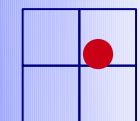
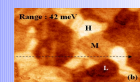
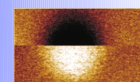
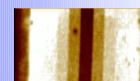
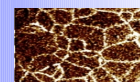


contact



non
contact

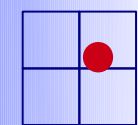


Les mesures électriques par AFM : principes de fonctionnement, possibilités et limites

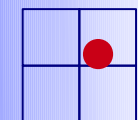
Brice GAUTIER

Institut des Nanotechnologies de Lyon
INSA de Lyon





contact



non
contact

Mesures électriques en mode contact :

- Mesures de courant et de résistance (TUNA – C-AFM, SSRM)
- Mesures de capacité (SCM)
- Mesures piézoélectriques / ferroélectriques (PFM)

Mesures électriques en mode non – contact

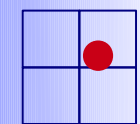
- Mesures de champ électrique (EFM)
- Mesures de potentiel électrique (KFM)

Objectif :

Donner une **vue d'ensemble non exhaustive** de ce qui existe

Donner les principes de fonctionnement sans entrer dans tous les détails

Illustrer par des exemples obtenus à l'air la plupart du temps



contact

C-AFM

Conductive AFM (C-AFM)

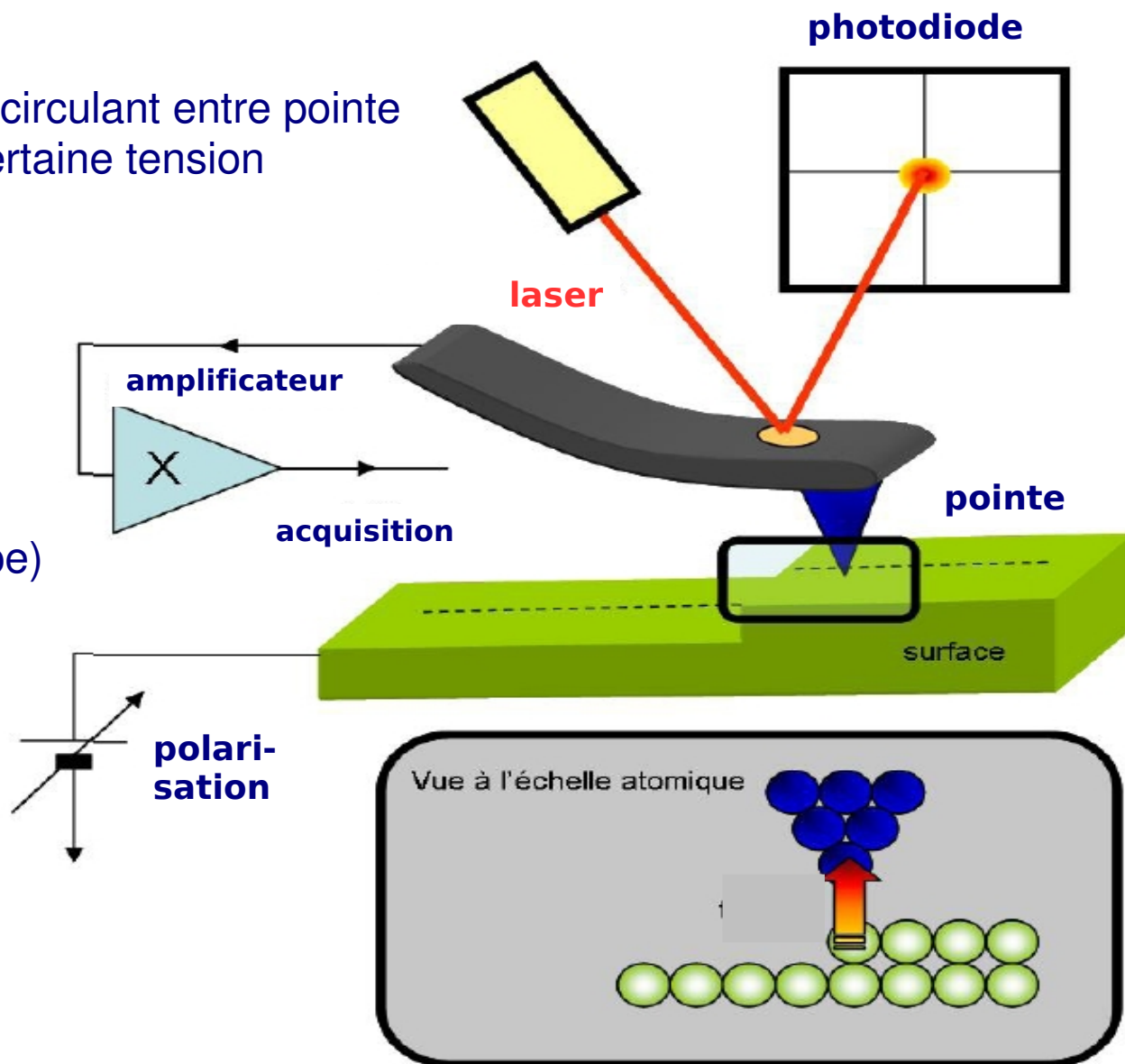


Principe :

Simple mesure de courant circulant entre pointe et échantillon lorsqu'une certaine tension **continue** est appliquée

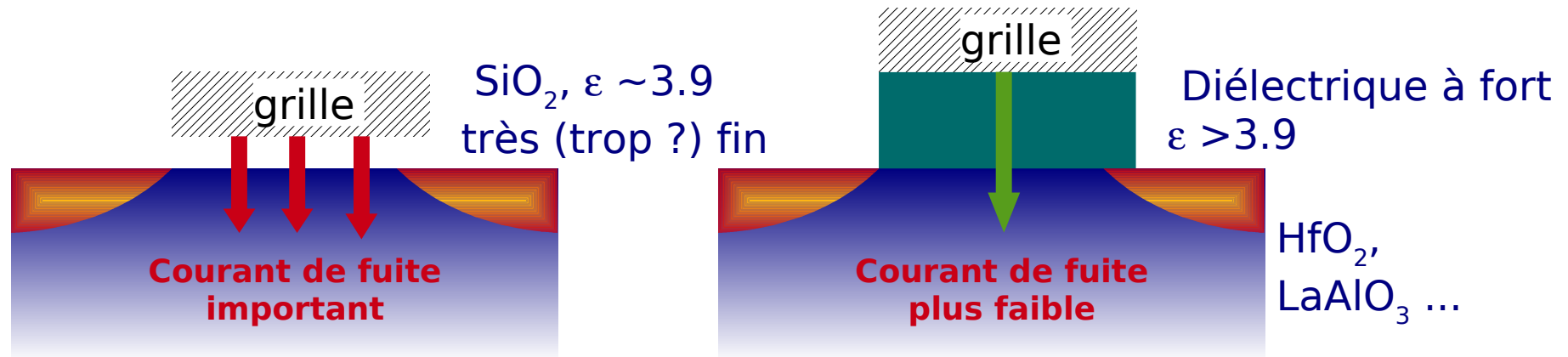
Plusieurs calibres existent :

- 100 fA à 100 pA (TUNA)
- 100 fA – 1 mA (Résiscope)
- 2 pA – 1 mA (C-AFM)
- 10 pA – 0.1 mA (SSRM)
- ...



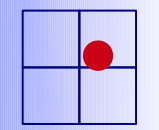
Exemple d'utilisation

- Les diélectriques ultra-fins pour la micro/nano-électronique : oxydes de grille (oxydes à haute permittivité en remplacement du SiO_2), capacités...
- Courants de fuite insupportables pour des couches trop fines



Remplacement du SiO_2 par des oxydes à haute permittivité : SrTiO_3 , HfO_2 , LaAlO_3 ...

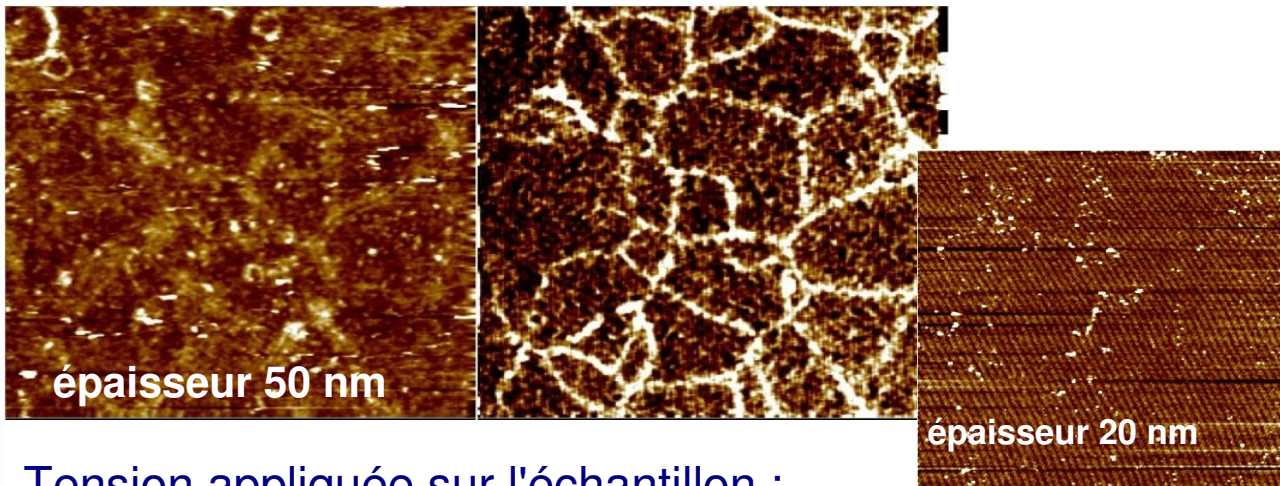
applications du TUNA



contact

C-AFM

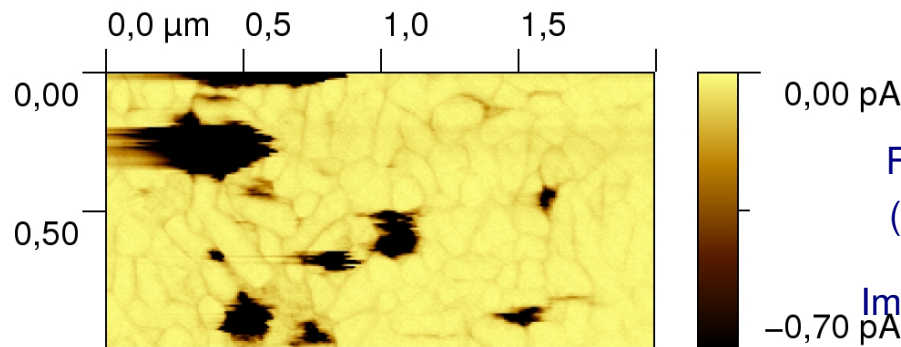
Existence de « points chauds » dans une couche diélectrique. Le signal est indépendant de la topographie



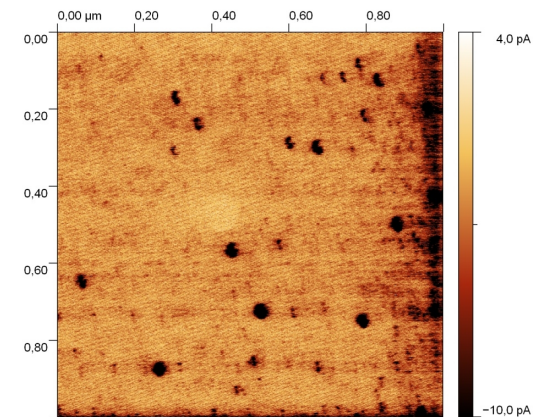
Influence de l'épaisseur de la couche sur les courants de fuite dans SrTiO_3 .
(Couches de SrTiO_3 , Guilan et al.)

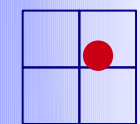
Tension appliquée sur l'échantillon :

- Négative : courants négatifs (contraste noir)
- Positive : courant positifs (contraste blanc)



Fuites dans NaxBiyTiO_3 ($e=220$ nm, gauche), et STO ($e=3$ nm droite).
Images réalisées à tension constante.



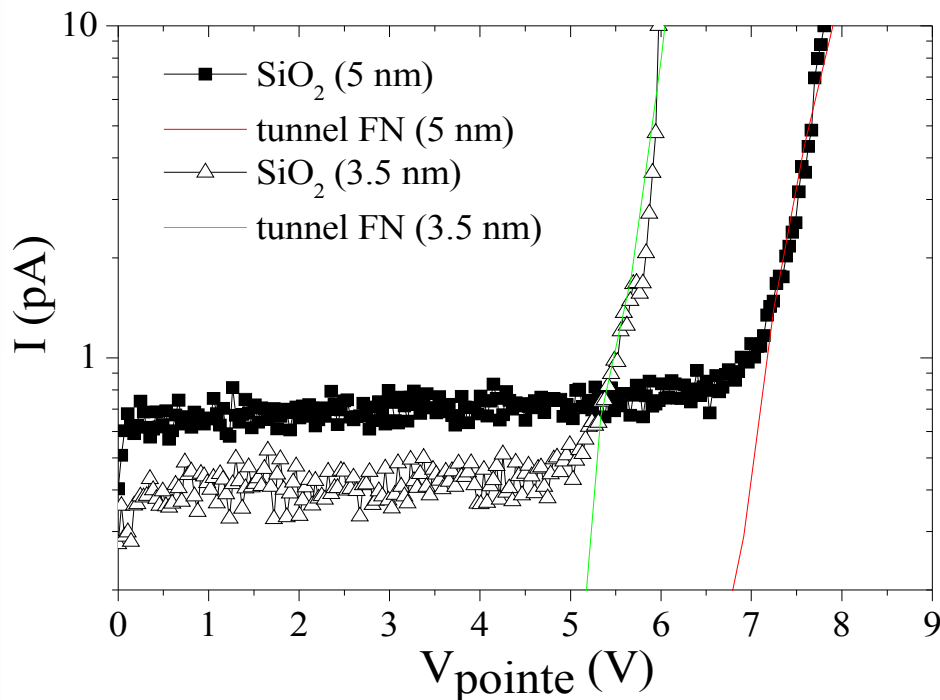


contact

C-AFM



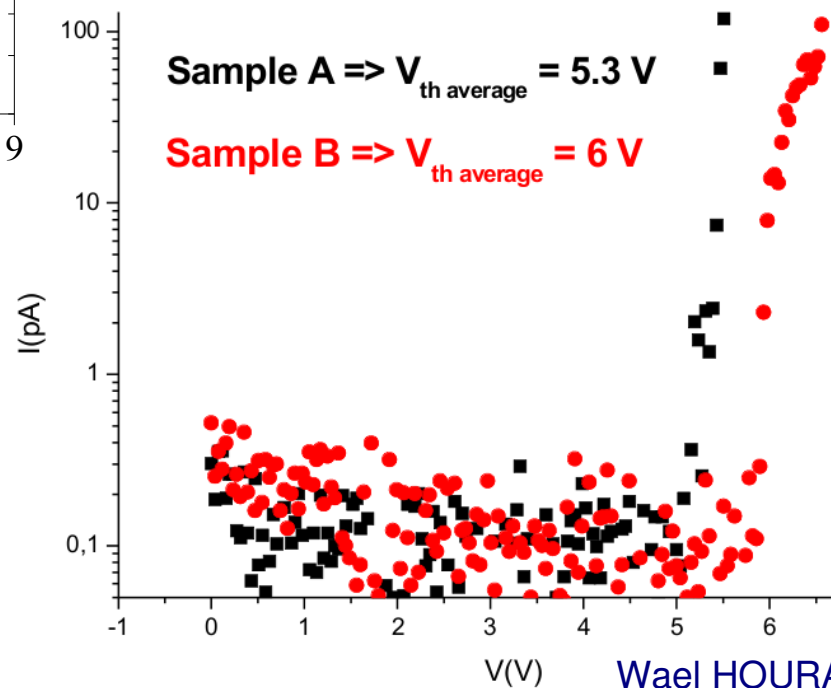
Mesures pointe arrêtée



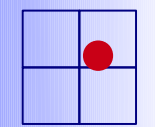
- Réalisation de courbes I-V locales
=> Statistiques de claquage

- Exemple :

SrTiO₃ (STO) amorphe élaboré sous ambiance **d'oxygène atomique (sample B)** ou **moléculaire (sample A)** en vue de réduire le nombre de lacunes d'oxygène et donc les courants de fuite (rampes sur matériau « frais »)

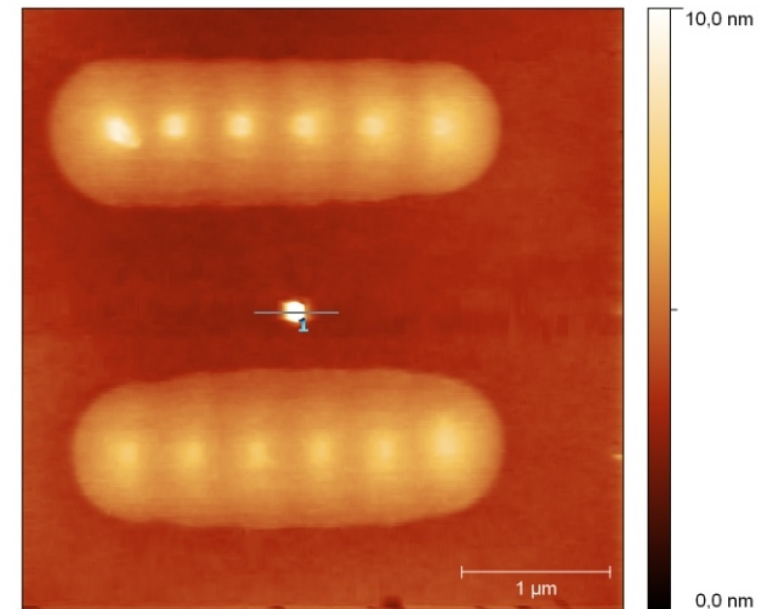


Wael HOURANI,
INL Lyon



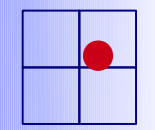
Mode simple mais attention à :

- **Perte du revêtement conducteur lors des I-V** (forts courants) : pointes diamant / pointes Ptlr
- **Chauffage de la pointe par effet Joule** (forts courants) (le mieux est d'utiliser une limite de courant)
- **Variation de l'aire de contact pointe – échantillon lors du balayage** (le mieux est encore de ne pas balayer)
- **Oxydation** de la pointe ou de l'échantillon sous air
- **Injection d'espèce chargées** (ex : OH-) dans la couche à étudier (dissociation de l'eau de surface...) (le mieux est d'opérer sous atmosphère contrôlée ou sous vide)



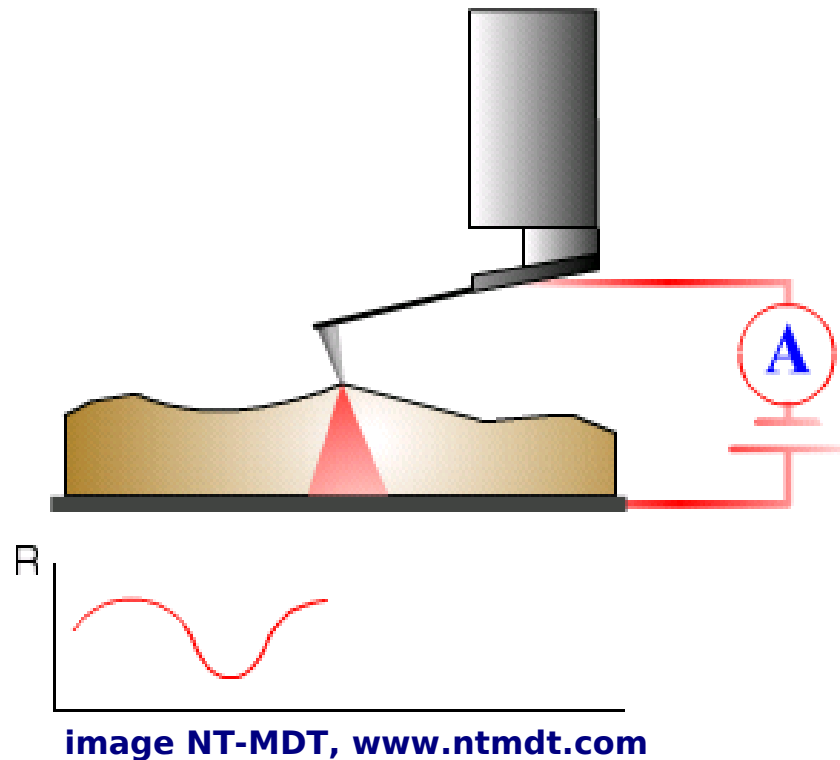
Wael HOURANI

La mesure de courant pour la détection de dopants



contact

SSRM



Méthode résistive
 « spreading resistance »
 = mesure locale de résistance

Résistance d'étalement :

$$R_{\text{maxwell}} = C \rho / a$$

C : constante dépendant de la forme du contact

ρ : **résistivité**

a = rayon du contact (cylindre), ou rayon de la demi-sphère de contact (contact sphérique)

4 contributions pour la résistance totale :

* **Pointe**

(qq kOhms environ)

* **Contact**

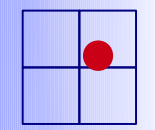
(non linéaire, dépend de la tension appliquée)

* **Maxwell => concentration de dopants**

* **Contact arrière**

(nécessité de réaliser un contact ohmique)

Détection des dopants

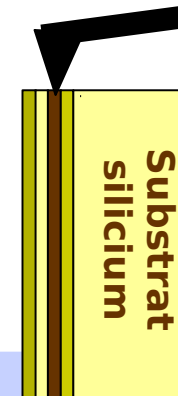


contact

SSRM

$$\rho = \frac{1}{q(\mu_n n + \mu_p p)}$$

La résistivité est liée à la concentration de porteurs via la **mobilité**



Cross section :
on image sur la tranche

Différences TUNA/CAFM - SSRM

=> **Une très forte pression** est requise pour le contact électrique (> 10 Gpa !)

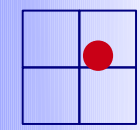
=> **transformation de phase** sous pression du Si en phase b-étain

=> **pointes spécifiques** (tapping 40 N/m)

=> **détérioration de la surface**

Gamme de courant très étendue (6 décades de signal pour coller à la gamme de dopants visée ($10^{15} - 10^{20}$ at/cm³))

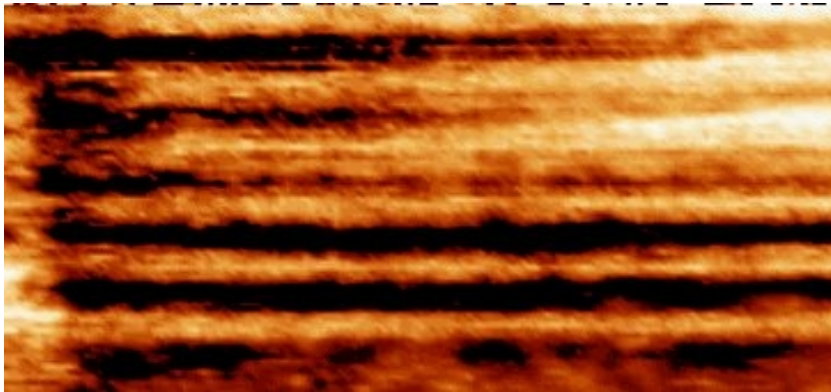
=> Amplificateur logarithmique



contact

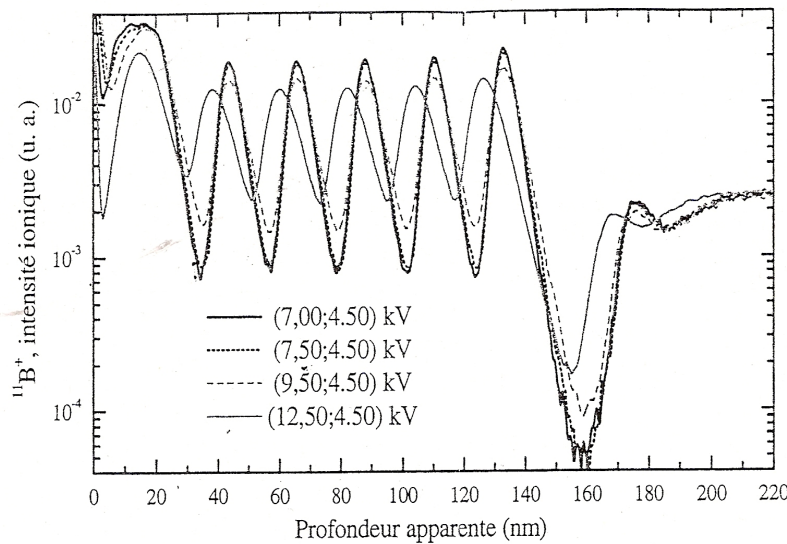
SSRM

Exemples d'analyses



Delta-dopages espacés de 20 nm

Profil SIMS



Données exprimées en termes de :

- résistivité (les zones les plus dopées sont sombres)
- courant mesuré pour une tension donnée (les zones les plus dopées sont claires).
- Résolution spatiale de l'ordre de 5 à 10 nm possible (1 à 2 nm avec des pointes très spéciales – full diamond)

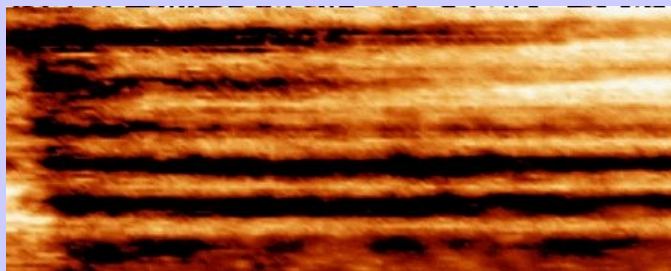
détecte potentiellement les dopages dans la **gamme $10^{15} - 10^{20}$ at/cm³**

résolution spatiale excellente
=>potentiellement 1 – 2 nm

quantification possible

adaptée aux **forts dopages**

dynamique du signal forte



Delta-dopages espacés de 20 nm

ne discrimine pas les dopants **de type n** et les dopants **de type p**

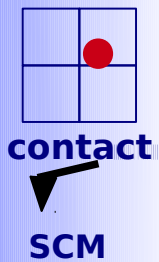
pointes spécifiques chères, à durée de vie faible, voire non accessibles commercialement

sensible à la **mobilité** des porteurs en même temps qu'aux **porteurs de charge** (gênant si la matrice n'est pas homogène)

la forte pression endommage la surface

La mesure de capacité pour la détection de dopants

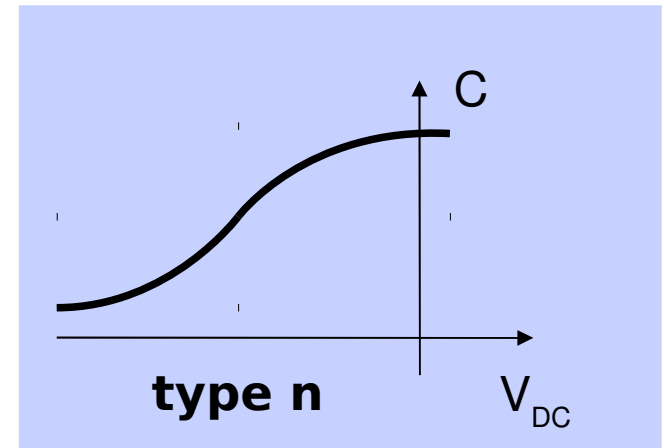
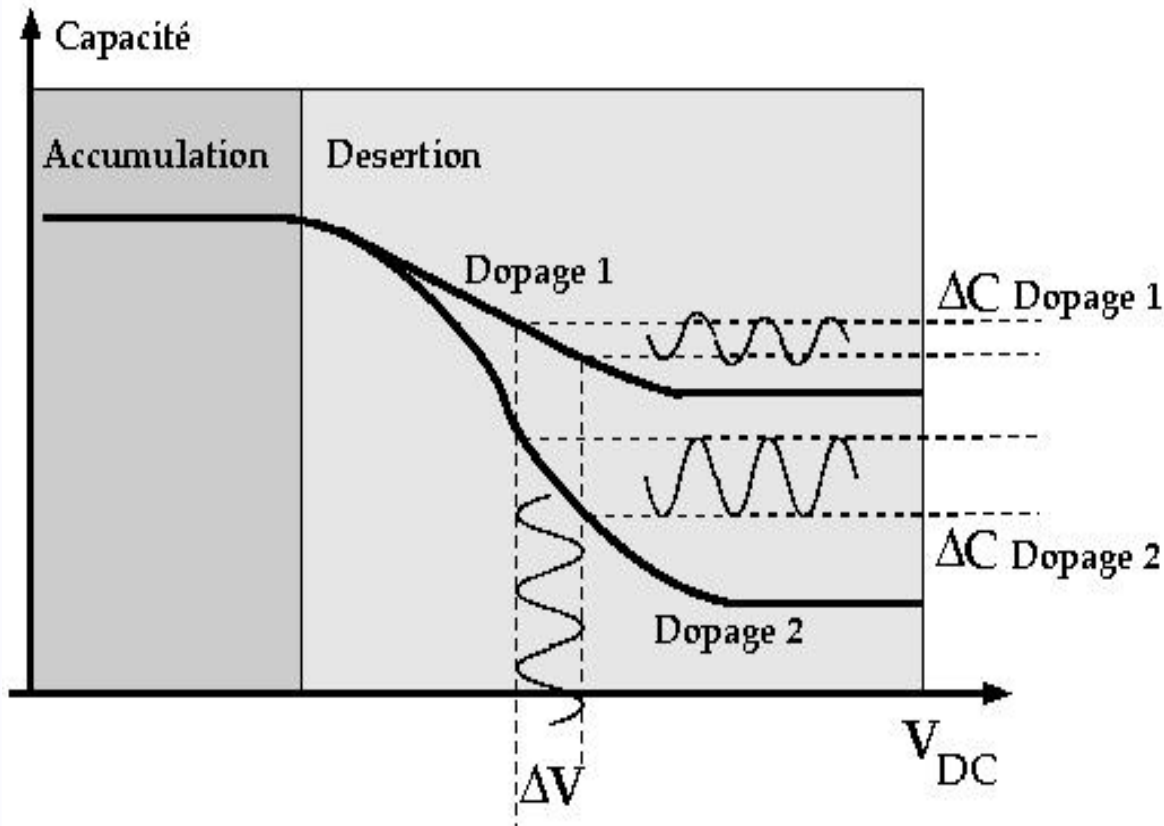
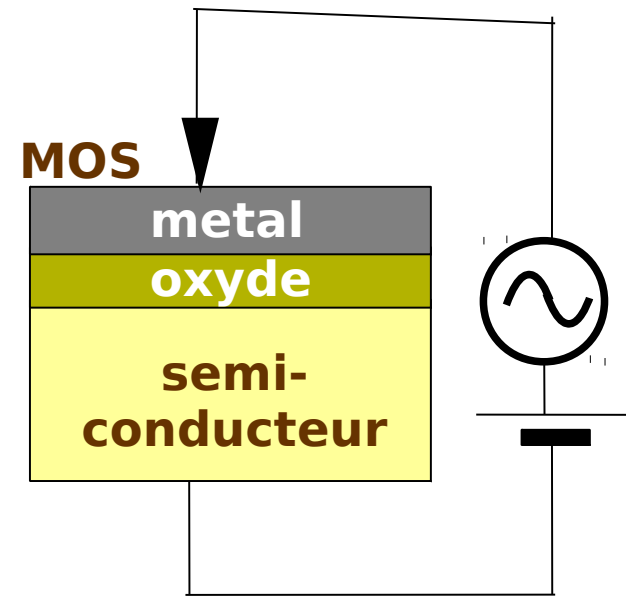
mesures de capacité : SCM



(Scanning Capacitance Microscopy)

Pointe = grille d'une structure MOS

Présence d'un oxyde de surface indispensable !



Pour une tension donnée, la variation de C_{MOS} est **inversement** proportionnelle au dopage.



principe de la mesure par SCM



SCM

La courbe de variation de capacité ΔC (donc de signal SCM) en fonction de la variation de dopage est monotone.

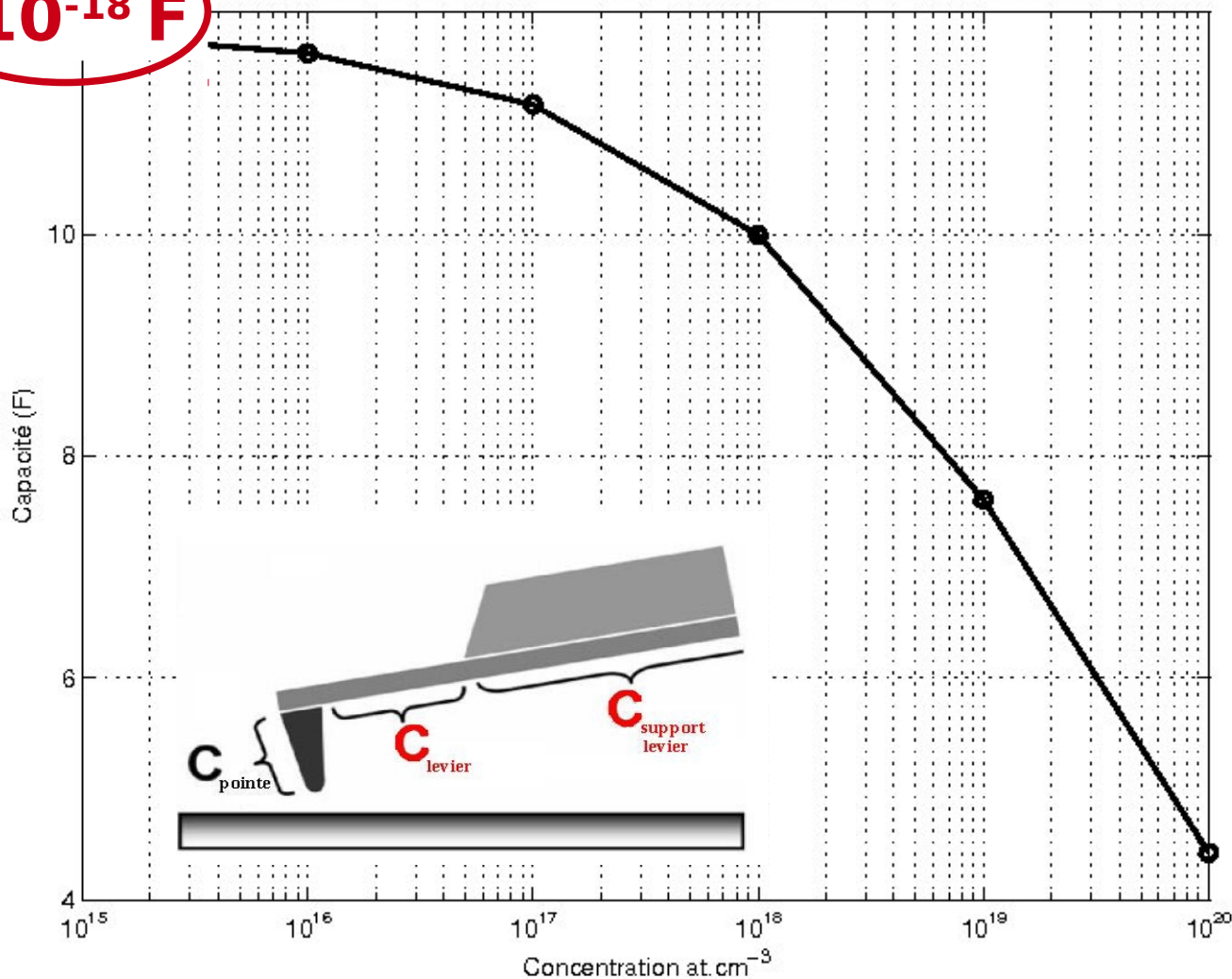
10^{-18} F

Modèle du parapluie, réduction au condensateur plan, disque de rayon 15nm

... mais la variation de capacité à mesurer est de l'ordre de l'atoFahrad (10^{-18} F)

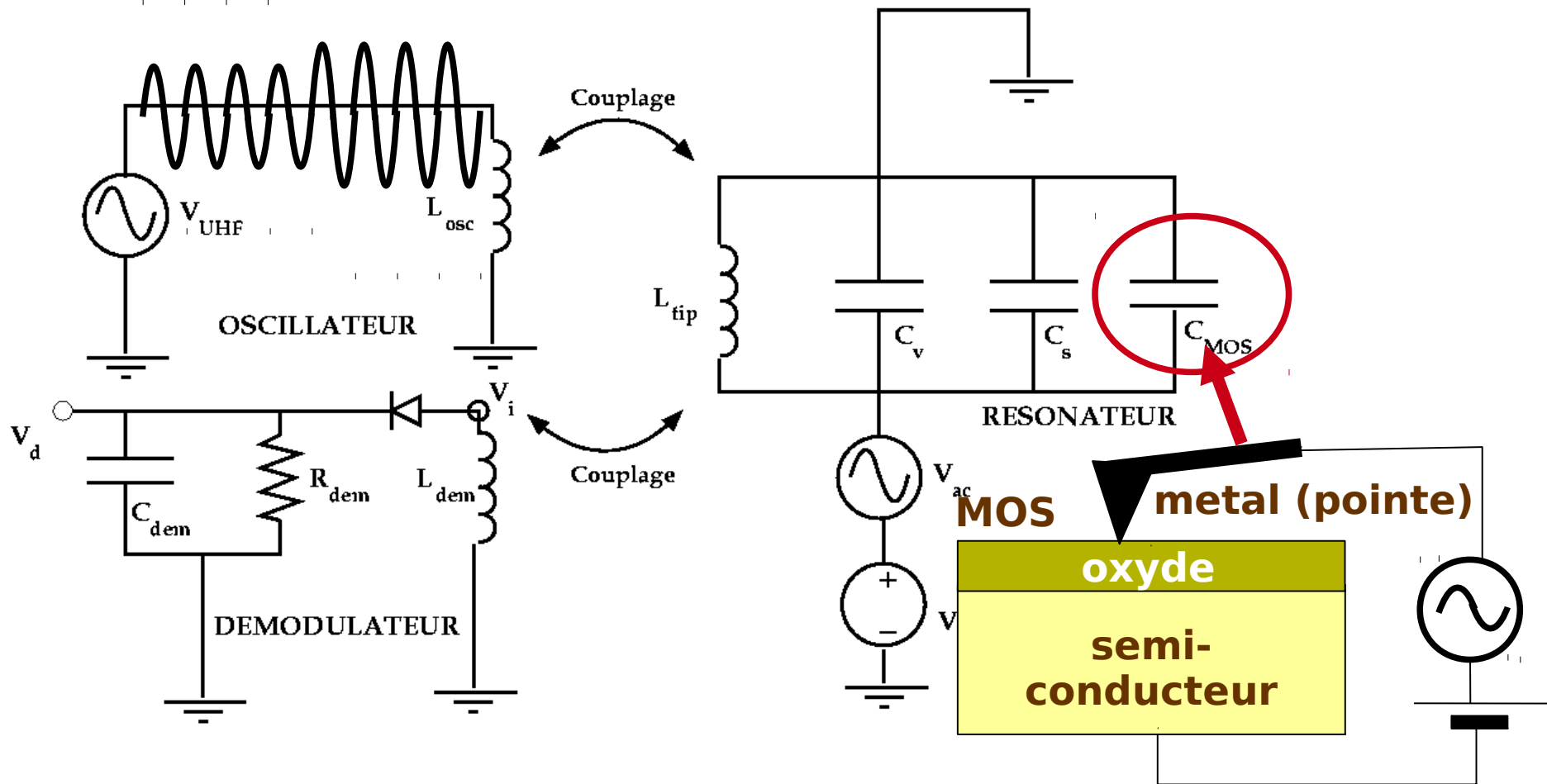
Il faut un système de mesure spécifique

Capteur résonant haute fréquence (915 MHz)



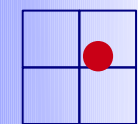
principe simplifié du capteur SCM

Circuit résonant à 915 Mhz incluant la capacité **MOS** pointe/échantillon.



La variation de C_{MOS} induit une variation de fréquence de résonance du résonateur qui induit une variation d'amplitude de l'oscillateur : l'amplitude de cette variation est le signal SCM

principe simplifié du capteur SCM



contact



SCM

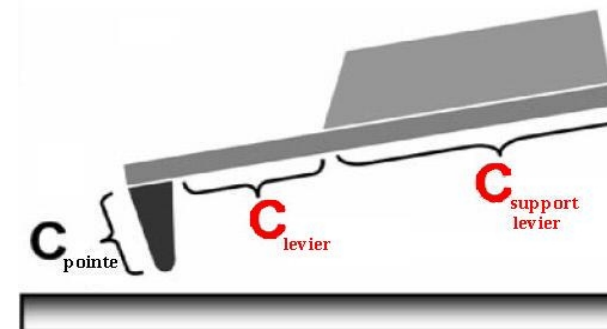
L'oscillateur est conduit à fréquence fixe

Sa fréquence de résonance change avec $C_{MOS} \Rightarrow$

modulation d'amplitude.

Le capteur doit être **rapide** et sortir **1 à 10 aF** d'une capacité parasite de supérieure de 4 à 5 ordre de grandeur !

Le signal SCM est obtenu après démodulation du signal de l'oscillateur **et détection synchrone**

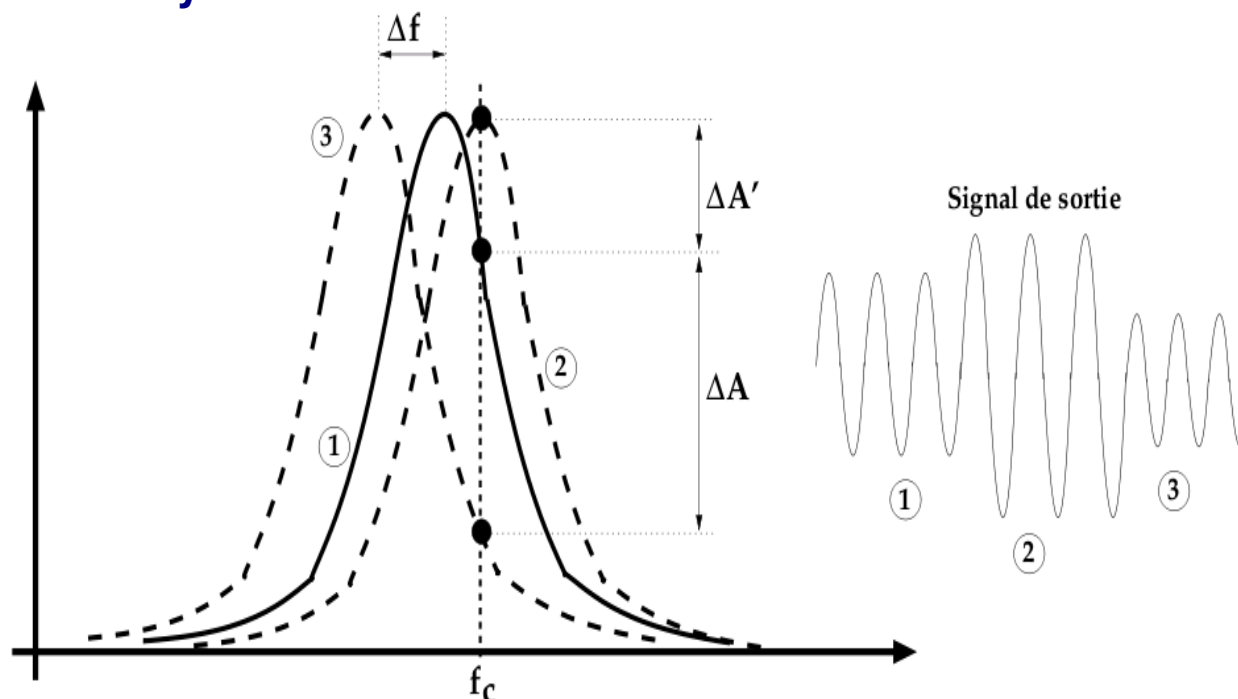


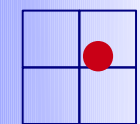
Amplitude

Concentration de porteurs de charges

Phase

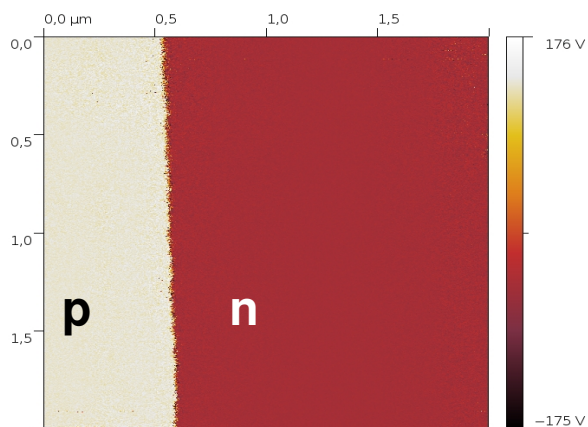
Type de dopants





contact

principe simplifié du capteur SCM



Le signal SCM est obtenu après démodulation du signal de l'oscillateur et **détection synchrone**



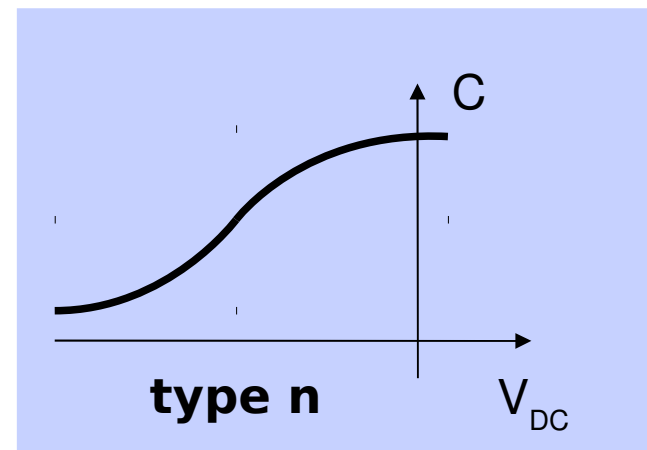
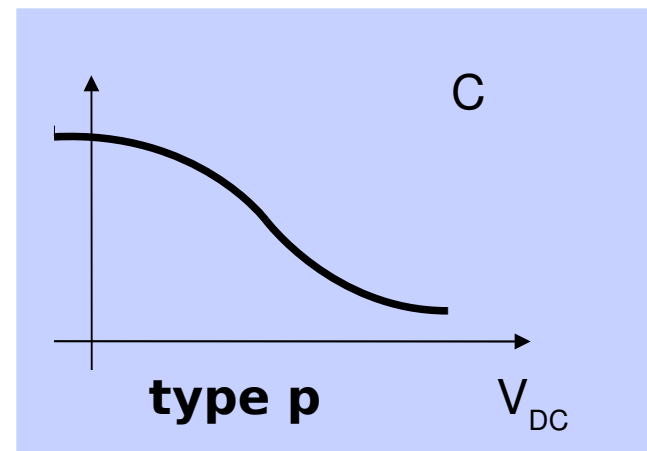
Amplitude

Concentration de porteurs de charges

Phase

Type de dopants

Les zones n et p apparaissent avec des contrastes inversés (positif pour les uns, négatif pour les autres)





contact

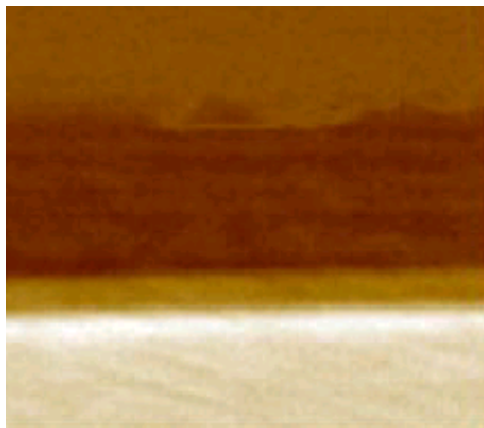


Exemples et résolution

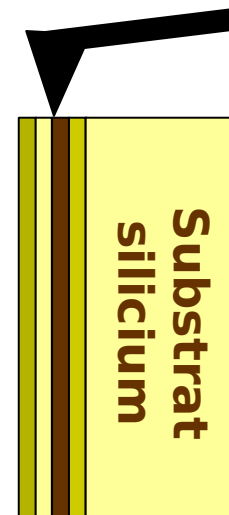
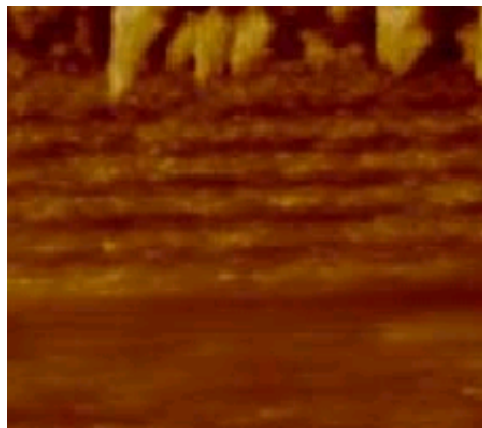
SCM

La résolution brute de la SCM est très inférieure à celle de la SSRM

SCM



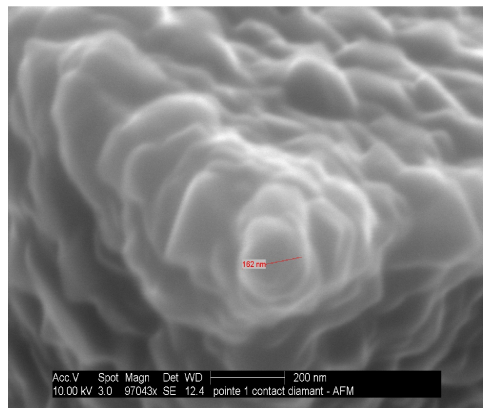
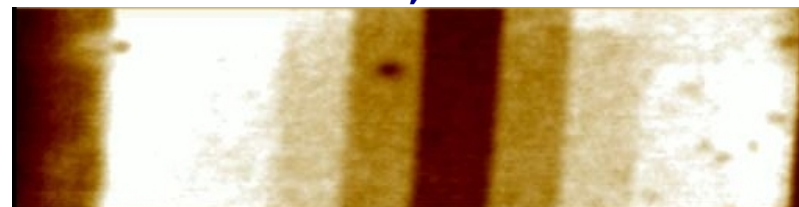
SSRM



Cross section : on image sur la tranche

images N. Rodriguez/Amandine David
CIMPACA-ST Microelectronics Rousset -Biophy research

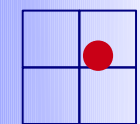
Palliers de 450 nm, Si:B



pointes à revêtement Ptlr₅ ou diamant

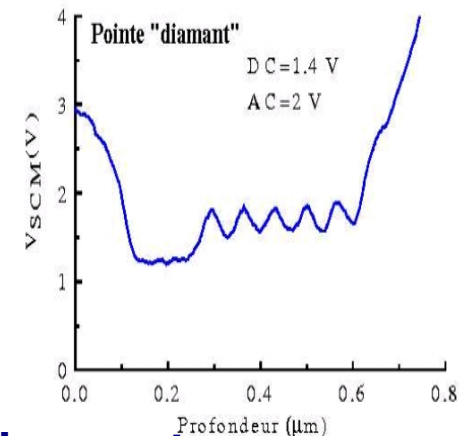
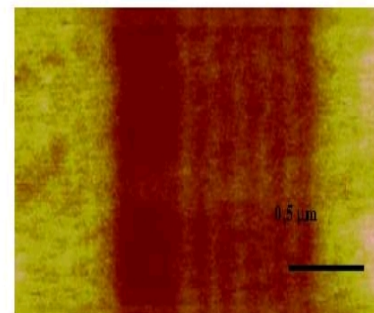
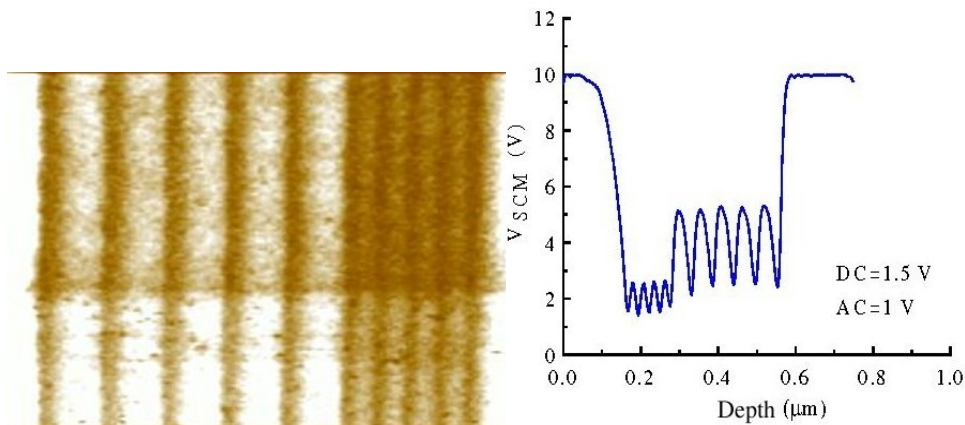
La résolution brute (sans biseautage, sur sections droites) est de l'ordre de 25 nm en routine

Exemples et résolution



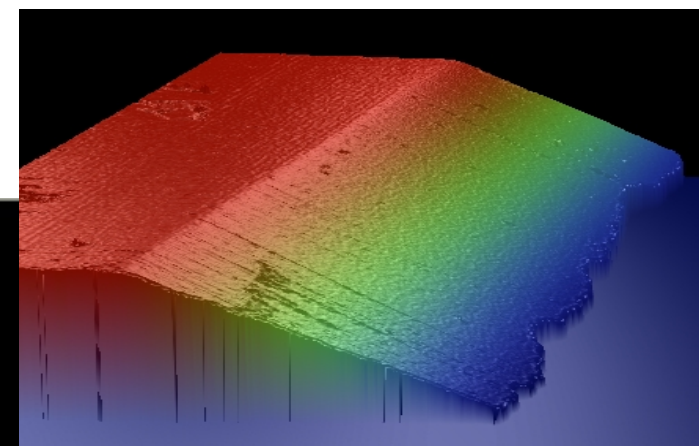
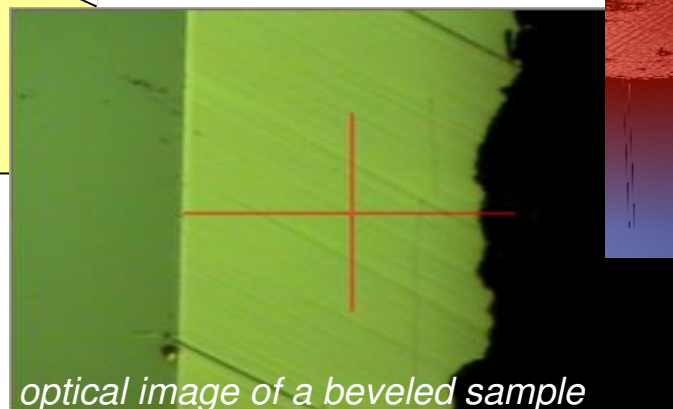
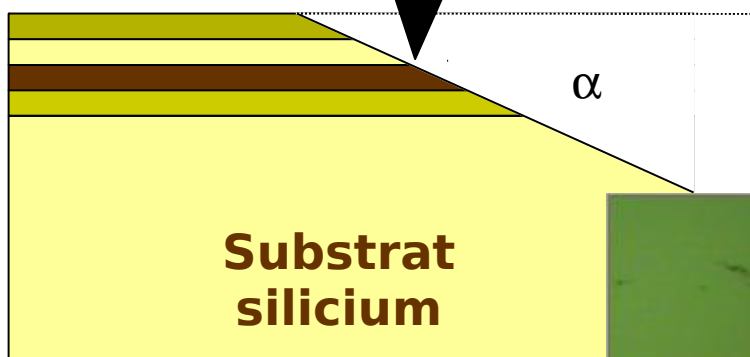
contact

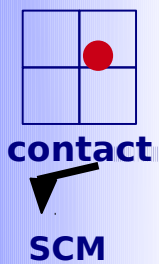
SCM



Echantillons
biseautés

Après biseautage, la résolution peut
atteindre 12/13 nm (largeur à mi-hauteur)
dans une seule dimension





Détection des jonctions par SCM



Lors de la mesure SCM, le signal SCM passe à 0 lorsqu'on passe sur la jonction électrique (<> jonction métallurgique)

4.5 μm

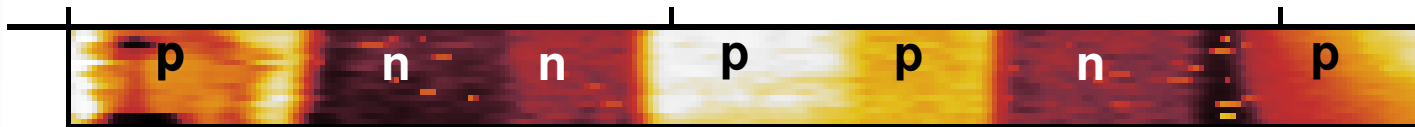
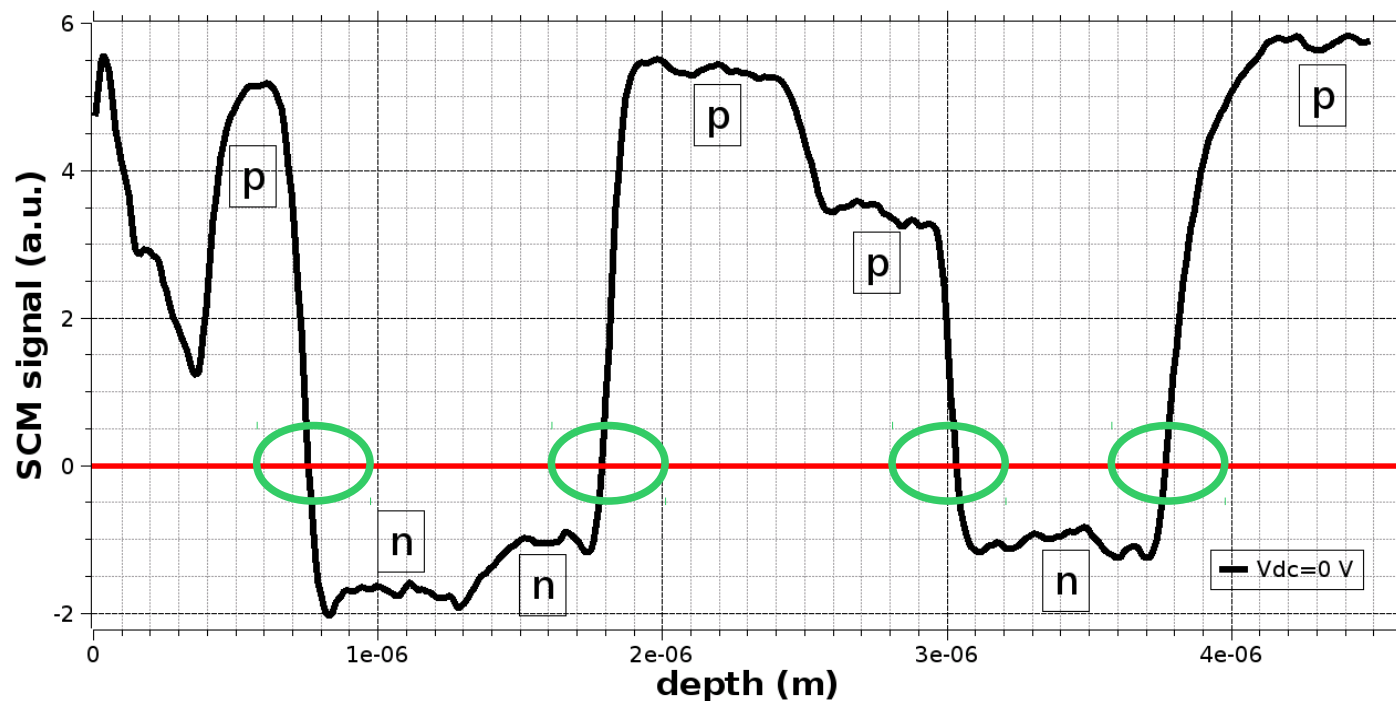
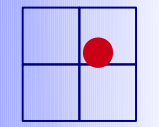


image SCM d'un échantillon présentant des jonctions @ 0.125 V_{dc}



Dans la pratique, la détermination très précise de la jonction souffre de la présence de **charges dans l'oxyde** => déplacement de la position apparente de la jonction



contact

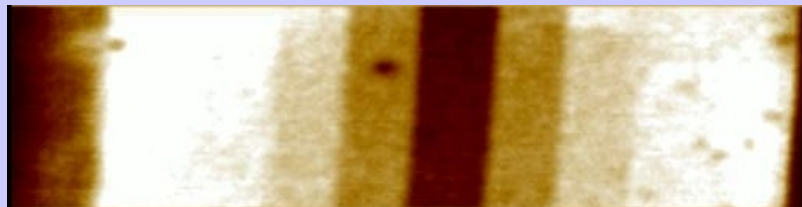


Discrimine les dopants de type n et p

Insensible à la mobilité

Pas de forte pression sur la surface

Détecte potentiellement les dopages dans la gamme $10^{15} - 10^{20}$ at/cm³



Résolution spatiale décevante

=> 20-30 nm

=> biseautage

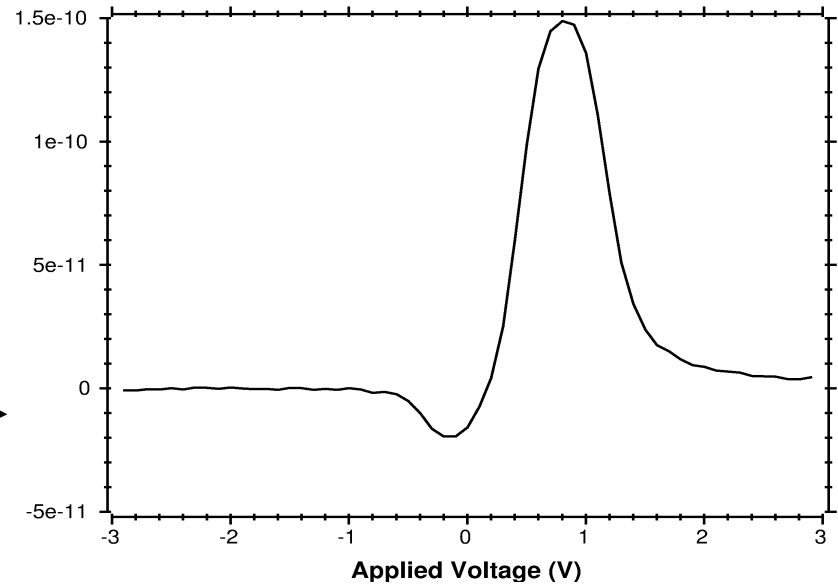
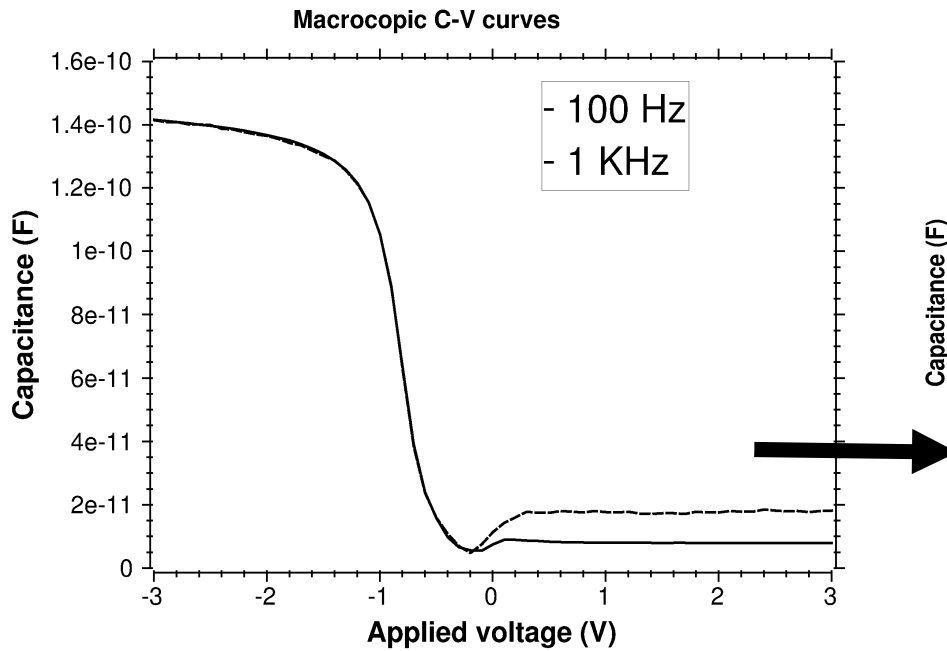
Quantification difficile à cause de l'oxyde

Adaptée aux dopages moyens-faibles

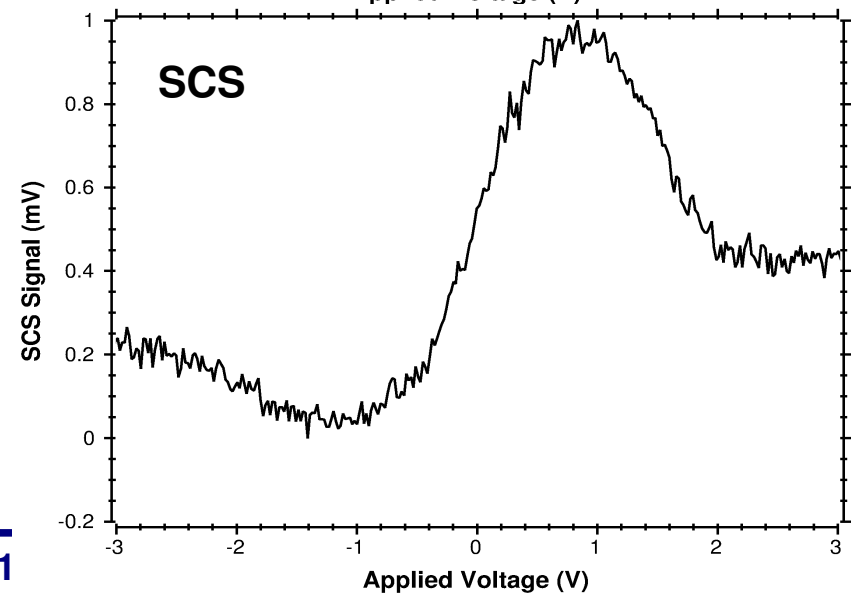
Dynamique du signal relativement faible

scanning Capacitance Spectroscopy (SCS)

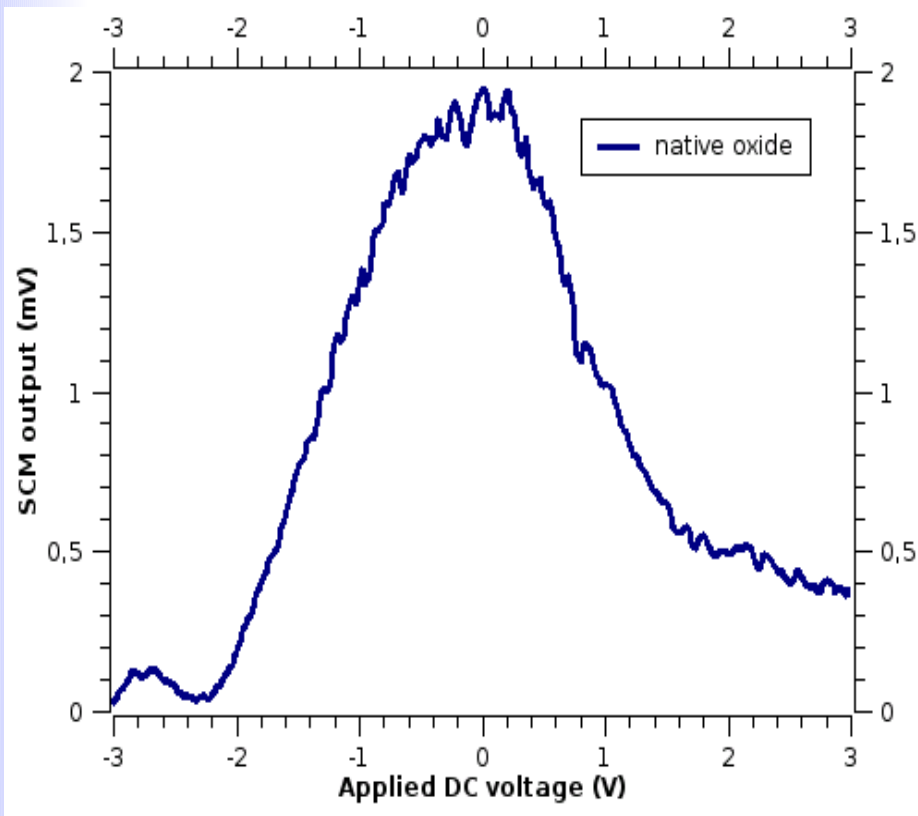
On applique une **rampe de tension** entre la pointe et l'échantillon, **pointe arrêtée**. On mesure le signal SCM pour chaque tension appliquée



Le résultat est une dérivée moyennée de la courbe C-V macroscopique



Imagerie des dopants : recherche du signal SCM maximum



Position du pic => point d'inflexion de la courbe C-V => A relier à la tension de bande plate V_{FB}

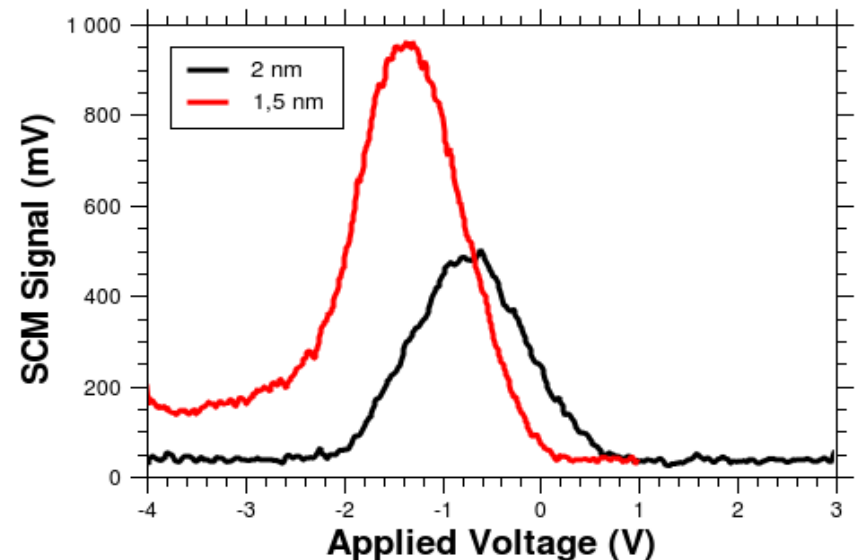
Position du pic = présence de charges fixes dans l'oxyde

Amplitude => Epaisseur de l'oxyde

Largeur => Charges d'interface

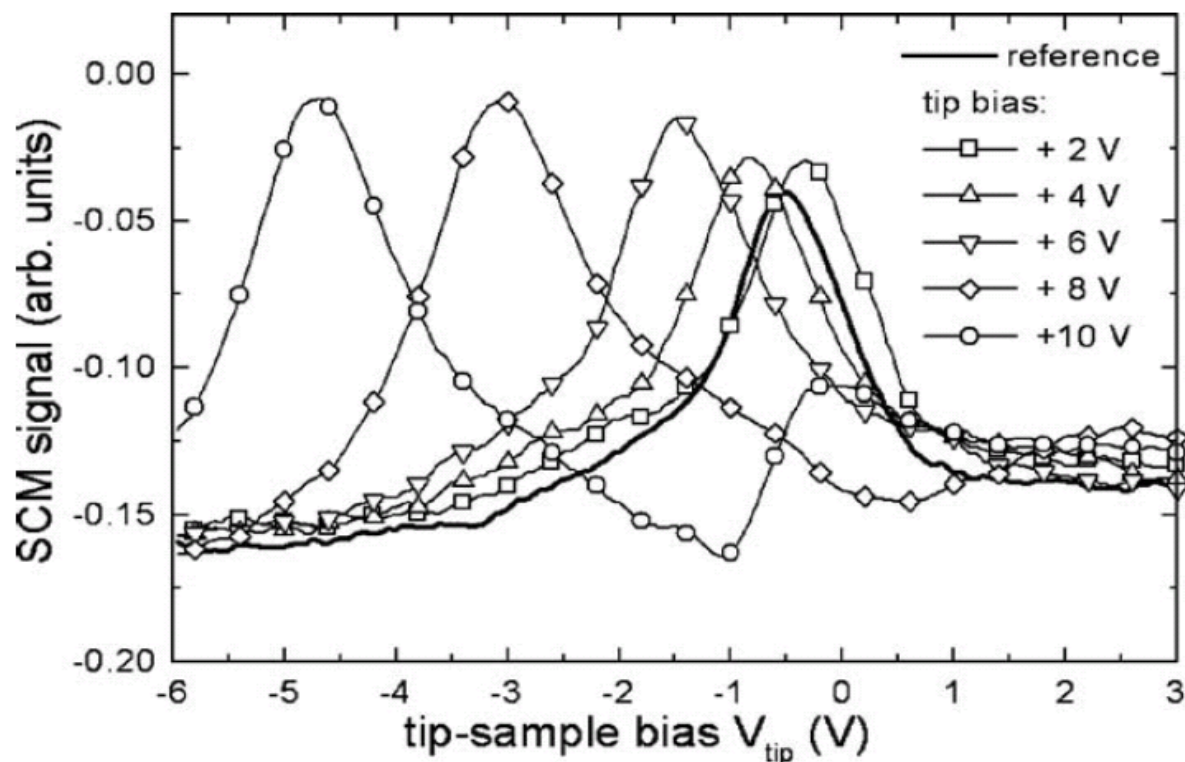
Exemple de SCS sur un oxyde natif présent sur un substrat semiconducteur de faible dopage (10^{15} at/cm³)

En pratique : la reproductibilité est perfectible



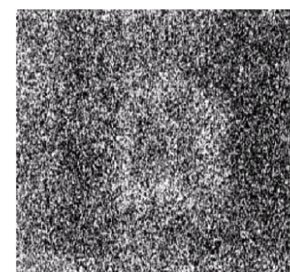
Applications de la SCS

détection de charges piégées dans les oxydes

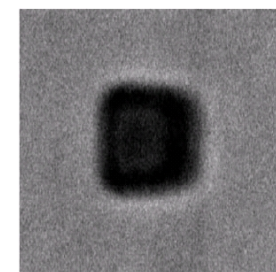


Rampes de 1V / s, courbes acquises 500 s après l'injection

Beyer et al. Thin Solid Films, 2006



+2 V



+10 V

Images SCM de la surface de l'oxyde après injection de charges

- Injection de charges dans une fine (25 nm) couche de SiO₂ par l'application de différentes tensions entre +2 V et +10 V
- Piégeage de charges
- => **décalage des courbes dC/dV en fonction de V_{tip}**

Caractérisation des matériaux ferroélectriques



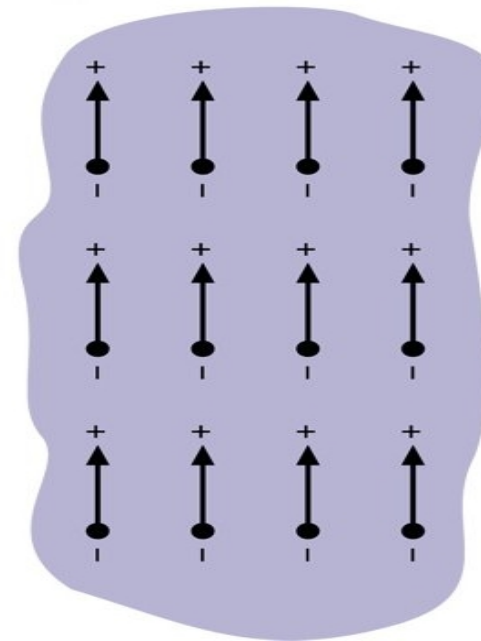
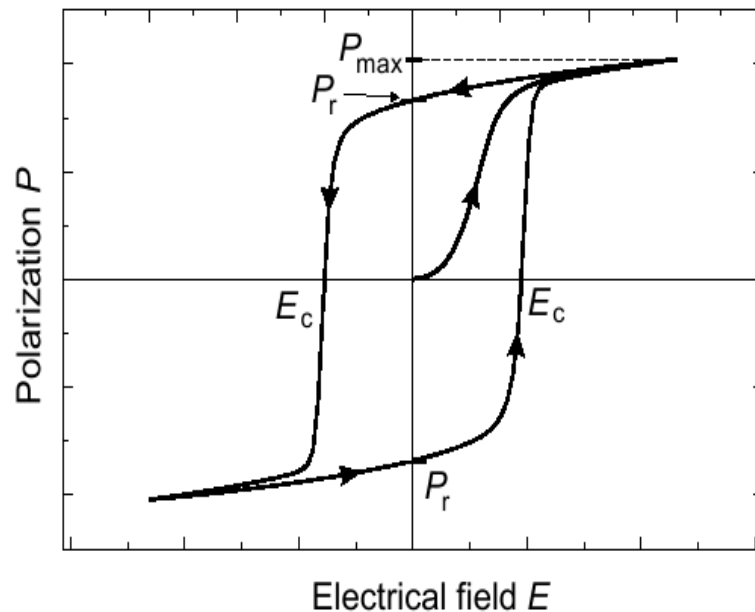
le mode Piezoresponse Force Microscopy



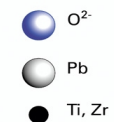
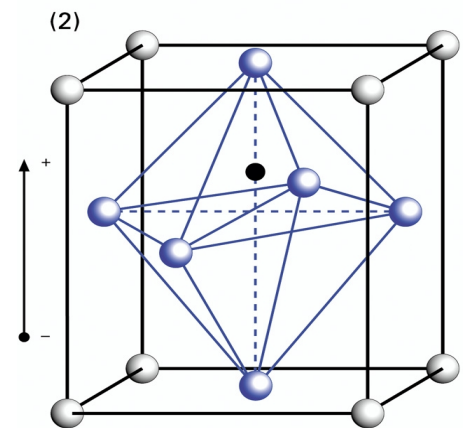
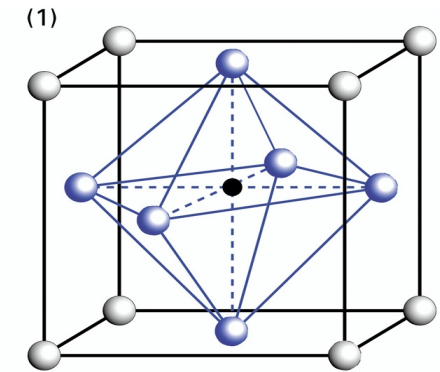
But : caractérisation des couches minces ferroélectriques

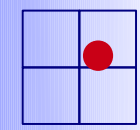
Polarisation **électrique** permanente
Présence d'un **cycle d'hysteresis**

Tous les matériaux ferroélectriques sont aussi (plus ou moins) **piézoélectriques**.



PZT, LiNbO₃, PbTiO₃...



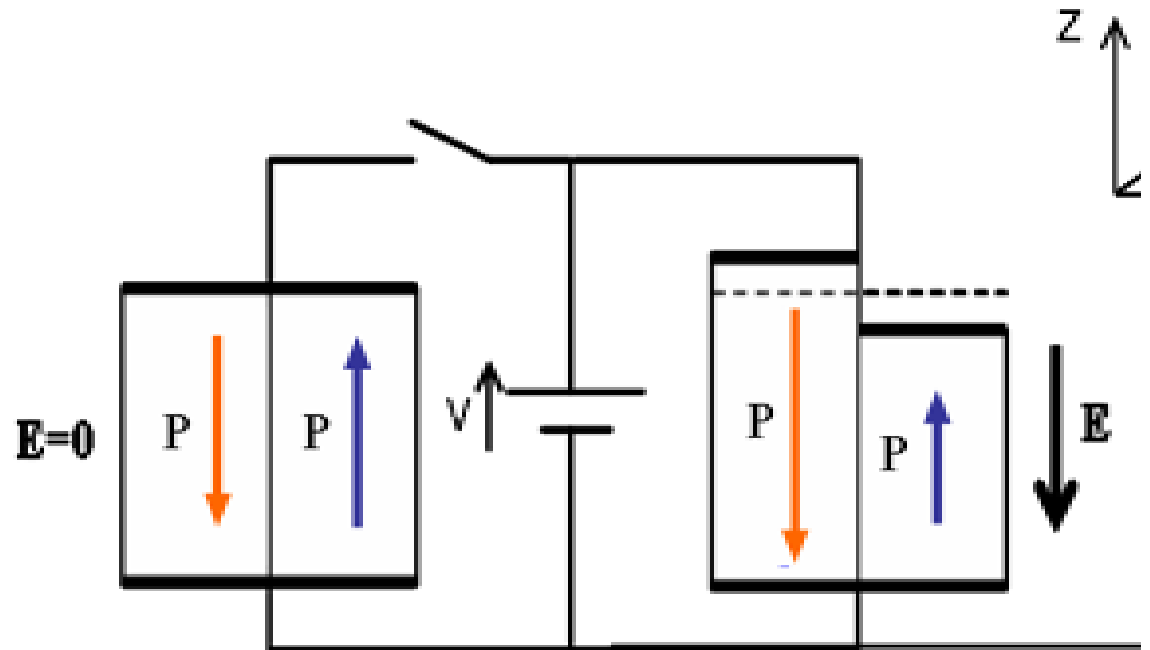
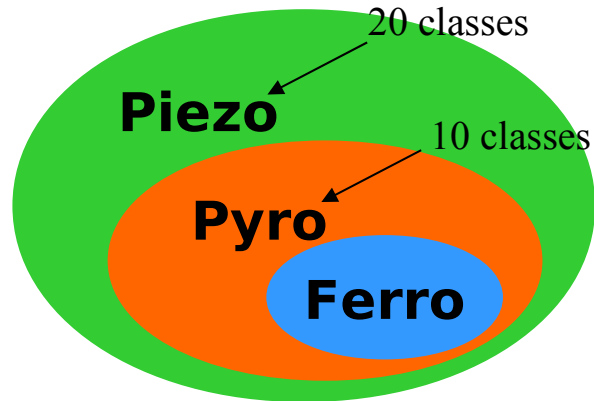


contact



Effet piézoélectrique

PFM



Effet Piézoélectrique Inverse
schéma A. Brugère, CEA

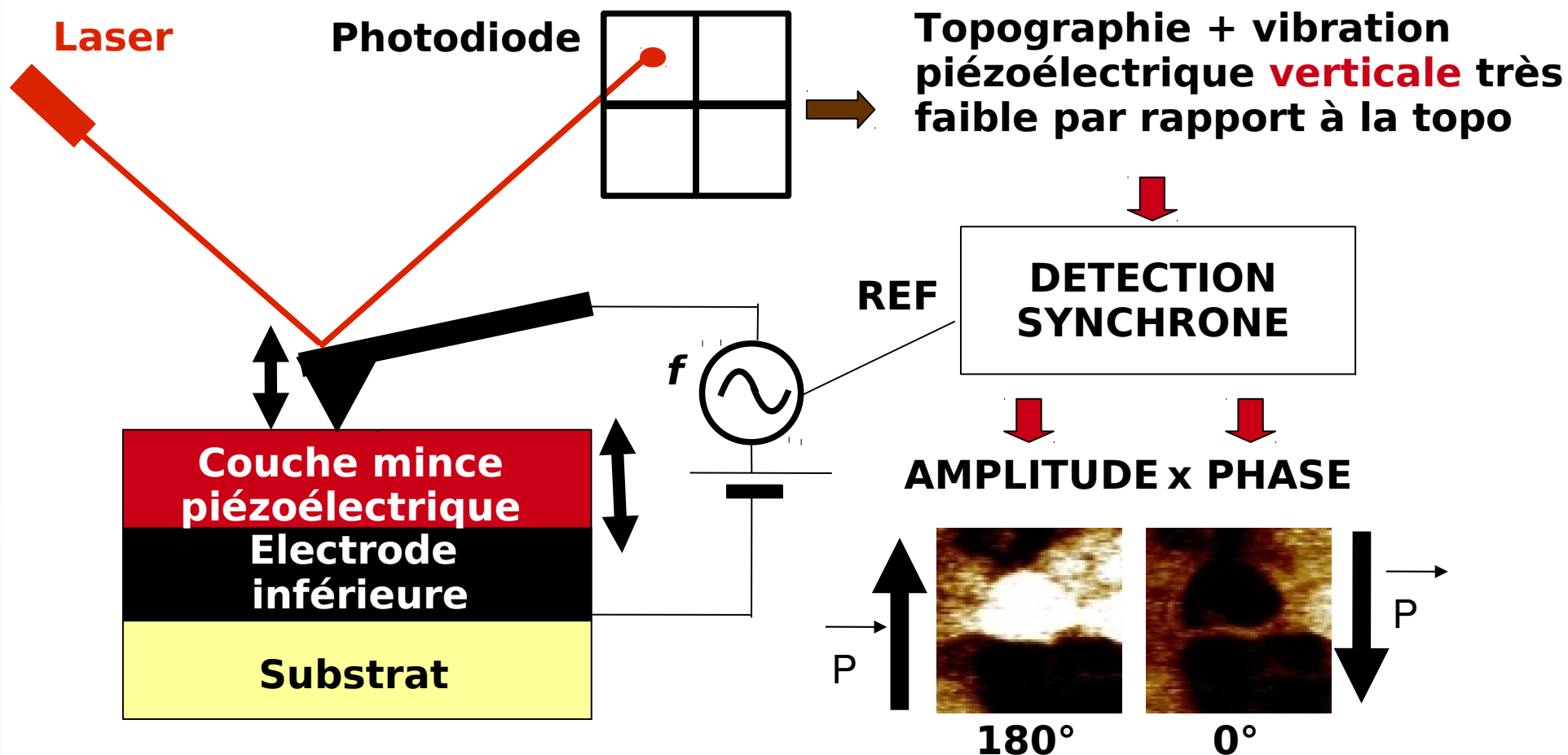
Direct : Contrainte mécanique = apparition d'une charge à la surface du matériau

Inverse : Application d'une tension : contraction ou allongement du matériau

principe du mode PFM

Piezoresponse Force Microscopy

Mesure de la ferroélectricité par l'effet piézo-électrique inverse => vibration de la couche sous l'effet d'une tension alternative



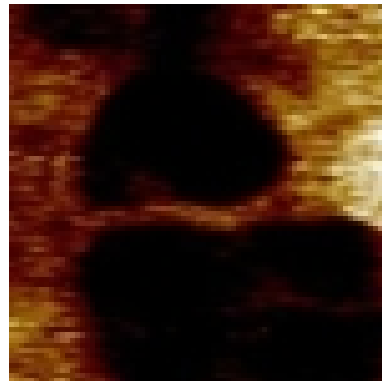
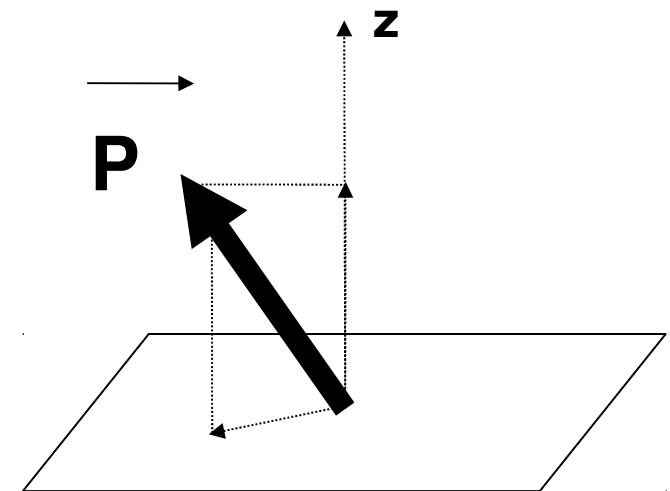
Les domaines anti-parallèles vibrent en opposition de phase => contraste inversé

Mode PFM vertical ("out of plane")

On a accès à la **projection** du vecteur polarisation le long de l'axe z.
Les domaines anti-parallèles vibrent **en opposition de phase**.

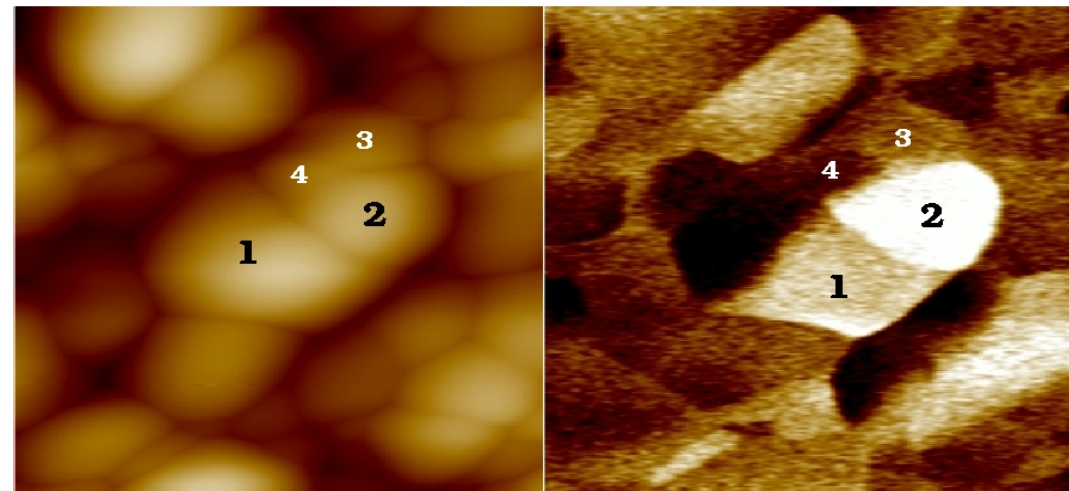
Pas de signal si :

- La polarisation est **dans le plan** de la surface
- La surface **n'est pas piézo-électrique** (donc pas ferroélectrique)

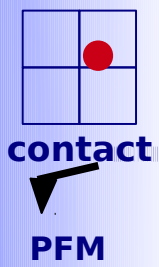


Cartographie des domaines ferroélectriques

(composante perpendiculaire à la surface) : **LiNbO₃**. On note l'excellente résolution spatiale

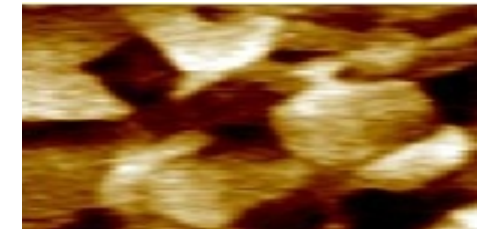


PFM dans le plan de la surface

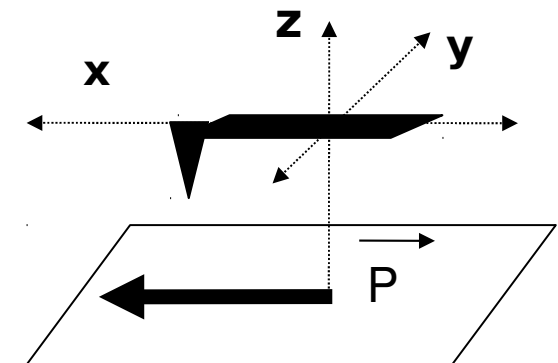


possibilité de mesurer la composante dans le plan de la surface (in-plane) **perpendiculaire** au levier

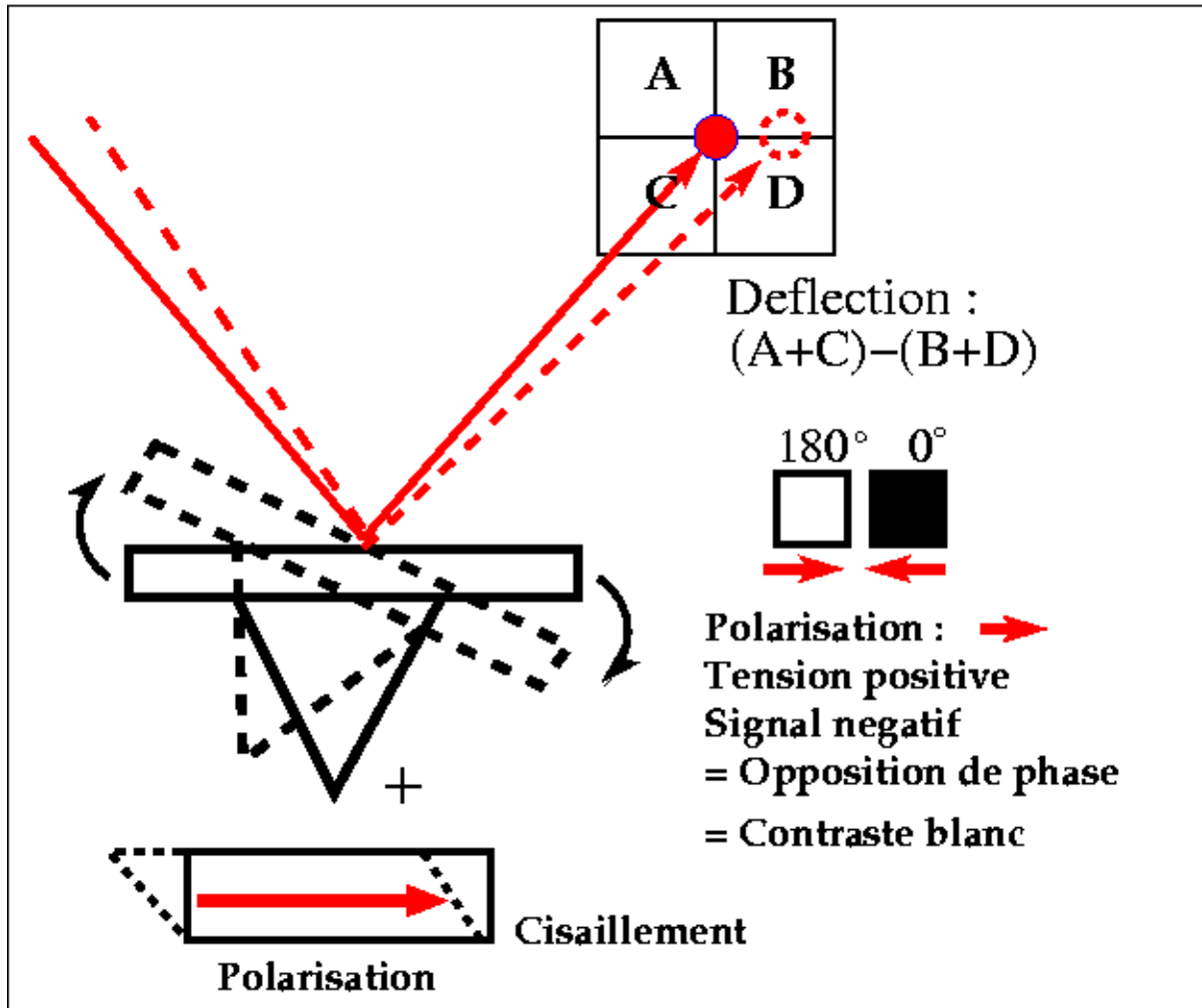
out of-plane



in-plane

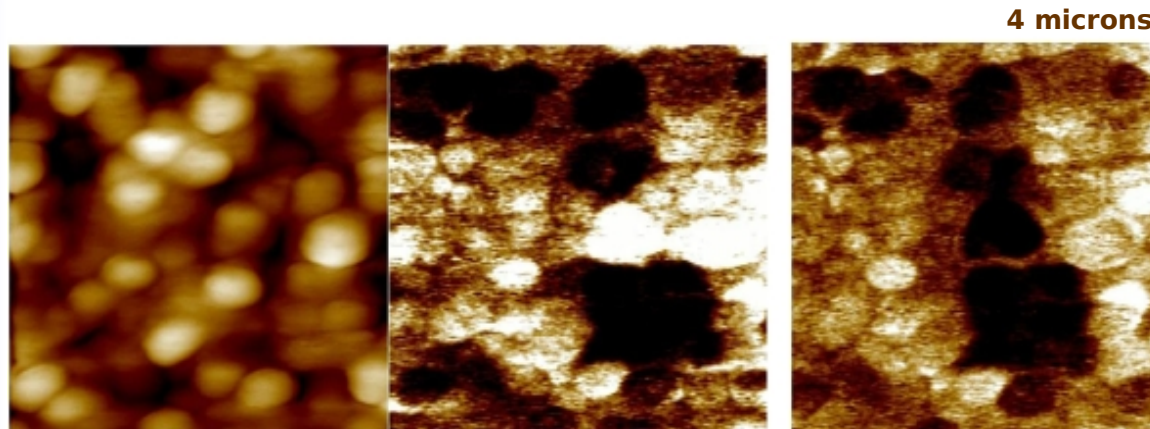
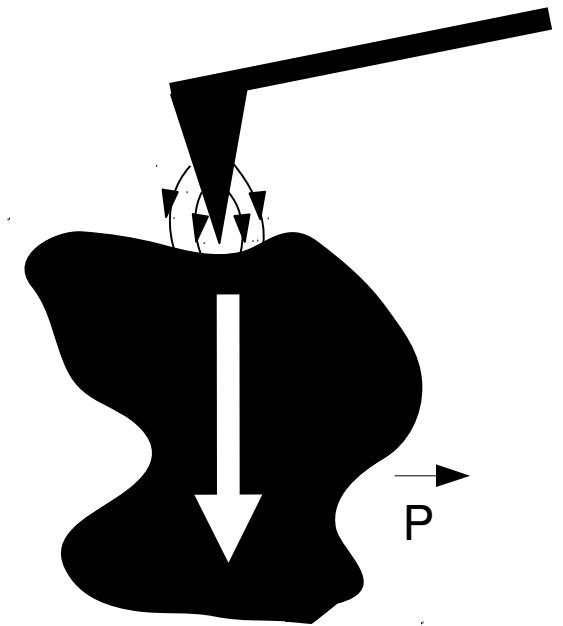


La composante in-plane **parallèle** au levier (direction x) reste inaccessible

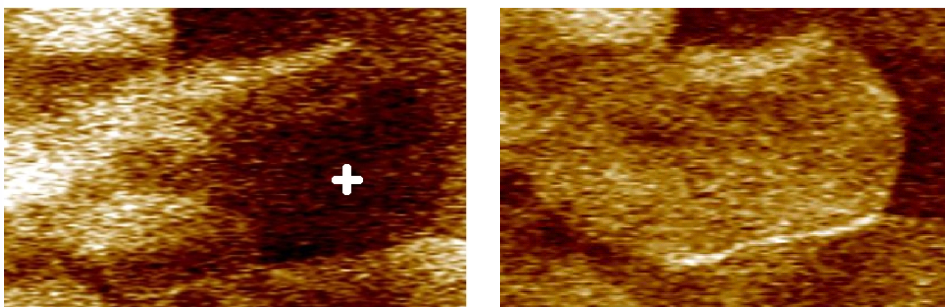


retournement de la polarisation

On peut forcer la polarisation à adopter une orientation précise par application d'une tension suffisante ($> E_c$) entre pointe et échantillon

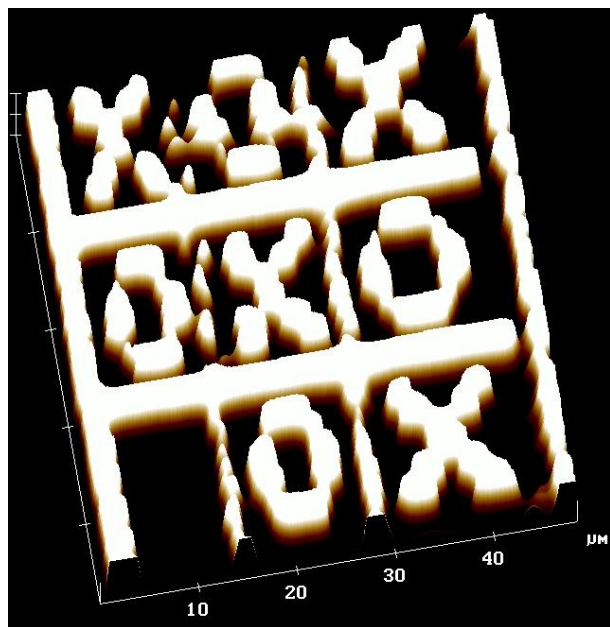


Retournement local de la polarisation
(ici sur PbZrTiO_3 : PZT)

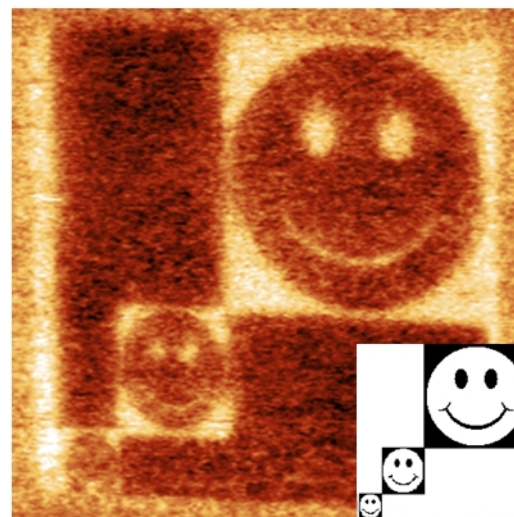


ici sur $\text{Sr}_2\text{Bi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$:
SBN)

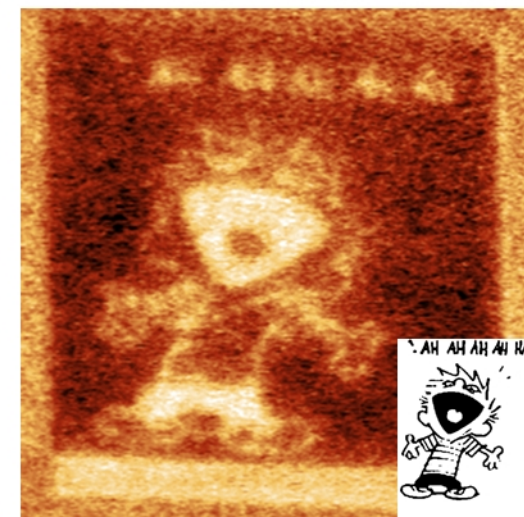
Possibilité de réaliser n'importe quel motif de polarisation



Réalisation : Antoine Brugère, CEA/LETI

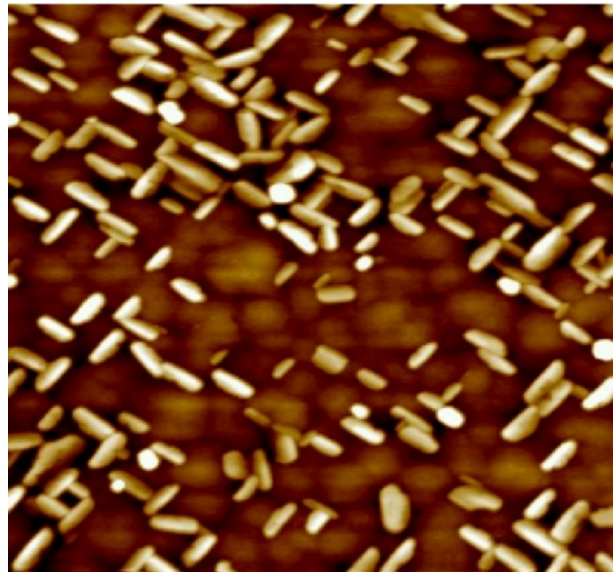


— 2 μm



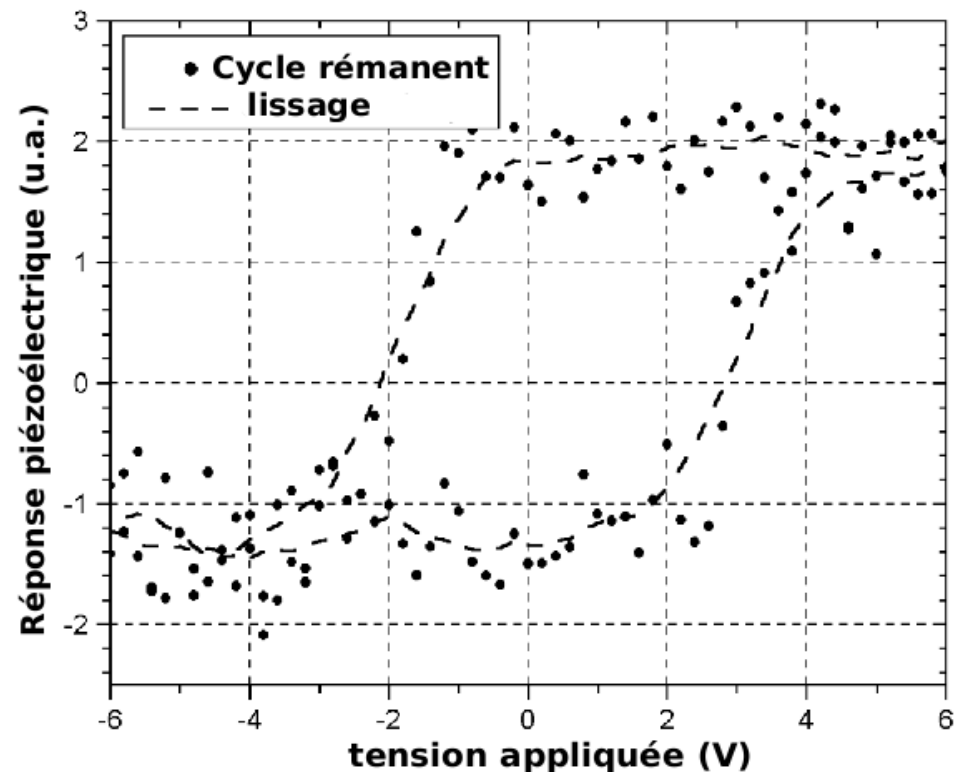
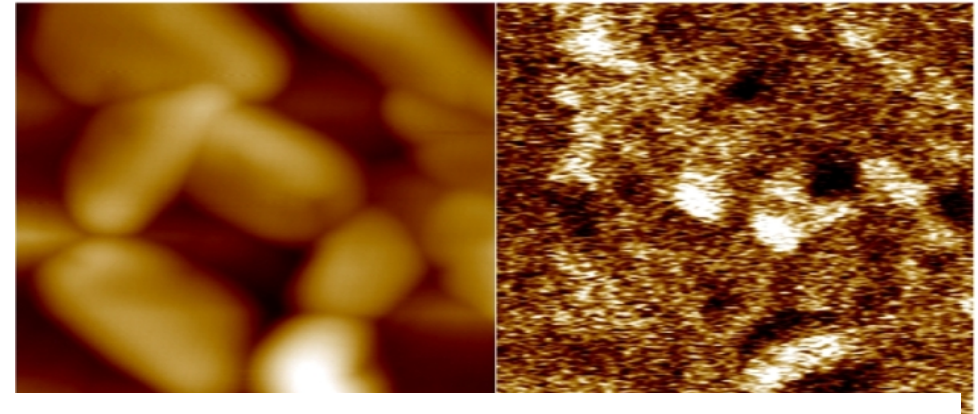
— 2 μm

Cycles d'hysteresis locaux : exemple



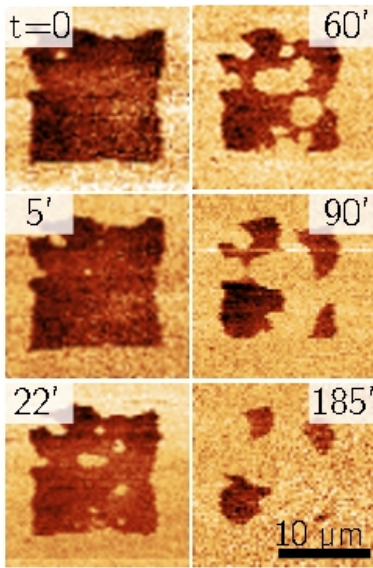
Sr₂Bi₂Nb₂O₉ (SBN)

Deux orientations cristallines :
(001) : orientation de la polarisation dans le plan de la surface
(115) : orientation à 34° par rapport à la surface

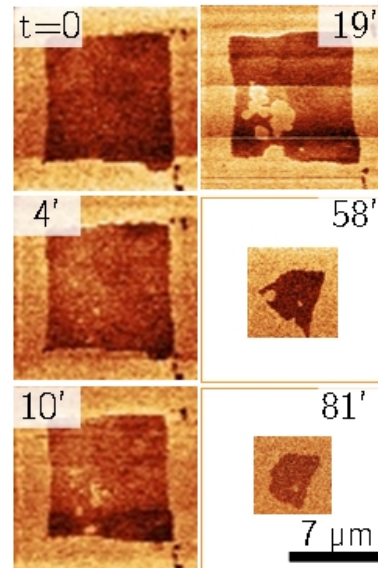


Dynamique des domaines : exemple

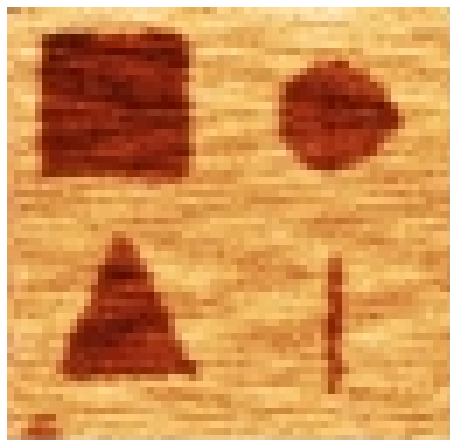
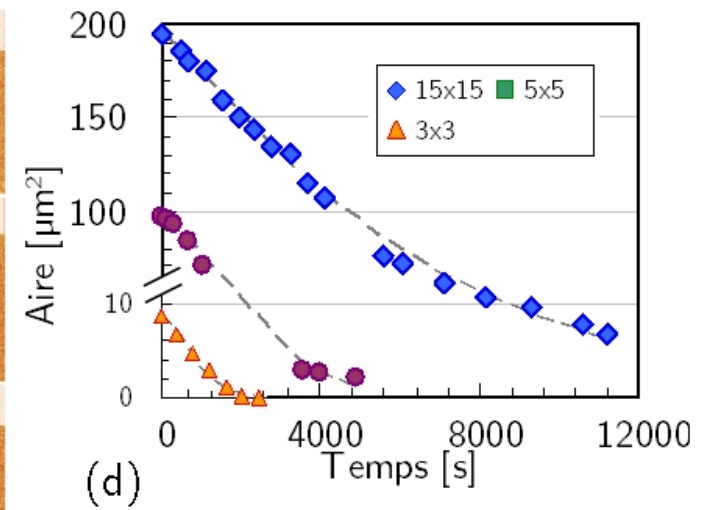
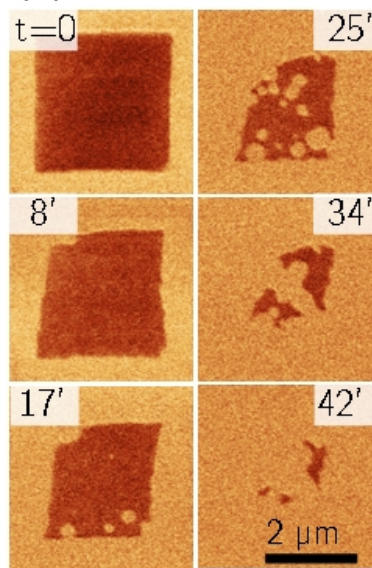
(a) 15x15 μm^2



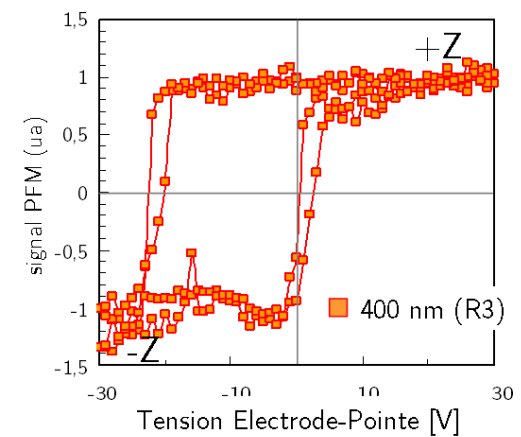
(b) 10x10 μm^2

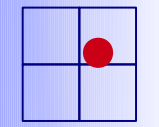


(c) 3x3 μm^2



Relaxation des domaines à cause d'un cycle d'hysteresis décalé sur l'axe des champs (Antoine Brugère, CEA/LETI).



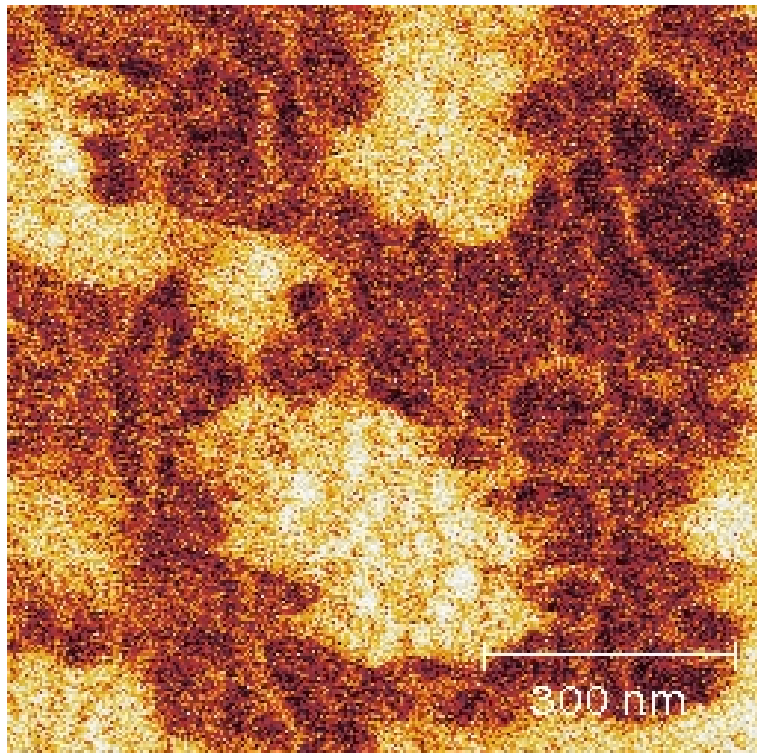


contact

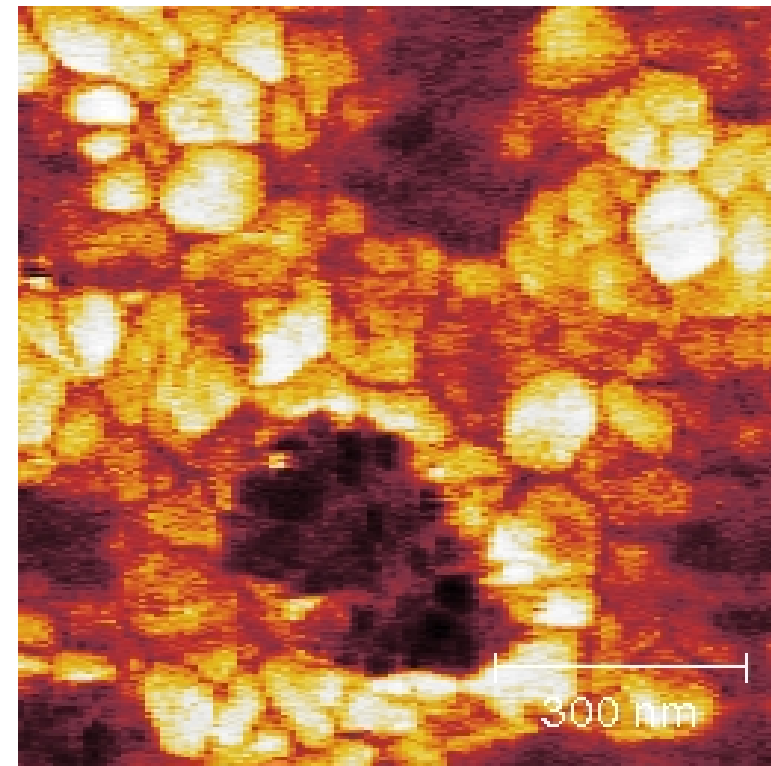
Détection des domaines par SCM



PFM
SCM

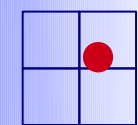


SCM

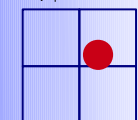


PFM

Domaines ferroélectriques dans PZT



contact



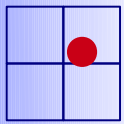
non
contact



Les techniques dérivées du mode non-contact

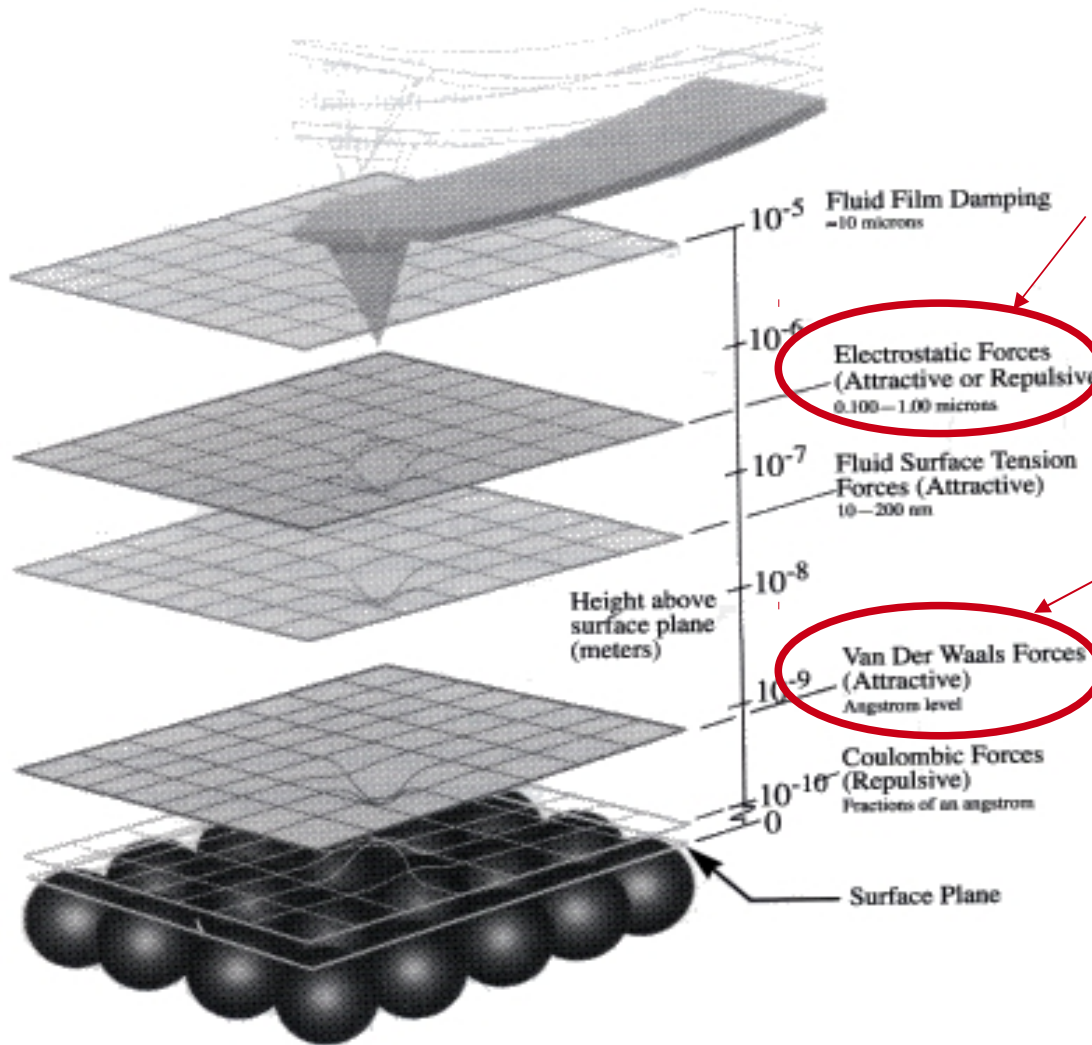
Electric Force Microscopy (EFM)
Champ, charge électrique

Kelvin Force Microscopy
Potentiel électrique



non
contact

Rayon d'action des principales forces



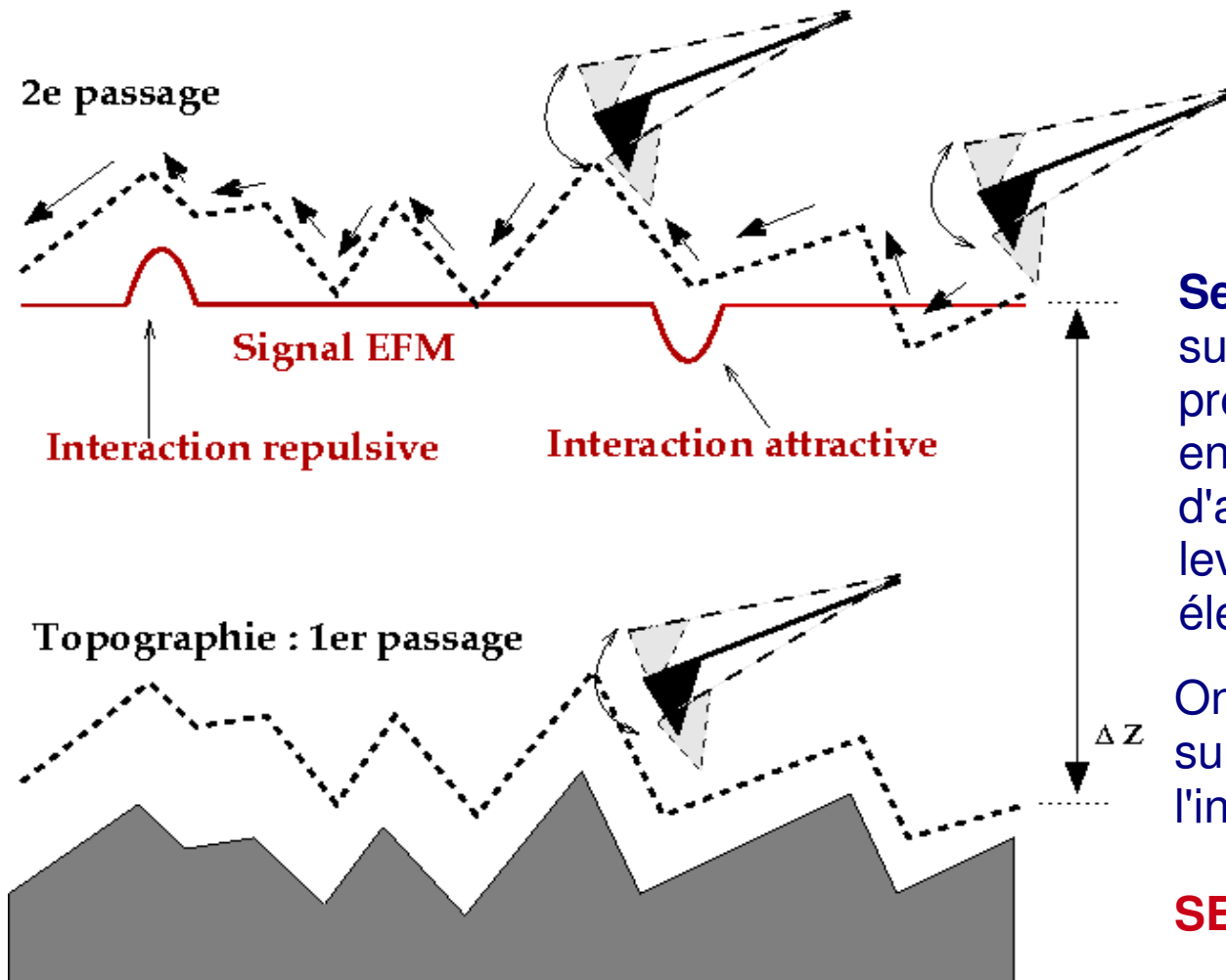
Les forces d'interaction électrostatiques prédominent à « longue » distance

Les forces de Van Der Waals sont prédominantes près de la surface

Si on veut mesurer autre chose que de la topographie, **il faut s'éloigner de la surface**



En pratique : le mode double passe



Premier passage :
topographie classique.

Second passage :
suit la topographie
préalablement enregistrée ; on
enregistre les variations
d'amplitude de vibration du
levier due à l'interaction
électrostatique

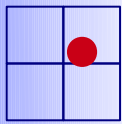
On doit scanner loin de la
surface pour n'être sensible qu'à
l'interaction électrostatique =>

SECONDE PASSE (20-100 nm)

En pratique : mieux vaut ne pas
avoir de topographie

**La hauteur du second passage limite la
résolution**

détection de charges par EFM



non
contact

Force électrostatique à potentiel constant en l'absence de charges fixes :

$$F_{el} = + \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} V^2$$

(force attractive)



V_{TIP} : potentiel appliqué à la pointe

V_S : potentiel de l'échantillon

$$\omega_1 = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{1}{m_e} \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)}$$

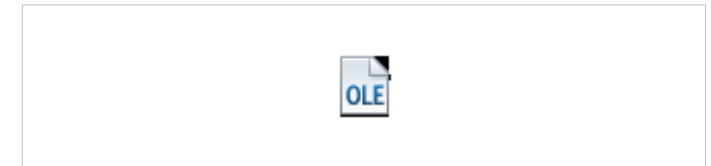
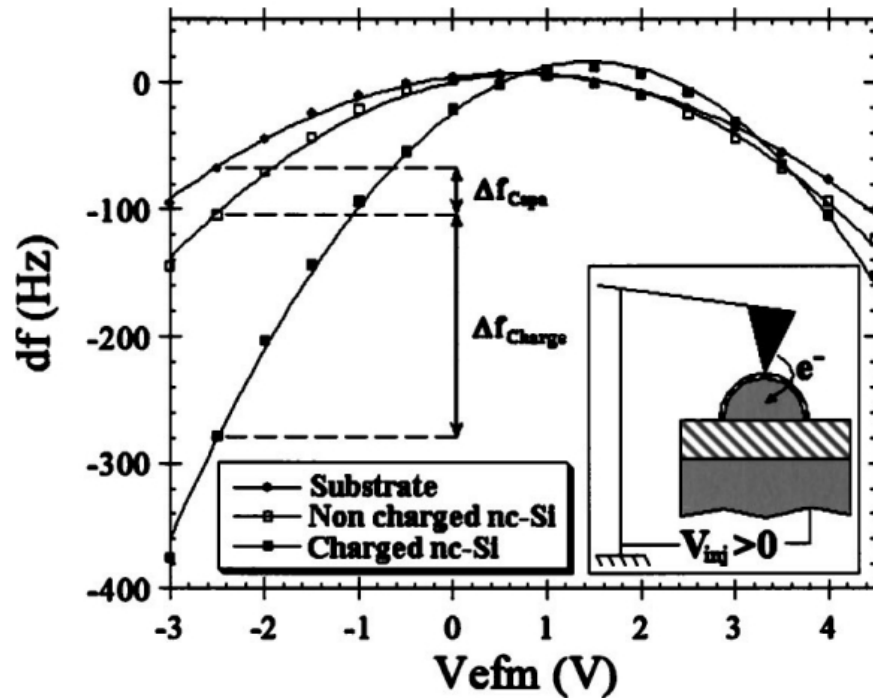
ω_1 : nouvelle pulsation de résonance du levier, ω_0 : pulsation « libre »

Modification de la fréquence de résonance du levier dû au gradient de la force.

Force attractive $\omega_1 < \omega_0$

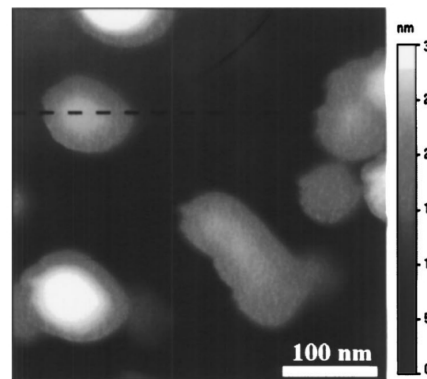
Force attractive $\omega_1 > \omega_0$

Mesures pointe arrêtée



$$\omega_1 = \sqrt{\omega_0^2 - \frac{1}{m_e} \frac{\partial F}{\partial z}(z_0)}$$

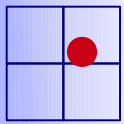
Tout changement de V_s provoque le décalage de la courbe $\Delta f = f(V_{DC})$ = parabole



(a)

Exemple : injection de charges dans un nano-cristal de Si par une tension échantillon de 4 V, 4 ms

Decossas et al. Appl. Phys. Lett. 86, 033109, 2005



non contact

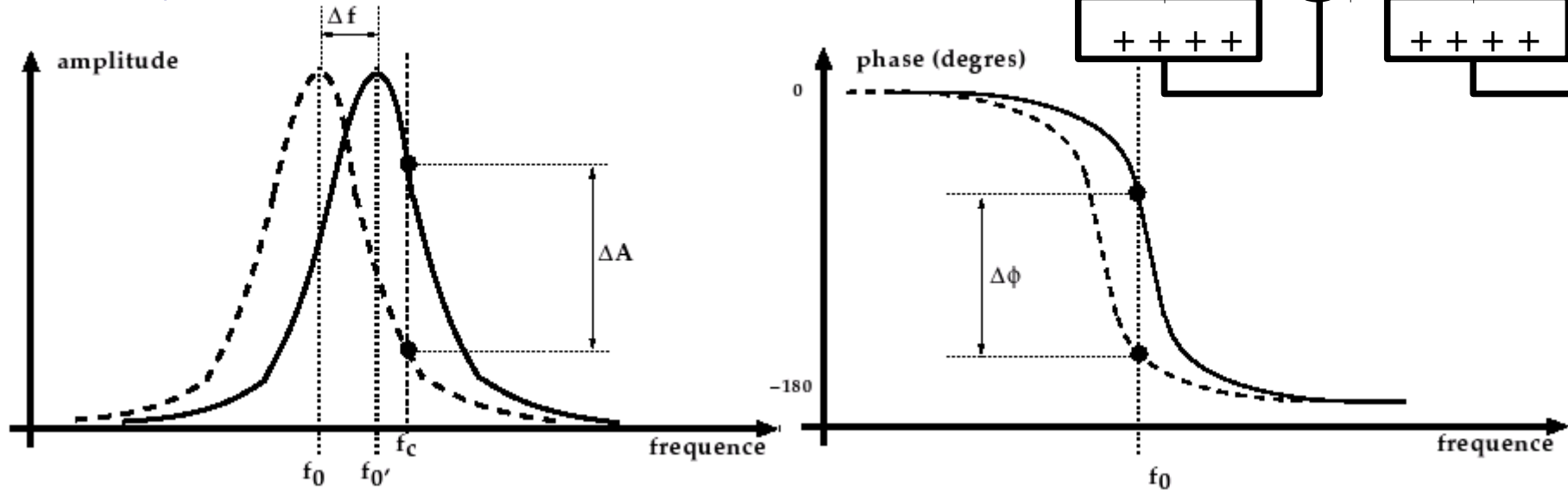


mesures de champ électrique



Electric Force Microscopy (EFM)

La force qui fait changer la fréquence de résonance du levier est la **force électrostatique** (force de Coulomb)



On peut mesurer la variation d'amplitude ΔA , de phase $\Delta \phi$ ou la variation de fréquence Δf

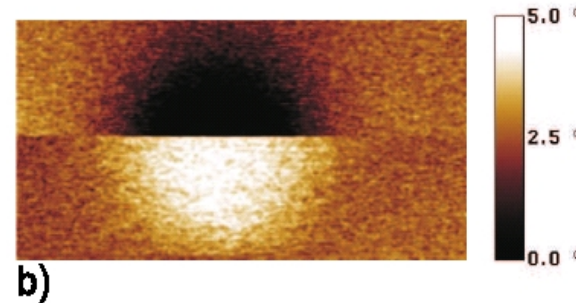
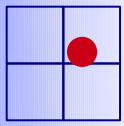


Image ; Thèse de Raphaëlle DIANOUX, 2004



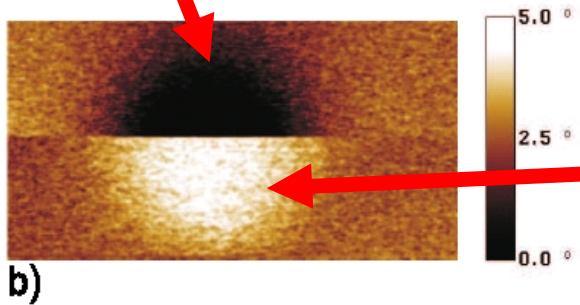
non
contact

Electric Force Microscopy (EFM)



Exemple sous air :

Intéraction **attractive** (ci-dessous) :
 f_0 diminue => ϕ diminue => contraste sombre



Intéraction **répulsive** :
 f_0 augmente => ϕ augmente => Contraste clair sur l'image

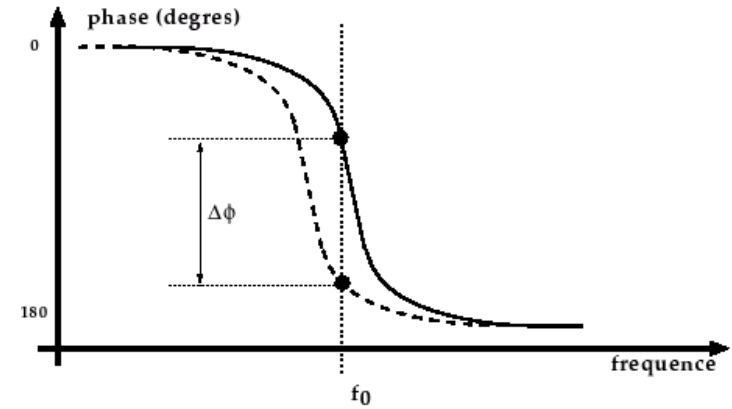
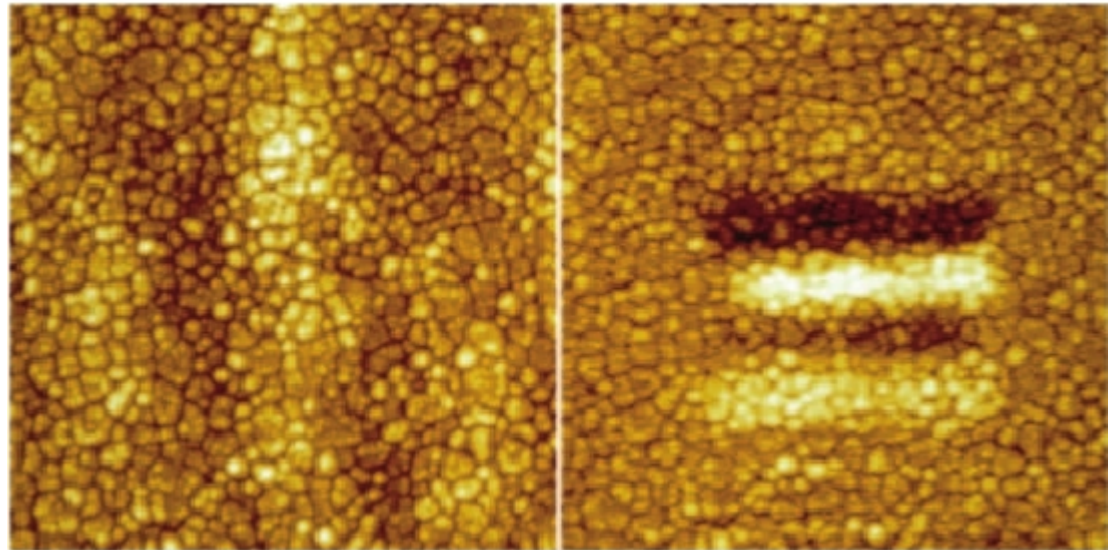
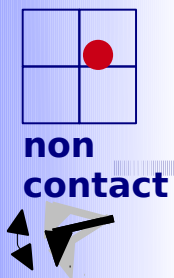


Image ; Thèse de
Raphaëlle DIANOUX,
2004

Détection par EFM des
domaines ferroélectriques
(Doc Bruker, +1 V sur la
pointe)



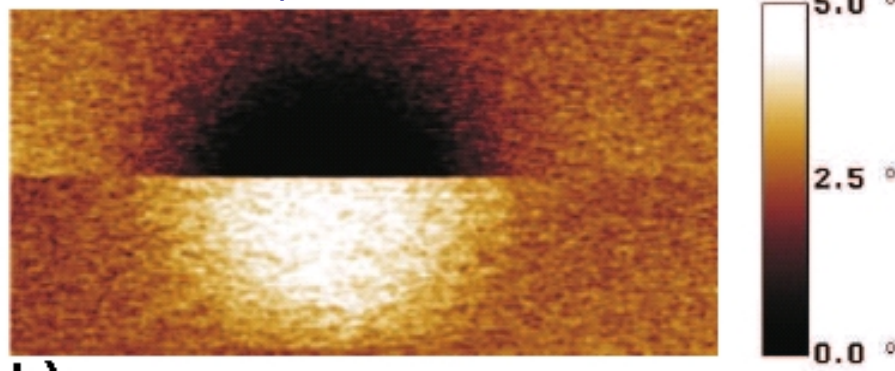
détection de charges par EFM



Exemple :

Couche de SiO₂ de 7 nm d'épaisseur. 1 x 2 mm, lift 100 nm, image EFM sous -2V puis +2V, injection de charges préalable sous -10 V, 10 s. Image de phase

Thèse de Raphaëlle DIANOUX, 2004



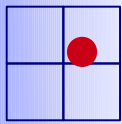
$\frac{d \text{ (nm)}}{\Delta\phi \text{ (}^\circ)}$	7	10	25	100	400
1°	42	30	14	5	4
2°	60	43	20	7	6
5°	94	68	32	12	9

Estimation du nombre de charges détectables en fonction de l'épaisseur de la couche de SiO₂ et de la variation de phase en EFM

$$q = \sqrt{\frac{\delta\phi \times k \left(z_0 + \frac{d}{\epsilon_{SiO_2}} \right)^3 \epsilon_0 (\epsilon_{SiO_2})^2 S}{Qd^2}}$$

(Raphaëlle DIANOUX, d'après D. Schaadt, 2004)





Kelvin Force Microscopy (KFM) : théorie



V_0 : potentiel **de contact**
entre la pointe et la surface

Force électrostatique à la fréquence ω :

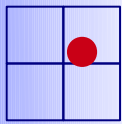


Si on annule la composante en w ,
alors on a : $V_0 = V_{DC}$



Pour obtenir le potentiel de surface, il faut annuler la
composante en ω pour chaque point de l'image

Kelvin Force Microscopy (KFM)

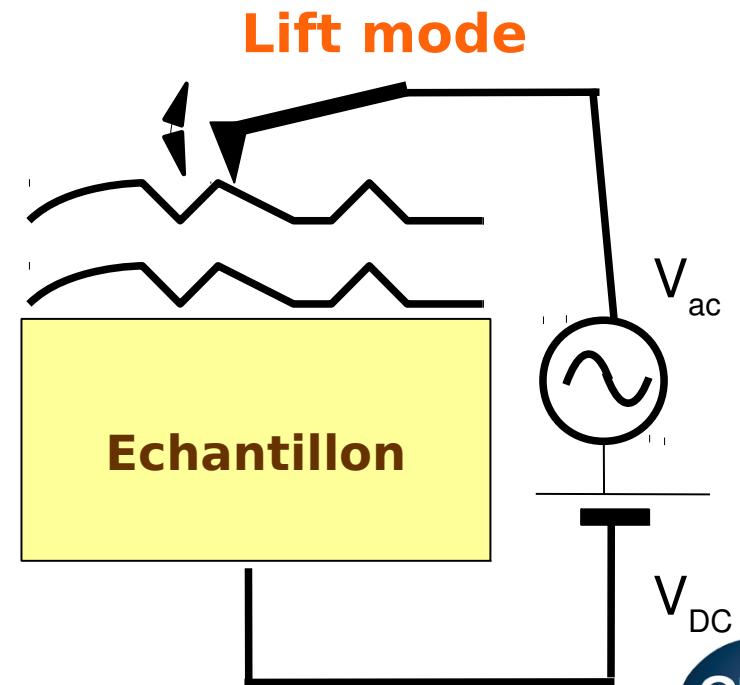


non
contact

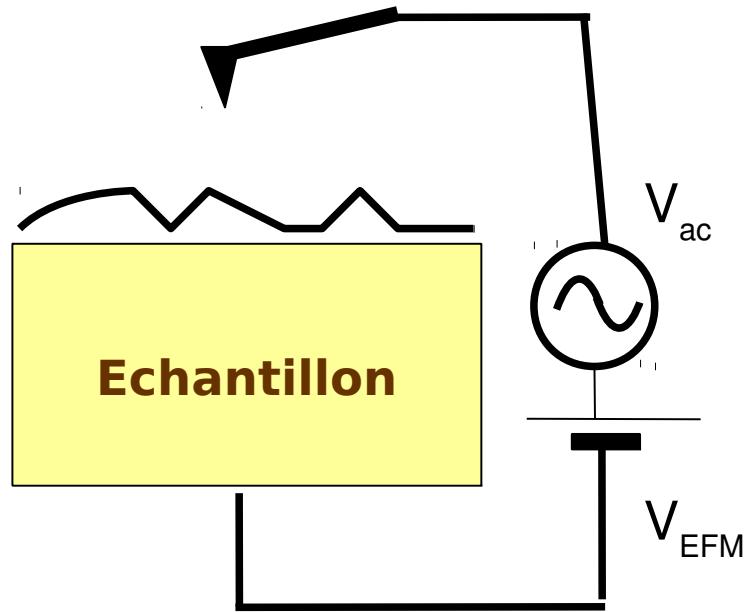
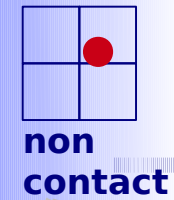
Mode opératoire (mode double passe) :

- 1- Passage topographique classique en contact intermittent
- 2- **Lift** d'une hauteur suffisante
- 3- On **coupe** l'excitation mécanique du levier par le bimorphe
- 4- On **active** la tension alternative V_{AC} + tension continue V_{DC}
- 5- On **fait varier** en chaque point V_{DC} pour annuler la vibration du levier
- 6- On **enregistre** la valeur de V_{DC} correspondante => **signal KFM**

Mode très sensible aux conditions de propreté de la surface : les résultats sont modifiés par les contaminants de toute sorte => UHV



KFM simple passe



La pointe est excitée à une fréquence ω_0 pour la topographie

On applique une tension à une autre fréquence ω_1 pour la mesure KFM (sur une harmonique)

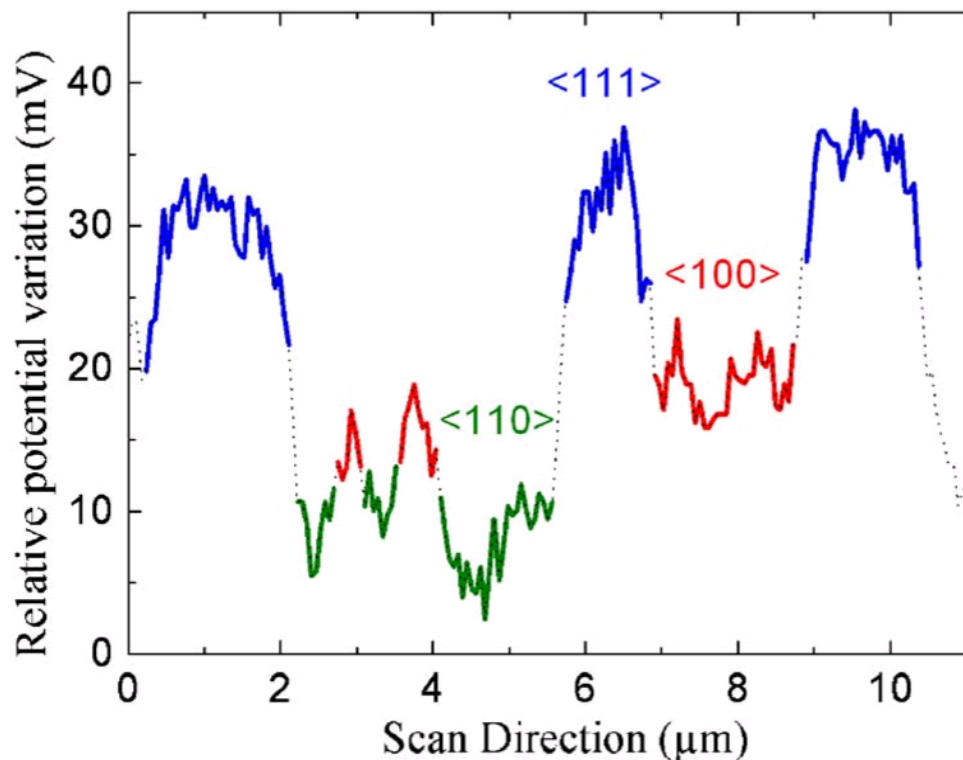
La boucle de régulation de potentiel est active tout le temps (active aussi pour la topographie)

- Au moins deux fois plus rapide
- Tensions appliquées plus faibles
- Topographie effectuée à champ électrique nul (potentiel de contact compensé en chaque point)

=> voir les posters de D. Mariolle et A. Borowik

KFM : exemple

Mesures de l'orientation cristallographique de grains de cuivres à partir de la différence de travail de sortie.



Le travail de sortie des pointes est calibré sur un échantillon de référence (e.g. platine)

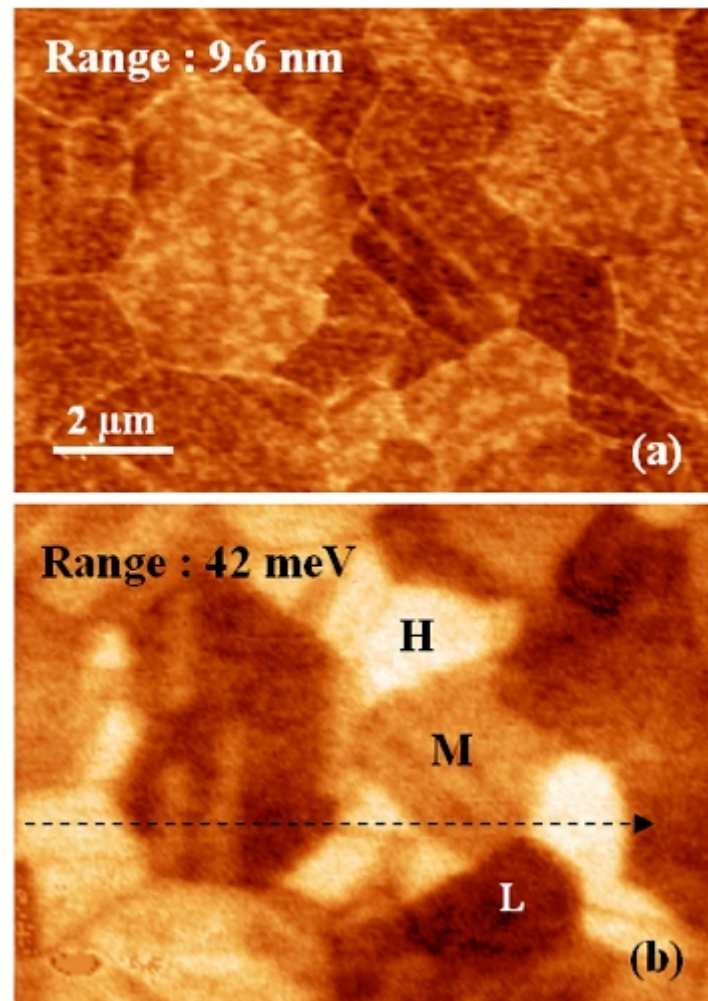
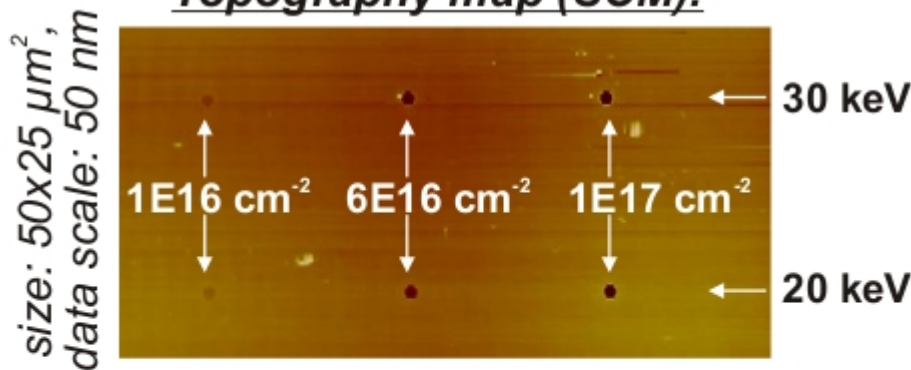


FIG. 4. (Color online) (a) Topography and (b) WF mappings of the same polished copper area ($12 \times 8 \mu\text{m}^2$).

N. Gaillard, M. Gros-Jean, D. Mariolle, F. Bertin, A. Bsiesy, Appl. Phys. Lett. 2006

C'est tout !

Topography map (SCM):



dC/dV map (SCM):



- All the structures have approximately the same lateral dimensions.
- Structure depths increase with increasing ion dose and beam energy.

- Affected regions are significantly larger compared to purposely irradiated areas.
- The lateral damage extension around FIB irradiated circles increases with increasing beam energy and ion dose.

V. Yanev^{1*}, M. Rommel¹, G. Spoldi¹, S. Beuer¹, B. Amon¹, S. Petersen¹, A. Lugstein², A. Steiger², A.J. Bauer¹, H. Rysse¹

¹Fraunhofer Institute of Integrated Systems and Device Technology (IISB), Schottkystrasse 10, 91058 Erlangen, Germany

²Institut für Festkörperelektronik (FKE), TU Wien, Floragasse 7, 1040 Wien, Austria