	Incorporation des radicaux sur un site
	Réticulation par liaison entre radicaux
Évacuation	Désorption des produits de la surface et transport vers la sortie

Figure 20 : Schéma simplifié des différents mécanismes de formation d'un film par PECVD

II.2 Structure du Nitrure de Silicium

II.2.1 Nitrure de silicium amorphe

Le nitrure de silicium est un matériau largement développé dans le domaine de la micro électronique, où il a été employé pour diverses applications. Ce matériau déposé par PECVD est largement hydrogéné et rarement stœchiométrique. Il est souvent désigné comme SiN_x:H; nous l'appellerons ici SiN_x. Au niveau structural, ce matériau est amorphe et l'ordre à longue distance n'existe donc pas. La réaction chimique pour la formation du nitrure de silicium se fait par l'interaction entre le silane et l'ammoniac dilué dans l'azote suivant la réaction suivante.



Dans un procédé PECVD cette réaction théorique n'est pas celle qui prévaut. En effet le Silane (SiH₄) et l'ammoniac (NH₃) sont dissociés par impact électronique en une série d'espèces (SiH₃, SiH₂, SiH, N, NH, NH₂). Le gaz vecteur (souvent de l'azote moléculaire N₂) peut également être dissocié et participer au processus de dépôt. Ce sont ces différentes espèces qui vont réagir au niveau du substrat pour former un dépôt. On comprend bien alors que ce dépôt est difficilement stœchiométrique et peut contenir une quantité non négligeable d'hydrogène.

II.2.2 Structure atomique

La formation des diverses espèces réactives énumérées plus haut dépend de plusieurs paramètres : la puissance électrique fournie au plasma, la fréquence du champ électrique, la nature et la quantité des précurseurs injectés, la pression dans l'enceinte, la nature du substrat, sa température et sa position par rapport au plasma. La composition, la structure et par conséquent les propriétés du film formé par plasma dépendent du précurseur choisi mais surtout des conditions dans lesquelles le plasma est généré. Ceci se traduit par une modification de la nature et du nombre d'espèces qui interagissent avec le substrat pour y former un film et entraîne donc un changement dans les propriétés physico-chimique et électrique du matériau déposé. La Figure 21 montre, de façon schématique, que l'incorporation d'hydrogène gêne la formation du réseau cristallin et entraîne un accroissement de la distance interatomique moyenne entre les atomes de Si et N dont certains ne sont plus liés chimiquement entre eux [4] [5]. La masse molaire des atomes d'hydrogène étant très faible, elle ne permet pas de compenser la baisse de densité liée à l'allongement de la distance entre les atomes de silicium et d'azote [6] [7].

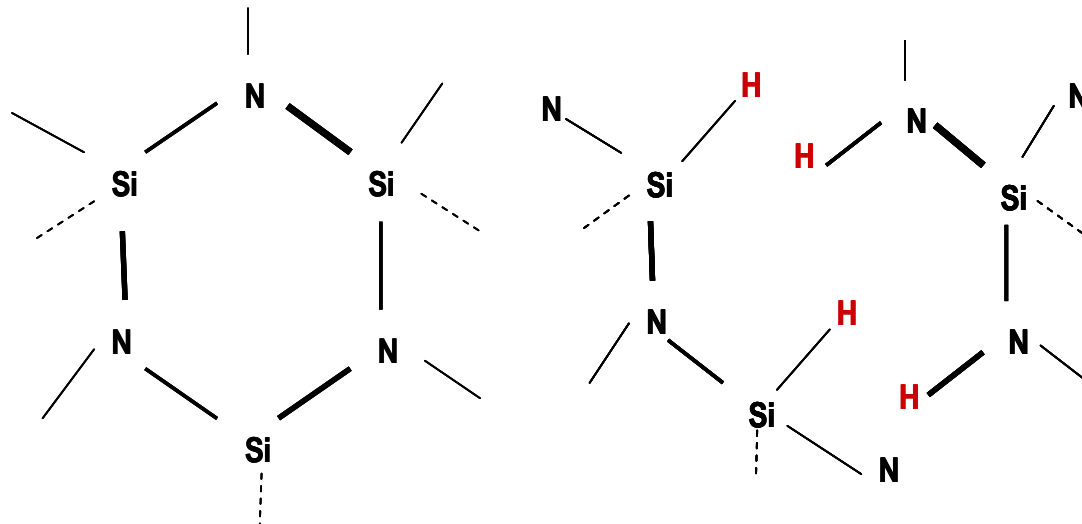


Figure 21: Déformation du réseau cristallin Si_3N_4 par l'hydrogène

II.3 Modèles de défauts

II.3.1 Défauts de structure

Les défauts de structure sont liés à l'arrangement des atomes de silicium et d'azote entre eux. Si la structure est telle que localement les distances et les angles θ entre les atomes varient, (mais pas suffisamment pour qu'il y ait rupture de liaisons entre atomes) alors on parle de micro- hétérogénéités (réseau continu mais orienté de façon aléatoire) [8]. L'ordre aux plus proches voisins est à peu près conservé ; par contre l'ordre à longue distance n'existe plus. La conséquence de ce désordre sur les propriétés électroniques est représentée sur la Figure 22. Lorsque la périodicité du réseau est parfaite la théorie des bandes nous enseigne que nous avons une bande de valence et une bande de conduction (où se trouve un quasi continuum d'états d'énergie autorisée pour les électrons) séparées par une bande interdite ou aucun état d'énergie n'est possible. Lorsque la périodicité est perturbée on a un passage progressif des bandes de valence et de conduction vers la bande interdite. Des états dits « localisés » existent donc dans ce qui était la bande interdite et sont occupables par les porteurs. La mobilité électronique dans ces états est de plus en plus faible au fur et à mesure que l'on descend dans la bande interdite (d'où le nom d'états localisés). Physiquement le désordre à long terme a entraîné l'apparition de puits de potentiels dont les porteurs peuvent avoir plus ou moins de difficultés à s'extraire. Cette notion de puits de potentiel provoqué par le désordre se retrouve lorsque l'on parle de mécanismes de conduction de type Poole Frenkel dans lequel des porteurs doivent s'extraire du puits dans lequel ils ont été piégés.

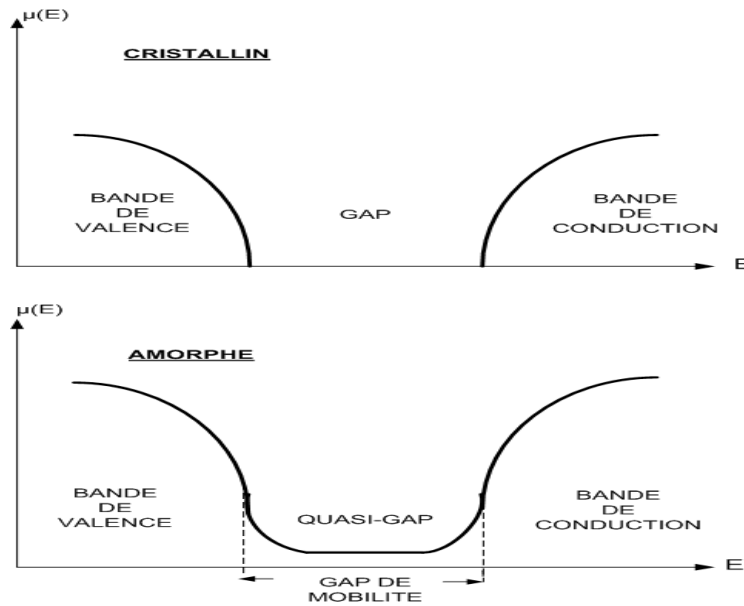


Figure 22 : Représentation schématique du gap d'énergie (structure cristalline) et gap de mobilité (structure amorphe)

II.3.2 Défauts de composition

Ils sont liés à la présence dans le nitrure de silicium d'atomes étrangers qui se combinent avec le réseau de nombreuses manières : selon la valeur de leur rayon atomique, selon qu'ils sont ionisés ou non ou selon les conditions thermodynamiques de leur introduction. Ils sont de trois types :

- Défaut d'un atome Si ou N : dans ce cas on est en présence d'une liaison pendante qui agit généralement comme un centre de piégeage/dépiégeage de porteur. Les cinétiques de piégeage/dépiégeage dépendent de la position en énergie du piège qui elle-même dépend de la nature du défaut (une liaison pendante sur Si créera un centre de piégeage à une énergie différente de celui créé par une liaison pendante sur N).
- La liaison existe mais pas avec l'atome attendu dans le cas d'un réseau parfait. C'est le cas de liaisons Si-H ou Si-Si ou Si-N . Comme dans le cas des liaisons pendantes ces défauts peuvent donner des niveaux de pièges dans la bande interdite. Ils sont situés à une énergie qui dépend de la nature de la liaison.
- Enfin le processus d'élaboration peut conduire à la formation d'entités stables qui n'ont rien à voir avec le nitrure de silicium et qui sont introduites dans le matériau lors du procédé d'élaboration (atomes ou molécules d'hydrogène, espèces ioniques arrachées aux parois du réacteur, ...). Ces impuretés introduisent aussi des états localisés dans la bande interdite.

II.4 Procédés standards disponible au LAAS

L'élaboration du matériau est effectuée à partir de la recette standard de trois synthèses de nitrure de silicium déjà mises au point au laboratoire. Ces dépôts sont réalisés par PECVD à 200°C, et visent une composition proche de la stœchiométrie. Les 3 dépôts sont effectués à partir d'un mélange de SiN₄/NH₃/N₂ dans un réacteur capacitif excité en radio fréquence. Ces recettes standards ont servi comme point de départ pour notre étude. Les paramètres de dépôt des trois synthèses sont récapitulés dans le Tableau 3

	SiH ₄ (sccm)	NH ₃ (sccm)	N ² (sccm)	Pression (mT)	Fréquence	Puissance (W)	Vitesse dépôt (nm/mn)
SiNx- BF ⁽¹⁾	35	15	1960	650	380 kHz	185	130
SiNx-MF ⁽²⁾	40	40	1960	900	380 kHz 13.56MHz	20	13.6
SiNx- HF ⁽³⁾	30	40	1200	1000	13.56 MHz	15	13.6

Tableau 3 : Paramètres de dépôt des recettes de nitrure de silicium standard

⁽¹⁾BF : Basse Fréquence (380 kHz)

⁽²⁾HF : Haute Fréquence (13.56 MHz)

⁽³⁾MF : Fréquence Mixte : commutation entre un plasma à basse fréquence (2 seconde) et haute fréquence (6 seconde)

III. Etude de l'environnement chimique et concentration d'hydrogène

Les couches diélectriques déposées par PECVD sont largement hydrogénées, et rarement stœchiométrique. Il n'y a pas d'ordre à long terme, mais l'étude des configurations des premiers voisins montre que l'ordre varie en fonction de la quantité d'azote présent dans les films [9]. Des valeurs de bande interdite proche de 5ev sont souvent évoquées par différents auteurs [10] [11] pour des nitrures proche de la stœchiométrie et contenant peu d'hydrogène. Suivant ces mêmes auteurs l'augmentation de la proportion d'hydrogène (notamment dans les liaisons Si-H) ou du silicium tend à diminuer la bande interdite jusqu'à des valeurs proches de 1.8ev. L'examen de la Figure 22 permet de comprendre pourquoi le caractère amorphe tend à diminuer la largeur de la bande interdite. Notre objectif dans cette partie est d'estimer la concentration en atome d'hydrogène dans les films par la détermination de la concentration des liaisons Si-H et N-H; puis d'étudier l'impact des paramètres d'élaboration sur cette concentration en hydrogène.

La spectroscopie infrarouge fournit des informations sur la nature des liaisons chimiques entre les atomes constituant les films. Elle permet ainsi de corréler indirectement leurs propriétés physiques aux conditions d'élaboration.

III.1 Spectroscopie infrarouge

III.1.1 Principe de la spectroscopie infrarouge

La spectrométrie à transformée de Fourier est une technique d'analyse physico-chimique couramment utilisée dans les laboratoires d'analyse. Elle permet un accès direct à la nature chimique d'un produit par identification de certaines bandes d'absorption présentes sur un spectre.

Les pics d'absorption infra rouge traduisent une vibration ou une rotation forcée de certaines liaisons chimiques [12]. La fréquence de vibration moléculaire à laquelle l'énergie de l'onde infrarouge excitatrice est absorbée est fonction de la nature de la liaison (atomes impliqués) et de l'environnement chimique de la liaison. L'absorption maximale a lieu lorsque la fréquence du champ électromagnétique coïncide avec celle d'un des modes propres de la liaison. Les modes de vibration sont classés en trois catégories : le mode de rotation ou balancement (rocking), le mode de torsion ou cisaillement (bending) et le mode d'élongation ou étirement (stretching) (Figure 23) [13] [14] [15].

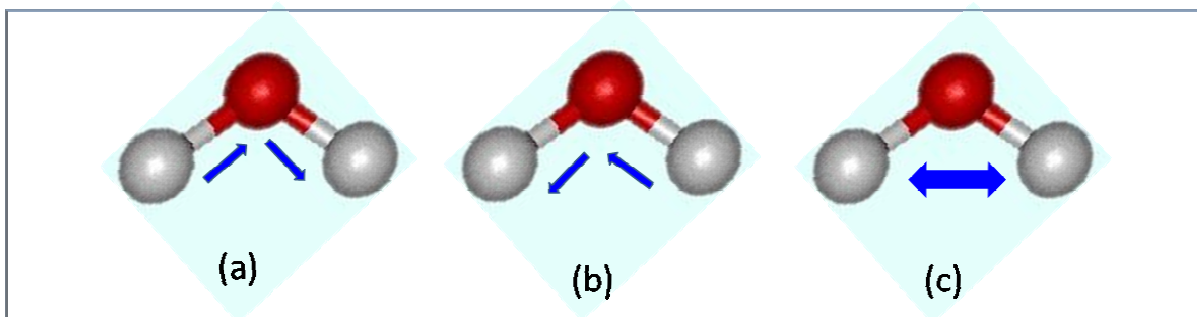


Figure 23: Différents modes de vibration d'une liaison

Dans le cas général, lorsque le faisceau incident I_0 , est envoyé sur l'échantillon, une partie du signal est réfléchi (I_R) une partie transmise (I_T) et une partie absorbée (I_A). Le faisceau incident est caractérisé par son amplitude et sa fréquence (en spectroscopie IR on utilise le nombre d'onde plutôt que la fréquence). L'intensité du faisceau incident est alors égale à la somme des intensités des faisceaux réfléchis, transmis et absorbés (Figure 24).

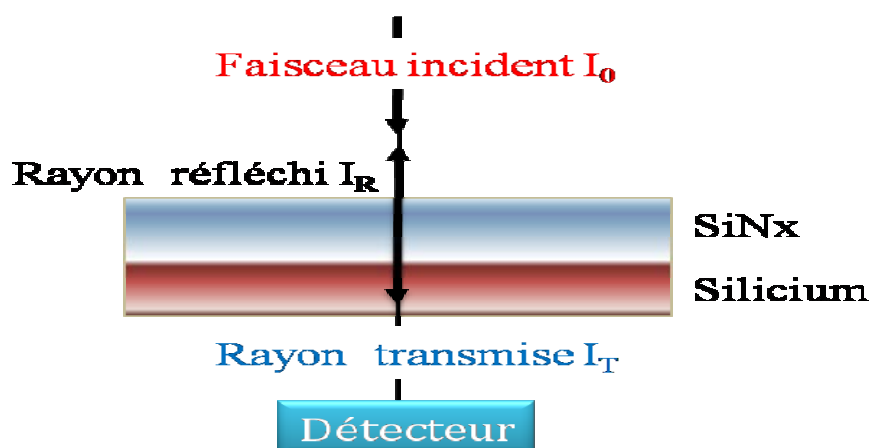


Figure 24: Schéma de principe des mesures FTIR ainsi que le trajet des faisceaux lumineux

III.1.2 Analyse des spectres infrarouge

III.1.2.1 *Introduction*

Toutes les mesures ont été réalisées à température ambiante avec une lumière incidente non polarisée. L'acquisition des spectres est réalisée pour une gamme d'onde allant de 400cm^{-1} à 4000cm^{-1} . Le spectre final correspondant à la couche mince étudiée, est obtenu après avoir soustrait le spectre du substrat.

L'analyse spectrale du faisceau transmis ou réfléchi permet d'observer des bandes d'absorption correspondant à une vibration donnée ou à une combinaison de vibrations. Les longueurs d'onde auxquelles apparaissent les absorptions sont fonction de la masse des atomes mis en jeu et de la nature de leurs liaisons et de l'environnement de la liaison. Un spectre infrarouge permet d'avoir les informations suivantes :

Information qualitative :

Les longueurs d'ondes pour lesquelles le film absorbe un rayonnement caractérisent des groupements chimiques présents dans le matériau analysé. A partir des références bibliographiques, des tables existent et permettent d'attribuer les pics d'absorption aux liaisons chimiques.

Information quantitative :

L'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption. Toutefois on ne peut comparer l'amplitude de deux bandes d'absorption pour en déduire des concentrations relatives car l'amplitude dépend aussi d'une quantité appelée « force d'oscillateur » qui est dépendante de la nature des atomes constituant la liaison. De plus, en toute rigueur, la comparaison quantitative doit porter sur l'aire du pic et non sur son amplitude. Cela

rend l'exercice très difficile car on est fréquemment dans le cas où plusieurs pics interfèrent. De fait on ne peut que difficilement tirer des informations quantitatives des spectres IR.

III.1.2.2 Spectre du nitrure de silicium

Le spectre infrarouge du nitrure de silicium a été beaucoup étudié et de nombreux travaux concernent l'analyse des liaisons chimiques dans ce matériau et leur influence sur les propriétés [16] [17][18]. La Figure 25 représente un spectre caractéristique pour un film en nitrure de silicium obtenu par dépôt plasma haute fréquence. Le spectre se décompose en plusieurs bandes d'absorption :

- Bandes liées aux liaisons Si-N
- Bandes liées aux liaisons Si-H
- Bandes liées aux liaisons N-H

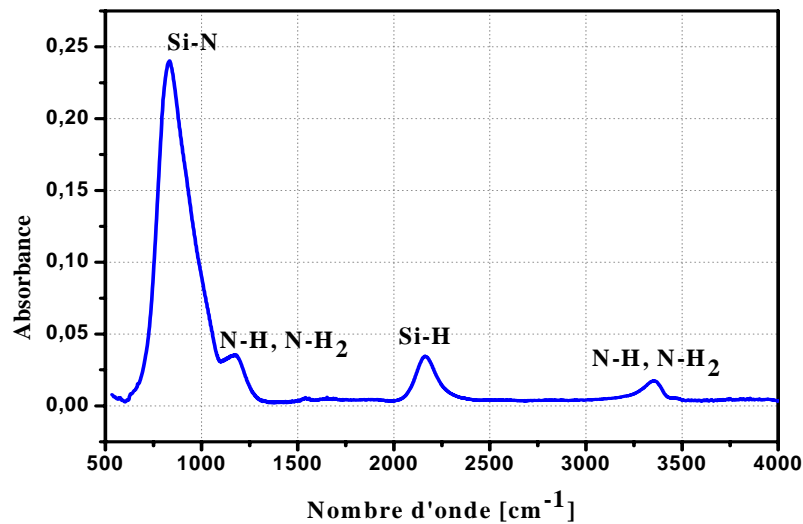


Figure 25: Exemple du spectre FTIR caractéristique d'une couche de nitrure de silicium HF

L'attribution des pics, la nature des liaisons chimiques et les fréquences auxquelles ils apparaissent sont rapportés dans le Tableau 4

Nombre d'onde cm^{-1}	Type de liaison	Type vibration	Source
665	Si-H	Rocking	[14][17]
2160	Si-H	Stretching	[17][12]
843	Si-N	Stretching	[18][16]
957	Si-N	Stretching	[19][16][13]
1180	N-H	Rocking	[19][17][12]
3340	N-H	Stretching	[16][13]

Tableau 4 : Attribution des pics de vibration des spectres FTIR du nitrure de silicium*III.1.2.3 Détermination de la densité atomique d'hydrogène*

Une méthode permettant l'évaluation de la concentration en atome d'hydrogène des films et également la concentration des liaisons Si-H et N-H a été mise au point par Lanfrand et Rand [20] et rapporte dans la thèse de Dupont [4]. Cette méthode est basée sur le bombardement des films de nitrure par un faisceau d'ions $^{15}\text{N}^{++}$. Une réaction nucléaire entre les atomes d'hydrogène et les ions d'azote a lieu, donnant naissance à des atomes d'hélium et des rayons gamma. Pour une énergie bien précise du faisceau $^{15}\text{N}^{++}$, une résonance isolée de la réaction nucléaire se produit pour laquelle le nombre de rayon gamma mesuré est proportionnel à la concentration d'atome d'hydrogène. La concentration en atome d'hydrogène pour toute l'épaisseur de l'échantillon est alors obtenue en faisant varier l'énergie du faisceau incident.

Les auteurs ont ensuite calibré par une méthode analytique les bandes d'absorptions des liaisons Si-H et N-H. Ils ont trouvé que le nombre d'atome d'hydrogène impliqué dans la liaison Si-H est proportionnel à l'aire du pic d'absorption avec un coefficient de proportionnalité égal à $1.37 \cdot 10^{17}$. Pour ce qui est de l'hydrogène impliqué dans les liaisons N-H, le coefficient de proportionnalité est 1.4 fois plus important que le précédent. Ils ont alors déduit le nombre d'atomes d'hydrogène par cm^3 dans la couche de nitrure à partir de la concentration des liaisons Si-H et N-H.

Une méthode pour calculer l'aire d'une bande d'absorption a été proposée. Si cette dernière est raisonnablement symétrique, le produit de l'absorbance et de la largeur de bande à mi-absorbance donne une bonne approximation de son aire. Ceci est illustré sur la Figure 26.

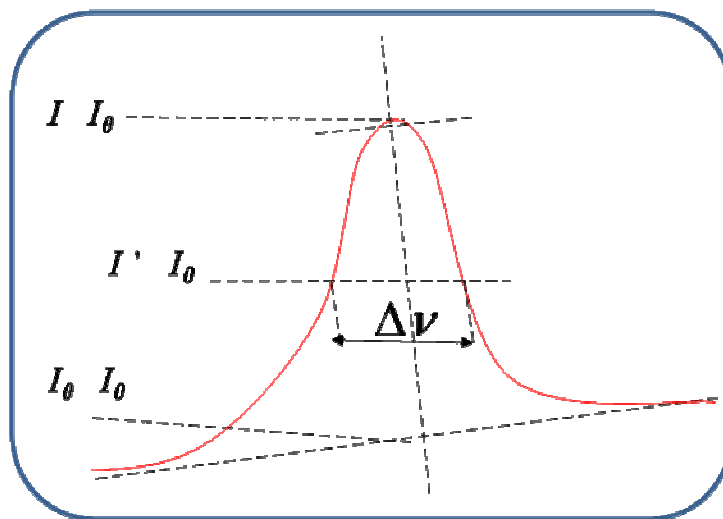


Figure 26: Illustration de la méthode utilisée pour estimer la concentration en hydrogène à partir des spectres d'absorption infrarouge

L'aire de la bande d'absorption peut être approximée par le produit $A \cdot \Delta\nu$, où A représente l'absorbance au maximum du pic et $\Delta\nu$ la largeur de bande à mi absorbance

(en cm^{-1}). L'absorbance est elle-même égale à $\text{Log } I/I_0$, où I_0 est l'intensité du faisceau incident et I l'intensité absorbée correspondant à un pic d'absorption d'un mode de vibration d'une liaison. L'aire du pic est donc approximée par le produit $\text{Log } (I/I_0) \cdot \Delta\nu$.

A partir de là nous pouvons remonter aux concentrations des liaisons Si-H et N-H et d'atome d'hydrogène H par cm^3 dans les couches en se servant de la relation :

$$N_H (\text{atome} / \text{cm}^3) = \frac{1.37 \cdot 10^{17}}{d(\text{cm})} [\text{Aire}(\text{Si-H}) + 1.4 \text{Aire}(\text{N-H})] \quad \text{Equation II-1}$$

où d est l'épaisseur du film. Cette relation suppose que l'hydrogène se trouve entièrement distribué entre les liaisons Si-H et N-H.

III.2 Etude des films SiN_x standards déposés par PECVD

Les caractérisations physico-chimiques ont été réalisées sur des couches de nitrure de silicium déposées par PECVD à 200°C , dans les trois conditions standards que nous avons appelées BF, MF et HF (Tableau 3).

Les spectres d'absorbance infrarouge relatifs aux trois dépôts standards, sont représentés sur la Figure 27. Comme attendu on observe une forte absorption vers 900cm^{-1} qui est associée au stretching antisymétrique des liaisons Si-N. Les autres bandes, d'amplitude plus faible correspondent aux principaux modes de vibration de l'atome d'hydrogène lié avec N ou Si. Les Figure 28 et Figure 29 précisent respectivement la concentration en liaison Si-H et le rapport de concentration Si-H/S-N pour les trois fréquences d'excitation du plasma utilisées. Ces données ont été extraites à partir des spectres infrarouges et de la technique décrite dans le paragraphe précédent.

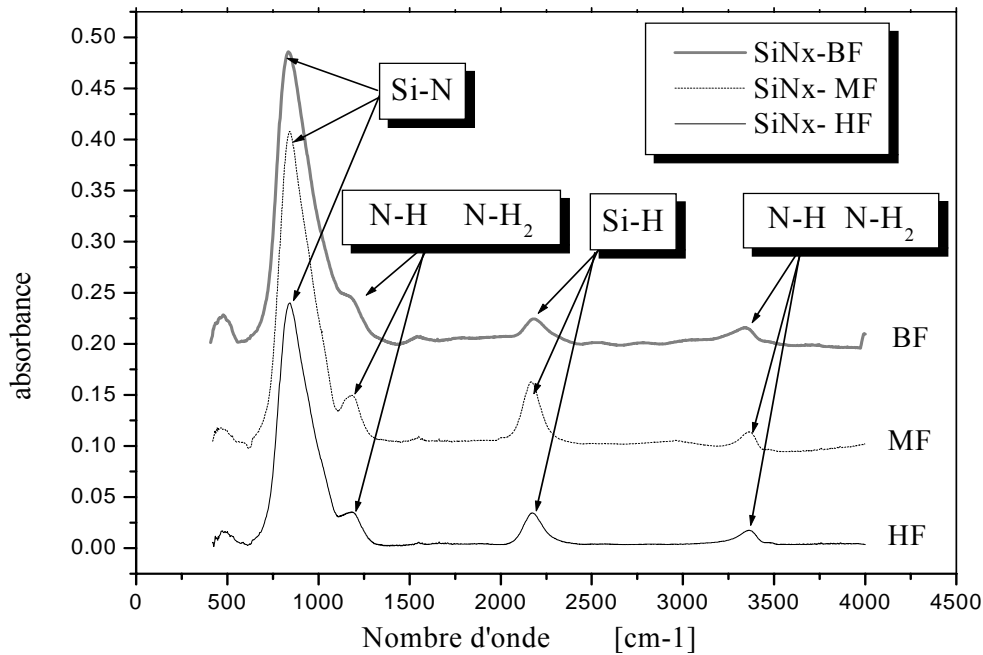


Figure 27: Spectre infrarouge d'échantillons de nitrure de silicium (BF, MF et HF)
Les spectres du MF et du BF ont été décalés en absorbance pour des raisons de lisibilité

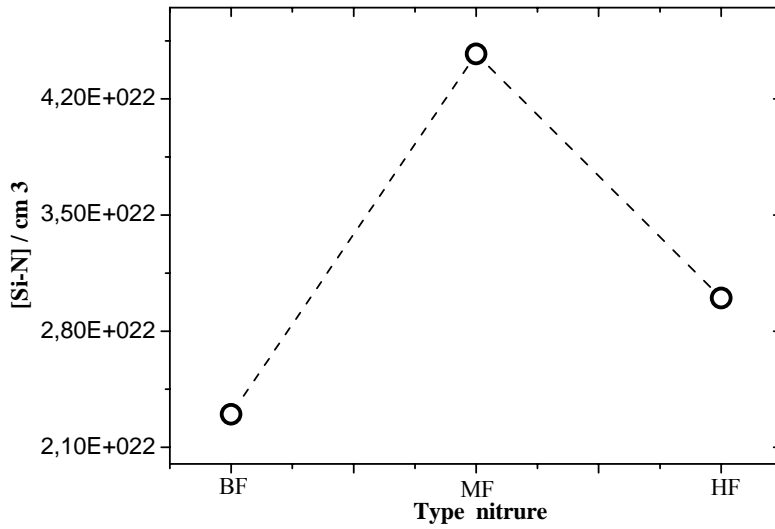


Figure 28 : Evolution de la proportion de liaisons Si-H avec la fréquence d'excitation

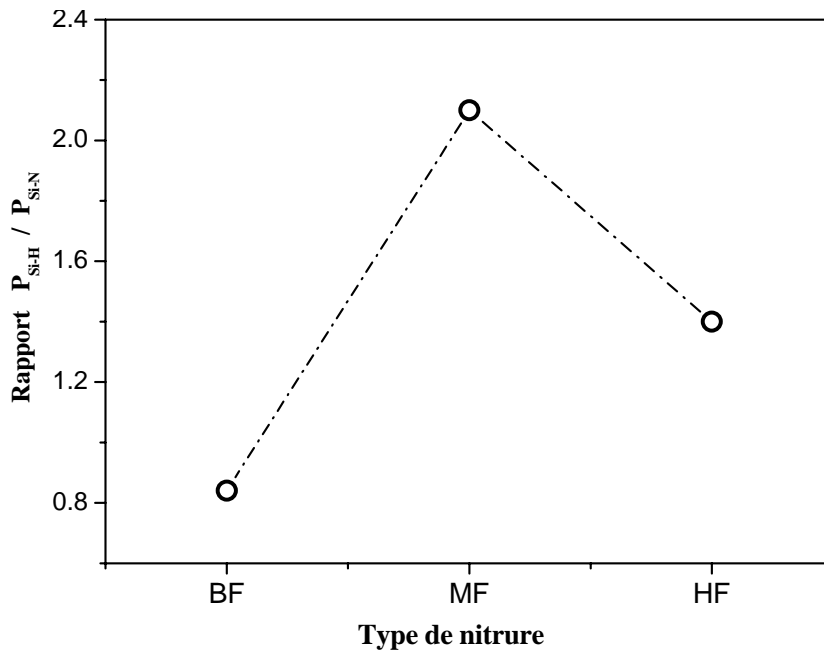


Figure 29 : Evolution du rapport d'amplitude des pics Si-H/Si-N en fonction de la fréquence d'excitation

L'allure générale de ces variations montre une plus faible incorporation des liaisons Si-H dans le nitrure de silicium BF comparé aux nitrures de silicium MF et HF. En revanche, l'incorporation des liaisons N-H est pratiquement égale dans les trois types de dépôts. Ces variations illustrent bien que la fréquence d'excitation joue un rôle majeur sur la chimie en phase plasma.

Cela pourrait être du au bombardement ionique de la surface qui est plus énergétique en basse fréquence (les ions peuvent suivre le champ électrique et sont donc accélérés par ce champ). Dans cette hypothèse on suppose que des atomes d'hydrogène sont « éjectés » par le bombardement des ions, créant une liaison pendante sur le silicium qui restera à l'état de liaison pendante (défaut ponctuel de composition) ou réagira avec un atome voisin (par exemple un atome d'azote).

Une autre hypothèse, que nous n'avons pas pu vérifier, est que la densité du plasma et la fonction de distribution en énergie des électrons (qui sont très dépendants de la fréquence d'excitation) modifient le résultat de l'interaction électron-SiH₄ et électron-NH₃. On pourrait par exemple supposer que l'interaction électron-SiH₄ implique la formation de radicaux moins hydrogénés (SiH de préférence à SiH₃ par exemple). Pour vérifier et approfondir cette voie de réflexion il aurait fallu se livrer à l'analyse du plasma lui-même, ce qui n'a pas pu être réalisé.

Plus étrange est la quantité de liaisons Si-H dans le nitrure MF par rapports aux deux autres nitrures. En effet, le nitrure MF comportant une séquence BF et une séquence HF, on pourrait s'attendre à ce que du point de vue de la densité Si-H ce procédé apparaisse comme intermédiaire entre le nitrure BF et le nitrure HF. Un élément d'explication pourrait venir des débits de NH₃ qui sont assez différents entre BF et MF puisqu'il est multiplié par un facteur 3 environ pour le MF. La dissociation de NH₃ en (NH₂ + H) par impact électronique nécessite moins d'énergie que la dissociation de SiH₄ en (SiH₃ + H) (5.6 eV contre 8eV). Ce sont les réactions de NH_x avec le silane qui sont prépondérantes (lorsque NH₃ est majoritaire) pour former des aminosilanes [H_xSi(NH)_y] qui sont les vrais précurseurs du dépôt. On pourrait donc penser qu'en augmentant le débit de NH₃ on a augmenté le taux de formation de précurseurs présentant des liaisons avec l'atome d'hydrogène. Evidement ceci reste une hypothèse qui pour être confirmée aurait du s'accompagner d'une étude de procédé.

De façon générale lorsqu'on regarde les différents paramètres (pression, débits de SiH₄ et NH₃ et puissance) on voit qu'entre les trois conditions aucun paramètre n'est constant. Sachant que dans un procédé plasma chaque paramètre joue sur les mécanismes fondamentaux de dissociation des précurseurs, il est illusoire de produire un argumentaire rigoureux sur les causes de modifications de la composition et de la structure des films entre ces trois « recettes » de dépôt. De plus pour le dépôt appelé MF, il est évident qu'un plasma de 2 secondes ne permet pas d'atteindre un régime stationnaire de production et de perte d'espèces actives. On est du point de vue de la physique dans une situation très complexe où à aucun moment du procédé, la composition du gaz est identique à ce qu'elle était l'instant d'avant. Hors, toutes les analyses de dépôt PECVD dans des mélanges SiH₄ + NH₃ sont faites en régime stationnaire.

Nous traitons par la suite des effets des principaux paramètres de dépôt sur l'incorporation des atomes d'hydrogène dans le film de nitrure. Nous pourrons alors

comparer l'évolution de la teneur en hydrogène dans les films, à la teneur lorsque l'on opère dans des conditions standard.

III.3 Effet des paramètres d'élaboration sur l'incorporation d'hydrogène

Les propriétés physiques des films minces de nitrure de silicium amorphe hydrogéné dépendent, entre autre, de leur composition chimique. Cette dernière est elle-même liée aux paramètres expérimentaux appliqués à la décharge. Les paramètres opératoires que nous avons fait varier sont le débit de silane initialement introduit dans le réacteur par rapport au débit d'ammoniac (qui reste fixe) et la puissance de décharge.

III.3.1 Influence de la puissance de décharge

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes focalisés sur le nitrure de silicium BF. Dans un premier temps nous avons conservé les conditions expérimentales précédentes (une pression de 650 mtorr, un débit de silane 35 sccm, un débit d'ammoniac de 15 sccm) et nous avons fait varier la puissance de décharge. Il faut souligner que la puissance est un paramètre de dépôt qui joue sur la cinétique de croissance des couches ainsi que sur la décomposition des molécules constituant le plasma.

La Figure 30 donne un aperçu des spectres d'absorption infrarouge enregistrés pour différents échantillons obtenus en augmentant la densité de puissance. D'une façon générale l'augmentation de la puissance dans la chambre fait diminuer le taux de liaison Si-H accompagnée d'une diminution du taux des liaisons Si-N dans les couches conformément aux observations faites dans la littérature [19] [20] [21]. En revanche, on observe une quasi-stabilisation dans le taux des liaisons N-H et NH₂. L'augmentation de puissance conduit à une augmentation de la densité électronique du plasma, au déplacement de la fonction de distribution en énergie des électrons vers les fortes énergies et à l'augmentation de l'énergie du bombardement ionique. Il n'est pas possible sans analyses approfondies du plasma de dire lequel de ces facteurs est dominant mais ils concourent tous au même résultat. L'interaction SiH₄-électron va donner des radicaux moins hydrogénés et le bombardement ionique va être plus efficace dans l'ablation d'hydrogène à la surface.

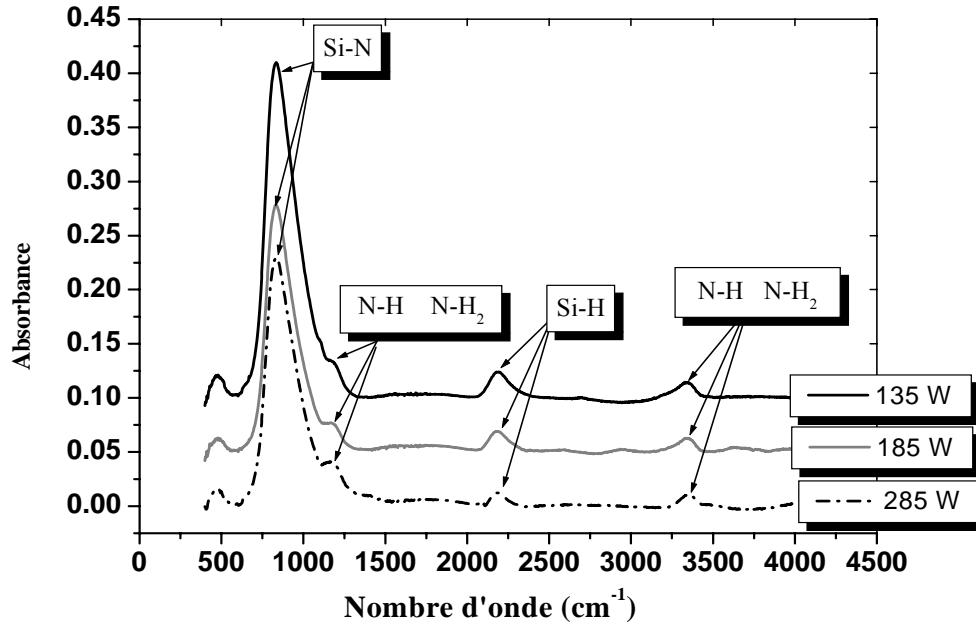


Figure 30: Evolution du spectre d'absorption infrarouge du $\text{SiN}_x\text{-BF}$ avec la puissance de décharge (Les spectres ont été décalés en absorbance pour des raisons de lisibilité)

III.3.2 Influence du débit du Silane

Nous avons fait varier le débit de silane dans le réacteur de dépôt dans une plage comprise entre 10 sccm et 50 sccm pour un dépôt de nitrure à basse fréquence. Les autres paramètres sont maintenus constants aux niveaux décrits dans le paragraphe précédent.

La Figure 31 montre que, dans la gamme des débits explorée, un effet important sur les pics de Si-H et Si-N est observé. Cet effet paraît logique car on introduit dans le réacteur davantage de molécules SiH_4 par unité de temps. L'augmentation du nombre d'atomes de Si entraîne logiquement une augmentation de la densité de liaisons Si-H et Si-N. Les seules raisons pour lesquelles il pourrait ne pas en être ainsi sont que tout le surplus d'atome de Si introduits se lie à d'autres atomes de Si (puisque les liaisons Si-Si n'apparaissent pas en spectroscopie IR) ou bien que tous les atomes de Si introduits en plus soient pompés avant d'avoir réagi. Ces deux hypothèses semblent assez irréalistes. Par contre, nous avons remarqué que le nombre de liaisons N-H reste à peu près constant ce qui signifie que la variation du débit de Silane n'entraîne pas de modifications de la décomposition de NH_3 dans le plasma.

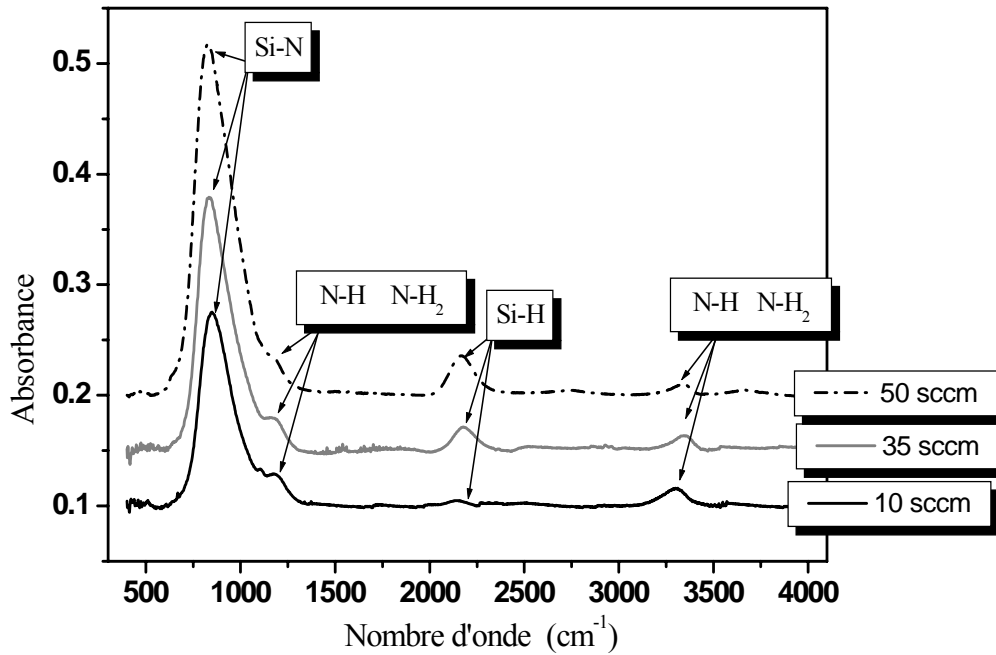


Figure 31 : Evolution du spectre d'absorption infrarouge du $\text{SiN}_x\text{-BF}$ avec le débit de silane

IV. Etude de la stœchiométrie

L'analyse physico chimique au moyen de la spectroscopie d'absorption infra rouge, apporte un grand nombre d'informations sur la nature et, à un degré moindre, le nombre des liaisons chimiques présentes dans la couche SiN_x . Toutefois cette analyse laisse quelques ambiguïtés sur la composition atomique des différents films déposés. La présence de l'azote dans les dépôts n'est en effet appréciée qu'au travers de l'amplitude des liaisons chimiques qui sont actives en infra rouge ce qui laisse subsister une marge d'erreur importante. De même on peut craindre une diffusion de l'or des électrodes dans le film diélectrique que ne sera pas détecter la spectroscopie IR.

Nous avons donc procédé à des mesures par RBS (Rutherford Back Scattering) qui sont susceptibles de fournir une bonne estimation de la répartition de certains atomes (N, Au, Si) dans l'épaisseur de la couche. Les mesures ont été réalisées au centre d'étude Nucléaire de Gradignan à Bordeaux CENBG, par la Société Arcane.

IV.1 Spectroscopie de Rétrodiffusion Rutherford

IV.1.1 Principe

Le principe de la méthode repose sur l'étude de la diffusion élastique d'un flux d'ions incidents de haute énergie (de masse M_1 de numéro atomique Z_0 et d'énergie E_0) par les atomes d'une cible au repos (de masse M_2 et du numéro atomique Z_2) (Figure 32).

Les échantillons sont placés dans une chambre d'analyse sous vide (2×10^{-6} torrs). La zone à étudier se trouve face au faisceau de particules incidentes. Ces dernières sont constituées par un flux d'ions He^+ (énergie égale à 2 MeV) délivré par l'accélérateur

électrostatique de type Van De Graaff du CENBG. Le courant incident est de 10 nA pour une surface d'analyse de quelques mm². Les particules rétro-diffusées par les noyaux des atomes cibles sont détectées à 155° de la direction initiale [24].

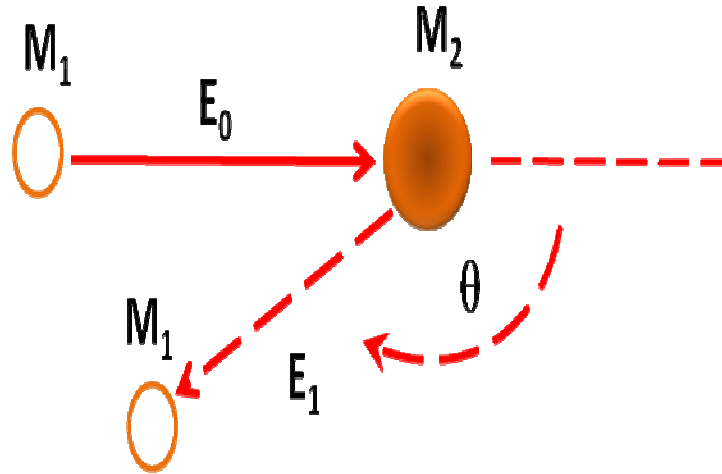


Figure 32 : Schéma de principe des mesures RBS

IV.1.2 Analyse des spectres RBS

La chaîne d'acquisition classe en énergie les particules reçues en les affectant à des canaux dont chacun représente une petite plage d'énergie. En ordonnée est porté le nombre de ces particules vues par le détecteur qui représentera la concentration de l'élément détecté à une profondeur donnée. En abscisse est portée l'énergie des particules détectées après rétro-diffusion. Celle-ci dépend de la nature de l'atome cible et de la situation de cet atome par rapport à la surface.

Ainsi plus un atome cible donné sera situé profond et plus l'énergie de la particule rétro-diffusée sera faible puisque une perte d'énergie sera la conséquence du trajet entre le lieu de la collision et la surface de l'échantillon. Ainsi apparaîtra sur le spectre la réponse des constituants principaux de l'échantillon. Dans le cas d'un matériau massif (c'est pour nous le cas du substrat sur lequel les couches sont déposées) la réponse apparaîtra sous la forme d'un plateau car la plage d'énergie des particules rétro-diffusées s'étendra entre l'énergie maximum correspondant à la surface du substrat et diminuera au fur et à mesure que les atomes cibles seront éloignés de la surface. Dans le cas d'une couche très mince, la réponse apparaîtra comme un pic dont la largeur correspondra à celle de la couche.

Chacun des paliers ou pics pourra être attribué à un type d'atome cible (N, Au ou Si par exemple). L'amplitude à une énergie donnée pourra être convertie en une concentration d'un type d'atome à une profondeur donnée.

Rappelons que l'objectif de cette étude est double : d'une part la détermination de la stœchiométrie du dépôt de SiNx et d'autre part l'observation d'un éventuel phénomène de diffusion de l'or dans le SiNx. Une limitation importante de cette méthode de mesure concerne la masse des éléments qu'il est possible de détecter. En effet la réponse des éléments légers comme l'hydrogène est complètement masquée par la réponse des atomes plus lourds du substrat.

La Figure 33 montre un exemple de spectre enregistré sur un échantillon de SiNx déposé sur silicium. On observe en partant des hautes énergies (la partie droite du spectre), la réponse du silicium de la couche puis celle du substrat. A celle-ci se superpose enfin la réponse de l'azote du film de SiNx. Le rapport de stœchiométrie élémentaire dans le dépôt sera obtenu à l'aide du rapport des surfaces de la réponse de chacun des deux constituants. La quantité totale de matière présente (c a d l'épaisseur absolue de la couche) sera obtenue à partir de cette composition et la largeur des pics de Si ou N. On pourra par ailleurs accéder au nombre d'atome par unité de volume dans la couche si une autre mesure directe nous donne l'épaisseur dimensionnelle du film mince à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Nombre d'atome [cm}^{-3}\text{]} = \frac{\text{Concentration [at/cm}^2\text{]}}{e[\text{cm}]} \quad \text{Equation II - 2}$$

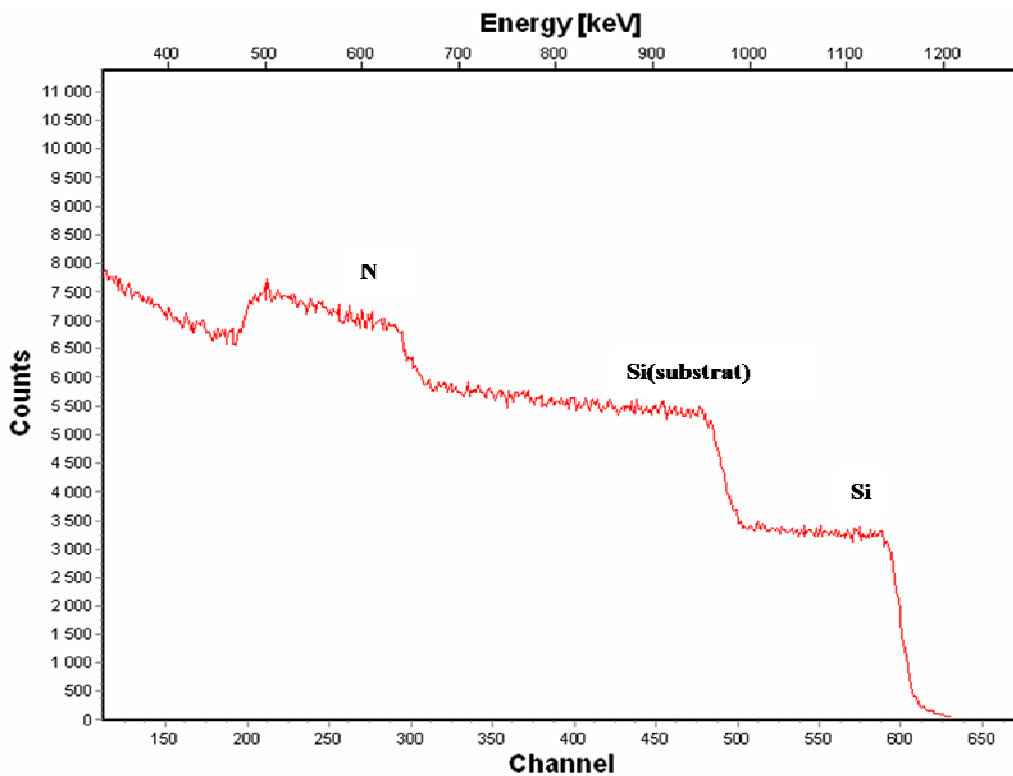


Figure 33 : Exemple d'un spectre RBS enregistré sur un échantillon de SiNx déposé sur Si

IV.2 Etude des films SiNx standards déposés par PECVD

Dans cette partie, nous nous sommes focalisés essentiellement sur les dépôts standards. Dans ce cadre nous abordons la question de la stœchiométrie des films, par le calcul des concentrations atomiques d'azote et de silicium. Ces informations quantitatives permettent de mieux comprendre les évolutions observées sur les spectres d'absorption infra rouge et de répondre à certaines interrogations. Les résultats RBS sont regroupés dans le Tableau 5 et exprimés en pourcentage d'atomes d'un type donné détectés (N, Si). Dans ce calcul on fait l'hypothèse que le film ne comporte que des atomes de Si et de N.

Signalons que la technique RBS constitue une analyse de volume et par conséquent les valeurs annoncées seront significatives de la totalité du dépôt. L'analyse RBS ne permettant pas de détecter les atomes d'hydrogène, les pourcentages indiqués sont donc uniquement liés au rapport N/Si.

	% Si \pm 0.5	% N \pm 0.5	% N/Si \pm 0.02	N/Si Théorique	Epaisseur SiNx [Å]
SiNx-HF	48.9	51.1	1.04	1.33	2280
SiNx-MF	50.4	49.6	0.98	1.33	1800
SiNx-BF	56.0	44.0	0.79	1.33	2280

Tableau 5: Pourcentages et rapports atomiques des différents films de SiNx sur Si

Le nitrure de silicium stœchiométrique ($x=N/Si=1.33$) révèle de très bonnes propriétés électriques comme il a été rapporté par différents auteurs [25] [26]. La dégradation des ces propriétés étant due à l'incorporation des atomes d'hydrogène, d'où la modification du rapport N/Si.

Les données du Tableau 5 indiquent que les films sont toujours sous stœchiométriques en azote. Cette constatation n'est pas très surprenante car les films de nitrure de silicium proche de la stœchiométrie ont été obtenus en PECVD dans des conditions où le débit de NH_3 était très largement supérieur au débit de SiH_4 qui ne représentait que quelques % du débit total. L'ampleur de cette sous stœchiométrie présente une forte dépendance avec les paramètres d'élaboration.

En effet, dans le cas de nitrure de silicium BF le rapport N/Si est faible. Ceci est cohérent avec le fait que c'est en BF que le débit de NH_3 est environ trois fois plus faible qu'en MF ou HF. Nous avons constaté par ailleurs en analyse FTIR que l'amplitude du pic Si-H était la plus faible en BF. Ceci est cohérent avec une forte présence de liaisons pendantes sur les atomes de Si ou bien sur la formation de liaisons Si-Si. En effet il n'y a pas assez d'atomes d'azote liés au Si et les liaisons pendantes ne sont pas complètement saturées par des liaisons avec des atomes d'hydrogène. On a donc un matériau présentant des défauts qui impactent fortement ses propriétés électroniques. A l'opposé les nitrures de silicium MF et HF ont une teneur en azote plus élevée (le rapport N/Si a tendance à ce rapprocher de 1) et on a détecté par FTIR une amplitude de l'absorption des liaisons Si-H plus importante. Les atomes de Si ont beaucoup plus de chance de voir

leurs liaisons saturées soit par N soit par H et donc le nombre de liaisons pendantes va diminuer. Dans le cas de ces deux films on peut s'attendre à des propriétés électroniques différentes.

Comme tous les paramètres de dépôt varient en même temps d'un nitrure à l'autre, il est impossible de faire une analyse plus précise des raisons de la variation du rapport N/Si entre les trois types de nitrure. Comme pour les spectres IR il faudra donc, pour établir une corrélation avec les performances électriques, se contenter du résultat brut donné par l'analyse de la stœchiométrie.

IV.3 Etude de la diffusion de l'or dans les dépôts SiNx standards déposés par PECVD

L'analyse RBS doit aussi nous permettre de trancher la question d'une éventuelle diffusion des atomes d'or constituant l'électrode dans le film de nitrure de Si. C'est une question importante car si on montrait qu'une telle diffusion existe il est évident que les propriétés électriques s'en trouveraient modifiées et qu'en plus on aurait probablement une instabilité dans le temps. La structure, dont le schéma est donné sur la Figure 34, a servi de véhicule de test.

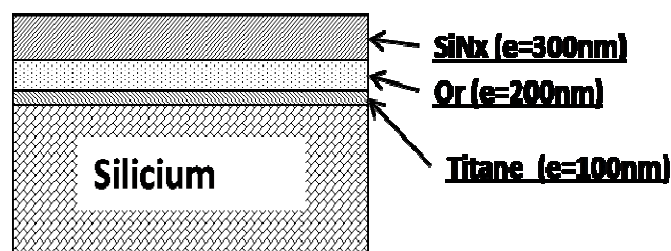


Figure 34 : Structure de test pour l'étude de la diffusion de l'or dans le SiNx

La Figure 35 montre le spectre RBS de cette structure. Aux hautes énergies on trouve la réponse de l'or. En allant vers les énergies plus faibles on trouve ensuite le plateau du silicium de la couche auquel se superpose le pic de titane. Enfin, et compte tenu des épaisseurs en jeu, les réponses du silicium du substrat et celle de l'azote sortiront à des canaux voisins pour former un seul palier. Ce dernier phénomène nous empêchera de déterminer avec précision la stœchiométrie de SiNx. Mais l'information recherchée sur un éventuel phénomène de diffusion de l'or dans SiNx sera obtenue par l'observation du front à haute énergie de l'or autour du canal 850. Ce canal est par ailleurs variable et dépend de l'épaisseur du film de SiNx en surface.

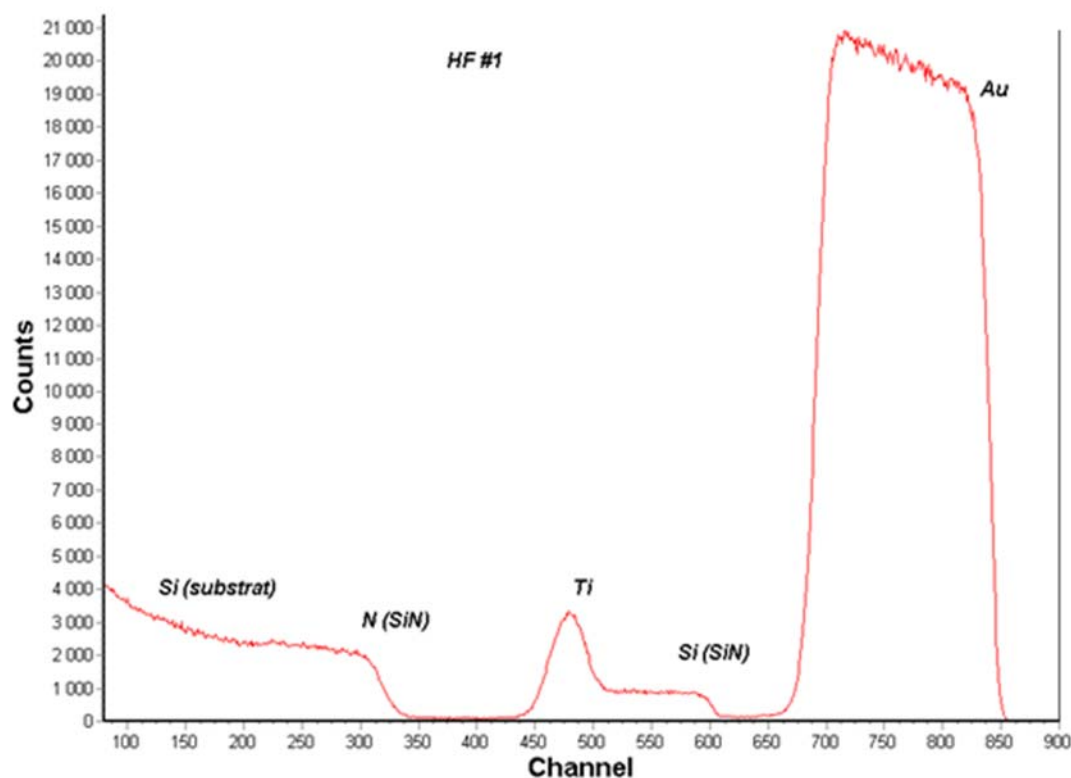


Figure 35 : Spectre RBS d'un film de SiN_x déposé sur une fine couche de Ti/Au

La quantification des constituants s'est effectuée à l'aide du logiciel SIMNRA, afin d'ajuster la hauteur expérimentale de la réponse de chaque constituant à leurs réponses théoriques. Ces simulations permettent de trouver les épaisseurs de trois couches à partir des densités théoriques des matériaux massifs et en faisant l'hypothèse de la stœchiométrie SiN_x obtenue sur les dépôts précédents.

Pour ce qui est de la couche d'or plus spécifiquement, l'interface avec le film de SiN_x s'observe sur la droite du pic dont le front de montée traduit la qualité de cette interface. Sur les 3 couches on observe qu'elle est très proche de ce qui est prédit par la théorie, ce qui ne traduit donc pas une inter-diffusion marquée entre les deux couches.

Echantillon	Épaisseur SiN (nm) (± 20)	Épaisseur Au (nm) (± 2)	Épaisseur Ti (nm) (± 5)
SiN _x -HF	419	195	81
SiN _x -MF	328	195	80
SiN _x -BF	450	195	83

Tableau 6: Résultats de simulation SIMNRA, des épaisseurs des différentes couches de la structure analysée

Les Figure 36 à Figure 38 comparent les spectres expérimentaux et les spectres calculés pour les trois nitrures étudiés. On voit que si l'accord est quasiment parfait pour le film HF, l'amplitude du signal de l'or sur les deux autres spectres est plus faible que celle attendue. Cela signifie que l'élément (Au) est associé à un autre constituant dans le film, et que cette composition varie de l'interface vers le volume. Mais il n'est pas possible de déterminer avec certitude à quel élément est associé l'or.

Ainsi, même si nous ne sommes pas vraiment en présence d'un phénomène d'interface mal définie entre les films de SiN_x et d'Au, les spectres des deux références MF et BF, mettent en évidence une composition du dépôt différente du film HF. Il faut remarquer que les films BF et MF pour lesquels on observe une couche d'or non « pure » sont ceux dont tout ou partie du procédé de dépôt implique une fréquence d'excitation du plasma de 380 kHz. Or à ces fréquences certains ions du plasma suivent le champ appliqué et viennent bombarder la couche d'or avec suffisamment d'énergie (plus de 100 eV sont dans le domaine du possible) pour s'implanter dans la couche d'or. Il n'y a donc pas de diffusion d'or dans le film de nitrure mais une possible altération de la couche d'Au par des ions du plasma. L'écart semble d'ailleurs un peu plus important pour les couches BF pour lesquelles uniquement la fréquence de 380 kHz est utilisée que pour les couches MF où cette fréquence n'est utilisée que pendant une partie du procédé.

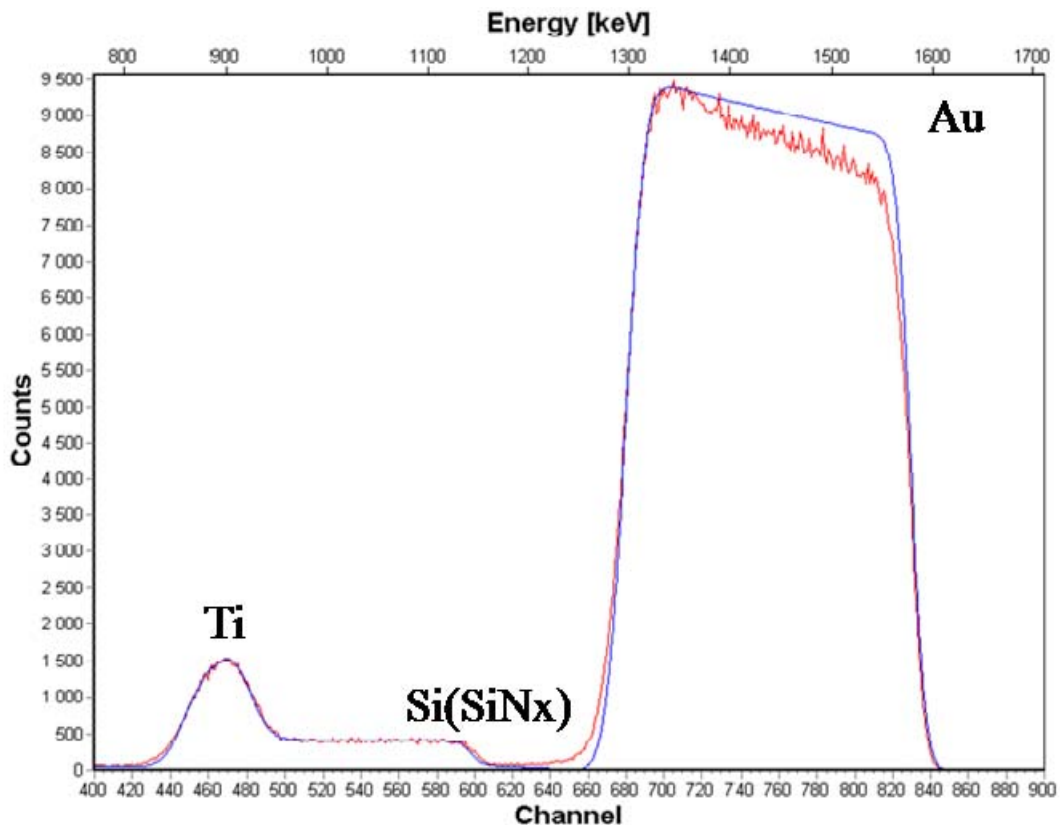


Figure 36 : Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiN_x-BF déposé sur Si et sur Ti-Au

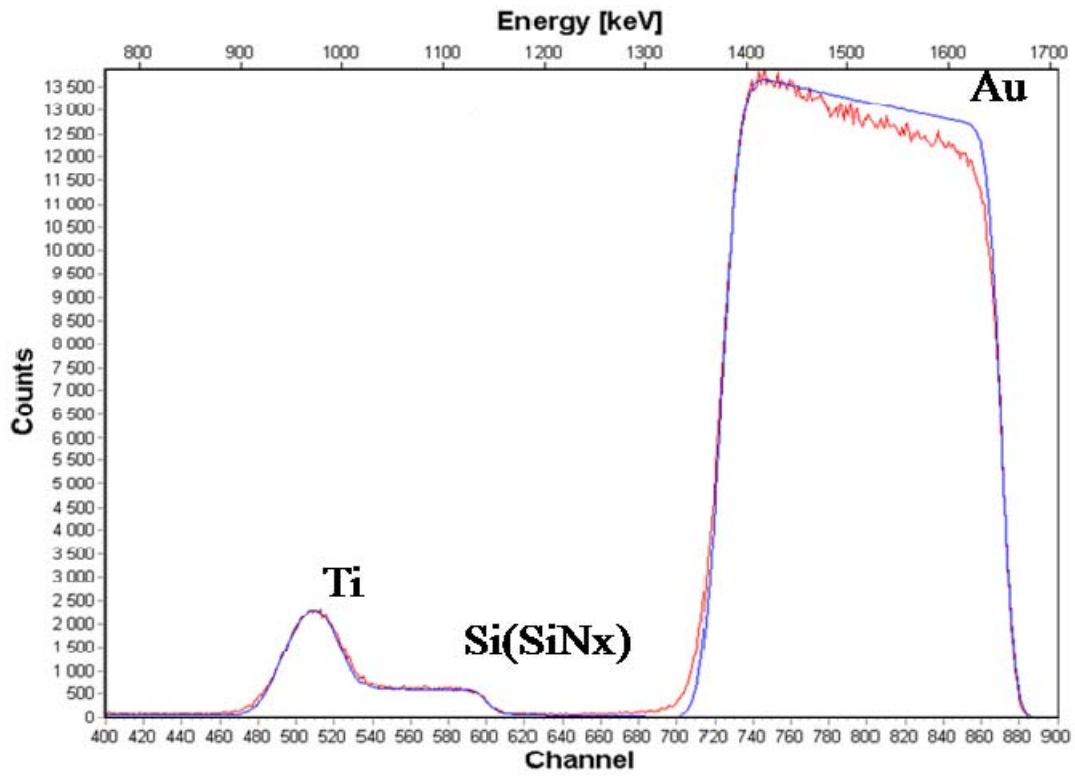


Figure 37: Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiNx-MF déposé sur Si et sur Ti-Au

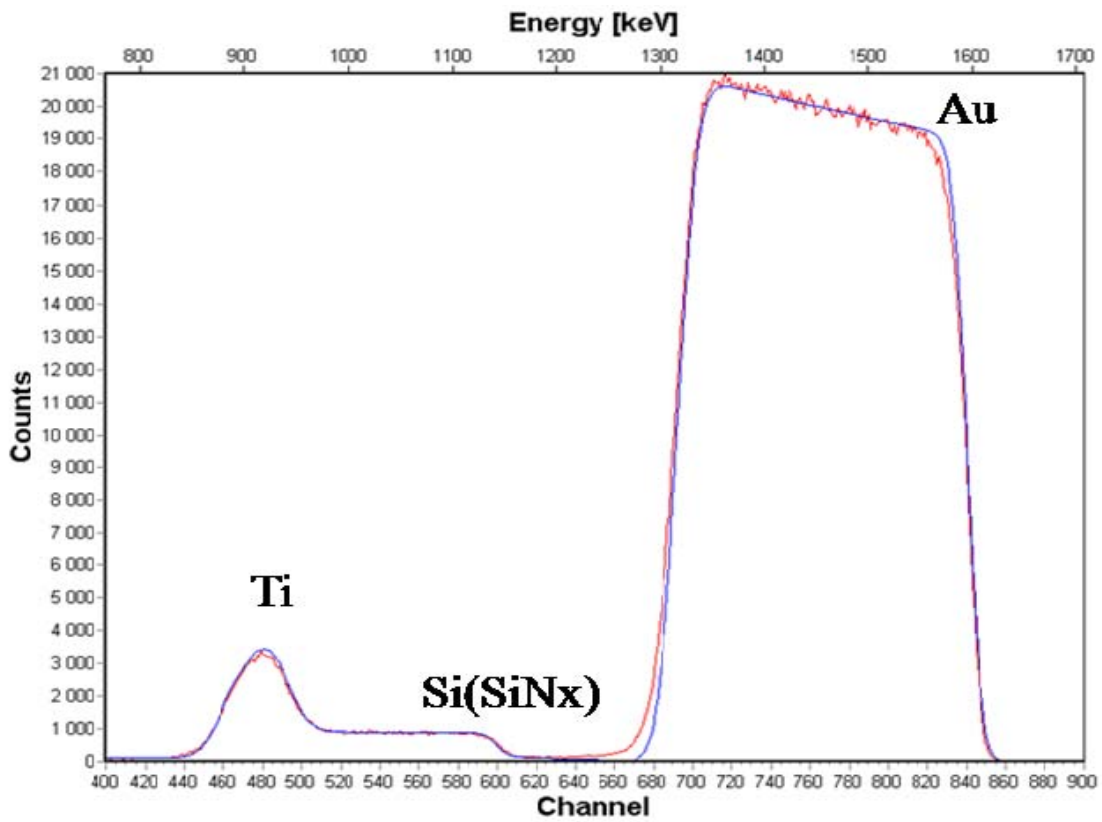


Figure 38: Comparaison des spectres RBS enregistrés sur du SiNx-HF déposé sur Si et sur Ti-Au

V. Rugosité du nitrure de silicium

Nous avons caractérisé la rugosité des trois types de nitrure de silicium de 300nm d'épaisseur à l'aide d'un AFM sur des surfaces de $1\mu\text{m}^2$.

La caractérisation a d'abord été effectuée pour des films de nitrure déposés sur silicium. Un exemple de topographie obtenue est présenté sur la Figure 39. La Figure 40 précise les profils 2D issus de la Figure 39. On peut noter que la taille des grains et la rugosité sont nettement plus importantes pour le SiNx-BF. Ceci peut s'expliquer par la fréquence de plasma utilisée pour ce dépôt. En effet à basse fréquence les ions présents dans la décharge peuvent suivre le champ électrique appliqué et bombardent le film en formation avec suffisamment d'énergie pour occasionner de la gravure par pulvérisation ou de la désorption assistée par bombardement ionique.

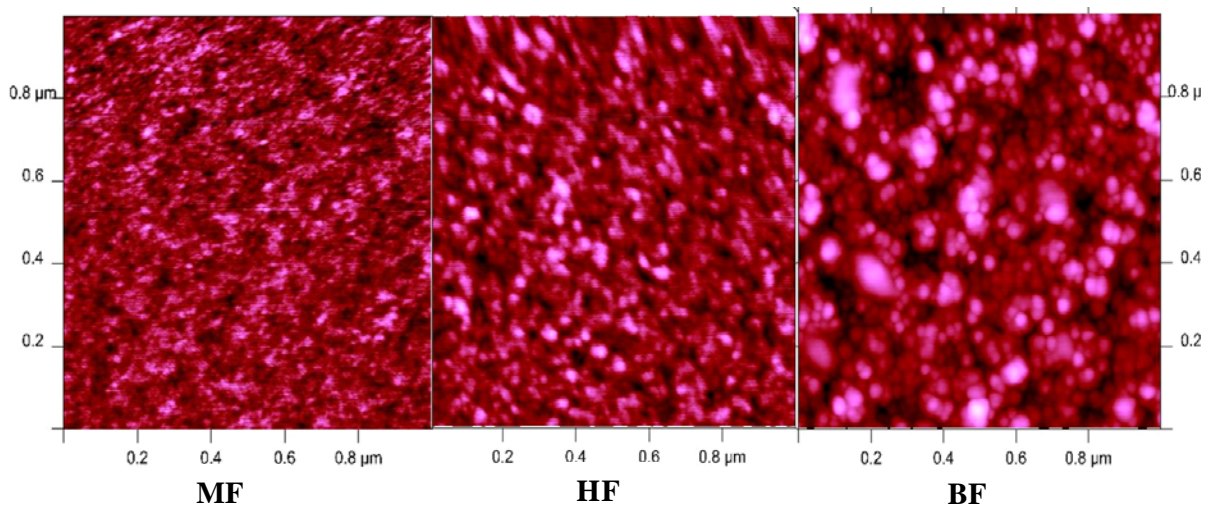


Figure 39 : *Topographie des trois types de SiNx déposés sur silicium*

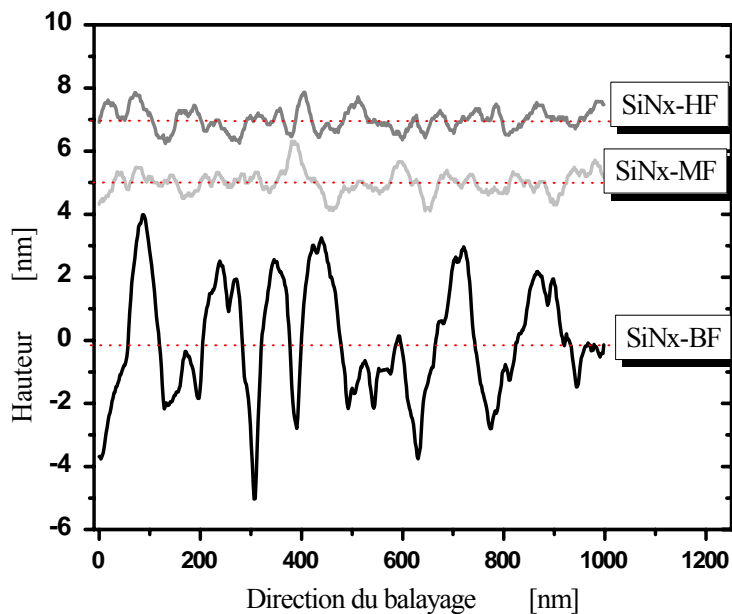


Figure 40 : *Profils topographiques des trois types de SiNx déposés sur silicium*

Les structures de tests utilisées dans les chapitres suivants sont également obtenues avec du nitrure de silicium déposé sur une couche de Ti/Au de 100nm/500nm d'épaisseur. Un exemple de topographies obtenues sur ce type de substrat est présenté sur la Figure 41. On peut noter que la rugosité des trois types de nitrure est comparable. Ceci est liée à la rugosité de la couche de Ti/Au qui est plus importante que celle du silicium et qui détermine la rugosité des couches de SiNx déposées (Figure 42)[27].

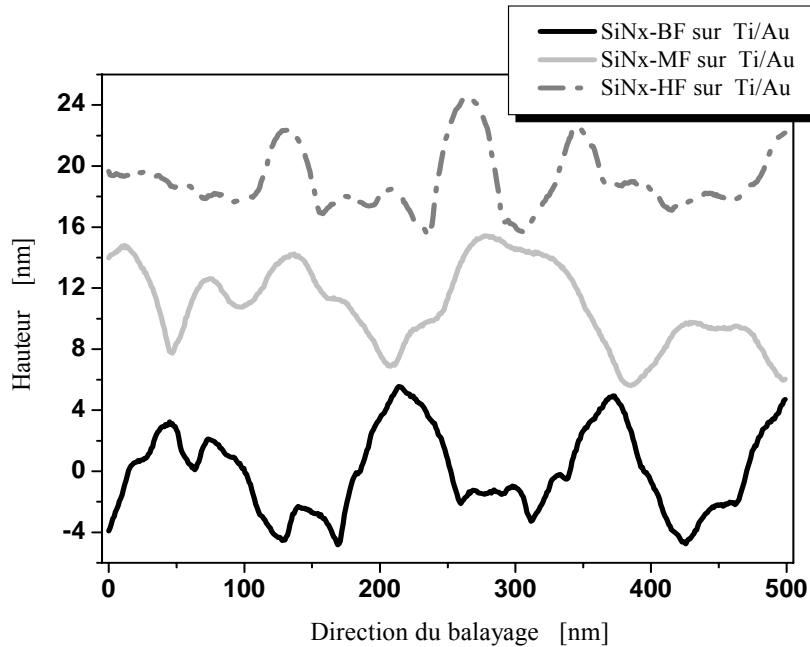


Figure 41 : *Profils topographiques des trois types de SiNx déposés sur Ti/Au*

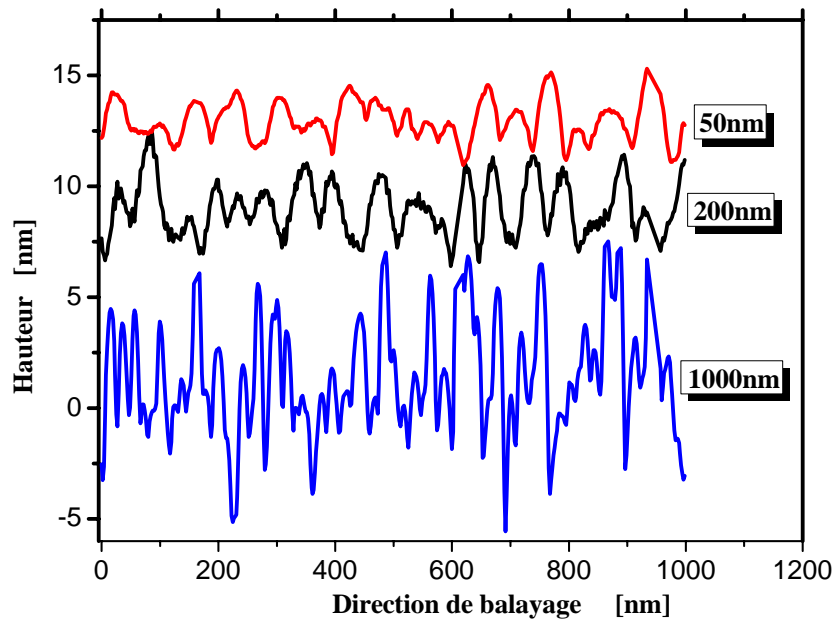


Figure 42 : *Topographies des couches de Ti/Au*

Le Tableau 7 récapitule les rugosités moyennes obtenues pour les trois nitrures de silicium déposés sur silicium et sur Ti-Au.

Pour des dépôts sur silicium, le SiNx-MF présente la plus faible rugosité (0.3nm environ), alors que SiNx-BF présente la plus forte rugosité (1.7nm environ).

Les rugosités des dépôts de SiNx sur Ti-Au sont comparables et proches de 2.2nm. Cette rugosité est liée à la rugosité de la couche de Ti-Au qui est voisine de 1.8nm.

	SiNx-BF	SiNx-HF	SiNx-MF	Ti-Au
Sur Si	1.65	0.38	0.28	1.79
Sur Ti-Au	2.12	2.32	2.19	-

Tableau 7 : *Bilan des rugosités moyennes (en nm)*

Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'obtenir des informations sur les caractéristiques physico-chimiques des différents dépôts de nitrure de silicium utilisés dans les structures de tests qui seront présentées dans les chapitres III et IV. En effet pour mieux comprendre l'origine des différences de comportements électriques de ces structures il est nécessaire de connaître les paramètres physico-chimiques de ces couches.

Nous avons dans un premier temps rappelé brièvement le dispositif expérimental que nous avons utilisé, pour assurer à la fois le contrôle et l'ajustement des paramètres du dépôt de nitrure de silicium. Après une description sommaire des processus physiques intervenant dans les procédés de dépôt par PECVD, nous avons rappelé quelques notions de base concernant le nitrure de silicium, sa structure atomique et électronique. Nous avons abordé de même l'identification des défauts.

La deuxième partie de ce chapitre était consacrée aux caractérisations des liaisons chimiques des différents nitrures de silicium utilisés par spectroscopie infra rouge. Nous avons montré que le SiN_x-BF présentait la plus faible concentration de liaisons Si-H. Ceci peut s'expliquer par le bombardement ionique de la surface qui est plus énergétique à basse fréquence. A l'opposé le SiN_x-MF possède le plus grand nombre de liaisons Si-H (2 fois plus que le SiN_x-BF).

L'augmentation de la puissance de plasma a pour effet de diminuer le taux de liaisons Si-H dans le nitrure alors que l'augmentation du débit de silane a pour effet d'augmenter le taux de liaisons Si-H.

La troisième partie de ce chapitre était consacrée à la détermination de la stœchiométrie des dépôts de nitrure par RBS (Spectroscopie de Rétrodiffusion de Rutherford). Nous avons montré que les films de SiN_x obtenus étaient toujours sous stœchiométriques, le SiN_x-BF ayant le rapport N/Si le plus faible. Ceci indique que, les variations observées entre les différents dépôts de SiN_x ne sont pas dues à un réarrangement structural différent mais plutôt à un changement de la composition.

Nous avons également pu montrer que les dépôts de nitrure élaborés sur une couche d'or ne présentaient pas d'atomes d'or dans le volume de la couche. L'or ne diffuse donc pas dans le nitrure lors du dépôt qui se déroule à 200°C.

La caractérisation de la rugosité des différents films de SiN_x a été présentée dans la dernière partie de ce chapitre. Nous avons montré que les dépôts sur silicium de SiN_x-MF présentaient la rugosité la plus faible. Par contre les différents dépôts de SiN_x sur une couche d'or ont tous une rugosité comparable.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .II

- [1] Y. RAIZER, « Gaz discharge physics » édité par J. Allen, 1991.
- [2] LICHENBERG A.J., « Principals of plasma discharge and materials processing », édité par John Wiley and sons, 1994.
- [3] A. Dollet., « vers une modélisation multi échelle des opérations de dépôt chimique par voie gazeuse » thèse de doctorat, UPS Toulouse (1993).
- [4] G. Dupont « dépôt de nitrure de silicium assisté par plasma : étude des propriétés structurales du matériau et corrélations avec ses propriétés électriques » thèse de doctorat, UPS Toulouse (1996).
- [5] Jason Knowles Holt « Hot-Wire Chemical Vapor Deposition of Silicon and Silicon Nitride for Photovoltaics:Experiments, Simulations, and Applications » these de doctorat California Institute of Technology 2003.
- [6] D. Smith, "Controlling the plasma chemistry of silicon nitride and oxide deposition from silane" J. Vac. Sci. Technol. A Volume 11, Issue 4, pp. 1843-1850 (July 1993).
- [7] M. BENSOUDA « Propriétés physicochimique et électriques du nitrure de silicium hydrogéné préparé par décomposition plasma » thèse de doctorat, université Joseph Fourier (1989).
- [8] D. R. Lamb « Electrical conduction Mechanisms in thin insulating films » General Editor B.L WOSNOP.
- [9] A. Morimoto, Y. Tsujimura, M. Kumeda and T. Shimizu « Properties of hydrogenated amorphous S-N prepared by various methods » Japanese journal of applied physics Vol. 24, No. 11, november, 1985, pp. 1394-1398.
- [10] S. Hasegawa, M. Matuura and Kurata « Amorphous SiN :H dielectrics with low density of defects » Appl. Phys. Lett. 49(19), 10 november 1986.
- [11] A. J. Lowe, M. J. Powell and S. R. Elliott « The electronic properties of plasma-deposited films of hydrogenated amorphous SiNx(0<x<1.2) » J. Appl. Phys. 59 (4), February 1986.
- [12] V. Verlaan,* C. H. M. van der Werf, W. M. Arnoldbik, H. D. Goldbach, and R. E. I. Schropp « Unambiguous determination of Fourier-transform infrared spectroscopy proportionality factors: The case of silicon nitride » PHYSICAL REVIEW B 73, 195333. 2006
- [13] G. BUSCA ; V. LORENZELLI. ;G. PORCILE ; M.BARATON ; P.QUINTAR. ; R. MARCHAND « FT-IR study of the surface properties of silicon nitride » Materials chemistry and physics 1986, vol. 14, no2, pp. 123-140.
- [14] R.T Conley, Allyn and Bacon, « Infrared spectroscopy » Boston, MA (1966)
- [15] Karine AUMAILLE « Etude comparative des procédés de dépôt par plasma d'organosiliciés: TEOS, HMDSO et HMDSN » thèse de doctorat, Université de Nantes (2000).

- [16] J. J. Mei, H. Chen, and W. Z. Shena « Optical properties and local bonding configurations of hydrogenated amorphous silicon nitride thin films » JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 100, 073516_2006_
- [17] Yuichi Masaki, Roderick A. G. Gibson, and Peter G. LeComber « Structural and electrical properties of SiN_x:H films » J. Appl. Phys. 73 (10), 15 May 1993.
- [18] D. V. Tsu, G. Lucovsky and M. J. Mantini « Local atomic structure in thin films of silicon nitride and silicon diimide produced by remote plasma enhanced chemical vapor deposition » Physical review B volume 33, Number 10 May 1986.
- [19] G. N. Parsons, J. H. Souk, and J. Batey « Low hydrogen content stoichiometric silicon nitride films deposited by plasma-enhanced chemical vapor deposition » J. Appl. Phys. 70 (3), 1 August 1991.
- [20] A. Masuda, Ken-ichi Itoh, K. Matsuda, Y. Yonezawa, M. Kumeda, and T. Shimizu "Nitrogen-doping effects on electrical, optical, and structural properties in hydrogenated amorphous silicon" J. Appl. Phys. 81 (10), 15 May 1997.
- [21] S. Jeannot « Développement de matériaux déposés par PECVD pour les interconnexions optiques dans les circuits intégrés par une approche back-end » thèse de doctorat. L'institut national des sciences appliquées Lyon (2006)
- [22] S. Ponce-Alcantara, C. del Canizo, J. Hofstetter and A. Lucque « The effect of rf and MW power on the SiN_x films grown by PECVD » IEEE 2007.
- [23] M. Lamhamdi. P. Pons. L. Boudou. J. Guastavino. Y. Segui. R. Plana. « Correlation between Chemical and Electrical Properties of SiN_x Deposited by PECVD. Impact on RF MEMS devices » IEEE International Conference in Solid Dielectrics, 2007. ICSD '07. on 8-13 July 2007. pp 643-646.
- [24] H. GUEGAN « Les analyses nucléaires, application à la passivation des composantes III.V » thèse de doctorat, UPS Toulouse (1996).
- [25] M. Vila, E. Román, and C. Prieto « Electrical conduction mechanism in silicon nitride and oxy-nitride-sputtered thin films » JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 97, 2005.
- [26] H. Mackel and R. Lüdemann, « Detailed study of the composition of hydrogenated SiN_x layers for high-quality silicon surface passivation » J. Appl. Phys., Vol. 92, No. 5, 1 September 2002.
- [27] N. Gaillard « Etude des propriétés morphologique, électrique et chimiques de l'interface Métal-Isolant-Métal et de leur impact sur les performances de la capacité TiN/Ta₂O₅/TiN » thèse de doctorat, université Joseph Fourier (2006).

**CHAPITRE III: CARACTERISATION ELECTRIQUE
D'UNE STRUCTURE MIM**

I. Introduction

La structure choisie dans ce chapitre pour l'étude des propriétés électriques du nitrure de silicium est un empilement Métal/Isolant/Métal, appelé « capacité MIM ». Cette structure de test élémentaire, dérivée du composant réel, est équivalente à une configuration réelle avec un contact parfait. Cette configuration présente les avantages suivants par rapport à un micro-commutateur RF : une grande simplicité de fabrication, un contrôle de la qualité du contact puisque celui-ci est parfait, une suppression des effets mécaniques. Cette configuration permet donc d'étudier la réponse propre du diélectrique aux différentes sollicitations afin d'évaluer la capacité du diélectrique à se charger et à se décharger.

Dans une première partie nous présentons le banc de tests utilisé pour réaliser cette étude. Puis nous analysons les différences de comportement électrique de trois diélectriques ($\text{SiN}_x\text{-BF}$, $\text{SiN}_x\text{-HF}$, $\text{SiN}_x\text{-MF}$) à travers l'exploitation des caractéristiques courant /tension (courant permanent de conduction, niveau du courant de décharge, cinétique du courant de décharge).

Les propriétés physico-chimiques et électriques du Si_xN_y déposé par PECVD sont décrites dans la littérature [1][2]. Cependant il existe autant de Si_xN_y différents que de possibilités de faire varier des paramètres tels que la nature du mélange gazeux, la géométrie du réacteur, la puissance et la fréquence d'excitation de la décharge. Ces paramètres définissent, avec les autres conditions opératoires, la composition (valeurs de x, y) et la structure plus ou moins amorphe du matériau et conditionne donc ses qualités électriques, thermiques et mécaniques. Il est donc difficile de déterminer et d'interpréter l'influence d'un paramètre opératoire sur les propriétés du dépôt, celles-ci étant conditionnées par l'état des autres paramètres et par la forme du réacteur rarement détaillé dans les travaux publiés. Néanmoins, des conditions de dépôt qui ne sont pas radicalement éloignées, peuvent aboutir dans certains travaux à une concordance dans les conclusions des auteurs sur l'influence des paramètres de dépôts sur la qualité électrique du matériau. On trouve à titre d'exemple dans les travaux de [3] [4] [5] [1] que les propriétés d'isolation électrique sont toujours améliorées par les conditions conduisant à une valeur élevée du pourcentage atomique d'azote et une valeur faible de silicium atomique dans le film. De plus les courants de fuites et la tension de claquage de ces matériaux diminuent avec la pression et augmentent avec la puissance et les rapports des gaz.

Il est donc difficile de comparer les résultats issus de la littérature à ceux que nous avons obtenus.

II. Echantillons, banc de mesures et paramètres d'étude

II.1 Description des échantillons

La Figure 43 décrit la structure des échantillons de tests utilisés. L'électrode inférieure de la capacité MIM est obtenue par évaporation d'une couche de Ti/Au de 100nm/500nm d'épaisseur. Une couche de nitrure PECVD de 300nm à 400nm d'épaisseur (MF \cong 300nm, BF et HF \cong 400nm) est ensuite déposée et structurée pour pouvoir accéder au contact de l'électrode inférieure. Trois type de nitrure de silicium ont été réalisés avec différentes fréquences de plasma : SiNx-BF (basse fréquence), SiNx-HF (haute fréquence) et SiNx-MF (alternance de basse et haute fréquence). L'électrode supérieure de la capacité est ensuite obtenue par un lift off en évaporant une couche de Ti/Au de 100nm/1 μ m d'épaisseur. Ces électrodes sont de type circulaire avec trois diamètres différents (500 μ m, 1000 μ m et 2000 μ m).

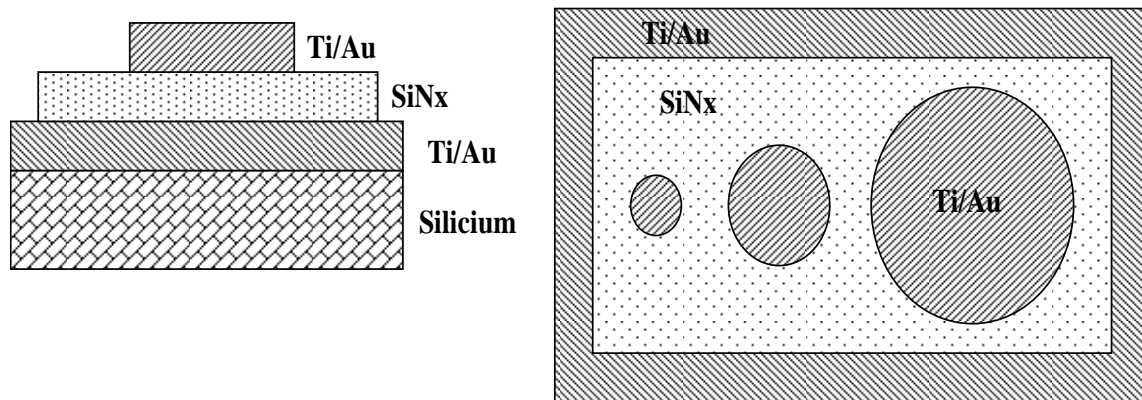


Figure 43 : Description des échantillons de capacité MIM

II.2 Description du banc de mesures

Le dispositif de mesure se compose principalement de la source d'alimentation continue, de l'appareil de mesure de courant et de l'enceinte à vide (Figure 44). L'intérêt de l'enceinte à vide est qu'elle permet tout d'abord de conditionner les échantillons avant les caractérisations dans un vide primaire. Puis les tests peuvent être réalisés sous vide ou sous différents gaz (azote ou hélium) afin d'éviter les courants de fuites parasites.

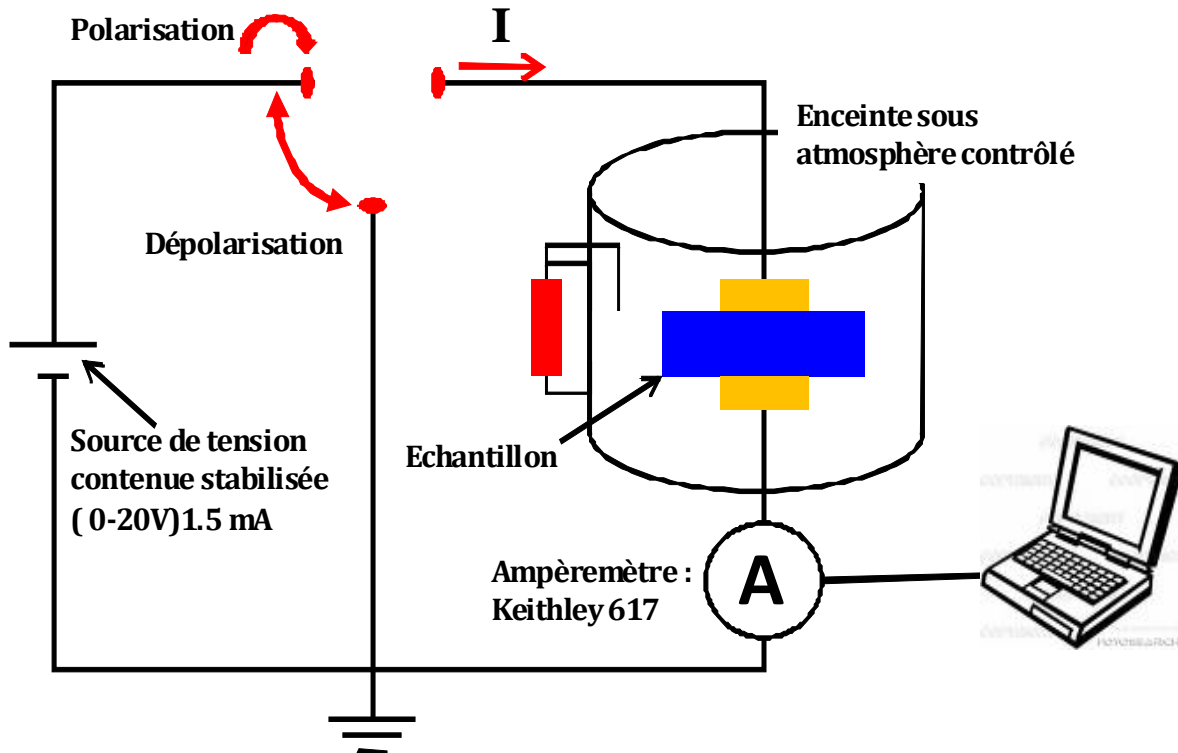


Figure 44 : Schéma du dispositif de mesure sous atmosphère contrôlée

Le banc de test avec les différents appareils est présenté sur la Figure 45. Ce banc comprend les éléments suivants :

- Une source de tension continue réglée de type Agilent Technologies 66312A. Sa gamme de fonctionnement s'étale de 0 à 20V avec un courant maximal de 2A, et une résolution de 1mV.
- Un pico ampèremètre numérique Keithley 617 utilisé pour mesurer l'intensité du courant dans le diélectrique avec une résolution de $5.10^{-15}A$.
- Une enceinte à vide primaire en aluminium usinée, de forme hexagonale. Un porte-échantillon est disposé en son centre. Elle comporte les passages électriques, optiques et de gaz nécessaires à l'alimentation des appareillages et à l'acquisition des données. L'enceinte est reliée à une pompe primaire à palettes (Trivac D16B, Pfeiffer), par l'intermédiaire d'un piège à azote liquide, et à une pompe turbo moléculaire (TPH 110, Pfeiffer). La pression de l'enceinte est mesurée soit par une jauge de pression absolue (APG 010, Pfeiffer), soit par une jauge de mesure double (PKR 250 Compact full range, Balzers). La jauge de mesure absolue permet d'effectuer les remontées en pression (pression de travail ou pression atmosphérique). La jauge double permet la mesure du vide obtenu.
- Un support chauffant situé dans l'enceinte à vide qui permet d'atteindre des températures comprises entre $-150^{\circ}C$ et $200^{\circ}C$ avec une régulation à $0.5^{\circ}C$ près.

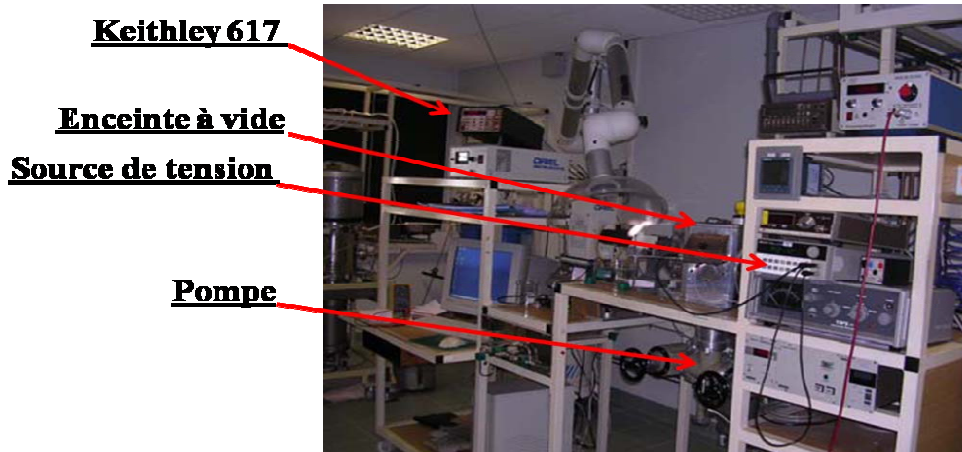


Figure 45 : Vue du banc sous atmosphère contrôlée

Afin de pouvoir prendre les contacts sur la capacité MIM, les échantillons sont découpés et reportés sur un support en PCB. Deux micro-fils de câblage permettent de réaliser l'interconnexion électrique entre la cellule en silicium et le support en PCB. Des câbles sont ensuite soudés sur le PCB pour le relier aux traversées électriques présentes sur l'enceinte à vide.

II.3 Paramètres étudiés

Lors de l'application d'un échelon de tension à un isolant, on observe en général dans le circuit extérieur un courant décroissant dans le temps qui tend à se stabiliser à une valeur constante (Figure 46). La partie transitoire de ce courant correspond à ce que l'on appelle le courant de charge dont la valeur stable, dit permanent, n'est autre que le courant de conduction. Lors de l'arrêt de la tension (mise en court-circuit) un courant décroissant est observé, ce courant est appelé courant de décharge.

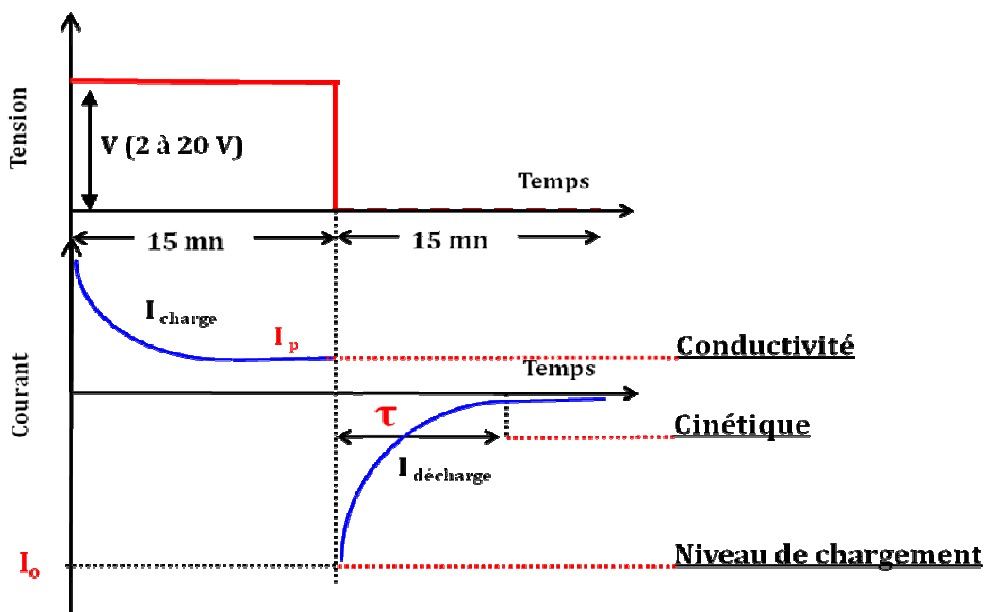


Figure 46 : Cycle opératoire de mesure

Dans un premier temps il convient de définir un protocole de mesure permettant de fixer des paramètres tels que la gamme de tension à explorer, les temps de polarisation et de dépolarisation ainsi que la gamme de température.

Le choix de ces paramètres a été fait d'une part en tenant compte des contraintes appliquées dans le cas réel du MEMS, à savoir des tensions d'activation de plusieurs dizaines de volts et des températures d'utilisation pouvant atteindre 100°C, et d'autre part en tenant compte des limites de mesures des appareils. De plus des mesures préliminaires nous ont permis de choisir un temps de polarisation de 15 minutes. En effet dans la plupart des cas la valeur du courant atteint après 15 minutes de polarisation pouvait être jugée représentative du courant de conduction. Les durées de dépolarisation ont été fixées à 15 minutes également, durée en général suffisante pour que l'échantillon retrouve son état initial.

L'exploitation de ces mesures est faite en extrayant un certain nombre de paramètres pertinents qui permettront de comparer les différents types de nitrures soit de manière quantitative, soit de manière qualitative :

- Le courant permanent noté I_p est le courant relevé au bout de 15 minutes, il permet de classer les échantillons par ordre de niveau de conduction.
- La valeur du courant I_0 juste après la mise en court-circuit, renseigne sur l'état de charge.
- Le temps τ , défini de manière arbitraire comme étant le temps nécessaire pour que le courant de décharge perde 80% de sa valeur initiale I_0 , renseigne sur la cinétique de décharge.
- L'allure des transitoires de décharge, renseigne également sur la cinétique de décharge.
- L'allure de la courbe $I(V)$, renseigne sur le mécanisme responsable de la conduction
- L'allure de la courbe $I(T)$, renseigne sur l'activation thermique du mécanisme de conduction.

III. Mesures en atmosphère contrôlée

La *Figure 47* présente le protocole de mesure utilisé pour l'analyse des courants transitoires à température constante. Il s'agit d'une succession de polarisation et dépolarisation à des tensions constantes. Ce protocole a été utilisé pour les trois types de nitrure et pour trois températures fixes de 25°C, 60°C et 100°C.

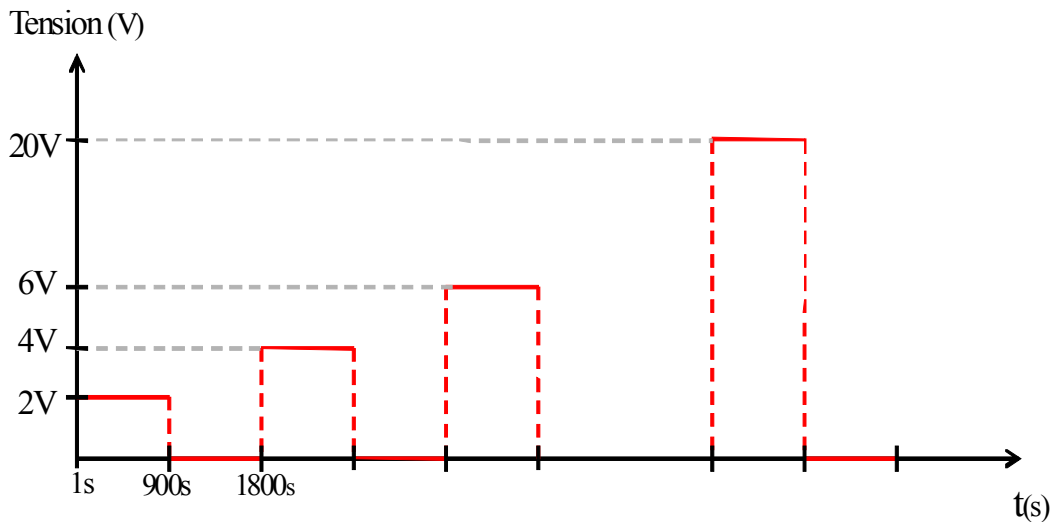


Figure 47 : *Protocole 1 de mesure utilisé pour obtenir une courbe $I(V)$ à température constante.*

III.1 Analyse du courant permanent

III.1.1 $J_p(V)$ pour différentes températures

Les résultats sont illustrés par les courbes de la Figure 48 qui montrent l'évolution des densités de courant en fonction du champ électrique pour les différents types de nitrure et pour les trois températures testées.

Pour tous les échantillons testés la densité de courant augmente généralement avec le champ électrique appliqué et la température. Les densités de courants mesurées dans le cas de nitrure BF sont beaucoup plus importantes que pour les nitrures MF et HF. Les tracés mettent aussi en évidence une augmentation plus importante du courant dans le cas de nitrure de silicium BF, avec l'augmentation de la stimulation thermique. Finalement une stabilisation de l'augmentation, voire une légère diminution de la densité de courant pour les champs forts à 60°C et à 100°C est enregistrée dans le cas du nitrure BF. Ce phénomène pourrait être la signature de la présence de charge d'espace [6] limitant l'augmentation du courant quand le champ appliqué augmente.

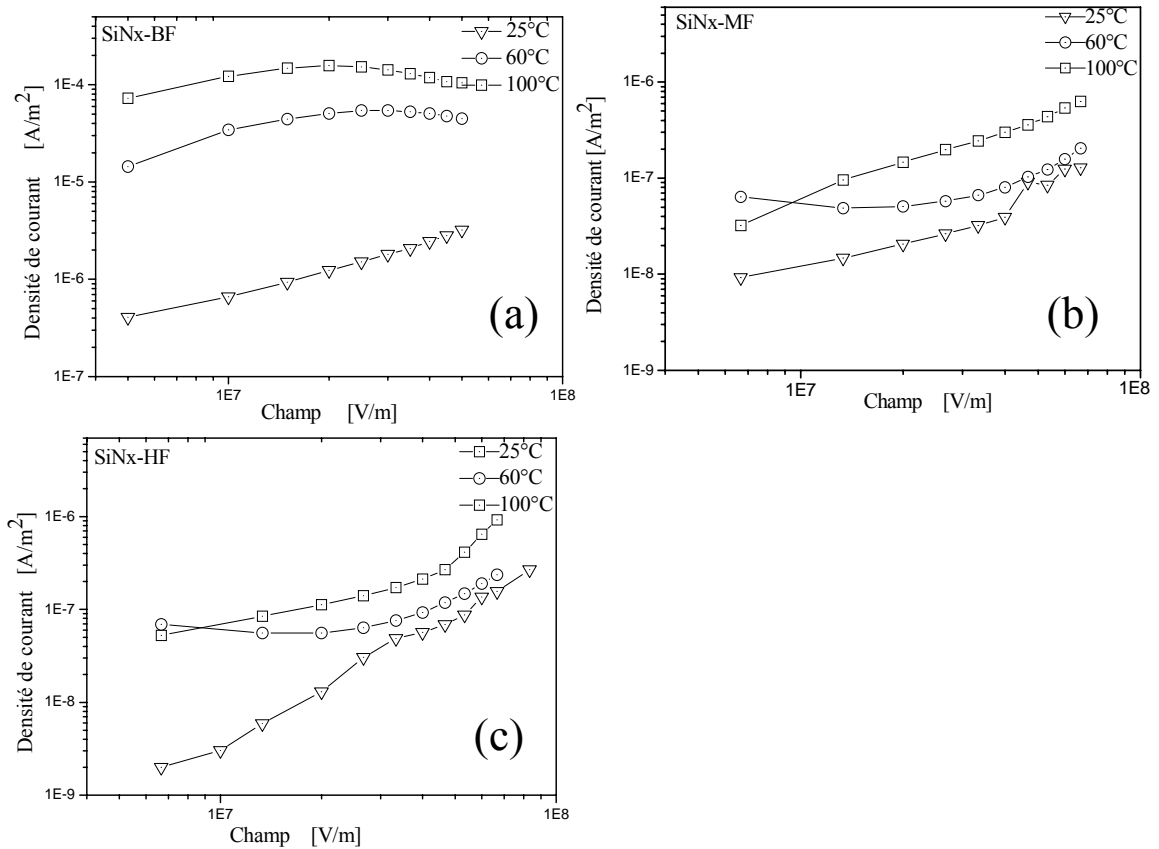


Figure 48 : $J_p(V)$ pour différents types de nitrure (a) SiNx-BF, (b) SiNx-MF et (c) SiNx-HF pour différentes températures

III.1.2 Comparaison des différents nitrures

Pour une meilleure comparaison des différents nitrures de silicium la Figure 49 représente les densités de courant pour les trois types de nitrure à température constante. Cette figure montre que les niveaux des densités de courant enregistrées pour le nitrure BF sont nettement supérieurs (facteur 100 à 1000) à ceux enregistrés pour les nitrures MF et HF dans toute gamme de températures testée. Les nitrures MF et HF ont quand à eux des comportements similaires.

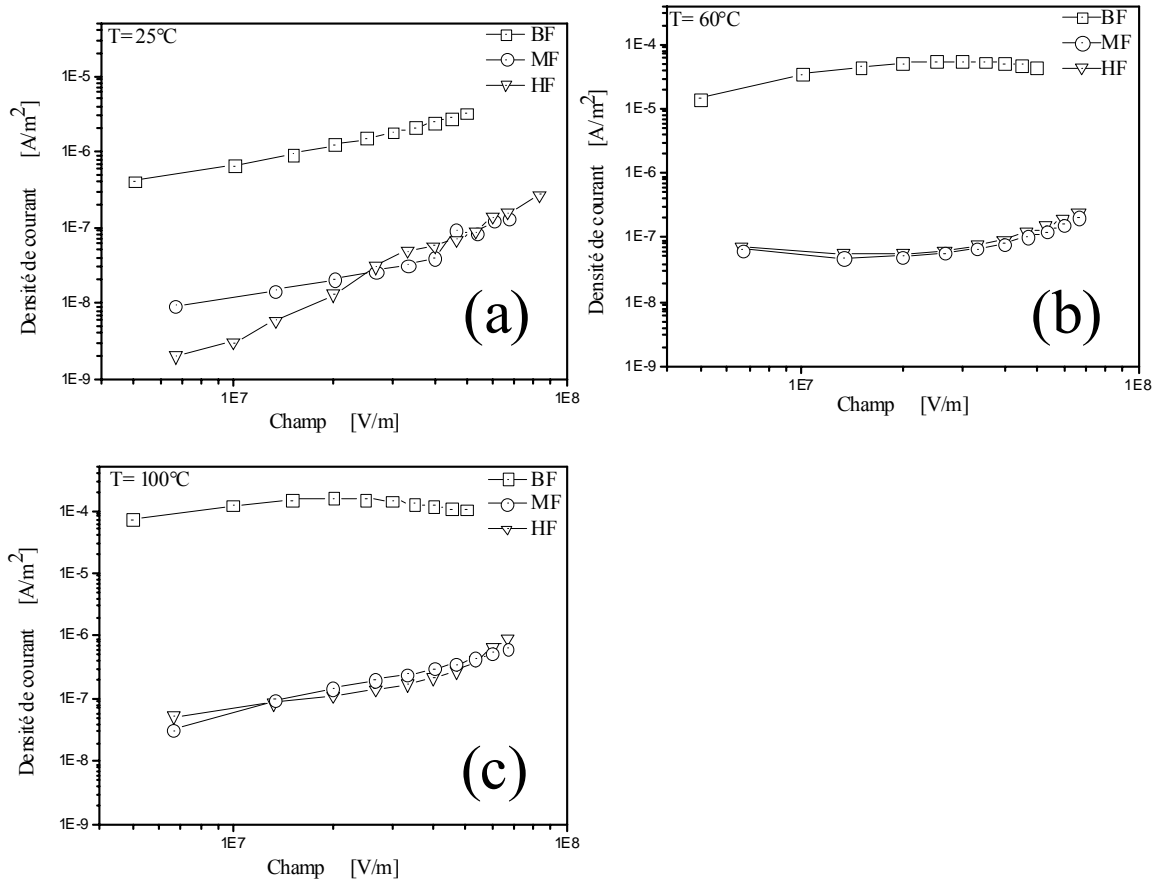


Figure 49 : Comparaison des différents nitrures à différentes températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C

Les mesures électriques mettent donc en évidence que le nitrure de silicium obtenu à basse fréquence possède une conductivité de volume plus élevée que les nitrures obtenus à haute fréquence et fréquence mixte. Les mesures FTIR et RBS présentées au chapitre 2 ont montré une différence de composition entre le nitrure BF et les nitrures HF et MF. Les principales grandeurs caractéristiques sont résumées dans le Tableau 8, à savoir la stœchiométrie au travers du rapport N/Si, la concentration en liaison Si-H et Si-N, la rugosité moyenne Ra (pour des dépôts sur or), la résistivité volumique, calculée à température ambiante pour un champ moyen de 0,3MV/cm.

	N/Si	[Si-H] /cm3	Ra (nm)	ρ ($\Omega \cdot m$)
SiNx-BF	0,79	$2,3 \cdot 10^{22}$	2,12	$1,6 \cdot 10^{13}$
SiNx-MF	0,98	$4,5 \cdot 10^{22}$	2,19	$0,9 \cdot 10^{15}$
SiNx-HF	1,04	$3 \cdot 10^{22}$	2,32	$0,6 \cdot 10^{15}$

Tableau 8 : Résumé des grandeurs caractéristiques des dépôts

L'analyse du Tableau 8 amène plusieurs commentaires. En premier lieu la différence de conductivité observée ne peut pas être liée à une différence de surface spécifique entre les différentes capacités MIM testées puisque les rugosités sont comparables. L'origine de la différence de conductivité de ces trois types de nitrure est donc à chercher dans la composition chimique de ces couches.

Pour mesurer un courant dans un matériau isolant présentant une large bande interdite, il faut qu'il existe des niveaux d'énergie délocalisés dans la bande interdite. En effet il est très peu probable que la conduction dans ces couches soit due à un mécanisme de saut de porteurs directement de la bande de valence dans la bande de conduction. Ces niveaux d'énergie permis dans la bande interdite peuvent avoir plusieurs origines. Par exemple des travaux récents [7] ont montré que les liaisons pendantes du silicium pouvaient jouer le rôle de pièges dont le niveau d'énergie serait situé dans la bande interdite.

L'analyse physico-chimique de nos couches montre que le nitrure BF, comparativement aux deux autres types de nitrure, présente un déficit en hydrogène ([Si-H] faible), ainsi qu'une faible teneur en azote (rapport N/Si faible). Ceci est donc cohérent avec une plus forte concentration de liaisons pendantes sur les atomes de silicium dans le nitrure BF, puisqu'il n'y a pas assez d'atomes d'azote ou d'hydrogène liés aux atomes de silicium. Le niveau de conduction plus élevé dans le nitrure BF peut donc être attribué à une plus grande concentration de liaisons pendantes jouant le rôle de pièges participant à la conduction.

Nos mesures sont en accord avec la littérature. Kanoh et al [8] ont par exemple étudié la relation entre conductivité et stœchiométrie pour des films de nitrure PECVD de silicium obtenus à 350 °C. Les mesures montrent une augmentation de la conductivité avec une diminution du rapport N/Si (Figure 50). L'analyse de la Figure 50 montre qu'il n'y a pas de relation linéaire entre le rapport N/Si et le niveau de conductivité. En effet les échantillons présentant un rapport N/Si de 1,1 et 1,33 sont très proches électriquement et très différent de l'échantillon présentant un rapport N/Si de 0,8. Nos mesures montrent le même comportement, en effet les échantillons MF et HF sont peu différents du point de vue électrique alors que leurs rapports N/Si sont respectivement de 0,98 et 1,04. Le nitrure BF est très différent électriquement et présente un rapport N/Si de 0,79. Il est donc probable qu'il existe un effet de seuil pour le rapport N/Si en dessous duquel l'effet sur la conductivité devient très marqué.

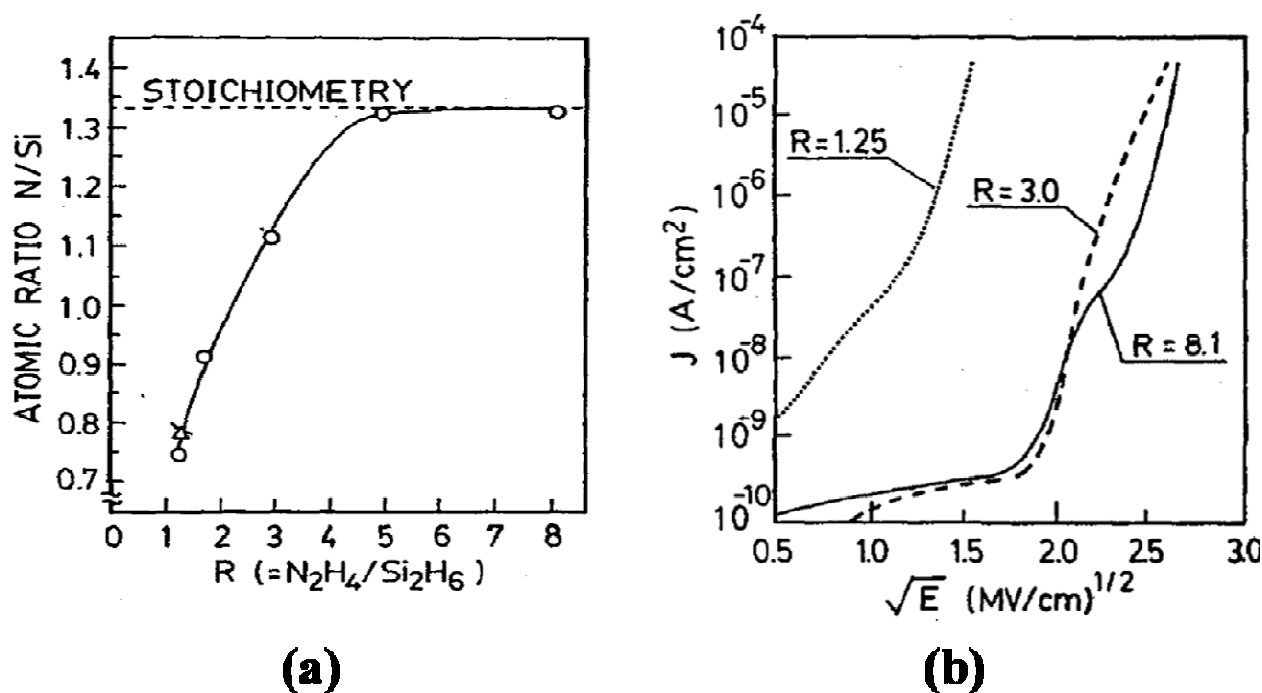


Figure 50 : (a) Variation du rapport N/Si en fonction du rapport R (b) Variation de la densité de courant en fonction de la racine carrée du champ pour différentes valeurs de R (d'après [8])

Plus récemment Kato et al [9] ont montré de la même façon une augmentation de la conductivité avec la diminution du rapport N/Si (Figure 51).

Sample	Gas flow ratio	Atomic %			Abundance ratio	Refractive index
Silicon oxynitride						
	$SiH_4/(N_2O+N_2)$	Si	O	N	$\{(1/2)O + (3/4)N\}/Si$	
A	3.7×10^{-2}	38	53	9.6	0.89	1.68
B	3.0×10^{-2}	37	56	7.7	0.91	1.63
C	2.4×10^{-2}	35	57	7.0	0.96	1.57
Silicon nitride						
	$SiH_4/(NH_3+N_2)$	Si	—	N	$\{(3/4)N\}/Si$	
D	1.2×10^{-1}	52	—	47	0.68	2.08
E	8.6×10^{-2}	50	—	49	0.73	1.99
F	5.1×10^{-2}	44	—	55	0.95	1.91

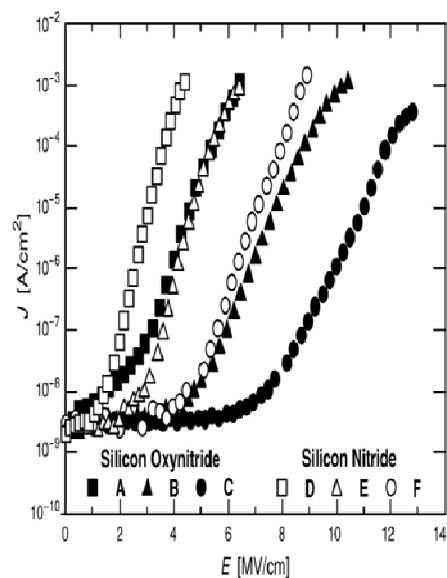


Figure 51 : Tracé $J(E)$ pour différents dépôts d'après [9]

Il est à noter que pour les auteurs cités [1-3] les dépôts ont été obtenus à des températures de substrat plus élevées que dans notre cas (200°C), la plus basse

température de dépôt mentionnée étant 350°C [8]. Cependant le fait d'abaisser la température de dépôt va favoriser l'obtention de dépôts sous stœchiométriques [8], ce qui permet d'obtenir des matériaux plus conducteurs. Dans notre cas c'est la fréquence de dépôt qui nous permet de faire varier la stœchiométrie des films tout en restant à basse température de dépôt.

La valeur de la stœchiométrie peut donc être considérée comme un bon indicateur de la conductivité volumique du diélectrique : plus le nitrure est sous stœchiométrique et plus la conductivité sera grande.

III.1.3 Energie d'activation

Nous avons repris les résultats portés sur la *Figure 49* et nous avons tracé, pour une tension de 10V, la variation de la densité de courant en fonction de $1000/T$ (*Figure 52*).

Ces courbes semblent montrer que le mécanisme responsable de la conduction dans le SiNx-BF est plus sensible à la température que dans le cas des deux autres échantillons. Cependant il faut garder à l'esprit que chacun des trois points expérimentaux permettant le calcul de l'énergie d'activation correspondent à trois échantillons différents.

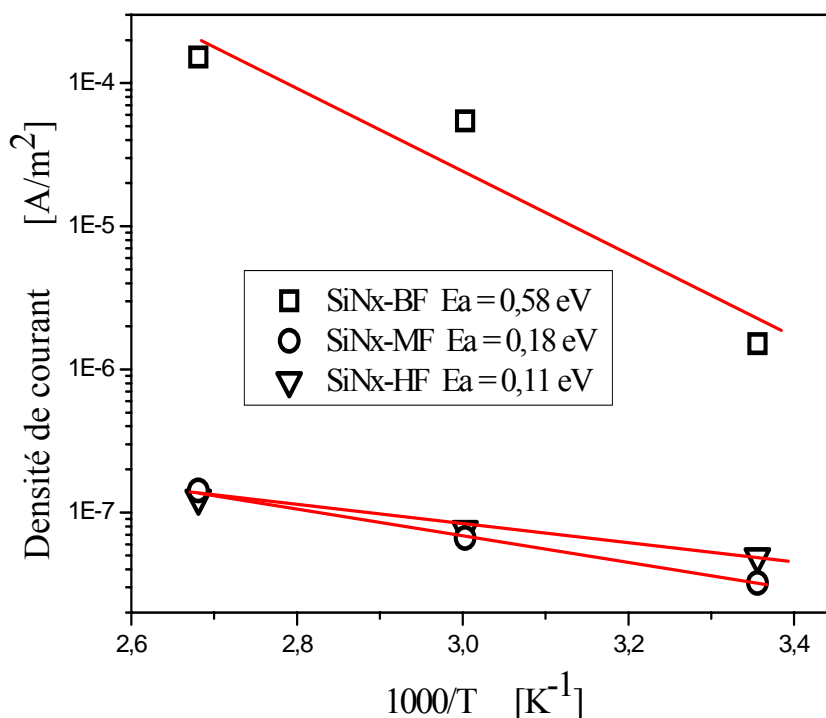


Figure 52 : Calcul de l'énergie d'activation à partir des mesures issues du protocole 1

Il convient donc de faire des mesures à tension constante pour des paliers de température croissante (*Figure 53*), ce qui permet de calculer une énergie d'activation à partir de mesures obtenues sur un même échantillon. Si nous considérons que l'activation thermique du phénomène de conduction mis en jeu suit une loi de type « Arrhénus » :

$$J \approx J_0 \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right)$$

Equation III-1

Le tracé du courant en fonction de l'inverse de la température permet de calculer des énergies d'activations (Figure 54).

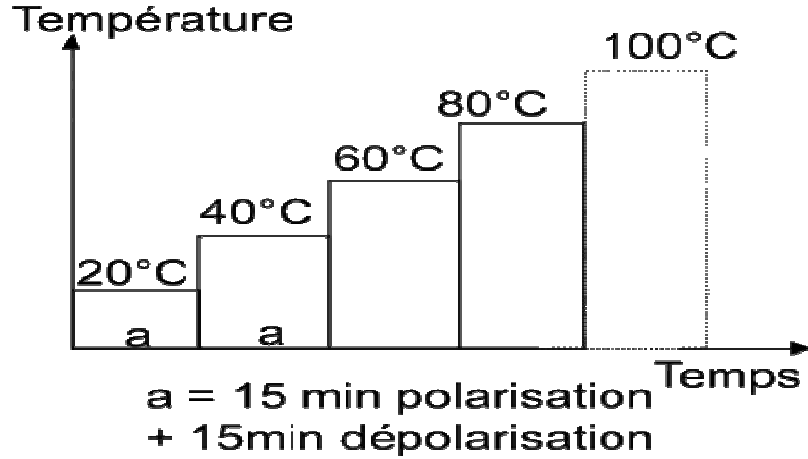


Figure 53 : Protocole 2: mesure en température

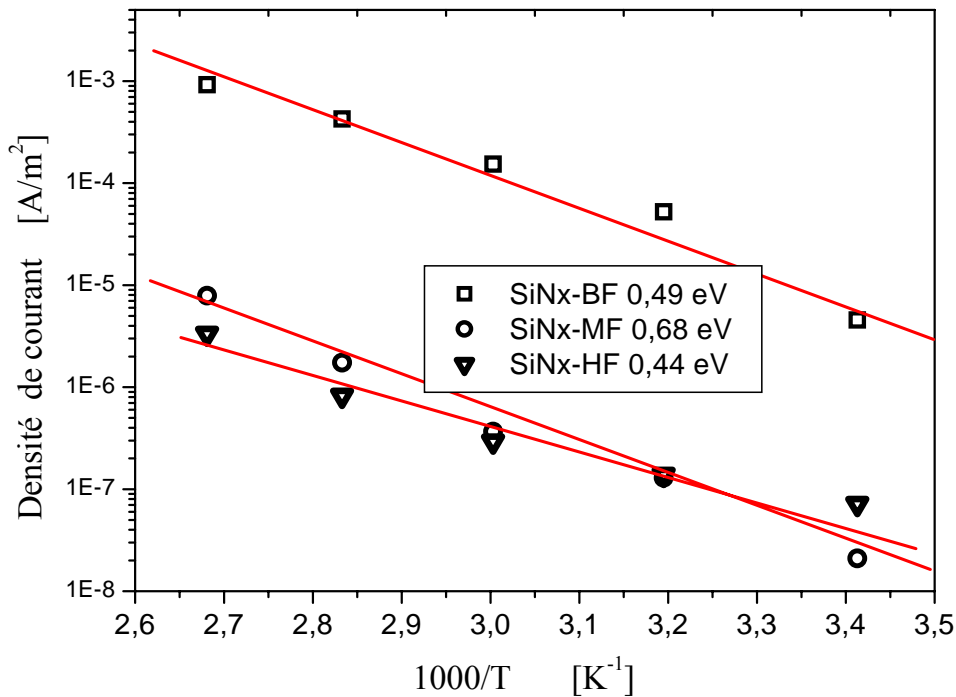


Figure 54 : Calcul de l'énergie d'activation à partir des mesures issues du protocole 2

Les énergies d'activation calculées à partir des deux protocoles sont résumées dans le Tableau 9. Le protocole 2 infirme les résultats obtenus avec le protocole 1 : le SiNx-BF ne possède pas une énergie d'activation supérieure aux autres nitrures ; globalement les énergies d'activation sont comparables pour les trois types de nitrure.

Echantillon	Energie d'activation calculée à partir des mesures issues du protocole 1	Energie d'activation calculée à partir des mesures issues du protocole 2
SiNx-BF	0,58 eV	0,49 eV
SiNx-MF	0,26 eV	0,68 eV
SiNx-HF	0,16 eV	0,44 eV

Tableau 9: *Energies d'activation calculées pour les différents nitrures*

La caractérisation des pièges mis en jeu n'est pas évidente. Des éléments de réponse sont apportés par des mesures de courant de dépolarisation thermo-stimulés (CDTS) [10] et des mesures de capacité C(V) [11]. Les auteurs ont montrés que le mécanisme de conduction est activé thermiquement avec une énergie calculée de 0,81 eV [10]. De plus les mesures CDTS ont montré la complexité des mécanismes mis en jeu [11]. Les spectres enregistrés pour les trois types de nitrures, identiques à ceux étudiés ici, montrent plusieurs pics de relaxations dans une gamme de température allant de -70°C à 170°C et pouvant être associés à de la polarisation dipolaire ou par charge d'espace. Par dé-convolution des spectres, les auteurs ont mis en évidence trois familles de relaxation ayant des énergies d'activation de 0.17, 0.35 et 0.55 eV. Il pourrait donc exister pour ces matériaux 3 familles de pièges potentiels, ou trois familles de dipôles, qui participeraient aux phénomènes de conduction, chacune de ces familles étant prépondérante à des températures distinctes. Dans notre cas la température varie de 20°C à 100°C, cette gamme de température englobe deux pics CDTS dont les énergies d'activation sont 0,35 et 0,55eV. Il faut cependant noter que les mesures de conduction et de CDTS ne sont pas directement comparables, puisque les premières sont réalisées sous contrainte de champ électrique et les secondes en condition de court-circuit.

L'étude de l'effet de la température est donc complexe. Il est très probable que la température a une influence sur des paramètres tels que la mobilité des porteurs et des pièges mis en jeu. L'influence de la température sur les pièges peut être simplement une activation du piège (mesures CDTS) par la température, mais également une modification de la densité et de la profondeur des pièges au travers d'une modification des propriétés physico-chimiques du matériau. Des études par FTIR et RBS in situ sur des échantillons soumis à des contraintes de température pourraient apporter des éléments de réponse mais n'ont pas été réalisées dans le cadre de cette étude.

III.2 Etude des transitoires de décharge

Lors de la mise en court-circuit de l'échantillon un courant transitoire, appelé courant de décharge, est enregistré (*Figure 55 (a)*). Il peut être lié à la fois à des phénomènes polaires et des phénomènes de dé-piégeages de charges. Dans le premier cas les dipôles, orientés par l'application du champ, retrouvent leurs positions d'équilibre et donne lieu à un courant d'influence mesuré dans le circuit extérieur. Dans le second cas des charges piégées durant l'application du champ sont à l'origine d'un champ résiduel lors de la mise en court-circuit. Les charges internes vont alors se réorganiser sous l'effet de ce

champ de manière à le neutraliser. Ce mouvement de charges, appelé dé-piégeage, contribue au courant enregistré dans le circuit extérieur.

De manière pratique pour étudier le déchargement de ces matériaux il faut distinguer la cinétique de décharge et le niveau de charge au moment de la mise en court-circuit. La cinétique de déchargement peut être étudiée en traçant la variation des courants de décharge normalisés par rapport au courant initial I_0 (Figure 55 (b)), et en calculant une constante de temps τ qui correspond au temps nécessaire pour avoir perdu 80 % du courant initial. Le niveau de charge peut être quant à lui étudié à partir des variations de I_0 . Toutes ces grandeurs vont être calculées pour les trois types de nitrure, leurs variations en fonction de la tension appliquée et de la température vont être étudiées.

Gardons en mémoire que tout mouvement localisé de porteur donnera lieu à un courant mesurable dans le circuit extérieur, même si les porteurs ne sortent pas du diélectrique.

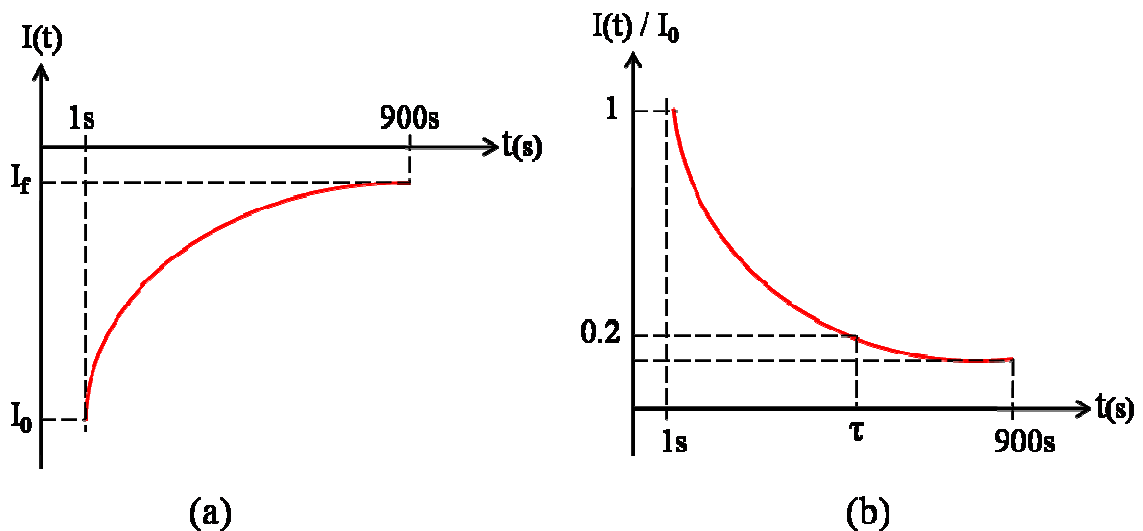


Figure 55 : Illustration des courants de décharge (a) et de décharge normalisés (b) faisant apparaître les grandeurs caractéristiques

III.2.1 Niveau de chargement

Le niveau de chargement traduit la quantité de charges piégées ou la quantité de dipôles orientés dans le matériau après l'application d'une contrainte électrique. Une des meilleures solutions pour quantifier les charges piégées et suivre leur évolution spatiotemporelle est d'utiliser les méthodes de mesures de charges d'espace. La méthode PEA (Pulse Electro-Acoustique) [12] n'est pas applicable à des couches minces de l'ordre de la centaine de nanomètres. Par contre la méthode de l'onde thermique (MOT) a déjà permis de mesurer des charges d'espace dans des structures MOS [13] mais n'a pas été utilisée dans cette étude car non disponible au laboratoire.

Le niveau du chargement du matériau va donc être évalué indirectement. Sans être une mesure quantitative de la charge piégée, la mesure du courant au moment de la mise en

court-circuit I_0 va nous permettre de comparer les matériaux et de suivre l'évolution de ce paramètre en fonction des contraintes de champs et de température.

Les Figure 56 et Figure 57 montrent l'influence de la tension de polarisation sur le niveau de courant de décharge initial I_0 pour les trois types de diélectrique.

Nous observons que cette grandeur est d'autant plus importante que le champ électrique augmente.

Ces tendances ont été également observées pour une augmentation de la température. Ce phénomène est beaucoup plus marqué pour le SiNx-BF.

De plus des divergences importantes apparaissent entre les trois types de diélectrique : le niveau de courant I_0 est plus élevé dans le cas de SiNx-BF dans toute la gamme de champ et de température explorée. Il semble donc que le nitrure BF soit plus sensible au stockage des charges.

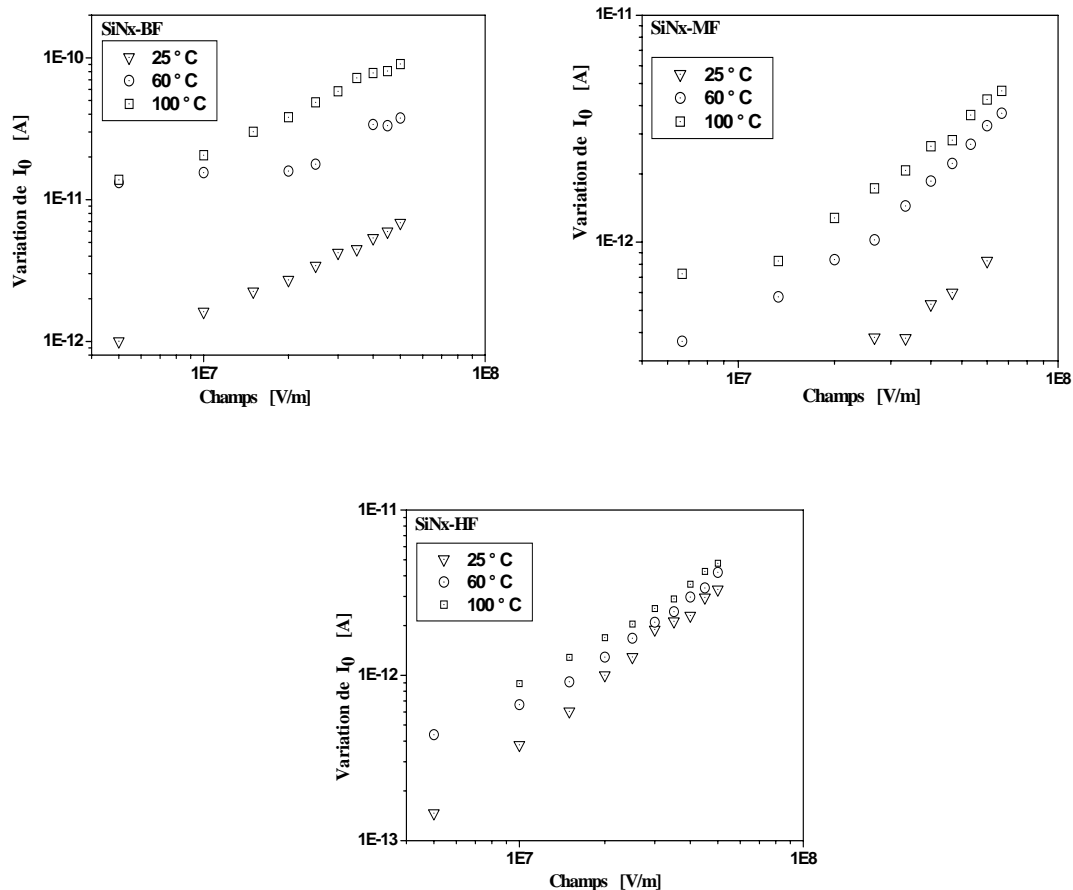


Figure 56 : Variation de I_0 pour les différents types de nitrure BF, MF et HF pour différentes températures

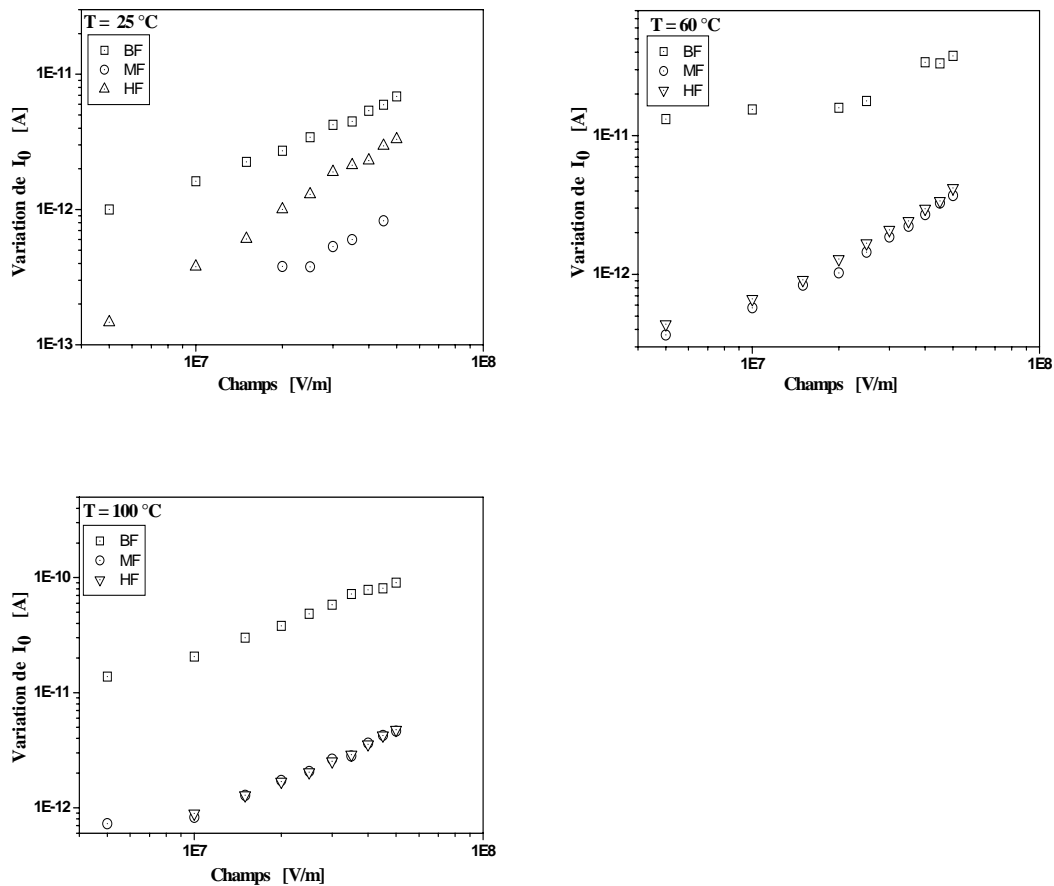


Figure 57 : Comparaison de I_0 pour les différents diélectriques en fonction de la tension et pour différentes températures

III.2.2 Cinétique de déchargement

Si le niveau de chargement est un paramètre important, la cinétique de déchargement l'est aussi. Le but à terme étant soit de limiter le chargement des diélectriques soit d'en maîtriser la cinétique afin d'obtenir un déchargement très rapide.

III.2.2.1 Allure des courants de décharge

Les Figure 58 à Figure 60 montrent l'évolution des courants normalisés par rapport aux courants initiaux pour les trois types de nitrures, en fonction du champ appliqué et pour trois températures différentes.

Le nitrure BF, même si son niveau de conductivité est plus élevé, est le matériau qui se décharge le plus lentement dans les conditions de mise en court-circuit de la capacité MIM, configuration qui n'est pas forcément représentative du cas réel rencontré dans les micro-commutateurs.

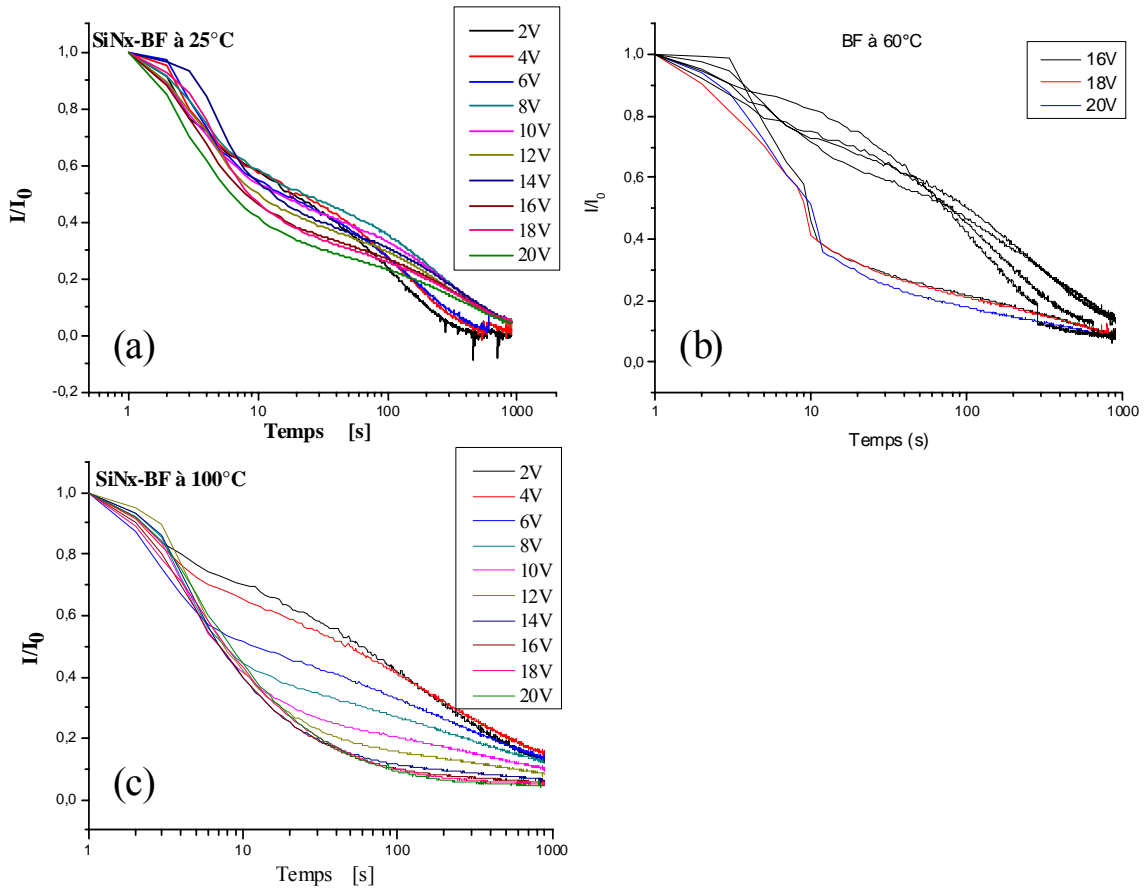


Figure 58 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure BF pour différentes valeurs de champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C

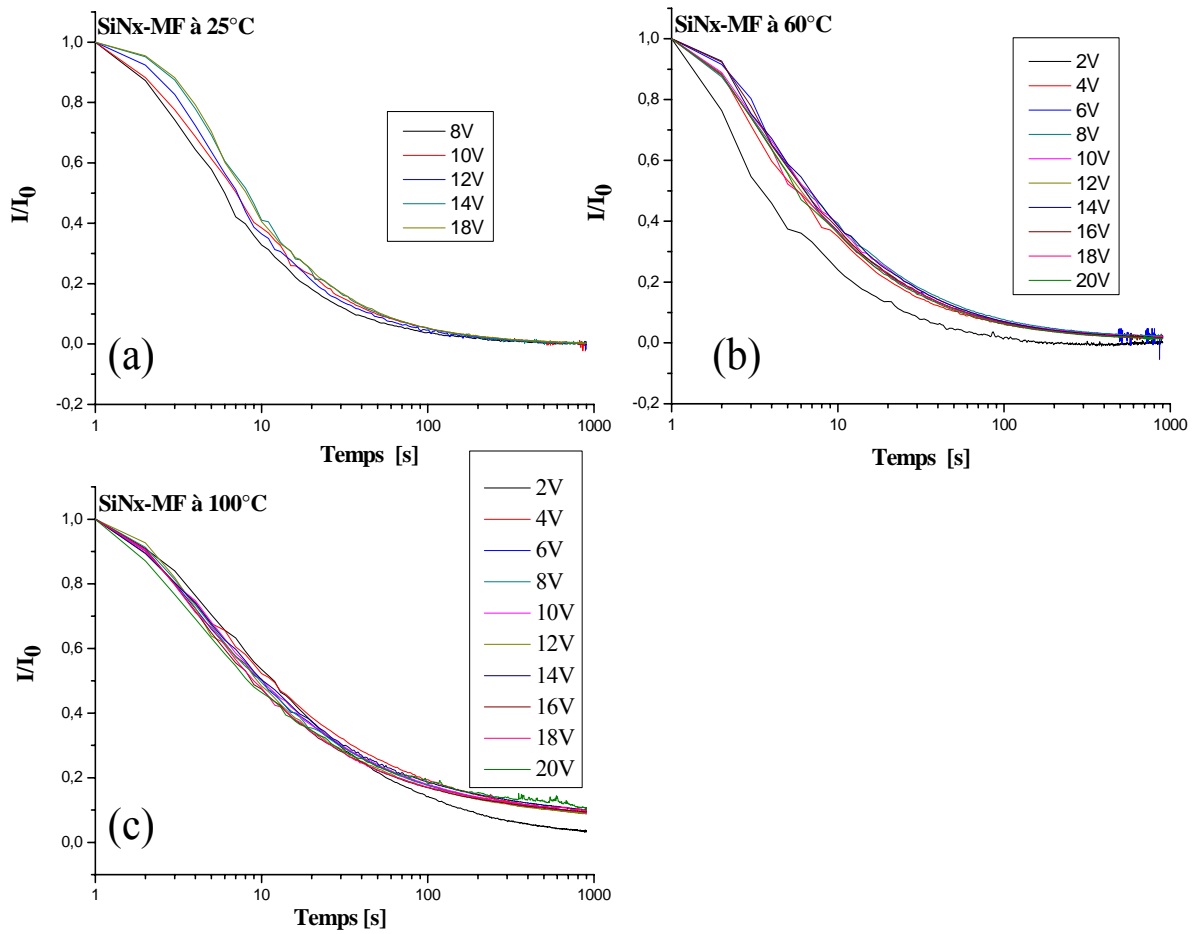


Figure 59 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure MF pour différentes valeurs du champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C

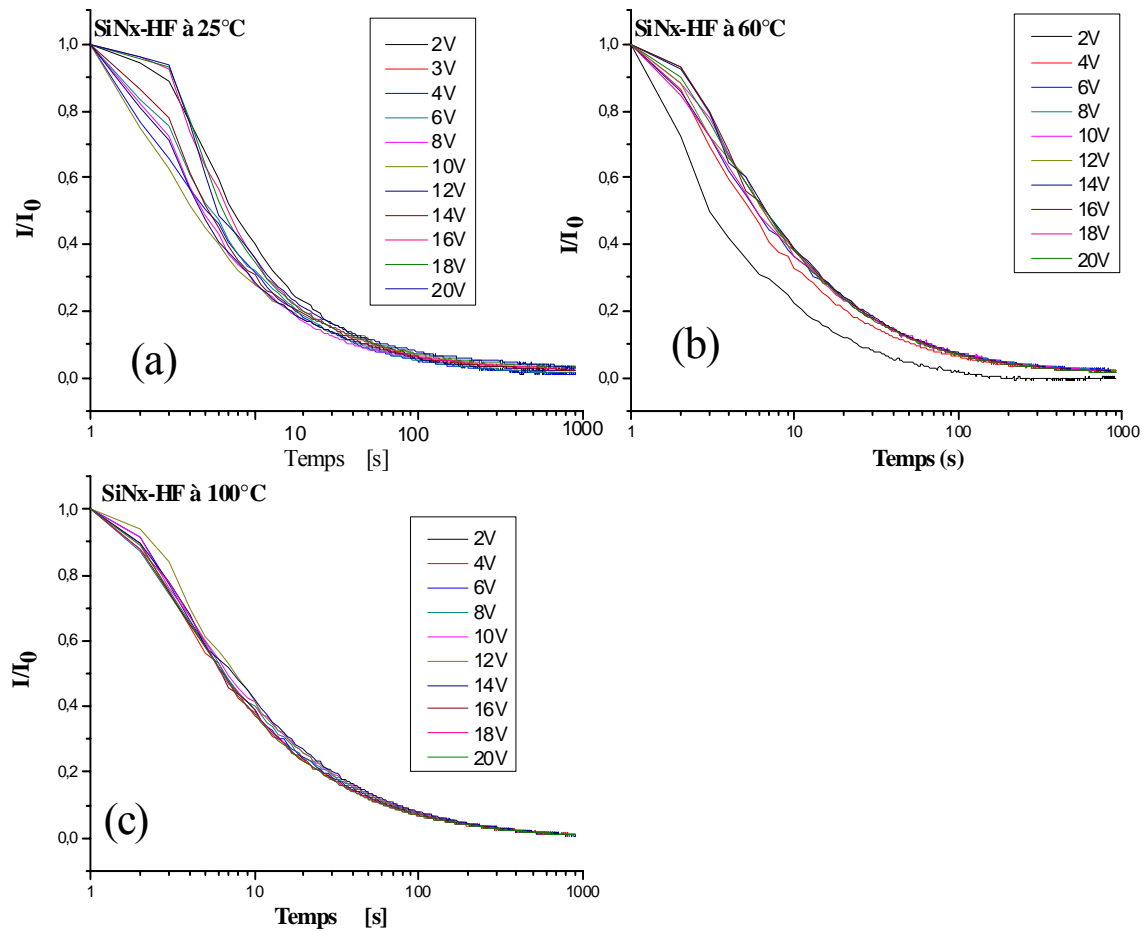


Figure 60 : Variation temporelle du courant de décharge normalisé pour le nitrure HF pour différentes valeurs du champs et températures (a) ambiante (b) 60°C (c) 100°C

III.2.2.2 Temps de décharge

Les courbes présentées plus haut peuvent être également analysées en termes de temps de décharge, ce qui permet éventuellement de relier ce paramètre à la fréquence de sollicitation d'un MEMS. Pour cette étude nous définirons la constante de temps τ comme étant le temps nécessaire pour que le courant de décharge perde 80 % de sa valeur initiale I_0 . Les valeurs de cette constante de temps calculées pour différents types de nitrure à différents champs et températures sont récapitulées dans le Tableau 10. Les Figure 61 et Figure 62 précisent respectivement la dépendance du temps de décharge en fonction de la tension appliquée et de la température pour les trois types de nitrure. La Figure 63 compare le temps de décharge des différents diélectriques en fonction de la tension appliquée pour différentes températures. La Figure 64 précise la comparaison entre les différents diélectriques en normalisant les temps de décharge par rapport à celui du SiNx-BF. L'analyse de ces différentes figures permet de faire les commentaires suivants :

- Le temps de décharge est peu dépendant de la tension sauf pour le SiNx-BF. Pour celui-ci la dépendance est moyenne à 25°C et très forte à 60°C et 100°C.
- Le temps de décharge augmente globalement avec la température pour le SiNx-HF et le SiNx-MF. Pour le SiNx-HF celui augmente avec la température pour les faibles tensions, présente une courbe en cloche pour les tensions moyennes et diminue pour les tensions élevées.
- Le temps de décharge est globalement beaucoup plus long pour le SiNx-BF que pour le SiNx-HF et le SiNx-MF qui sont tous deux comparables sauf à fort champ et à 100°C. A température ambiante, ceci est vrai quelle que soit la tension appliquée avec des temps 5 à 10 fois plus grands. Lorsque la température augmente, le temps de décharge du SiNx-BF diminue alors qu'il reste à quasiment constant pour les deux autres diélectriques. A 60°C le temps de décharge du SiNx-BF devient comparable aux deux autres diélectriques pour une tension supérieure à 20V. A 100°C cette tension est ramenée à 10V environ. Au-delà de cette tension, le nitrure BF présente des temps de décharge 1.5 à 2.5 fois plus faibles que le nitrure MF.

Tension	BF			MF			HF		
	25°C	60°C	100°C	25°C	60°C	100°C	25°C	60°C	100°C
2 V	122 s	-----	426 s	-----	13 s	57 s	24 s	12 s	-----
4 V	150 s	249 s	516 s	-----	21 s	91 s	19 s	21 s	26 s
6 V	156 s	330 s	398 s	-----	24 s	76 s	19 s	26 s	27 s
8 V	274 s	-----	270 s	18 s	27 s	73 s	17 s	26 s	29 s
10 V	269 s	525 s	110 s	24 s	26 s	77 s	17 s	26 s	30 s
12 V	236 s	585 s	42 s	22 s	24 s	67 s	17 s	26 s	29 s
14 V	263 s	-----	30 s	26 s	26 s	84 s	19 s	27 s	31 s
16 V	216 s	141 s	29 s	-----	25 s	66 s	21 s	26 s	26 s
18 V	203 s	121 s	32 s	26 s	24 s	67 s	20 s	25 s	26 s
20 V	160 s	63 s	32 s	-----	23 s	86 s	22 s	25 s	26 s

Tableau 10 : Variation de τ (en seconde) en fonction de la tension et de la température pour les trois types de nitrures.

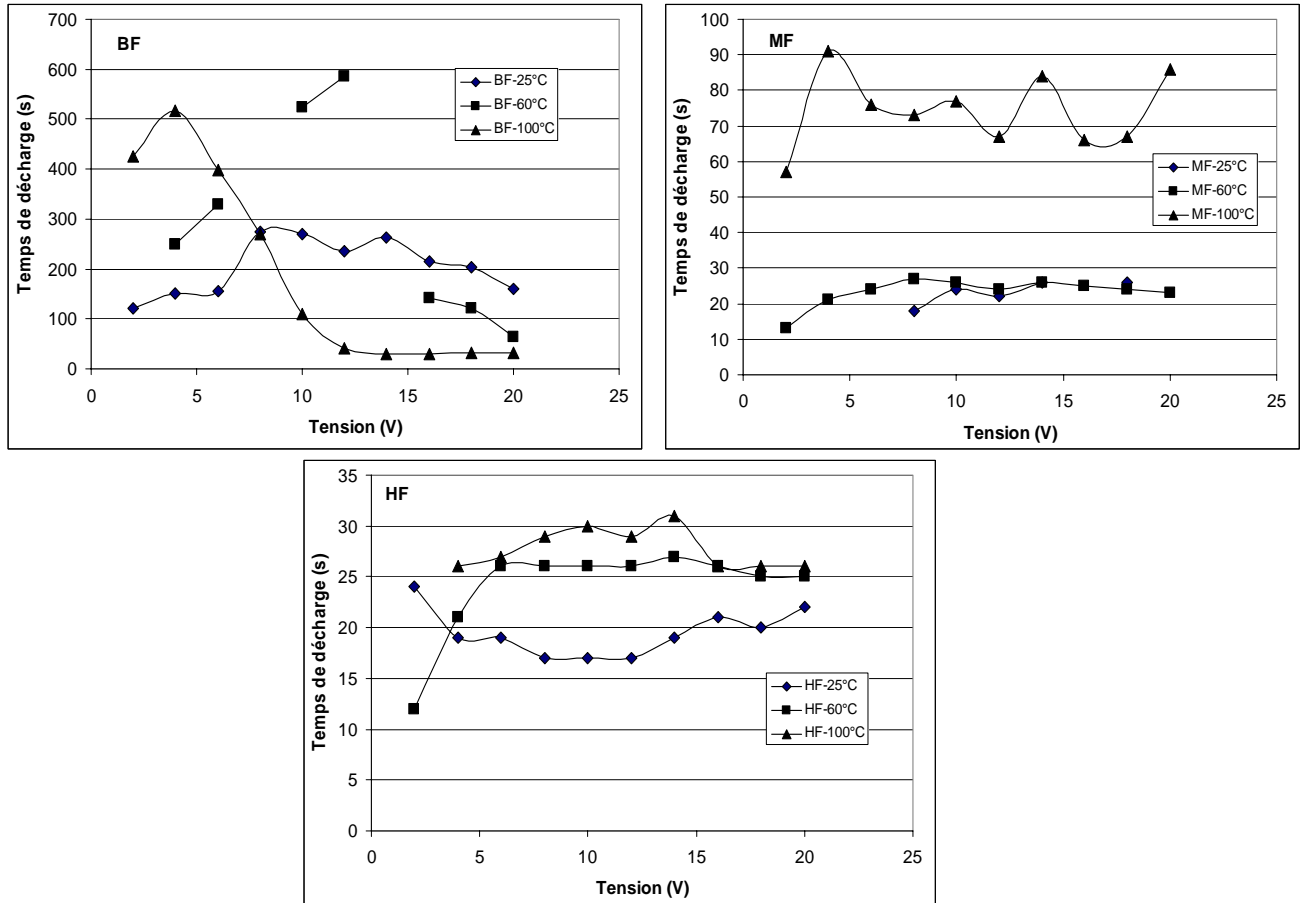


Figure 61 : Variation du temps de décharge en fonction de la tension pour différentes températures et pour les trois types de nitrure

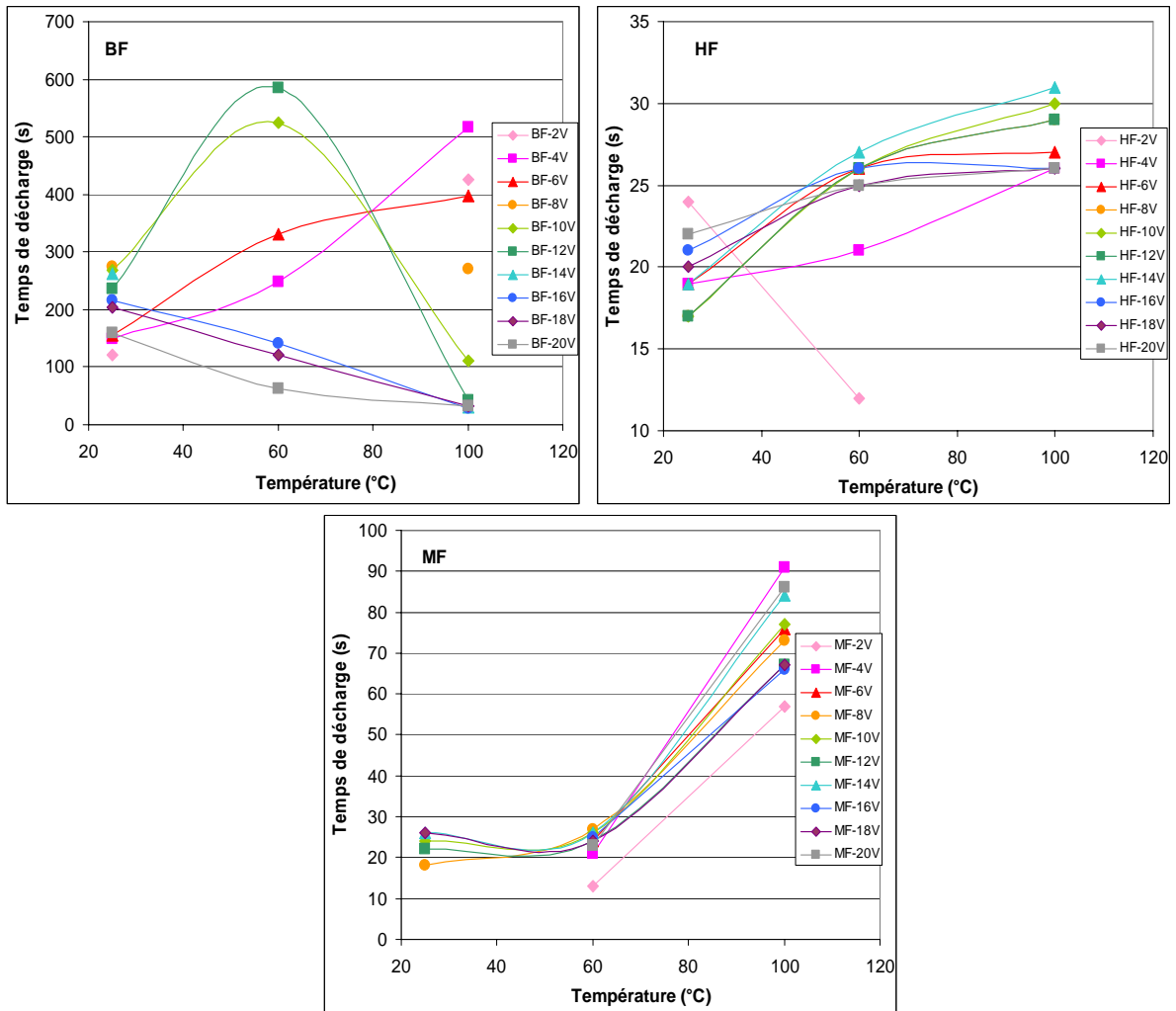


Figure 62 : Variation du temps de décharge en fonction de la température pour différentes tensions et pour les trois types de nitrure

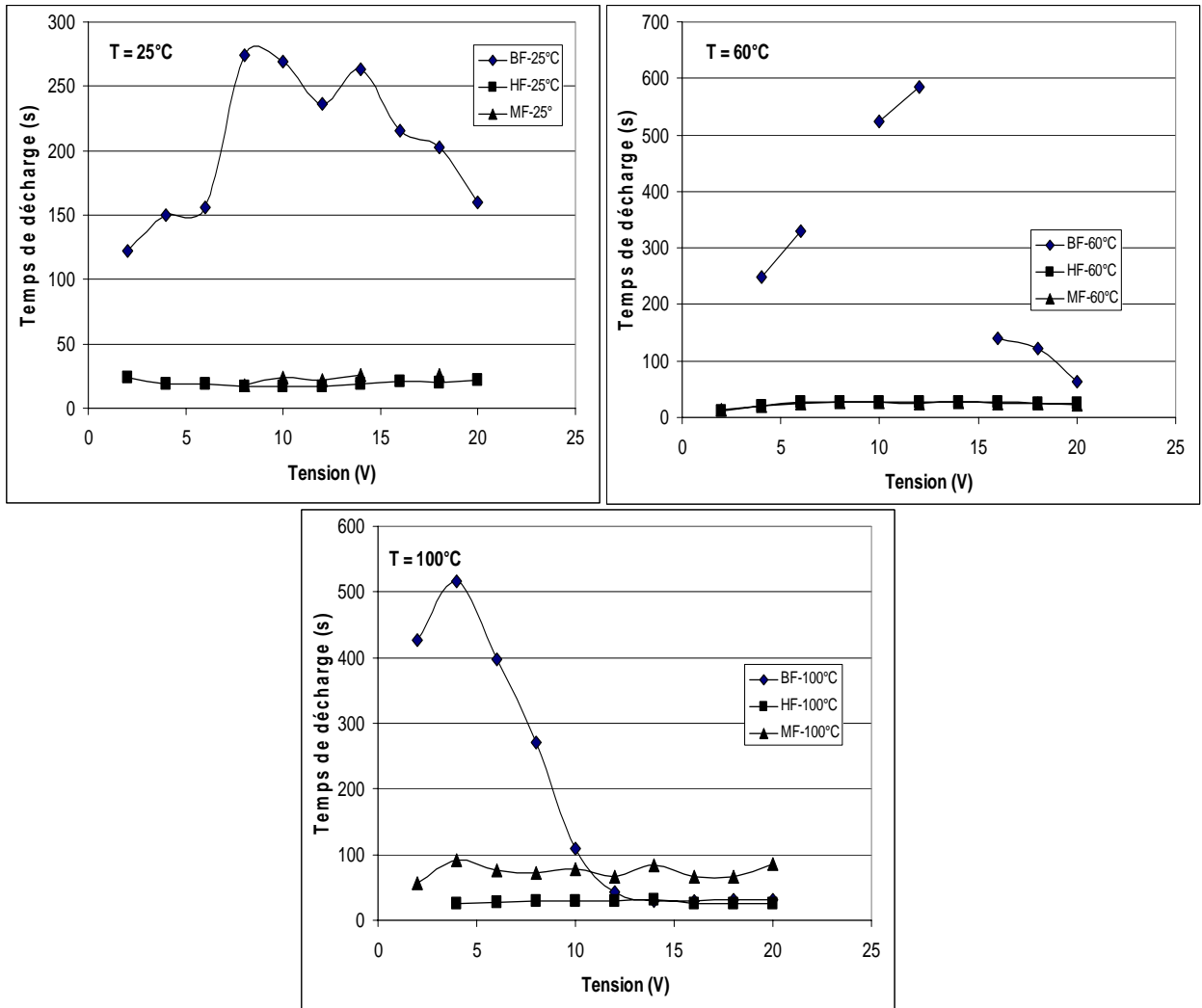


Figure 63 : Comparaison du temps de décharge des différents diélectriques en fonction de la tension et pour différentes températures

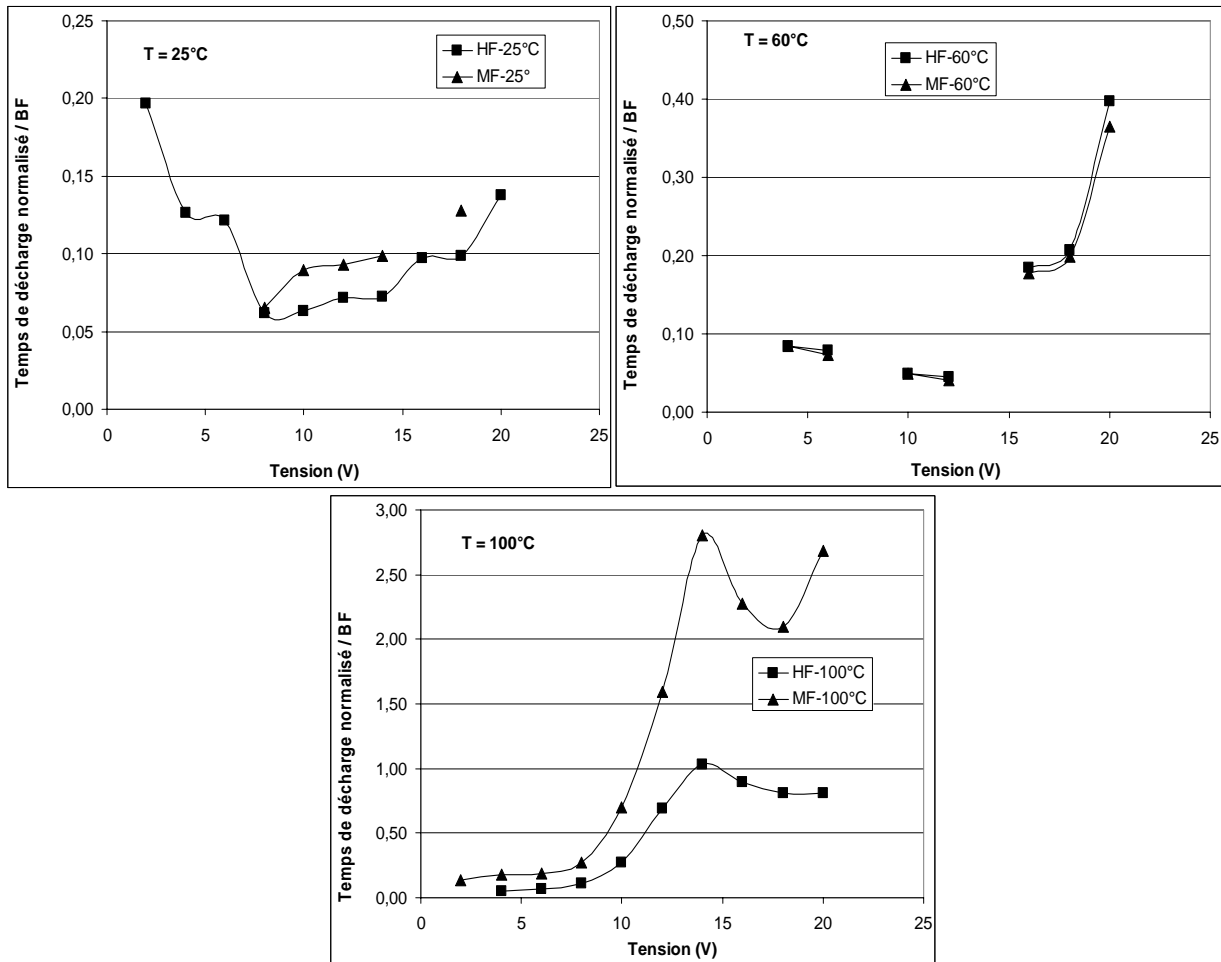


Figure 64 : Temps de décharge normalisés par rapport au BF en fonction de la tension et pour différentes températures

III.3 Origine du courant de fuite

L'objectif principal de notre travail n'est pas de déterminer les mécanismes qui régissent la conduction dans les couches diélectriques. Toutefois, cette partie débordera quelque peu de ce cadre puisque nous nous proposons de faire une distinction entre courant attribué à des phénomènes de polarisation / dépolarisation ou génération de charges intrinsèques, et les courants dû à des injections de charges dans le matériau. Les phénomènes de polarisation peuvent être classés en deux catégories : l'orientation dipolaire et l'injection de charges (cf. CH 1-4). La réversibilité des courants de charge et de décharge permet d'identifier l'origine dipolaire des courants transitoires mesurés [14]. Cette réversibilité des courants de polarisation et dépolarisation disparaît lorsque le courant enregistré est dû à des phénomènes d'injection [14] [15].

Sur la *Figure 65* sont représentés les courants de polarisation et dépolarisation en fonction du temps pour les trois types de nitrure de silicium étudiés et pour une température de 25°C.

Pour le SiNx-HF, nous remarquons que les courants présentent une bonne superposition pour les champs faibles, qui traduirait la présence d'un mécanisme de type dipolaire. Pour les champs plus élevés cette superposition disparaît, il vient donc s'ajouter à l'orientation dipolaire d'autres mécanismes comme l'injection de charges par les électrodes.

Dans le cas des nitrures du SiNx-MF et SiNx-BF, nous remarquons que les courants de polarisation et de dépolarisation ne présentent aucune superposition dans la gamme de champs explorée. Pour ces matériaux le mécanisme d'orientation dipolaire n'est pas pour autant absent mais n'est pas le mécanisme prépondérant. En effet le principal type de dipôle à l'origine de courants dipolaires dans le nitrure de silicium est la liaison Si-O. Or aucune oxydation des couches n'a été mise en évidence lors des caractérisations physico-chimiques (chapitre 2).

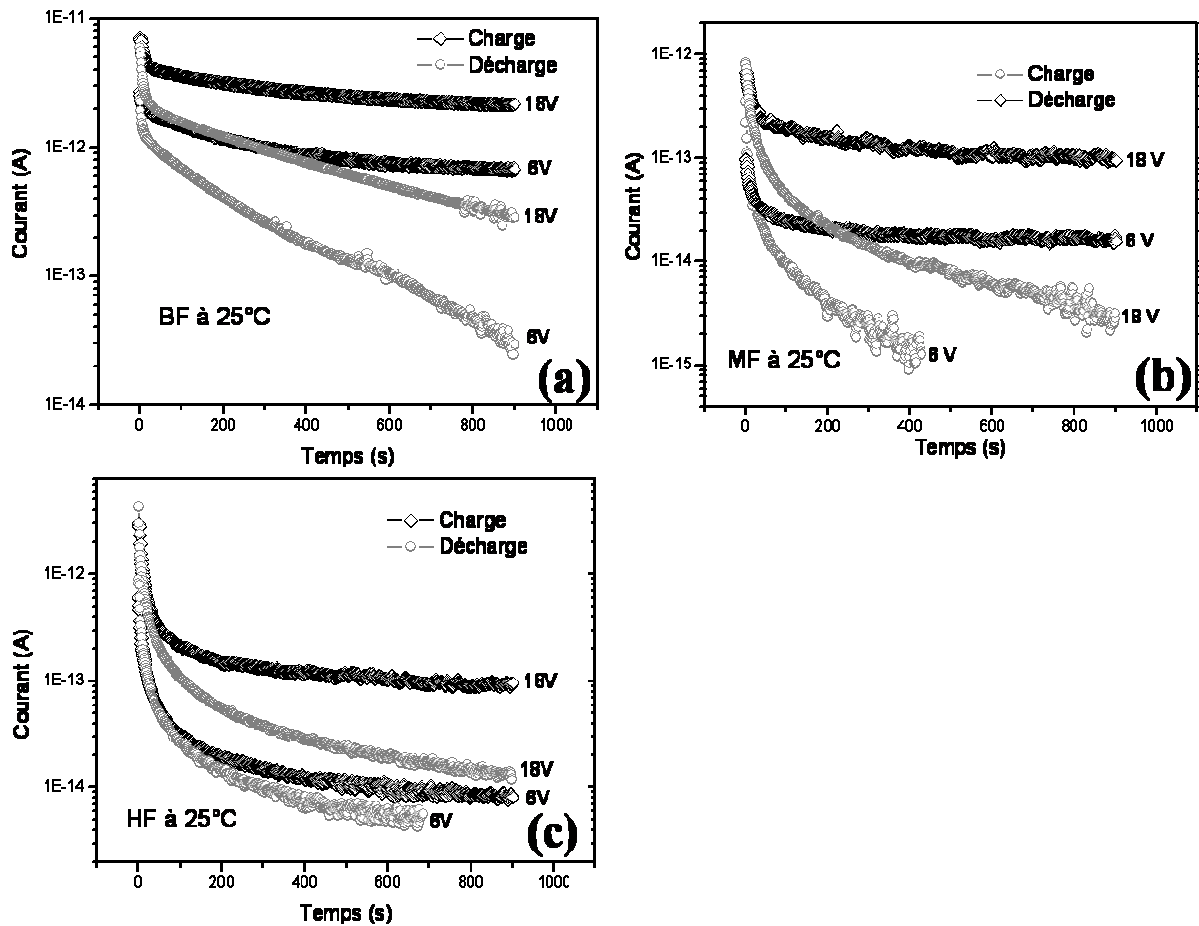


Figure 65 : Superposition des courants de charge et de décharge pour des tensions de 4V et 16V - (a) SiNx-BF, (b) SiNx-MF et (c) SiNx-HF

III.4 Bilan comparatif des propriétés électriques des différents nitrures

Le Tableau 11 résume les propriétés comparatives des trois nitrures étudiés. Tous les résultats ont été normalisés par rapport au nitrure basse fréquence.

Le nitrure BF présente le niveau de conduction en régime permanent le plus élevée des trois types de nitrure dans les gammes de tensions et de températures étudiées. Le facteur, par rapport aux nitrures HF et MF, est compris entre 5 et 1000 et est en général supérieur à 10. Ce facteur augmente avec la température.

Le niveau de conduction plus élevé dans le nitrure BF peut être attribué à une plus grande concentration de liaisons pendantes jouant le rôle de pièges participant à la conduction. Les nitrures MF et HF ont quand à eux des courants de conduction en régime permanent comparables.

Nous avons également montré qu'il existait un lien entre la stœchiométrie du dépôt de nitrure et la conductivité volumique du diélectrique : plus le nitrure est sous stœchiométrique et plus la conductivité sera grande. La mesure de la stœchiométrie des couches diélectriques peut donc être un bon indicateur de la conduction en régime permanent.

Mais l'étude des transitoires de décharge montre que nitrure BF accumule beaucoup plus de charges que les nitrures HF et MF. Le courant initial de décharge est en effet 5 à 10 fois plus important pour le nitrure BF. Globalement les nitrures HF et MF ont des courants initiaux de décharge comparables.

Malgré son niveau de conduction en régime permanent plus élevé le nitrure BF met en général beaucoup plus de temps (5 à 10 fois plus que les deux autres nitrures) pour se décharger. Lorsque la température et le stress électrique augmentent, cette différence de temps de décharge diminue et les trois diélectriques finissent par avoir un comportement comparable.

Dans la majorité des gammes de champs électriques étudiées (et à température ambiante), le phénomène majeur qui est à l'origine du chargement est l'injection de charges et la polarisation dipolaire peut être négligée. Ce dernier est prépondérant uniquement pour le nitrure HF dans le cas des faibles champs.

T = 25°C	I _p		I _o		τ	
	E faible	E fort	E faible	E fort	E faible	E fort
SiNx-BF	1	1	1	1	1	1
SiNx-MF	< 20%	< 5%	< 5%	< 10%	< 10%	10%
SiNx-HF	< 1%	< 5%	< 15%	< 40%	< 20%	< 15%

T = 60°C	I _p		I _o		τ	
	E faible	E fort	E faible	E fort	E faible	E fort
SiNx-BF	1	1	1	1	1	1
SiNx-MF	< 0.5%	< 1%	< 5%	< 10%	< 10%	< 40%
SiNx-HF	< 0.5%	< 1%	< 5%	< 15%	< 10%	< 40%

T = 100°C	Ip		Io		τ	
	E faible	E fort	E faible	E fort	E faible	E fort
SiNx-BF	1	1	1	1	1	1
SiNx-MF	< 0.1%	< 1%	< 10%	< 5%	< 20%	> 2
SiNx-HF	< 0.1%	< 1%	< 10%	< 10%	< 10%	≅1

Tableau 11 : Résumé comparatif des propriétés des différents nitrures pour les 3 températures.

Conclusion

Le but de ce chapitre n'était pas d'étudier le mécanisme responsable de la conduction dans les diélectriques utilisés. En effet ceci demanderait d'une part d'étudier l'influence d'autres paramètres tels que l'épaisseur et la nature des électrodes par exemple, et d'autre part de faire appel à des outils de simulation pour réellement tenter de comprendre ce qui se passe dans le volume du diélectrique. L'objectif principal de ce chapitre était d'étudier, à travers la réponse électrique d'une capacité MIM, les différences de chargement de plusieurs types de nitrure de silicium utilisés au LAAS, lorsqu'ils sont soumis à un fort champ électrique. Ceci afin d'apporter des éléments d'appréciation qui permettent d'orienter le choix du diélectrique pour minimiser les problèmes de collage des MEMS lors de l'actionnement électrostatique.

Il faut souligner tout d'abord que la mesure des faibles courants (10^{-15}A à 10^{-11}A) est délicate et peut être parfois entachée d'erreur. Une solution pour remédier à ce problème est d'augmenter la surface de la capacité. Mais nous avons pu observer que les courants de fuites augmentent fortement au moindre défaut dans le film diélectrique ce qui limite de fait la taille de la capacité.

Les principales conclusions concernant l'étude des trois nitrures sont détaillées dans ce qui suit.

Les nitrures MF et HF présentent globalement des caractéristiques de chargement comparables dans la gamme de champs (7 MV/m à 70MV/m qui correspond à une tension de 2V à 20V pour un diélectrique de $0.3\mu\text{m}$ d'épaisseur) et de températures (25°C à 100°C) étudiées.

Dans ces mêmes conditions, le nitrure BF possède un comportement nettement différent. La conduction en régime permanent est en général au moins 10 fois plus grande. Mais le nitrure BF accumule plus de charges que les deux autres diélectriques et son temps de déchargement est 5 à 10 fois plus grand.

Une conclusion peut être hâtive serait de dire que le nitrure de silicium BF n'est pas un bon candidat pour l'application étudiée. Néanmoins il faut noter que les conclusions, issues des mesures transitoires, ne sont valables que dans des conditions de court-circuit de la capacité MIM. Même si la capacité MIM est représentative d'un MEMS réel à l'état bas avec un contact parfait, elle ne l'est pas en ce qui concerne l'état haut. En effet la principale solution pour les charges accumulées de s'évacuer dans ce cas est une migration au travers du volume pour atteindre la contre électrode. Dans le cas de la capacité MIM, les charges s'évacuent pour majorité par l'électrode supérieure mise à un potentiel nul et ne traversent pas le diélectrique, en témoigne le signe négatif des courants de décharge.

Dans ces conditions le fort niveau de conduction en régime permanent du nitrure BF pourrait lui permettre d'évacuer les charges dans les conditions réelles d'un MEMS à

l'état haut. Dans le cas du court-circuit de la capacité MIM l'influence de l'interface métal/isolant ne peut pas être négligée et peut être différente pour les trois types de nitrure. La faible vitesse de déchargement relevé dans le cas du BF, alors qu'il est le plus conducteur en volume, pourrait alors s'expliquer par une plus grande barrière de potentiel à franchir pour les porteurs lors de la mise en court-circuit. Dans le cas réel d'un MEMS à l'état haut, le paramètre prépondérant est la conductivité de volume, puisque l'interface métal/diélectrique n'existe plus, excepté à la contre électrode. On peut donc s'attendre à ce que le matériau le plus conducteur en volume présente la cinétique de décroissance de potentiel la plus rapide.

Pour répondre à cette interrogation il convient d'étudier l'évacuation des charges accumulées non pas en mettant en court-circuit une capacité MIM, mais au travers de mesures EFM et KFM qui seront présentées dans le chapitre 4.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE .III

- [1] J. M. Shannon, « Hole transport via dangling bond states in amorphous hydrogen silicon nitride» *Appl. Phys. Lett.* 65 (23), 5 December 19²
- [2] B. Rousset, L. Furgal, P. Fadel, A. Fulop, D. Pujos and P. Temple-Boyer « Development of SiN_x LPCVD processes for microtechnological applications» *J. Phys. IV France* 11 (2001) Pr3-937-Pr3-944.
- [3] G.DUPONT, « Dépôt de nitrure de silicium assisté par plasma étude des propriétés structurale de matériau corrélation avec ses propriétés électriques » Thèse de doctorat université Paul Sabatier
- [4] J. Ackaert, « MIMC reliability and electrical behavior defined by a physical layer property of th dielectric», *Microelectronics Reliability* 48 (2008) 1553–1556
- [5] S. W. Hsieh et al, « Properties of plasma enhanced chemical vapor deposition a-SiN_x bay various dilution gases», *journal of applied physics* Vol 76 15 September 1994
- [6] J. CHAVEZ-LARA « Comportement électrique de films de poly (ethylene naphtaline - 2, 6-dicrboxlyate) (PEN) à forts champs électrique : contributions à l'étude des mécanismes de conductions électrique» Thèse de doctorat université Paul Sabatier
- [7] H. AOZASA et al « Analysis of Carrier Traps in Silicon Nitride Film with Discharge Current Transient Spectroscopy, Photoluminescence, and Electron Spin » *Resonance Japanese Journal of Applied Physics* Vol. 46, No. 9A, 2007, pp. 5762–5766
- [8] H. KANO et al, « LOW-TEMPERATURE CHEMICAL-VAPOR-DEPOSITION OF SILICON NITRIDE » *JOURNAL DE PHYSIQUE IV CZ-831 Colloque C2, suppl. au Journal de Physique* 11, Vol 1, septembre 1991.
- [9] H. Kato, H. Sato, Y. Ohki, K. S. Seol and T.Noma, « Similarities in the electrical conduction processes in hydrogenated amorphous silicon oxynitride and silicon nitride » *J. Phys.: Condens. Matter* 15 (2003) 2197–2205.
- [10] E. Papandreou, M. Lamhamdi, C.M. Skoulikidou, P. Pons, G.J. Papaioannou and R. Plana, « Structure Dependent Charging Process in RF MEMS Capacitive Switches», *Microelectronics Reliability* 47, 1822, (2007)
- [11] G. Papaioannou, J. Papapolymerou, P. Pons and R. Plana, « Dielectric charging in radio frequency micro-electro-mechanical-system capacitive switches: a study of material properties and device performance», *Applied Physics Letters* 90, 233507, (2007).
- [12] S.S. Bamji, « Phase Resolved PEA Technique to Measure Space Charge Distribution in Polymeric Insulation » *Conference Record of the 2006 IEEE International Symposium on Electrical Insulation.*
- [13] P. Notingher, S. Agnel, O. Fruchier, A. Toureille, B. Rousset, J.L. Sanchez « On the Use of the Thermal Step Method as a Tool for Characterizing Thin Layers and Structures for Micro and Nano-electronics » ", *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, Vol. 6, N° 3, September 2004, pp. 1089-1096.
- [14] S. Zelmat « Etude des propriétés électrique d'un matériau polymide à haute température : application à la passivation des composants de puissance en carbure de silicium » Thèse de doctorat université Paul Sabatier 2006.

[15] Y. Segui « Diélectriques : Courants de conduction» Techniques de l'ingénieur, Traité Génie électrique, 1999, pp. D2301-1-D2301-12.

**CHAPITRE IV: NANO
CARACTERISATION PAR AFM**

I. Introduction

Nous avons présenté dans le chapitre 3 les résultats de caractérisation issus d'une capacité MIM. L'inconvénient majeur de cette structure de test est qu'elle ne permet pas de rendre compte de la réalité du contact qui existe entre le MEMS métallique et le diélectrique. En effet, à cause de la rugosité des surfaces en regard, le contact ne s'effectue que ponctuellement. Le champ électrique généré localement est alors bien supérieur au champ moyen appliqué dans une capacité MIM pour laquelle le contact est parfait sur l'ensemble de la surface. Par ailleurs il est nécessaire de mettre les deux électrodes de la capacité MIM en court-circuit pour pouvoir observer le déchargement à travers l'analyse du courant de décharge.

La nano caractérisation électrique par AFM, présentée dans ce chapitre, permet de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation du micro-commutateur en réalisant une injection de charge localisée grâce à la pointe de l'AFM puis en suivant l'évolution spatio-temporelle de ces charges sans réaliser de court-circuit grâce à la sonde électrostatique de l'AFM.

Un autre avantage de cette technique de caractérisation est la simplicité de fabrication des structures de tests puisqu'elle ne nécessite que la réalisation de dépôts de diélectriques. De nombreuses caractérisations peuvent être ainsi réalisées en modifiant le diélectrique déposé. Il est également possible de changer les propriétés de surface du diélectrique pour simuler le procédé réel de fabrication du micro-commutateur ou pour améliorer le comportement du diélectrique.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la description du banc de test (fonctionnement de l'AFM en mode électrique) et de la procédure de tests (injection des charges, détection des charges). La seconde partie décrit les deux modes de fonctionnement de l'AFM qui existent pour sonder les forces électrostatiques (mode détection de phase et mode potentiel de surface). Enfin la dernière partie expose les résultats de caractérisation obtenus sur les films de nitrure de silicium ainsi que les principaux problèmes rencontrés.

II. Description du banc de test

II.1 Présentation de l'AFM

Le microscope à force atomique a été développé par Binnig et al. en 1986. L'AFM est un dérivé du microscope à effet tunnel mais à la différence de celui-ci, il peut être utilisé pour caractériser la surface d'échantillons isolants. Le principe est basé sur les interactions entre l'échantillon étudié et une pointe montée sur un microlevier très sensible (cf. Figure 66).

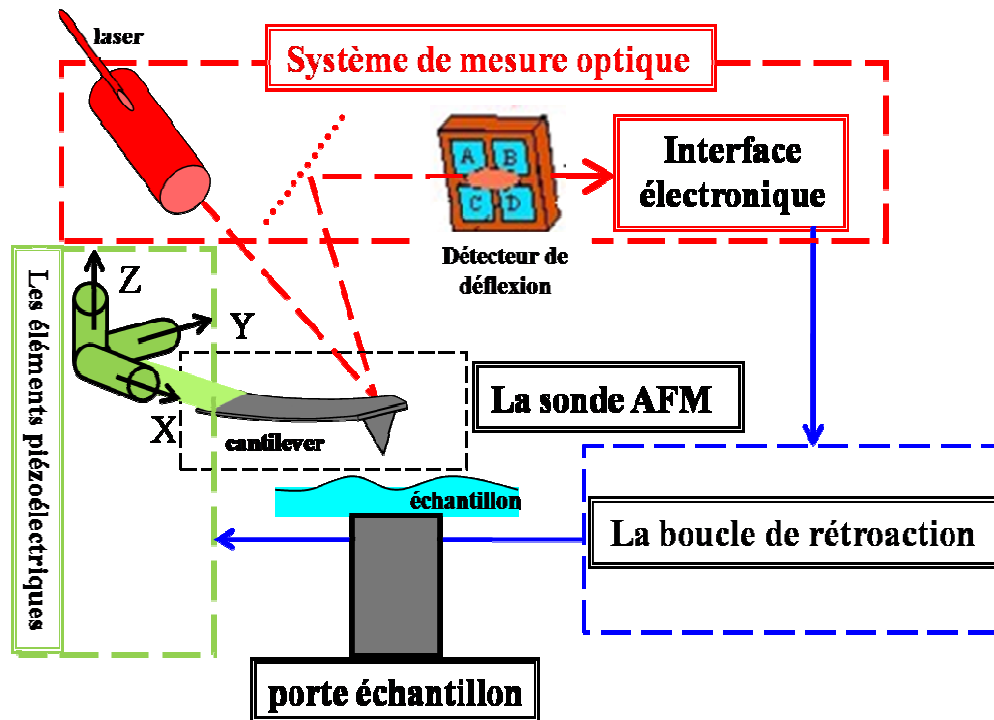


Figure 66 : Principe général du microscope à force atomique

Un microscope à force atomique est composé des éléments suivants :

II.1.1 Sonde de mesure

L'élément central de l'AFM est la sonde constituée du système pointe/levier. Ce capteur de forces est composé d'un bras de levier très mince (microlevier) faisant office de ressort et qui porte à l'extrémité une pointe très fine. Les forces d'interaction entre la pointe et la surface à étudier génèrent une déformation du microlevier. Le choix du microlevier dépend du type d'application et il doit présenter les caractéristiques classées ci-dessous par ordre d'importance décroissant:

- Faible constante de raideur pour augmenter la sensibilité de détection,
- Grande fréquence de résonance (ω_0) pour diminuer la sensibilité aux vibrations extérieures. En effet, une fréquence de résonance élevée rend l'AFM relativement insensible aux vibrations mécaniques de basse fréquence.

- Pointe très fine présentant un rayon de courbure le plus faible possible,
- Très faible flexibilité latérale,
- Très bonne réflexion du faisceau laser,
- Facteur de qualité élevé pour obtenir une excellente résolution en mode « non-contact » mais au détriment d'un temps de réponse élevé.

Afin de rendre l'AFM sensible aux interactions électrostatiques, la pointe est recouverte d'une couche métallique. Dans le cadre de ce travail nous avons utilisé des pointes rectangulaires en silicium non dopé métallisées avec du carbure de tungstène de 25nm d'épaisseur. Ce métal présente l'avantage d'être très dur, et donc de bien résister aux multiples contacts avec la surface lors de l'injection des charges. Cette pointe est reliée à une masse commune avec la contre électrode.

Les paramètres caractéristiques de la sonde utilisée pour l'analyse des propriétés électriques sont représentés dans le Tableau 12.

Microlevier						Pointe
Epaisseur (μm)	Largeur (μm)	Longueur (μm)	Raideur (N/m)	Fréquence résonance (kHz)	Facteur qualité	Rayon courbure (nm)
2.5 à 3.5	23 à 33	200 à 250	1 à 4	60 à 100	160 à 350	35

Tableau 12 : Paramètres caractéristiques de la sonde utilisée pour les mesures électriques.

II.1.2 Système de détection

L'AFM utilisé dispose d'un système de détection optique. Celui-ci est constitué d'un laser qui est réfléchi par le micro-levier vers une cellule de quatre photodiodes. Les déplacements du microlevier sont ainsi obtenus en mesurant l'intensité lumineuse de chaque photodiode, ce qui permet de déduire les forces verticale et latérale qui agissent sur le microlevier.

II.1.3 Eléments piézoélectriques

Le microlevier est monté sur un système trois axes piloté par des céramiques piézoélectriques et qui permet de faire varier de manière précise la position et l'altitude du microlevier. Une partie du microlevier est également recouverte, sur ces deux faces, par un matériau piézoélectrique constituant ainsi un bimorphe piézoélectrique qui permet de faire vibrer le microlevier.

II.1.4 Boucle de rétroaction

Elle assure le lien entre le système optique et les éléments piézoélectriques en modulant l'altitude du microlevier en fonction de la déflexion mesurée. En effet, le signal détecté par la photodiode est injecté dans une boucle d'asservissement réglée sur la fréquence d'oscillation du système pointe/levier. Le signal d'entrée de la boucle de rétroaction est alors proportionnel à l'amplitude de vibration du cantilever.

II.1.5 Porte échantillon

C'est un plateau motorisé qui permet le déplacement en X et Y de l'échantillon. Le déplacement de l'échantillon s'effectue généralement à l'aide de céramiques piézo-électriques.

II.2 Principe de fonctionnement de l'EFM

L'AFM est utilisé en mode oscillant. La pointe oscille à une fréquence proche de la fréquence de résonance du levier auquel elle est associée.

Lorsqu'on balaie la surface de l'échantillon avec la pointe à une distance comprise entre 10 et 200 nm, il se produit entre les atomes de la pointe et ceux de l'échantillon une interaction. Plusieurs types d'interactions peuvent être mis en jeu :

- Les forces de Van der Waals dont l'origine est l'interaction dipolaire. Ce sont des forces attractives de courte portée.
- Les forces atomiques du fait du principe d'exclusion de Pauli. Ce sont des forces répulsives de courte portée.
- Les forces électromagnétiques (électriques et magnétiques). Ce sont des forces attractives de longue portée.

Dans ce système trois paramètres caractérisent l'oscillation du levier en interaction avec une surface : l'amplitude d'oscillation du levier, sa fréquence de résonance et sa phase (cf Figure 67). Chacun de ces trois paramètres peut faire l'objet d'un asservissement.

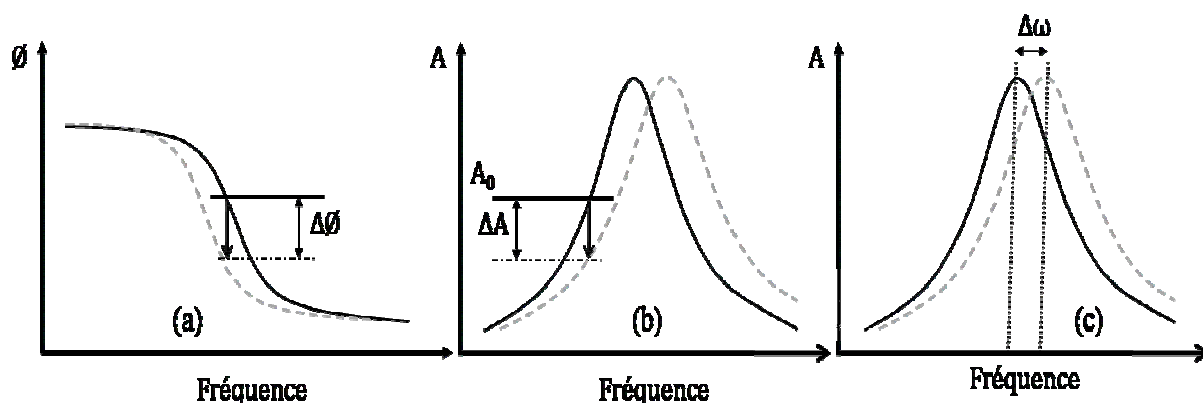


Figure 67 : Variation des caractéristiques d'oscillation du microlevier en interaction avec une surface

De nombreuses déclinaisons de l'AFM existent aujourd'hui, chacune adaptée à la grandeur à mesurer. Le microscope à force électrostatique (EFM) dont la pointe est conductrice permet de caractériser les propriétés électrostatiques des matériaux. Il existe deux modes de détection possible. Le premier mode (à détection de phase) utilise le gradient de force, généré par les interactions électrostatiques, pour modifier la résonance du microlevier. Un asservissement sur l'amplitude d'oscillation permet de détecter une variation de phase du signal.

Le second mode de détection (Kelvin) utilise une excitation électrostatique entre la pointe et la surface à caractériser. La tension sinusoïdale d'excitation génère une force électrostatique proportionnelle au carré de cette tension. L'asservissement est ici basé sur l'annulation de l'oscillation du microlevier à la fréquence fondamentale à l'aide d'une tension continue appliquée sur la pointe. Cette tension continue donne une image du potentiel de la surface à caractériser. Dans ce mode l'excitation du bimorphe piézoélectrique est désactivée.

Dans les deux modes l'EFM permet d'obtenir une information sur le potentiel à la surface du diélectrique généré par la présence de charges dans tout le volume du diélectrique. Mais il ne sera pas possible de déterminer la répartition de ces charges dans le volume du diélectrique.

II.3 Procédure de test

II.3.1 Introduction

Le véhicule de test est constitué par un dépôt de diélectrique sur un substrat de silicium basse résistivité préalablement nettoyé (cf. Figure 68). L'avantage principal de cette configuration est qu'elle présente une très faible rugosité de surface. Cela rend les mesures EFM plus faciles. C'est pourquoi les études ont été réalisées sur ce type de structures bien que le dépôt sur métal soit plus représentatif du cas réel.

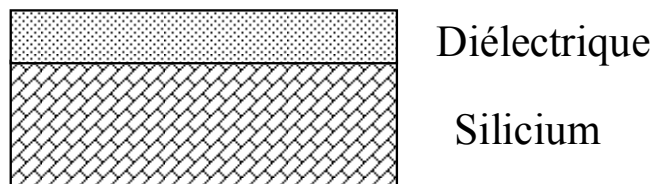


Figure 68 : Véhicules de test destinés aux mesures EFM

Les dimensions standards des échantillons après découpe sont de 1cm x 1cm environ. Après nettoyage l'échantillon est introduit dans l'AFM. Il est important de noter que les mesures EFM sont réalisées sous air mais dans l'enceinte de la centrale de technologie. La température et l'humidité sont contrôlées mais il faut garder à l'esprit que l'humidité joue un rôle important dans la génération et la mobilité des charges électriques. L'AFM utilisé est le modèle 3100 de Veeco (cf. Figure 69).

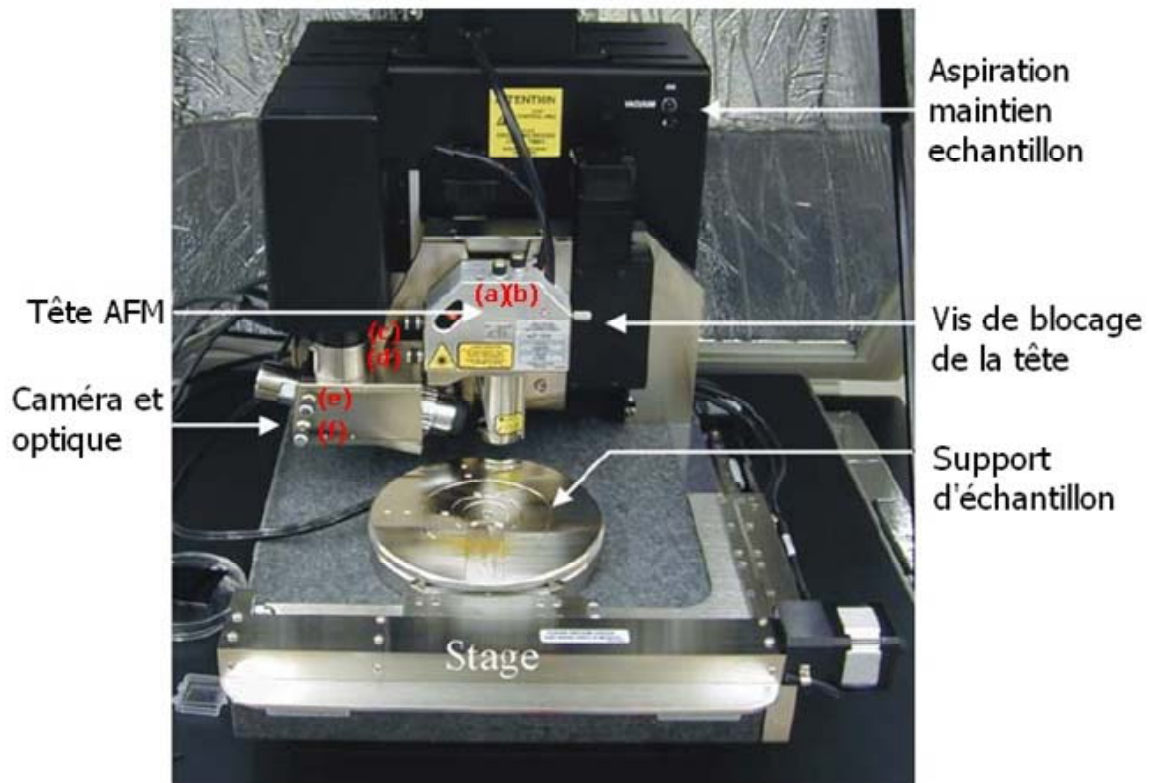


Figure 69 : Photo de l'AFM Veeco 3100

II.3.2 Injection des charges

L'injection des charges est obtenue en amenant la pointe en contact avec la surface de l'échantillon et en polarisant la pointe par rapport à la masse.

La procédure se déroule en plusieurs étapes (cf. Figure 70) :

- Le microlevier, qui oscille, est rapproché progressivement de la surface de l'échantillon à l'aide des céramiques piézoélectriques. Le contact est considéré atteint lorsque l'amplitude d'oscillation est quasiment nulle (étapes 1 à 3). Ces opérations sont réalisées par l'interface informatique qui prend le relais de la boucle d'asservissement en fixant une amplitude de consigne quasiment nulle à la pointe. Un oscilloscope permet de s'assurer que l'amplitude mesurée à la photodiode est correctement amortie.
- Lorsque le contact est réalisé, une tension continue comprise entre -12V et +12V est appliquée entre la pointe et la face arrière de l'échantillon qui est reliée à la masse (étape 3). La polarisation peut être appliquée pour des durées de quelques secondes à plusieurs dizaines de minutes. Cette procédure est actuellement manuelle et il existe donc une incertitude de quelques secondes sur le temps d'injection. A la fin de la polarisation la tension de la pointe est ramenée à zéro. Il est également possible d'appliquer des valeurs de tensions plus importantes ou des signaux de polarisation de forme quelconque en branchant un générateur de signaux extérieur. Cette option (non utilisée pour notre étude) permettrait de

réaliser des cycles de chargement qui simulent un cyclage du micro-commutateur.

- Puis la pointe est progressivement éloignée de la surface de l'échantillon à l'aide des céramiques piézoélectriques (étape 4 à 5) et la procédure de détection des charges peut commencer.

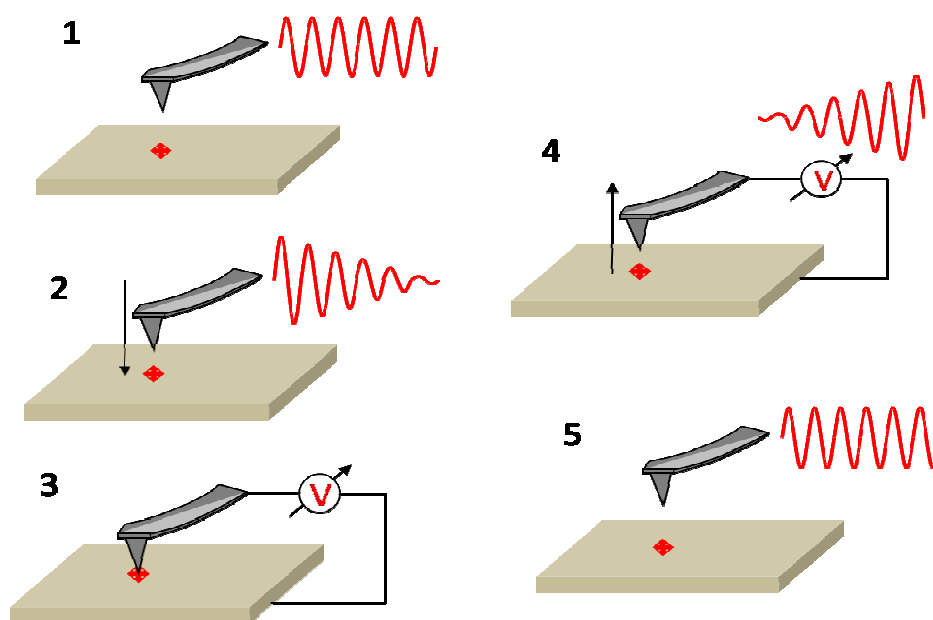


Figure 70 : Procédure d'injection des charges par la pointe

Lorsque la pointe AFM en contact avec le diélectrique est portée à un potentiel, il existe au niveau de l'apex de la pointe (rayon de courbure de quelques dizaines de nm maximum) un champ électrique intense à la surface du diélectrique qui génère l'injection de charges dans le diélectrique. Les champs obtenus sont beaucoup plus importants que ceux existants dans les capacités MIM pour les mêmes tensions de polarisation. On pourra donc négliger, pour les polarisations par la pointe AFM, les autres mécanismes de génération de charge qui sont liés au volume du diélectrique (polarisation des dipôles, déplacements d'ions, dissociation d'espèces neutres).

Dans le cas d'un isolant parfait situé dans le vide, ces charges déposées à la surface restent des charges surfaciques (σ_s), localisées dans la région de la l'apex de la pointe, et qui sont évacuées par le circuit extérieur lorsque la tension de polarisation est remise à zéro.

Pour un diélectrique réel, les charges peuvent s'étaler sur une surface beaucoup plus grande que l'apex de la pointe AFM à cause de la conduction surfacique qui dépend notamment des conditions environnementales. Une partie de ces charges est piégée à l'interface (σ_v) (Figure 71). Cette charge interfaciale peut ensuite :

- Migrer dans le volume du diélectrique pour rejoindre l'électrode inférieure (transport diffusif)

- S'étaler à la surface du diélectrique (transport dispersif).

C'est l'évolution spatio-temporelle de ces charges piégées qui sera étudiée par la suite.

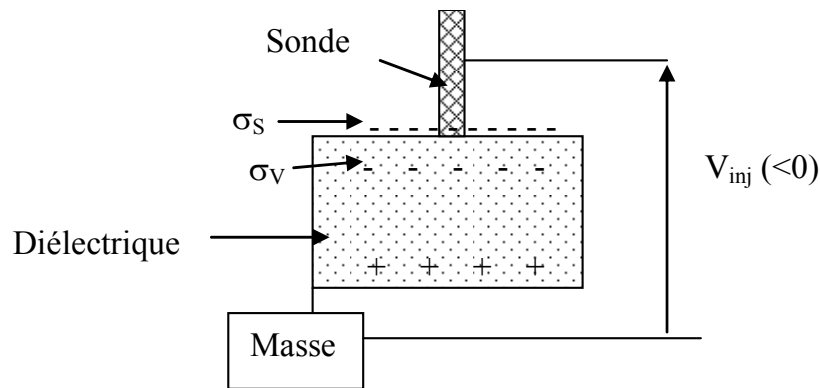


Figure 71 : Génération de charges à la surface du diélectrique

Il existe plusieurs paramètres qui conditionnent la quantité de charges qui sera déposée à la surface du diélectrique :

- L'environnement (gaz, humidité, température). Dans notre cas, les tests seront réalisés sous air avec une température et une humidité normalement constante dans la pièce (salle blanche).
- La polarité de la tension d'injection.
- La valeur de la tension de polarisation.
- Le temps de polarisation.

II.3.3 Détection des charges

Après l'injection des charges, il faut changer la configuration de l'AFM en modifiant un certain nombre de paramètres. Ceci est effectué de manière manuelle et dure environ une trentaine de secondes mais il existe une incertitude relativement importante sur la valeur exacte du temps écoulé entre la fin de l'injection et le début de la détection des charges. Pour des cinétiques de décharges rapides il existera donc une incertitude importante sur la valeur de la mesure électrique.

La pointe scanne ensuite la surface de l'échantillon ligne par ligne. Pour chaque ligne un double passage est réalisé (cf. Figure 72).

Le premier passage (aller et retour de la pointe) se fait en mode contact intermittent (tapping mode) à une distance de quelques nanomètres de la surface pour imager la topographie. Le levier sur lequel est montée la pointe est mis en oscillation par le bimorphe piézoélectrique à une fréquence fixe proche de la fréquence de résonance du levier. L'amplitude d'oscillation est maintenue constante par la boucle de rétroaction en agissant sur la tension de commande des céramiques piézoélectriques qui modifie la distance moyenne entre la pointe et la surface, reproduisant ainsi la topographie de la surface.

Le second passage (aller et retour de la pointe) s'effectue avec la pointe éloignée de la surface afin d'être surtout sensible aux forces électrostatiques de longue portée (typiquement entre 20nm et 100nm). L'amplitude d'oscillation de la pointe est inférieure à 10nm. Le balayage de la ligne est réalisé en maintenant constante la distance pointe/surface à l'aide du relevé topographique obtenu lors du premier passage.

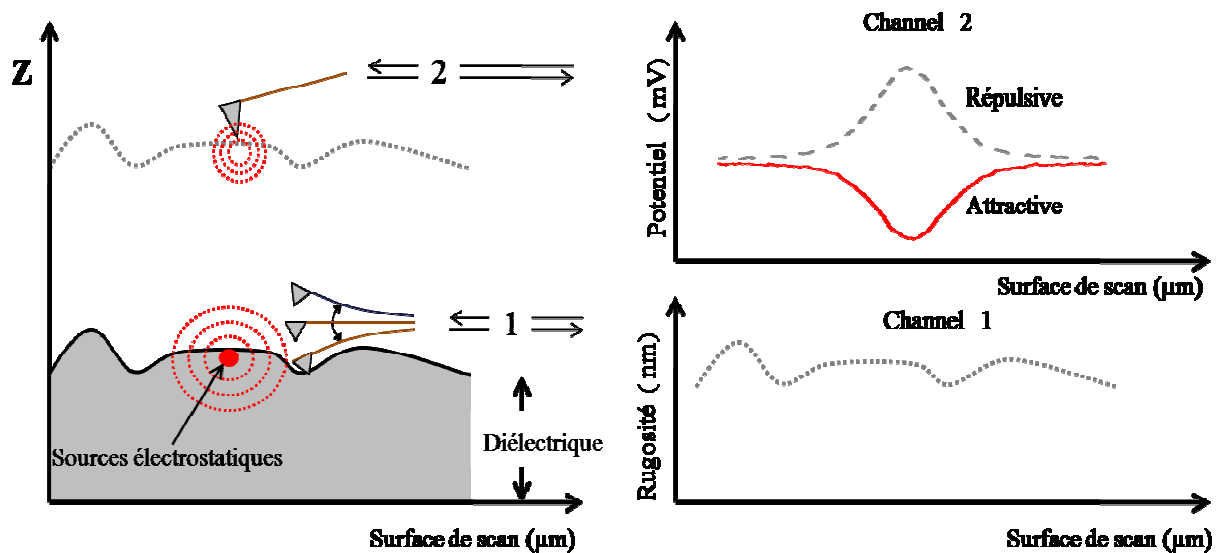


Figure 72 : Illustration du double passage pour la détection des charges

II.3.4 Procédure d'acquisition

Le point d'injection de la charge est situé par définition au centre de la zone d'acquisition si les réglages ont été bien effectués (cf. Figure 73). Cette dernière est fixée par la taille de la tâche. Typiquement l'aire d'acquisition est de $10\mu\text{m}$ à $40\mu\text{m}$ de coté.

L'acquisition se fait ligne par ligne en commençant par une extrémité de la zone d'acquisition choisie. Il faut également définir plusieurs paramètres d'acquisition :

- Le nombre de points d'acquisition par ligne (typiquement 256). La résolution spatiale sur la ligne est alors comprise entre 40nm et 160nm.
- La vitesse de balayage de la ligne (typiquement 0.5s). Une vitesse trop faible pénalise le temps d'acquisition total et une vitesse trop rapide augmente le bruit de mesure.
- Le nombre de lignes à balayer ((typiquement 256). La résolution spatiale entre chaque ligne est alors comprise entre 40nm et 160nm. Un nombre trop important de lignes pénalise le temps d'acquisition.

Un exemple d'acquisition 3D obtenu avec ce type de procédure est présenté sur la Figure 74.

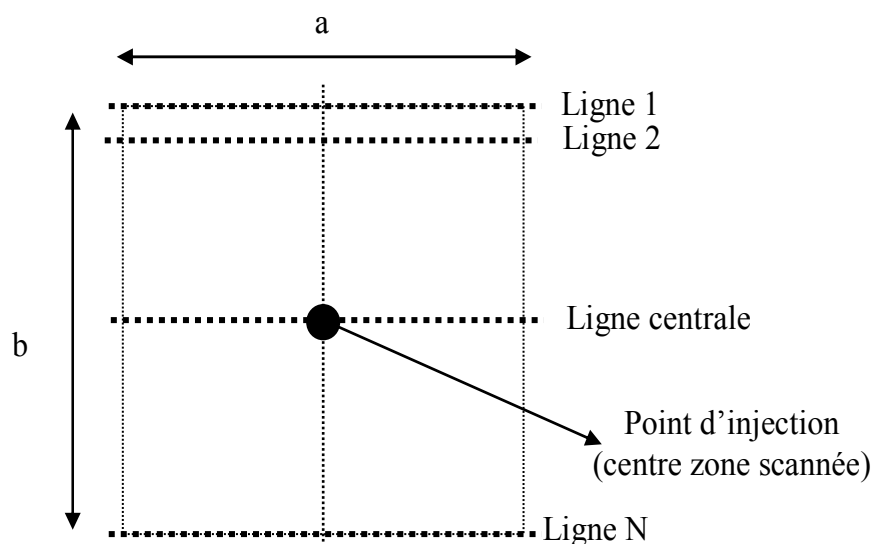


Figure 73 : Définition de la zone d'acquisition.

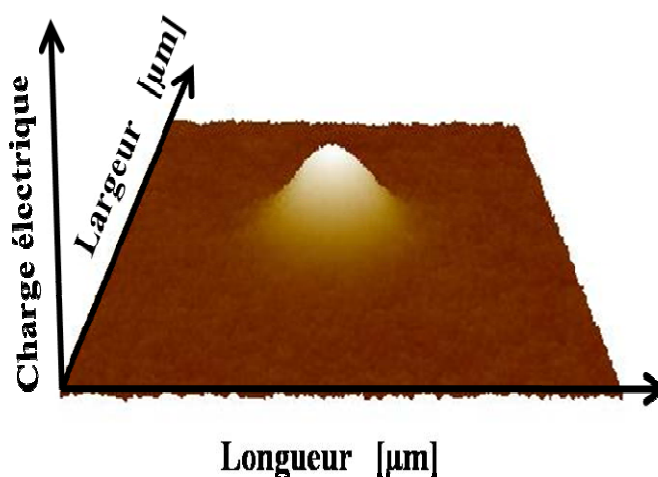


Figure 74 : Exemple d'acquisition 3D montrant la zone chargée

Avec les paramètres typiques d'acquisition présentés précédemment, le temps pour scanner la totalité de la surface d'acquisition est supérieur à 4mn. Pour étudier l'évolution temporelle des charges, le relevé de la surface d'acquisition est poursuivi en partant de la dernière ligne d'acquisition. On obtient ainsi un lot d'images dont chaque point d'acquisition spatial est séparé de plusieurs minutes.

Les premiers tests ont montré qu'au bout d'une minute une quantité non négligeable de charges avait déjà disparu dans certains cas. Il n'est donc pas possible avec cette procédure d'acquisition d'obtenir une bonne résolution temporelle de la cinétique d'évolution des charges. Pour pallier ce défaut il existe sur l'AFM un mode qui permet de désactiver le déplacement vertical (axe lent). Dans ce cas la seule ligne scannée est la ligne centrale et l'axe d'acquisition vertical est remplacé par un axe temporel. Il suffit alors d'augmenter le nombre de lignes à scanner pour obtenir la cinétique d'évolution

des charges sur une ligne pour des temps longs. Un exemple d'acquisition 2D obtenu avec ce type de procédure est présenté sur la Figure 75.

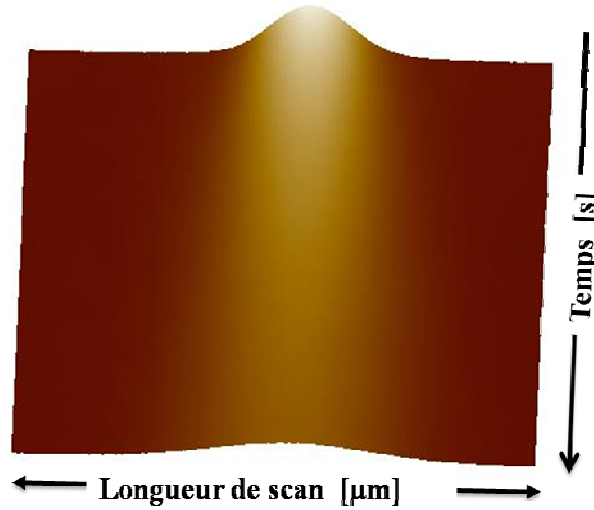


Figure 75 : Exemple d'acquisition 2D montrant l'évolution dans le temps de la zone chargée

III. Principe de détection des charges

III.1 Introduction

Le système mécanique pointe-levier mis en excitation est analogue à un oscillateur amorti en régime forcé. L'équation de mouvement de ce système soumis à une force d'excitation sinusoïdale (F_{exc}) de pulsation ω est donnée par :

$$\frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + 2 \beta \frac{\partial z(t)}{\partial t} + \omega_0^2 z(t) = \frac{F_{exc} \cos(\omega t)}{m} \quad \text{Équation VI- 1}$$

Où m est la masse de l'oscillateur, ω_0 la pulsation propre de résonance et β un coefficient d'amortissement.

L'amplitude et la phase (par rapport à l'excitation) de l'oscillation sont données par :

$$z(t) = \frac{F_{exc}}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4 \beta^2 \omega^2}} \quad \text{Équation VI- 2}$$

$$\varphi(\omega) = \tan^{-1} \left(\frac{2 \beta \omega}{\omega^2 - \omega_0^2} \right) \quad \text{Équation VI- 3}$$

Pour des fréquences proches de la fréquence de résonance, le facteur de qualité (Q) est donné par :

$$Q = \frac{\omega^2 + \omega_0^2}{4 \beta \omega} \cong \frac{\omega_0}{2 \beta} = \frac{\omega_0}{\Delta \omega} \quad \text{Équation VI- 4}$$

III.2 Mode détection de phase

Lorsque la pointe est soumise à une force d'interaction (F_{int}), l'équation 1 est modifiée et devient :

$$\frac{\partial^2 z(t)}{\partial t^2} + 2\beta \frac{\partial z(t)}{\partial t} + \omega_0^2 z(t) = \frac{F_{exc} \cos(\omega t) + F_{int}(z)}{m} \quad \text{Équation VI- 5}$$

Pour des faibles amplitudes d'oscillation (par rapport à la distance z), les forces d'interactions qui dépendent de z peuvent se développer de manière linéaire [1] :

$$F_{int}(z) = F_{int}(z_o) + \frac{\partial F_{int}(z)}{\partial z} \quad \text{Équation VI- 6}$$

Le gradient de force associé à l'interaction pointe/surface modifie ainsi la fréquence de résonance de l'oscillateur (cf. Figure 76) :

$$\omega_{int}(z) = \omega_o \sqrt{1 - \frac{1}{k} \frac{\partial F_{int}(z)}{\partial z}} \cong \omega_o \left(1 - \frac{1}{2k} \frac{\partial F_{int}(z)}{\partial z} \right) \quad \text{Équation- VI- 7}$$

A la pulsation de résonance ω_{int} , la phase de l'oscillateur devient :

$$\varphi(\omega_{int}) = \tan^{-1} \left(\frac{k}{Q} \frac{1}{\frac{\partial F_{int}(z)}{\partial z}} \right) \quad \text{Équation VI- 8}$$

La Figure 76 illustre l'impact du décalage de la fréquence de résonance sur l'amplitude et la phase de l'oscillation.

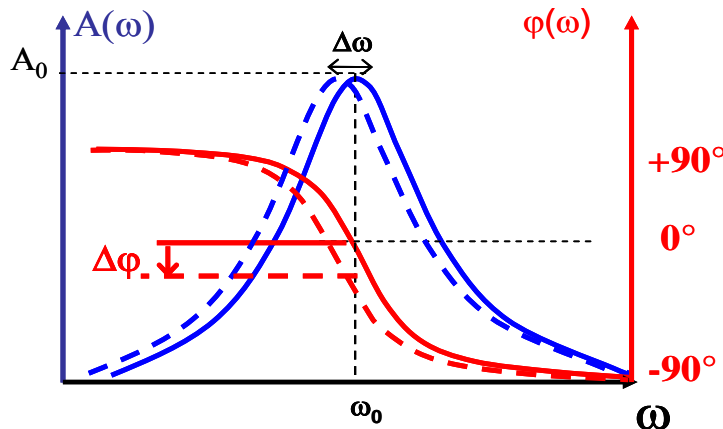


Figure 76 : Variation de phase et de fréquence de résonance du cantilever

Pour les faibles variations de phase autour de la résonance, l'équation 8 donne :

$$\varphi(\omega_{\text{int}}) = \frac{\pi}{2} + \left(\frac{Q}{k} \frac{\partial F_{\text{int}}(z)}{\partial z} \right) \quad \text{Équation VI- 9}$$

La convention utilisée par l'AFM pour définir la phase est la suivante :

$$\Phi(\omega_{\text{int}}) = \varphi - \frac{\pi}{2} = \left(\frac{Q}{k} \frac{\partial F_{\text{int}}(z)}{\partial z} \right) \quad \text{Équation VI- 10}$$

Lorsque la pointe est suffisamment loin de la surface de l'échantillon, les forces exercées sur la pointe sont principalement d'origine électrostatique et liées aux charges déposées sur la surface de l'échantillon. Le gradient de force s'exprime alors par [2] :

$$\frac{\partial F_{\text{int}}(z)}{\partial z} = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} V^2 \quad \text{Équation VI- 11}$$

Où C est la capacité pointe / masse et V la tension pointe /surface du diélectrique.

Le schéma électrique de principe du mode de détection de type phase est présenté sur la Figure 77. Une tension continue V_{efm} peut être appliquée entre la pointe et la masse afin d'augmenter la sensibilité de détection. Cependant, lorsqu'une grande quantité de charges est injectée, il faut garder à l'esprit qu'au-delà d'une phase de 15 degrés, la mesure est entachée d'erreur [3]. La tension V_q correspond au potentiel équivalent reporté à la surface du diélectrique et résultant de la présence des charges injectées dans le diélectrique. La phase détectée par l'AFM est alors donnée par :

$$\Phi = -\frac{Q}{2k} \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} (V_{\text{efm}} - V_q)^2 \quad \text{Équation VI- 12}$$

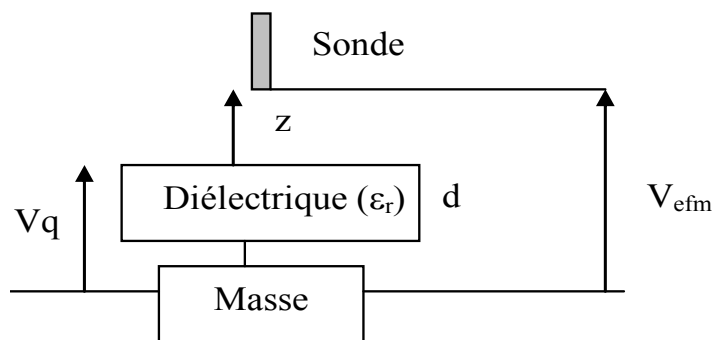


Figure 77 : Schéma électrique de principe du mode de détection de type phase

La détermination de la dérivée seconde de la capacité est complexe puisqu'elle fait intervenir la forme de la pointe. Dans le cas d'une approximation plan/plan, la relation 12 devient :

$$\Phi = -\frac{Q}{2k} \frac{2\varepsilon_0 S}{\left(z + \frac{d}{\varepsilon_r}\right)^3} (V_{efm} - V_q)^2 \quad \text{Équation VI- 13}$$

Où S est la surface équivalente de la capacité pointe/diélectrique, qui dépend de la hauteur de la pointe.

La mesure de la phase dépend donc d'un grand nombre de paramètres :

- La tension de polarisation V_{efm} de la pointe. En fonction de la quantité de charges injectées, cette tension doit être ajustée afin d'obtenir une phase suffisamment importante pour être mesurable avec une bonne précision et inférieure à 15° environ afin de rester dans le domaine linéaire.
- La raideur k du microlevier. Sa valeur est fortement dépendante de la pointe choisie (entre 1N/m et 4N/m) et n'est pas facilement contrôlable.
- Le facteur de qualité Q de la résonance. Celui-ci dépend de l'amortissement et peut varier dans le temps. Il est néanmoins possible de contrôler sa valeur en réalisant un balayage en fréquence de la tension d'excitation du microlevier lorsque la pointe est très éloignée de la surface.
- La surface équivalente S de la capacité. Sa détermination exacte est délicate puisqu'elle fait intervenir la forme de la pointe et que cette dernière peut évoluer en fonction de son interaction répétée avec la surface de l'échantillon. Par ailleurs cette surface équivalente dépend de la hauteur z de la pointe.
- La hauteur z entre la pointe et la surface du diélectrique. Une valeur trop faible risque de rendre les forces de courtes portées non négligeables devant les forces électrostatiques. Une valeur trop élevée rend les forces électrostatiques difficilement détectables et augmente ainsi le bruit de mesure. La valeur typiquement utilisée dans la littérature est de 50nm [4].
- L'épaisseur d et la permittivité ε_r du diélectrique. Le rapport d/ε_r est comparable aux valeurs de z utilisées et il ne peut donc pas être négligé.

La résolution généralement obtenue sur la mesure de la phase est de 0.1° [3].

L'extraction du potentiel de surface généré par la présence de charges dans le diélectrique est alors déduite de la relation 13 :

$$V_q = V_{efm} - \sqrt{V_{efm}^2 - \Phi \frac{k}{Q} \frac{1}{\varepsilon_0 S} \left(z + \frac{d}{\varepsilon_r}\right)^3} \quad \text{Équation VI- 14}$$

III.3 Mode détection Kelvin

Dans ce mode, la tension d'excitation du bimorphe piézoélectrique est désactivée et est remplacée par une tension appliquée sur la pointe qui présente une composante continue (V_{dc}) et une composante alternative $V_{ac} \cos(\omega t)$ (cf. Figure 78).

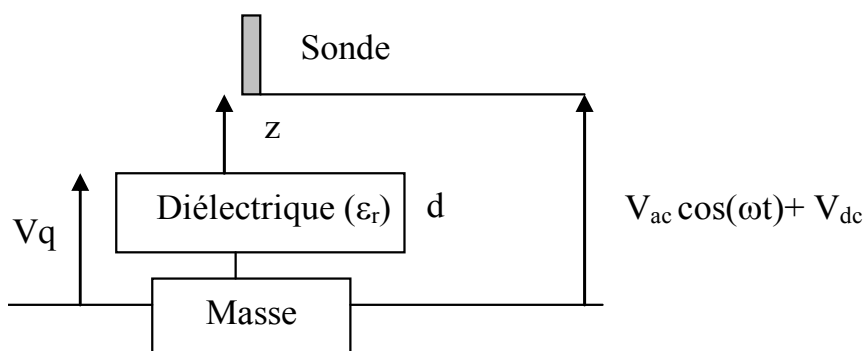


Figure 78 : Schéma électrique de principe du mode de détection Kelvin

Les forces électrostatiques appliquées sur la pointe sont données par [5] :

$$F_{elec}(z) = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} (V_{ac} \cos(\omega t) + V_{dc} - V_q)^2 \quad \text{Équation VI- 15}$$

Le développement de la relation 15 donne une force électrostatique qui présente trois composantes (continue, ω , 2ω) :

$$F_{elec}^o = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left[(V_{dc} - V_q)^2 + \frac{1}{2} V_{ac}^2 \right] \quad \text{Équation VI- 16}$$

$$F_{elec}^\omega = -\frac{\partial C}{\partial z} (V_{dc} - V_q) V_{ac} \quad \text{Équation VI- 17}$$

$$F_{elec}^{2\omega} = -\frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} V_{ac}^2 \quad \text{Équation VI- 18}$$

Le principe de détection par mode Kelvin consiste à annuler la composante F^ω en imposant une tension V_{dc} égale au potentiel de surface V_q . La détection s'effectue en annulant l'oscillation à la fréquence ω par l'intermédiaire de la boucle de contre réaction.

En principe la mesure du potentiel de surface ne dépend donc que des charges présentes dans le diélectrique ce qui rend cette technique beaucoup plus simple à utiliser que la technique par détection de phase. En pratique, il est difficile d'obtenir une amplitude d'oscillation parfaitement nulle à la pulsation ω à cause de la résolution des circuits électroniques. Le potentiel de surface détecté devient alors inversement proportionnel à

$\frac{\partial C}{\partial z}$ qui dépend de z [6]. La distance pointe surface optimale généralement utilisée est alors de 50nm [7].

IV. Résultats de caractérisation

IV.1 Introduction

De nombreux tests ont été nécessaires pour essayer de maîtriser le banc de test EFM qui est très complexe car il possède un grand nombre de paramètres à ajuster. La mise en œuvre de ces caractérisations électriques a donc été assez délicate, d'autant plus que ce type de mesures n'avait jamais été effectué auparavant au laboratoire.

Nous présentons seulement ci-dessous les résultats qui nous paraissent les plus fiables. Une discussion plus générale, sur les difficultés rencontrées lors de ces caractérisations, sera présentée dans la conclusion de ce chapitre.

IV.2 Impact du collage des échantillons

La caractérisation par EFM nécessite de bien contrôler les potentiels appliqués sur l'échantillon à caractériser. La référence de masse appliquée au support de l'AFM doit donc être correctement transmise à l'échantillon. La Figure 79 montre l'impact du collage des échantillons sur le support de l'AFM (avec une colle conductrice) sur le potentiel de surface d'un diélectrique avant chargement par la pointe AFM. On peut noter que le bruit de mesure est environ 3 fois plus faible pour les échantillons collés. Néanmoins le bruit reste faible ($<\pm 30\text{mV}$) dans le cas des échantillons non collés.

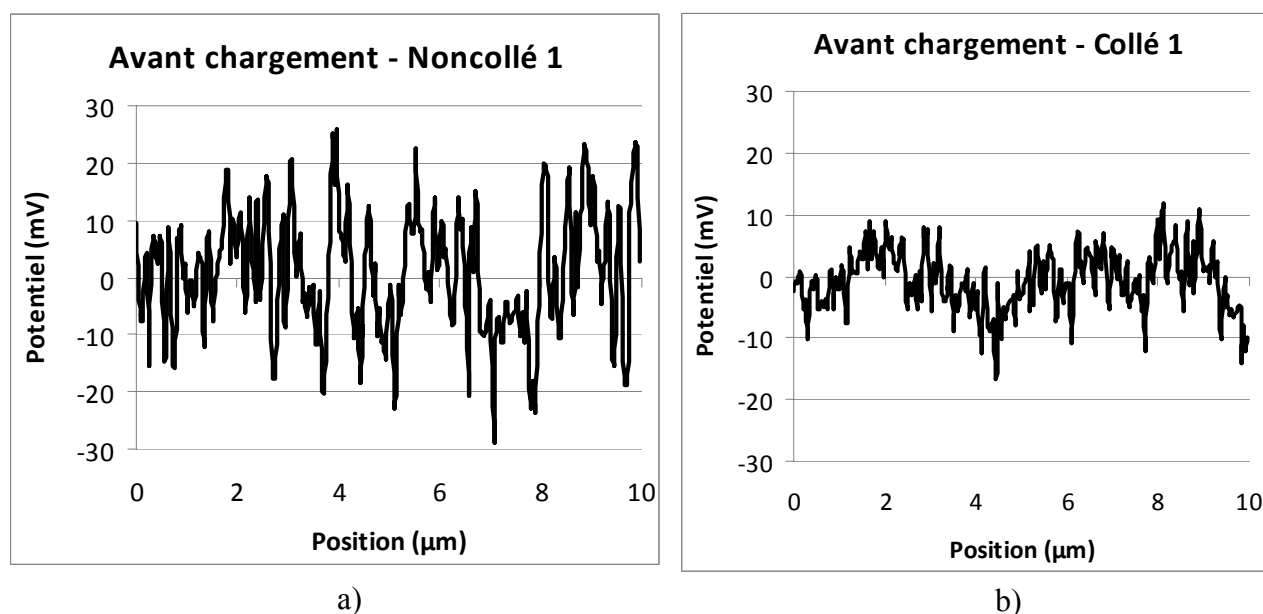
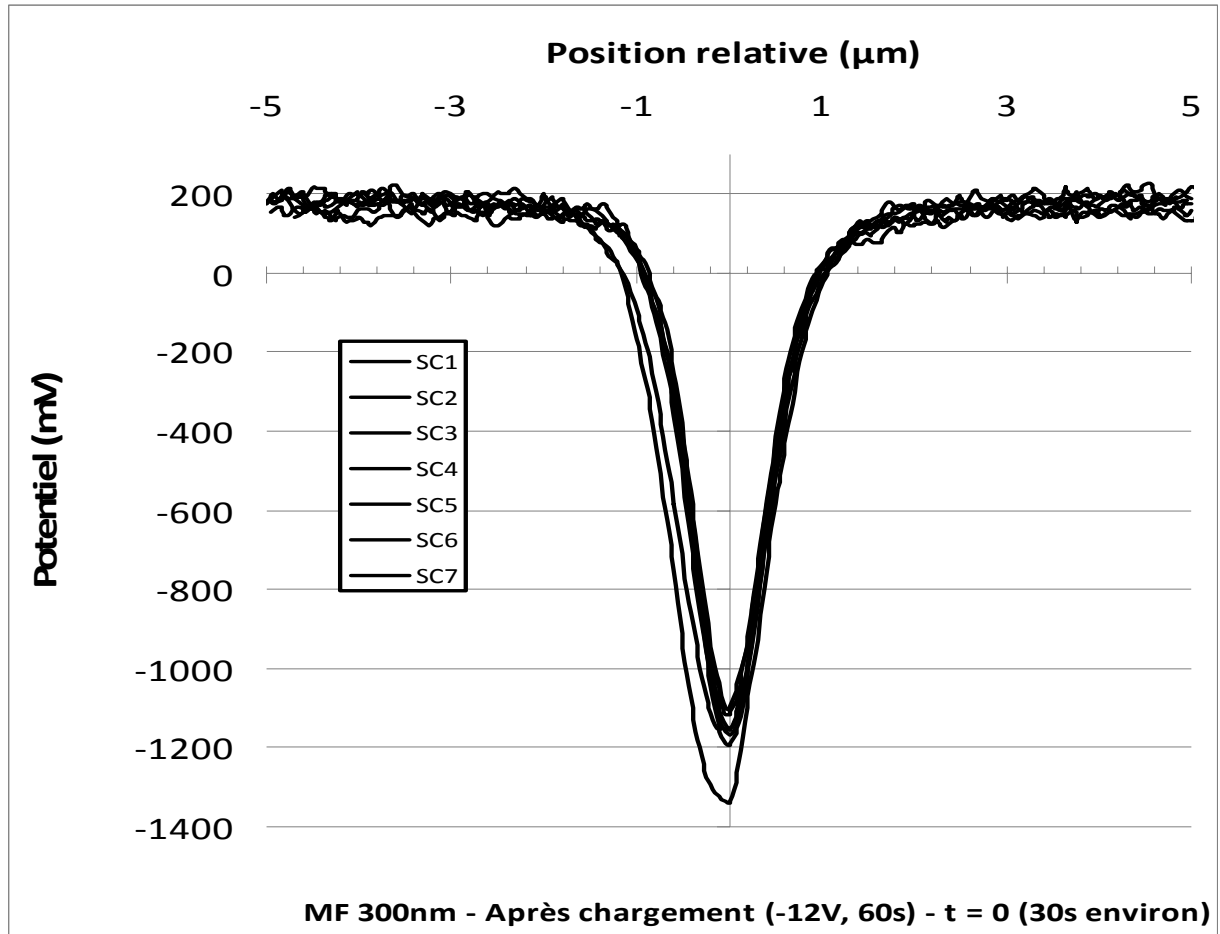


Figure 79 : Potentiel de surface avant chargement : a) échantillon non collé, b) échantillon collé : $z = 50\text{nm}$

IV.3 Reproductibilité des mesures

Comme nous l'avons dit précédemment, les mesures EFM dépendent d'un nombre important de paramètres. Afin de quantifier la reproductibilité des mesures nous avons effectué une série de plusieurs mesures par le mode Kelvin avec la même pointe et le même jour sur un nitrure de type MF de 300nm déposé sur silicium.

La Figure 80 précise les résultats obtenus juste après la fin du chargement par la pointe AFM. A l'exception d'un échantillon, on peut noter une très bonne reproductibilité aussi bien au niveau de la largeur de la tâche que de sa hauteur.



La Figure 81 précise les résultats obtenus 28mn après la fin du chargement par la pointe AFM. On peut noter également une bonne reproductibilité.

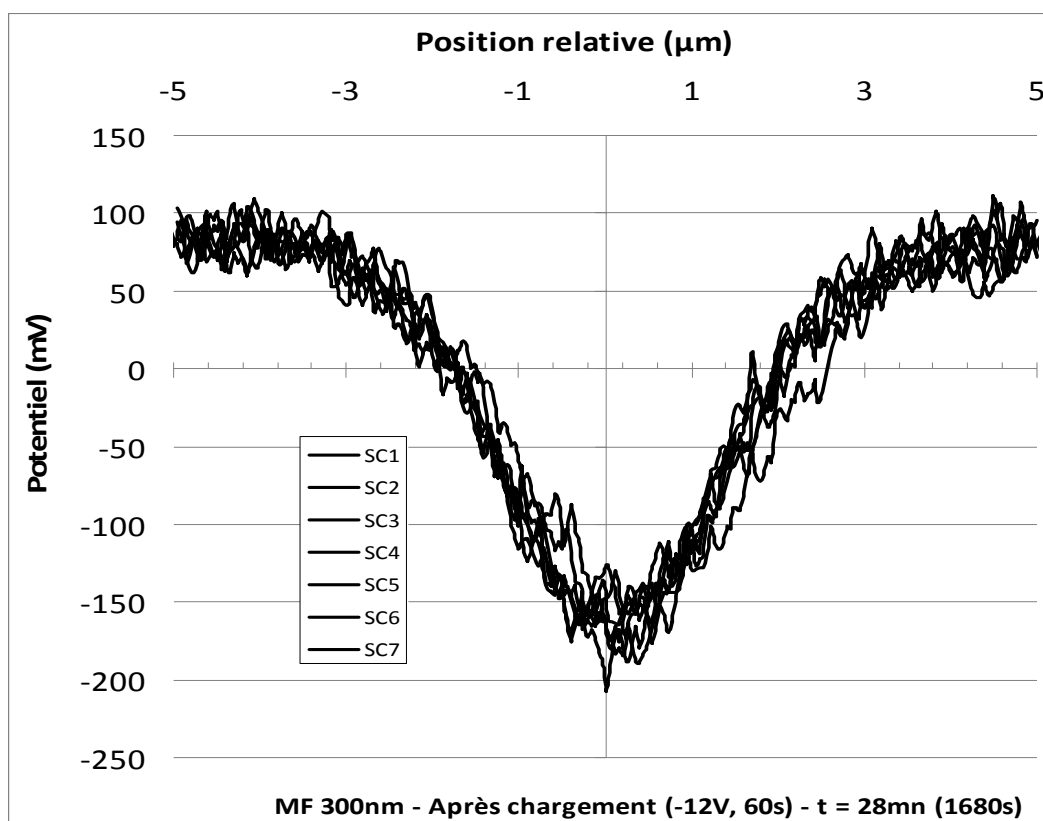


Figure 81 : *Reproductibilité du profil de la tâche 28mn après injection des charges*
Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm

En utilisant les mêmes paramètres et en réalisant les mesures dans des conditions environnementales proches, il est donc possible d'obtenir une bonne reproductibilité sur les mesures.

IV.4 Effet de la tension d'injection

Les mesures ont été réalisées en mode Kelvin sur un échantillon de SiN_x MF et pour un temps d'injection de 30s. La Figure 82 montre le profil de la tâche obtenue pour différents potentiels appliqués sur la pointe pendant l'injection des charges. La largeur de la tâche augmente légèrement avec la valeur absolue de la tension d'injection. Par contre le potentiel au centre de la tâche croit fortement quand la tension d'injection augmente (en valeur absolue). Sa dépendance est précisée sur la Figure 83. On peut noter une relation quasi linéaire entre le potentiel de surface et la tension d'injection dans la gamme de tension utilisée.

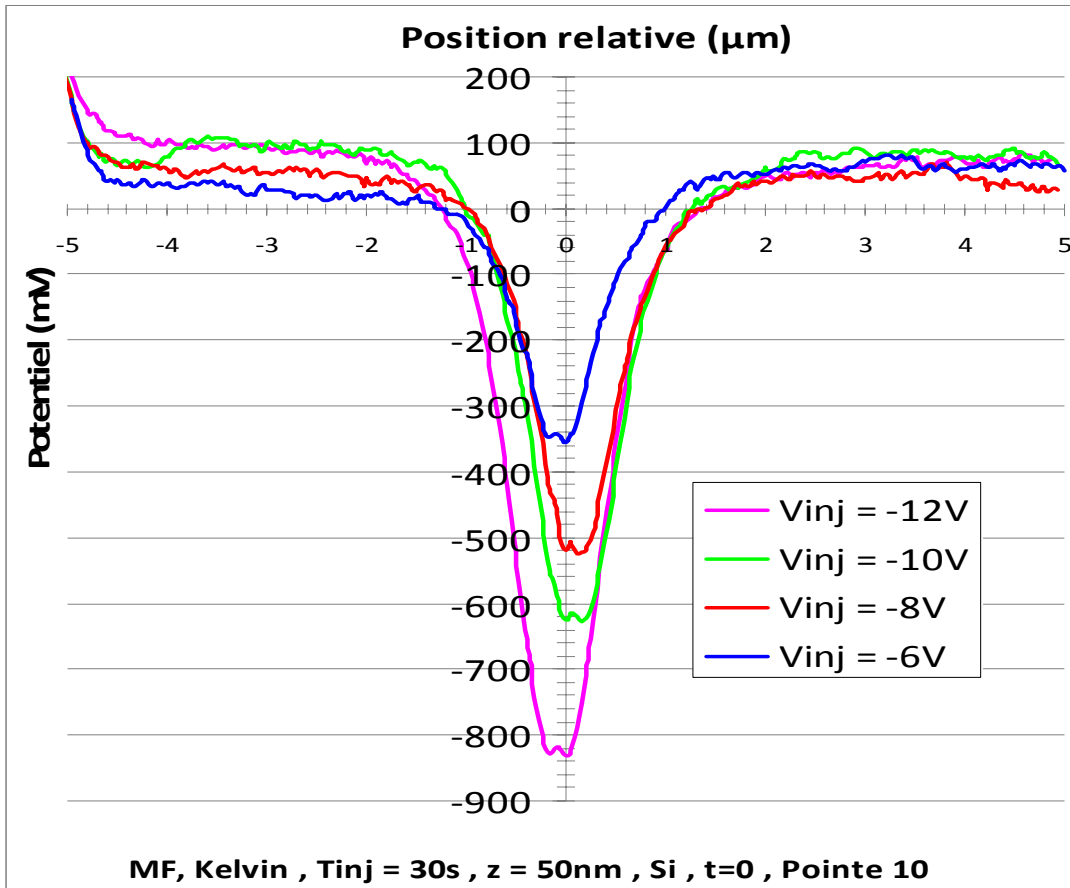


Figure 82 : Effet de la tension d'injection sur le profil de la tâche : Temps injection = 30s, $z = 50\text{nm}$, juste après injection, SiNx MF

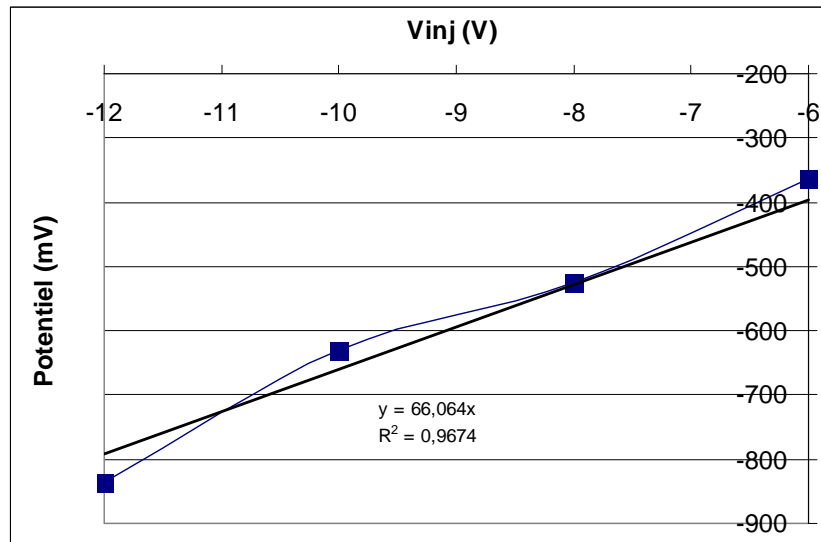


Figure 83 : Effet de la tension d'injection sur le potentiel de surface
Temps injection = 30s, $z = 50\text{nm}$, juste après injection, centre de la tâche, SiNx MF

La cinétique de décroissance du potentiel de surface n'est pas affectée par la valeur de la tension d'injection (cf. Figure 84). Les mécanismes mis en jeu pour évacuer les charges

sont donc indépendants de la quantité de charges présentes à la surface (dans la gamme étudiée).

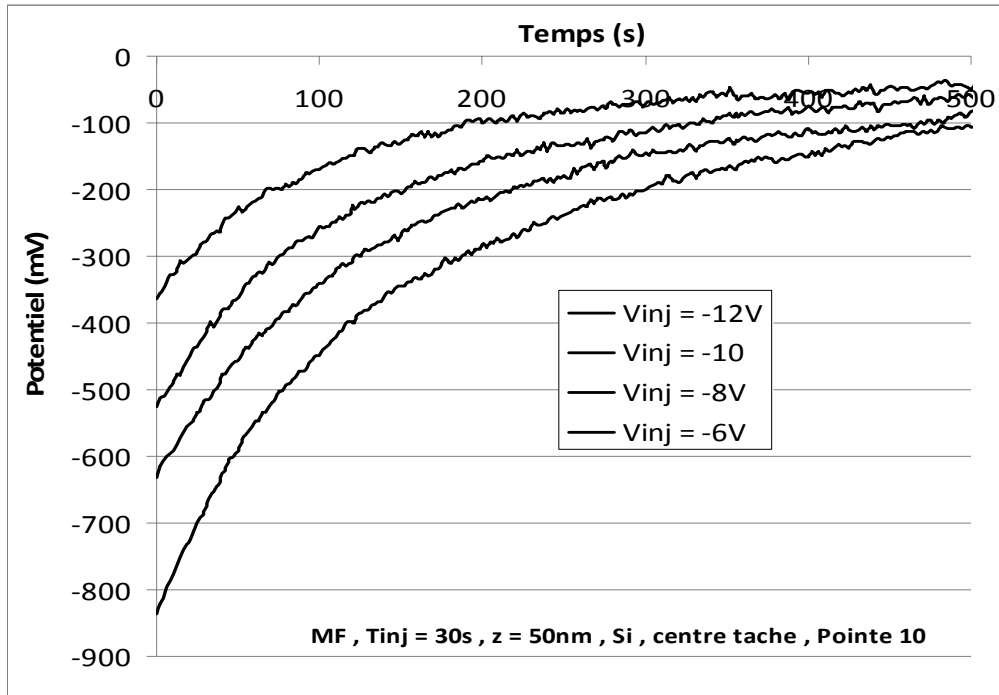


Figure 84 : Cinétique de décroissance du potentiel de surface pour différentes tensions d'injection : Temps injection = 30s, $z = 50\text{nm}$, centre de la tâche, SiNx MF

IV.5 Effet du temps d'injection

Les mesures ont été réalisées en mode Phase sur un échantillon de SiNx HF et pour une tension d'injection de -12V.

La Figure 85 précise la dépendance de la phase obtenue juste après la fin du chargement pour différents temps d'injection. On peut noter une saturation de la phase à partir de 60s d'injection. La largeur de la tâche étant quasiment identique pour les différents temps d'injection, on peut en conclure que la quantité de charges injectées est limitée par le champ interne créé par les charges injectées, si on néglige la diffusion des charges dans le volume du diélectrique pour les temps considérés.

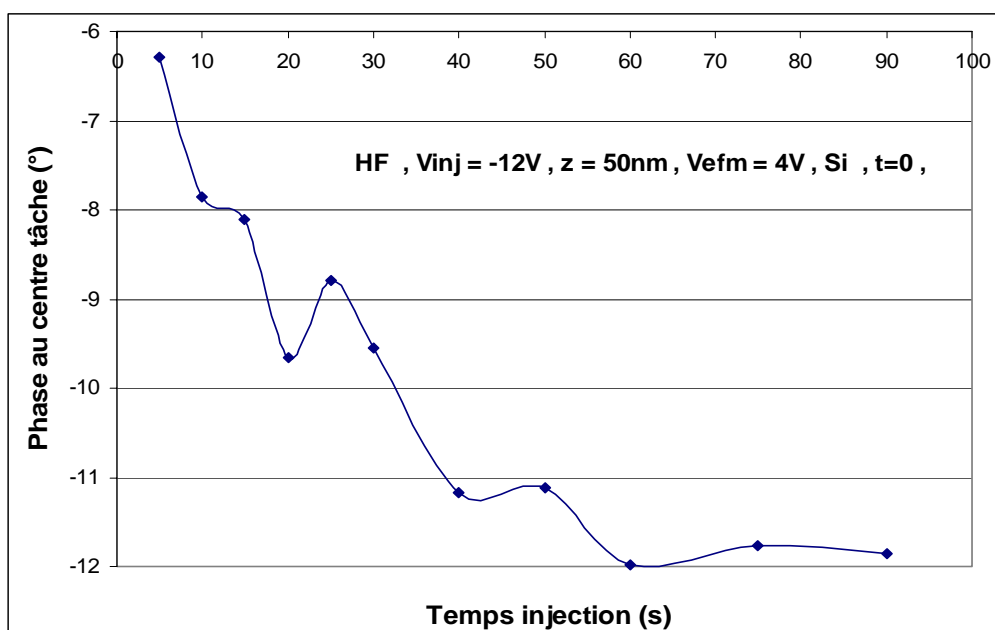


Figure 85 : Variation de la phase pour différents temps d'injection : Tension injection = -12V, $z = 50\text{nm}$, centre de la tâche, SiNx HF

IV.6 Comparaison des différents diélectriques

Les caractérisations ont été réalisées en mode Kelvin pour une tension d'injection de -12V et un temps d'injection de 60s.

Trois mesures ont été réalisées pour le SiNx BF et le SiNx HF. Pour le SiNx MF, nous avons utilisés la moyenne des mesures présentées sur la Figure 80. La Figure 86 montre le profil de la tâche obtenue pour les différents diélectriques. Le potentiel au centre de la tâche est comparable pour les trois diélectriques alors que la largeur de la tâche est fortement liée au type de diélectrique (BF>HF>MF).

La cinétique de décroissance du potentiel de surface est présentée sur la Figure 87 pour les trois types de diélectriques. On peut constater que les vitesses de décroissance sont très différentes : le SiNx BF est celui qui se décharge le plus rapidement, le SiNx MF est celui qui se décharge le plus lentement. Ces résultats semblent cohérents avec ceux obtenus au chapitre III et qui montraient que le SiNx BF était le nitrure qui présentait la plus forte conductivité volumique. Or dans le cas de charges déposées en surface, et migrant au travers du volume, la conductivité de volume est probablement le paramètre prépondérant. En effet l'interface métal/isolant n'existe qu'à la contre électrode, et les charges qui pourraient être piégées à cette interface après migration dans le volume n'auraient qu'une influence limitée sur le paramètre mesuré, à savoir la phase ou le potentiel de surface.

On peut également noter qu'il existe une corrélation entre la largeur de la tâche et la vitesse de décroissance : plus la tâche est large et plus la cinétique de décroissance est rapide. On pourrait également relier la largeur de la tâche à la conductivité volumique du diélectrique. Néanmoins la dimension de la tâche est beaucoup plus grande que

l'épaisseur du diélectrique. La conductivité de surface est donc vraisemblablement responsable de la différence de largeur de tâche. Des mesures d'angle de contact sur les différents diélectriques ont permis de montrer que le SiN_x BF était plus hydrophile que le SiN_x MF (cf. Tableau 13). Cette différence pourrait expliquer la conduction en surface plus élevée à cause de l'humidité ambiante. Ces conclusions nécessitent néanmoins d'être confirmées par des caractérisations complémentaires.

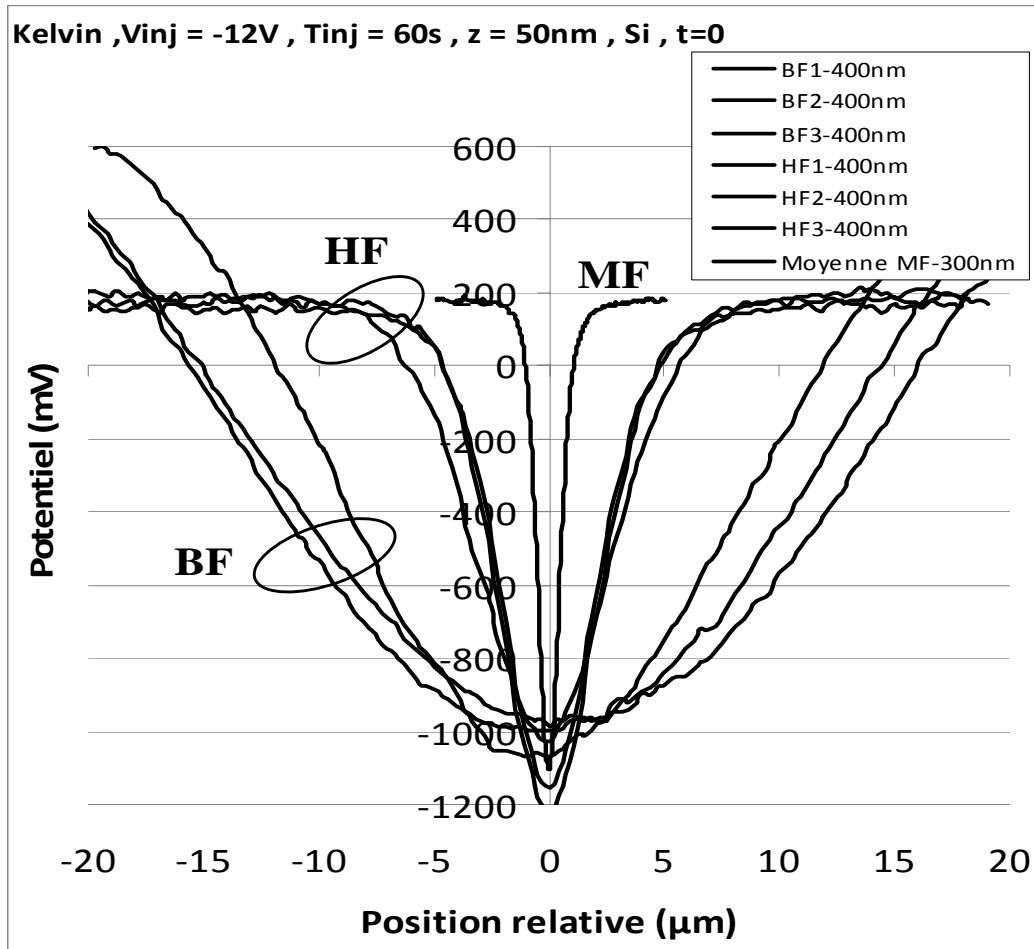


Figure 86 : Profil de la tâche juste après injection des charges pour différents diélectriques :
Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, z = 50nm

SiN _x BF	SiN _x HF	SiN _x MF
48.1	51.8	64

Tableau 13 : Angle de contact en degrés des différents diélectriques

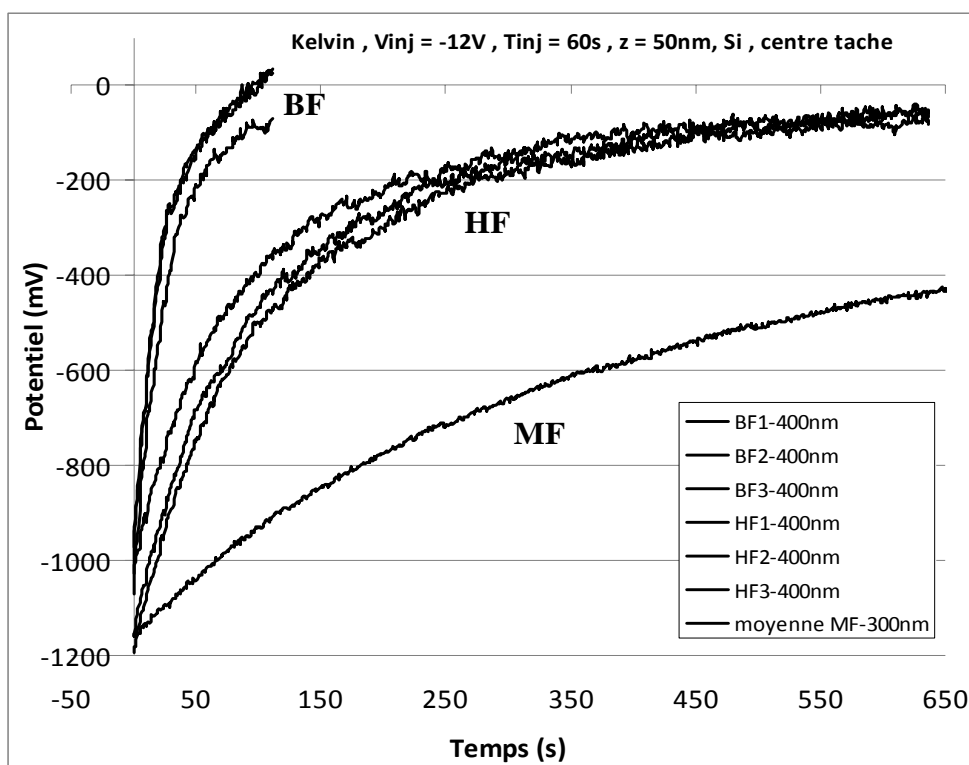


Figure 87 : Cinétique de décroissance du potentiel de surface pour différents diélectriques : Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, $z = 50\text{nm}$, centre de la tâche

IV.7 Effet de la distance pointe/surface sur les mesures KELVIN

La théorie simplifiée généralement utilisée indique que le potentiel de surface, obtenu à l'aide du mode Kelvin, est indépendant de la distance pointe/surface échantillon. Mais différents auteurs de la littérature [8][7] mentionnent que le potentiel de surface mesuré dépend de la hauteur de la pointe et qu'une hauteur de pointe de 50nm environ est optimale, sans vraiment justifier que les mesures obtenues à cette hauteur permettent d'accéder à la valeur exacte du potentiel de surface. Nous avons donc évalué l'impact de la hauteur de la pointe dans les conditions opératoires propres à nos tests.

Les caractérisations ont été réalisées pour des tensions d'injection de -12V et des temps d'injection de 60s sur des nitrures de type MF.

La Figure 88 montre la variation du potentiel de surface mesuré en fonction de la hauteur de la pointe. On peut constater que le potentiel obtenu n'est pas du tout constant et qu'il diminue (en valeur absolue) pour des hauteurs de pointes comprises entre 20nm et 1200nm. A partir de 300nm la décroissance est plus faible mais le potentiel lu est déjà beaucoup plus faible. Des études sont en cours pour essayer de mieux cerner ce point et proposer une méthode de calibration du potentiel de surface.

Malgré cette incertitude sur la valeur réelle du potentiel de surface, les mesures comparatives à hauteur de pointe constante présentées précédemment restent cohérentes et permettent d'obtenir un certain nombre de résultats qualitatifs fiables.

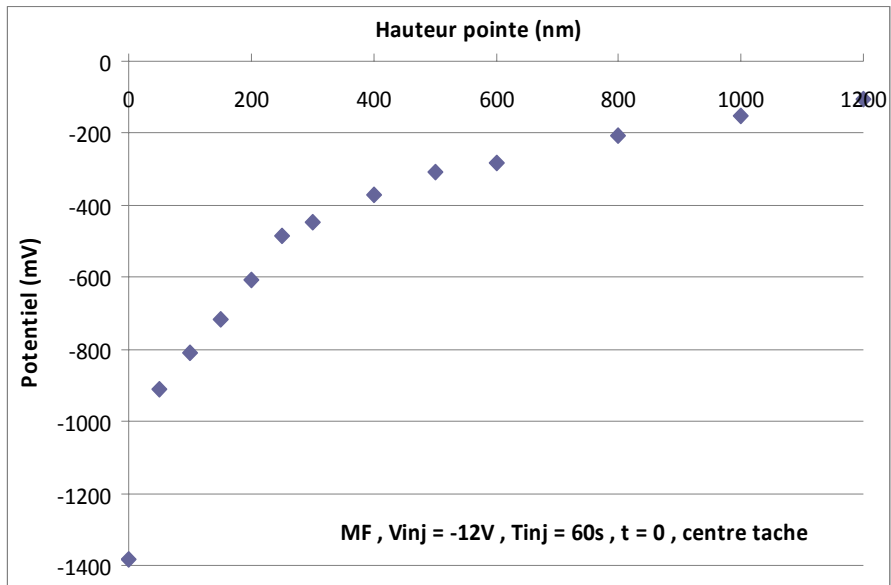


Figure 88 : Variation du potentiel de surface pour différentes hauteurs de la pointe : Tension injection = -12V, Temps injection = 60s, centre de la tâche, SiNx MF

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre une nouvelle technique de caractérisation basée sur l'AFM pour évaluer la capacité d'un diélectrique à se charger sous forte contrainte de champ et à se décharger en circuit ouvert. Peu de travaux dans le monde ont été réalisés jusqu'à présent avec cette technique pour cette application.

L'avantage fondamental de cette technique est qu'elle permet de se rapprocher du fonctionnement réel du MEMS aussi bien lorsqu'il est à l'état bas qu'à l'état haut.

A l'état bas, le contact entre le MEMS et le diélectrique est localisé en une multitude de points à cause de la rugosité des surfaces. L'aire de contact typique de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres de rayon est comparable à la dimension de la pointe AFM qui est utilisée pour réaliser l'injection localisée de charges sur le diélectrique.

Lorsque le MEMS est à l'état haut, le déchargement du diélectrique s'effectue en circuit ouvert. C'est aussi la configuration permise par l'AFM qui sonde les forces électrostatiques sans contact à une distance de plusieurs dizaines de nanomètres de la surface du diélectrique.

Un autre avantage de cette technique est qu'elle ne nécessite pas la fabrication de structures de tests complexes. Ceci permet d'envisager facilement la caractérisation de nombreux diélectriques différents ou la modification de leurs propriétés de surface.

Néanmoins tous ces avantages ne doivent pas faire oublier que les techniques de caractérisation par AFM sont complexes et nécessitent de maîtriser un grand nombre de paramètres propres au fonctionnement de l'AFM. Des artefacts de mesures sont possibles comme cela a été montré dans ce chapitre.

Une difficulté supplémentaire de ces travaux est liée à la nouveauté au LAAS de l'utilisation de l'AFM en mode électrique qui permet de sonder les forces électrostatiques.

Ces études ont donc demandé un important investissement en caractérisation. La maîtrise de cet outil n'est pas encore parfaite et un certain nombre de zones d'ombre persistent quand aux résultats trouvés.

Malgré tous les problèmes rencontrés, nous avons essayé de tirer quelques conclusions claires et pertinentes extraites des nombreuses caractérisations qui ont été réalisées.

Les tests présentés ont été menés sur des échantillons de silicium sur lequel était déposé le diélectrique bien que des caractérisations avec des dépôts sur métal aient été réalisées. En effet plus la rugosité augmente et plus les mesures sont délicates à faire.

La majorité des caractérisations ont été effectuées en mode Kelvin. En effet le mode phase présente un plus grand nombre de paramètres à régler et l'extraction d'un paramètre pertinent comme le potentiel de surface est beaucoup plus difficile à obtenir.

La qualité de la mise à la masse de la face inférieure du diélectrique impacte la qualité de la mesure. Même si les différences obtenues entre un échantillon collé et non collé sur le support ne sont pas très grandes, la maîtrise des potentiels appliqués pendant la mesure du potentiel de surface semble préférable. Du silicium haute résistivité sera utilisé de préférence au silicium basse résistivité afin de minimiser la capacité série de déplétion dans le silicium. L'idéal est bien sûr d'utiliser une couche métallique sous le diélectrique qui permet en plus de se rapprocher du cas réel. Cette configuration nécessite par contre d'ouvrir localement le diélectrique et d'utiliser une pointe pour la mise à la masse.

Les tests de reproductibilité effectués ont montré qu'il était possible d'obtenir une bonne reproductibilité de la mesure. Néanmoins il s'est avéré nécessaire de maîtriser parfaitement l'ensemble des conditions opératoires : paramètres de l'AFM, état de surface de l'échantillon, conditions environnementales. Des caractérisations effectuées à plusieurs semaines d'intervalle ont en effet montré qu'il existait des dispersions notoires. Le traitement des surfaces des échantillons et/ou leur stockage doivent donc être contrôlés. Par ailleurs l'utilisation d'un AFM avec chambre environnementale s'avère indispensable pour pouvoir obtenir des mesures quantitatives de qualité.

Nous avons aussi montré que la charge injectée était proportionnelle à la valeur de la tension d'injection et que la cinétique de décharge n'était pas, par contre, affectée par la tension d'injection. Néanmoins la gamme de tension utilisée était relativement faible (12V maximum). Il convient donc de réaliser des tests avec des tensions plus importantes qui sont plus représentatives du cas réel. Cette option est possible sur l'AFM du LAAS mais nécessite de modifier les branchements électriques pour connecter une alimentation extérieure.

Les tests en fonction du temps d'injection ont montré qu'après 60s il y avait une saturation de la charge injectée. Il existe donc un temps à partir duquel il n'y a plus d'injection de charge ou bien leur détection est difficile à cause de leur migration dans le volume du diélectrique. Cette conclusion est importante pour l'application car cela signifierait qu'après un certain temps de contact entre le MEMS et le diélectrique, le potentiel à la surface du diélectrique reste constant. Il suffirait alors que le potentiel atteint soit inférieur au potentiel qui permet au MEMS de revenir à l'état haut. Ce point reste à confirmer sur d'autres tests et pour des tensions d'injection plus importantes.

La comparaison entre les trois diélectriques n'a pu être menée que sur quelques échantillons à cause d'un certain nombre de problèmes techniques et technologiques. Nous avons pu montrer de manière qualitative que la réponse électrique des trois types de nitrure était nettement différenciée. Bien que le potentiel de surface au centre de la tâche soit comparable pour les trois diélectriques, la largeur de la tâche et la cinétique de décharge sont différents. Le nitrure BF présente la tâche la plus grande et la cinétique de décharge la plus rapide.

Néanmoins ces résultats sont à prendre avec précaution car ils sont peut être plus caractéristiques de l'état de surface des matériaux que des propriétés intrinsèques des

diélectriques. Des tests complémentaires et plus nombreux dans des conditions plus maîtrisées sont donc nécessaires.

Enfin nous devons reporter un certain nombre de zones d'ombre qui subsistent encore quant à la validité quantitative de ces mesures.

Nous avons tout d'abord montré dans ce chapitre que la valeur du potentiel de surface dépendait fortement de la hauteur de la pointe AFM lors de l'acquisition. Malgré les données de la littérature qui mentionnent un optimum pour une hauteur de pointe de 50nm, nous n'avons pas encore pu valider ce choix quant à la valeur absolu du potentiel mesuré.

Un autre point à éclaircir, et que nous n'avons pas mentionné dans ce chapitre, concerne la présence (d'après la mesure) d'une charge de signe opposé juste autour de la tâche. Ceci pourrait être un artefact de mesure comme semble le prouver de récents tests réalisés. Il est indispensable de pouvoir valider ce point afin de mener des tests comparatifs fiables.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV

- [16] . J. Lambert, et al, « Permanent polarization and charge injection in thin anodic alumina layers studied by electrostatic force microscopy» *J Appl Phys* 91 (2002), pp. 9161–9169
- [17] J. Lambert, « Dispersive charge transport along the surface of an insulating layer observed by electrostatic force microscopy» *Phys Rev.* 2005, vol. 71, no15, pp. 155418.1-155418.6
- [18] R. Dianoux, « Injection et détection de charges dans des nanostructures semi-conductrices par microscope à force atomique, thèse de doctorat, Université de Joseph Fourier Grenoble (2004).
- [19] C. Y. Ng, T. P. Chen, H. W. Lau, Y. Liu, M. S. Tse, O. K. Tan and V. S. W. Lim « Visualizing charge transport in silicon nanocrystals embedded in SiO₂ films with electrostatic force microscopy » *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 85, No. 14, 4 October 2004.
- [20] H. O. Jacobs and A. Stemmer « Measuring and Modifying the Electric Surface Potential Distribution on a Nanometre Scale: a Powerful Tool in Science and Technology » *SURFACE AND INTERFACE ANALYSIS Surf. Interface Anal.* 27, 361–367 (1999).
- [21] P. Girard« Electrostatic force microscopy: principles and some applications to semiconductors» *Nanotechnology* 12 (2001) 485–490
- [22] A. Chavez-Pirson, O. Vatel, M. Tanimoto, H. Ando, H. Iwamura, and H. Kanbe « Nanometer-scale imaging of potential profiles in optically excited n-i-p-heterostructure using Kelvin probe force microscopy »
- [23] Olivier Vatel and Masafumi Tanimoto « Kelvin probe force microscopy for potential distribution measurement of semiconductor devices » *J. Appl. Phys.* 77 (6), pp 2358-2362 15 March 1995

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Après plus de dix années de recherches intensives dans la communauté internationale sur les micro-commutateurs RF à MEMS, il faut constater qu'à ce jour très peu de composants ont réussi à franchir le cap de l'industrialisation à cause généralement d'un problème de fiabilité. C'est pourquoi, depuis quelques années, un effort considérable est engagé dans le monde pour résoudre ces problèmes de fiabilité afin que ce type de composant, qui possède d'excellentes performances RF intrinsèques, ne reste pas éternellement un composant d'avenir. Les travaux présentés dans ce mémoire s'inscrivent dans cette problématique internationale.

Au cours du premier chapitre nous avons tout d'abord décrit brièvement les nombreux types de micro-commutateurs RF existants puis présenté la filière choisie au LAAS pour étudier les micro-commutateurs capacitifs à actionnement électrostatique. Nous avons ensuite présenté les différents mécanismes de défaillance de ce type de composant et exposé les différents paramètres qui limitent leur fiabilité. Nous avons souligné que le mécanisme de chargement du diélectrique était la principale cause de défaillance de ce micro-commutateur lorsque le MEMS rentre en contact avec le diélectrique sous fort champ électrique. Nous avons ensuite décrit les différents mécanismes qui existent pour expliciter le chargement des diélectriques. Enfin nous avons présenté les avantages et inconvénients de deux approches qui ont été utilisées pour étudier le chargement des diélectriques : une capacité MIM (Métal-Isolant-Métal) et la nano-caractérisation électrique par AFM.

Afin de pouvoir relier les performances électriques de ces structures de tests au matériau lui-même, nous avons étudié, dans le Chapitre II, les caractéristiques physico-chimiques des différents dépôts de nitrure de silicium PECVD utilisés dans la filière technologique du LAAS.

Les mesures par spectroscopie infra rouge ont permis de montrer que les différences entre les trois nitrures étudiés (basse fréquence, haute fréquence, fréquence mixte) provenaient essentiellement d'une quantité de liaison Si-H différente. Le nitrure de silicium obtenu à basse fréquence présente le nombre de liaisons Si-H le plus faible et le nitrure de silicium obtenu à fréquence mixte possède le plus grand nombre de liaisons Si-H (2 fois plus que ceux obtenus à haute fréquence).

La deuxième partie de ce chapitre était consacrée aux caractérisations des liaisons chimiques des différents nitrures de silicium utilisés par spectroscopie infra rouge. Nous avons montré que le SiN_x-BF présentait la plus faible concentration de liaisons Si-H. Ceci peut s'expliquer par le bombardement ionique de la surface qui est plus énergétique à basse fréquence. A l'opposé le SiN_x-MF possède le plus grand nombre de liaisons Si-H (2 fois plus que le SiN_x-BF).

L'augmentation de la puissance de plasma a pour effet de diminuer le taux de liaisons Si-H dans le nitrure alors que l'augmentation du débit de silane a pour effet d'augmenter le taux de liaisons Si-H.

La troisième partie de ce chapitre était consacrée à la détermination de la stœchiométrie des dépôts de nitrure par RBS (Spectroscopie de Rétrodiffusion de Rutherford). Nous avons montré que les films de SiNx obtenus étaient toujours sous stœchiométriques, le SiNx-BF ayant le rapport N/Si le plus faible. Ceci indique que, les variations observées entre les différents dépôts de SiNx ne sont pas dues à un réarrangement structural différent mais plus tôt à un changement de la composition.

Nous avons également pu montrer que les dépôts de nitrure élaborés sur une couche d'or ne présentaient pas d'atomes d'or dans le volume de la couche. L'or ne diffuse donc pas dans le nitrure lors du dépôt qui se déroule à 200°C.

La caractérisation de la rugosité des différents films de SiNx a été présentée dans la dernière partie de ce chapitre. Nous avons montré que les dépôts sur silicium de SiNx-MF présentaient la rugosité la plus faible. Par contre les différents dépôts de SiNx sur une couche d'or ont tous une rugosité comparable.

Le troisième chapitre de ce mémoire était consacré à la caractérisation électrique des diélectriques à partir d'une capacité MIM (Métal/Isolant/Métal). Cette structure de test élémentaire, dérivée du composant réel, est équivalente à une configuration réelle avec un contact parfait. Cette configuration présente les avantages suivants par rapport à un micro-commutateur RF : une grande simplicité de fabrication, un contrôle de la qualité du contact puisque celui-ci est parfait, une suppression des effets mécaniques. Cette configuration permet donc d'étudier la réponse propre du diélectrique aux différentes sollicitations afin d'évaluer la capacité du diélectrique à se charger et à se décharger.

L'objectif principal de ce chapitre était d'étudier, à travers la réponse électrique de cette capacité MIM, les différences de chargement de plusieurs types de nitrure de silicium utilisés au LAAS, lorsqu'ils sont soumis à un fort champ électrique. Ceci afin d'apporter des éléments d'appréciation qui permettent d'orienter le choix du diélectrique pour minimiser les problèmes de collage des MEMS lors de l'actionnement électrostatique.

Les conclusions de cette étude montrent, que les nitrures obtenus à haute fréquence et à fréquence mixte, présentent globalement des caractéristiques de chargement comparables dans la gamme de champ et de température investigués. Le nitrure obtenu à basse fréquence possède par contre un comportement nettement différent puisqu'il présente une conduction en régime permanent au moins 10 fois plus grande. Mais ce nitrure accumule plus de charges que les deux autres diélectriques et son temps de déchargement est 5 à 10 fois plus grand.

Une conclusion peut être hâtive serait de dire que le nitrure de silicium BF n'est pas un bon candidat pour l'application étudiée. Néanmoins il faut noter que les conclusions, issues des mesures transitoires, ne sont valables que dans des conditions de court-circuit de la capacité MIM qui ne représentent pas le cas réel du micro-commutateur (circuit ouvert). Dans ce cas on peut s'attendre à ce que, la forte conductivité volumique du nitrure de silicium basse fréquence, lui permette d'évacuer plus rapidement les charges stockées.

Le chapitre IV, consacré à la nano-caractérisation électrique par AFM, a permis de se rapprocher des conditions réelles d'utilisation du micro-commutateur en réalisant une injection de charge localisée grâce à la pointe de l'AFM puis en suivant l'évolution spatio-temporelle de ces charges sans réaliser de court-circuit grâce à la sonde électrostatique de l'AFM. Un autre avantage de cette technique de caractérisation est la simplicité de fabrication des structures de tests puisqu'elle ne nécessite que la réalisation de dépôts de diélectriques. Néanmoins tous ces avantages ne doivent pas faire oublier que les techniques de caractérisation par AFM sont complexes et nécessitent de maîtriser un grand nombre de paramètres propres au fonctionnement de l'AFM. Des artefacts de mesures sont possibles comme cela a été montré dans ce mémoire et de nombreuses précautions sont à prendre pour obtenir des informations quantitatives fiables et reproductibles. La réalisation des tests en ambiance contrôlée, qui n'a pas été accessible pour ces travaux, est notamment un pré-requis indispensable pour ce type de caractérisations.

Malgré ces difficultés, nous avons pu notamment montrer que le nitrure de silicium obtenu à basse fréquence présentait la cinétique de décharge la plus rapide, ce qui a conforté les analyses réalisées dans le chapitre III.

De nombreux points restent néanmoins à éclaircir pour valider cette technique de nano-caractérisation par EFM qui a été relativement peu utilisée jusqu'à ce jour pour caractériser la cinétique de chargement et de déchargement des diélectriques.

Les travaux effectués durant ce doctorat ont permis de montrer notamment que l'analyse physico-chimique était un outil intéressant pour mieux appréhender le chargement des diélectriques car il permettait d'obtenir des informations sur la nature des liaisons chimiques et sur la stœchiométrie des films réalisés.

Le second point très intéressant concerne la technique de nano-caractérisation par EFM qui permet de reproduire le comportement réel du MEMS. Même si cette technique reste à valider quantitativement, nous avons montré qu'elle permettait d'obtenir des informations pertinentes quant au chargement des diélectriques.

La combinaison de ces deux techniques, qui ne nécessitent pas la mise en œuvre de structures de tests complexes, devrait permettre l'optimisation des diélectriques en autorisant la réalisation d'un nombre important de dépôts différents.

LISTE DES PUBLICATIONS

Revue avec comité de lecture

- ❖ **M.LAMHAMDI**, et al “Charging-effects in RF capacitive switches influence of insulating layers composition” *Microelectronics Reliability*, Vol.46, N°9-11, pp.1700-1704, September-November 2006.
- ❖ M.EXARCHOS, E.PAPANDREOU, P.PONS, **M.LAMHAMDI**, G.J.PAPAIIOANNOU, R.PLANA “Charging of radiation induced defects in RF MEMS dielectric films”, *Microelectronics Reliability*, Vol.46, N°9-11, pp.1695-1699, September - November 2006.
- ❖ E.PAPANDREOU, **M.LAMHAMDI**, C.M.SKOULIKIDOU, P.PONS, G.J.PAPAIIOANNOU, R.PLANA “Structure dependent charging process in RF MEMS capacitive switches” *Microelectronics Reliability*, Vol.47, N°9-11, pp.1812-1817, October 2007.
- ❖ **M.LAMHAMDI** et al, “Voltage and Temperature effect on Dielectric Charging for RF-MEMS Capacitive Switches Reliability Investigation” *Microelectronics Reliability* 48 (2008) 1248–1252.
- ❖ A.BELARNI, **M. LAMHAMDI**, P.PONS, L.BOUDOU, J.GUASTAVINO, Y.SEGUI, G. J. PAPAIIOANNOU, R.PLANA “Kelvin probe microscopy for reliability investigation of RF-MEMS Capacitive Switches” *Microelectronics Reliability* 48 (2008) 1232–1236.
- ❖ J. RUAN, E. PAPANDREOU, **M. LAMHAMDI**, M. KOUTSOURELI, F. COCCETTI, P. PONS, G.PAPAIIOANNOU, R. PLANA “ Alpha particle radiation effects in RF MEMS capacitive switches ”*Microelectronics Reliability* 48 (2008) 1241–1244

Ouvrage

Publishing House of the Romanian Academy. Series in Micro and Nanoengineering

- ❖ Volume.10 : “Emerging Technologies for RF and millimeter wave circuit”, 2007 Editeurs: A. Muller, R. SORRENTINO D. DASCALU “ Characterization of dielectric-charging effects in PECVD nitrides for use in RF MEMS capacitive switches ” pp. 89-94

Publishing House of the Romanian Academy. Series in Micro and Nanoengineering

- ❖ Volume.12: Recent developments in MEMS technologies for microwave and millimeter wave circuit, 2008 Editeurs: L. Pradell, L Jofre, A. Muller, D. DASCALU, Robert Plana “AFM analysis of dielectric charging for MEMS capacitive switches reliability” pp. 353-360.

Conférences Internationales avec proceedings à comité de lecture

- ❖ **M.LAMHAMDI** et al, Charging-effects in RF capacitive switches influence of insulating layers composition 17th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis (ESREF'2006), Wuppertal (Germany), 3-6 October 2006.
- ❖ M.EXARCHOS, E.Papandreou, P.Pons, **M.LAMHAMDI**, G.J.Papaioannou, R.Plana “Charging of radiation induced defects in RF MEMS dielectric films“ 17th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis (ESREF'2006), Wuppertal (Germany), 3-6 October 2006.
- ❖ **M.LAMHAMDI** et al, “Si₃N₄ thin films properties for RF-MEMS reliability investigation “ The 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems (Transducers'07 & Euro sensors XXI), Lyon (France), 10-14 June 2007.
- ❖ **M.LAMHAMDI** et al “Correlation between chemical and electrical properties of Si_{Nx} deposited by PECVD. Impact on RF MEMS devices“, 9th IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD 2007), Winchester (UK), 8-13 July 2007.
- ❖ E.PAPANDREOU, **M.LAMHAMDI**, C.M.SKOULIKIDOU, P.PONS, G.J. PAPAIOANNOU R.PLANA “Structure dependent charging process in RF MEMS capacitive switches” 18th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis, Arcachon (France), 8- 12 October 2007.
- ❖ **M.LAMHAMDI** et al, “Voltage and Temperature effect on Dielectric Charging for RF-MEMS Capacitive Switches Reliability Investigation” 18th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis, Maastricht (Netherlands), 29 sept-2 Oct 2008.
- ❖ A.BELARNI, **M. LAMHAMDI** , P.PONS, L.BOUDOU, J.GUASTAVINO, Y.SEGUI , G. J. PAPAIOANNOU , R.PLANA “Kelvin probe microscopy for reliability investigation of RF-MEMSCapacitive Switches“18th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis, Maastricht (Netherlands), 29 sept-2 Oct 2008.
- ❖ J. RUAN, E. PAPANDREOU, **M. LAMHAMDI**, M. KOUTSOURELI, F. COCCETTI, P. PONS, G.PAPAIOANNOU, R. PLANA “ Alpha particle radiation effects in RF MEMS capacitive switches “18th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis, Maastricht (Netherlands), 29 sept-2 Oct 2008.

Workshops

- ❖ **M. LAMHAMDI**, et al, Characterization of dielectric-charging effects in PECVD nitrides for use in RF MEMS capacitive switches 7th International Conference on RF MEMS and RF Microsystems, Orvieto (Italy), 27-30 June 2006.
- ❖ **M.LAMHAMDI** et al, “AFM analysis of dielectric charging for MEMS capacitive switches reliability“, 8th International Symposium on RF MEMS and RF Microsystems (MEMSWAVE 2007), Barcelona (Spain), 26-29 June 2007.

❖ A.BELARNI, **M. LAMHAMDI**, P.PONS, L.BOUDOU, J.GUASTAVINO, Y.SEGUI , G. J. PAPAIOANNOU , R.PLANA “Nanoscale investigations in dielectrics charging by electrostatic force microscopy “8th International Symposium on RF MEMS and RF Microsystems (MEMSWAVE 2007), crête (grece), 26-29 June 2008.

Conférences Nationales avec proceedings à comité de lecture

M.LAMHAMDI et al, « Etude de la fiabilité des micro-commutateurs RF capacitifs par chargement de diélectrique » “ 9èmes édition Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique Renne 10 ,11 et 12 Mai 2006.

M.LAMHAMDI et al, « Fiabilité des MEMS RF capacitifs sous contraintes DC », “ 10èmes édition Journées Nationales du Réseau Doctoral en Microélectronique Lille 14, 15 et 16 Mai 2007.

M.LAMHAMDI et al, « Etude des mécanismes de chargement de diélectriques pour l'optimisation de la fiabilité des MEMS RF à actionnement électrostatique » 15èmes Journées Nationales Micro-ondes (JNM'2007), Toulouse (France), Juillet 2007.

Résumé :

La fin des années 1990 a été marquée par une profonde mutation des applications utilisant les systèmes électroniques radiofréquences et micro-ondes. Depuis, de très nombreux dispositifs innovants et performants ont été développés. Malgré leurs performances très attrayantes, les succès commerciaux de ces dispositifs restent limités en raison notamment de problèmes de fiabilité qui subsistent toujours et retardent leurs industrialisations. Cette étude concerne l'amélioration de la fiabilité des micro-interrupteurs à actionnement électrostatique dont le mécanisme de défaillance principal est lié à l'accumulation de charges dans les couches isolantes lors de l'actionnement. La thématique de cette thèse porte donc sur le développement d'outils de caractérisation permettant d'évaluer les performances des différents diélectriques utilisés dans les micro commutateurs RF capacitifs pour systèmes électroniques hautes fréquence.

L'objectif de la première partie est de présenter à la fois des généralités sur les différents types de commutateurs RF, de passer en revue les mécanismes de chargement des diélectriques présents dans ces composants, puis de présenter les objectifs détaillés du travail de thèse.

La seconde partie de nos travaux est dédiée à l'étude des caractéristiques physico-chimiques des différents dépôts de nitrure de silicium PECVD utilisés dans la filière technologique du composant, ainsi qu'à la description des pré-requis nécessaires à la mise en place des matériaux déposés par plasma, afin de relier le comportement électrique des couches à leur structure et leur composition. Une analyse de la composition chimique et de la stœchiométrie des films a été réalisée par analyse FTIR et RBS.

Lors de la troisième partie une structure MIM est utilisée. Ce type de structure de test élémentaire présente des avantages par rapport à un micro commutateur RF : simplicité de fabrication, contrôle de la qualité du contact, suppression des effets mécaniques. Elle permet donc d'étudier la réponse du diélectrique à se charger sans avoir à prendre en compte des défauts de contact ainsi que les effets mécaniques toujours présents dans un micro-commutateur.

Enfin, les nano caractérisations par AFM sont présentées. Il s'agit d'une nouvelle méthode de caractérisation développée pour la première fois au LAAS pour évaluer la capacité d'une couche diélectrique à se charger sous champ élevé. En effet, cette technique a permis de tendre vers les conditions réelles d'utilisation du micro commutateur en réalisant une injection de charges localisée puis en suivant l'évolution spatio-temporelle des charges en condition de circuit ouvert.

Mots clé : MEMS-RF, fiabilité, chargement de diélectrique, nitrure de silicium, PECVD, AFM, capacité MIM

Abstract:

The end of the 1990's was marked by an important evolution of RF and microwave electronic systems. Since then, several innovating and performing devices were developed. But, besides their very high performances, these devices did not reach a commercial success basically because of reliability problems. This study deals with the improvement of the electrostatic actuation micro switches' reliability which main failure mechanism is related to the accumulation of charges in the isolating layers during the actuation process. The thesis subject is the developing of characterization tools to evaluate the performances of different dielectrics used in RF capacitive micro switches for electronic high frequency systems.

The first part aims to present some generalities on different types of RF switches, to review the charging mechanisms in dielectrics used in these components, and then to set out the detailed goals of the thesis work.

The second part of our work is dedicated to the study of physico-chemical characteristics of different PECVD silicon nitride deposits used in the device's technology, and to the description of the pre-necessaries for the set up of plasma deposited materials, in order to link the layers' electrical behavior to their structure and composition. An analysis of the chemical composition and the stoichiometry of films were performed using FTIR and RBS techniques.

In the third part, a MIM structure is introduced. This elementary test structure presents advantages compared to an RF micro switch: Simplicity of fabrication, control of the contact quality and no mechanical effects. Thus, it allows us to study the dielectric charging without having to consider the contact defects and the mechanical effects, always present in a micro switch.

Finally, nanocharacterization using AFM technique is presented. It's a novel characterization technique developed for the first time at LAAS to evaluate the charging mechanism of a dielectric layer under a high electrostatic field. This technique helps to approach the real conditions of operation of the RF micro switch, by implementing a localized injection of charges, then following the spatio-temporal evolution of charges under open circuit condition.

Keywords: RF MEMS, reliability, dielectric charging, silicon nitride, PECVD, AFM, MIM capacitor.