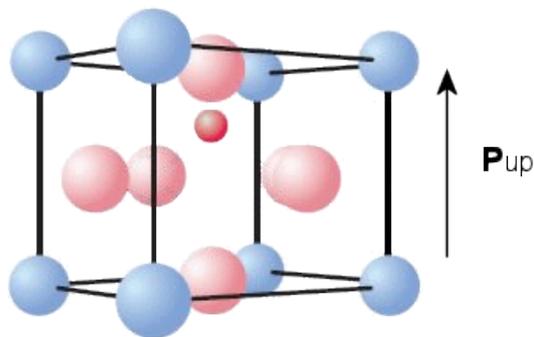


Une nouvelle méthode pour mesurer la ferroélectricité à l'échelle locale : le nano-PUND

Simon Martin, Nicolas Baboux David Albertini, Brice Gautier

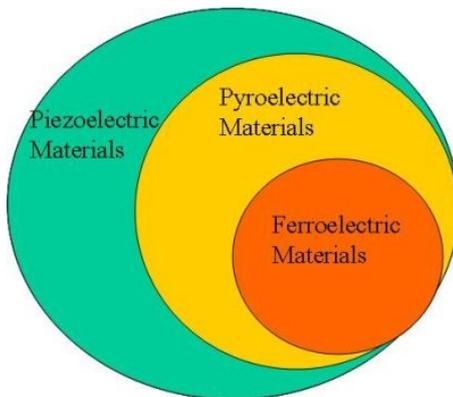
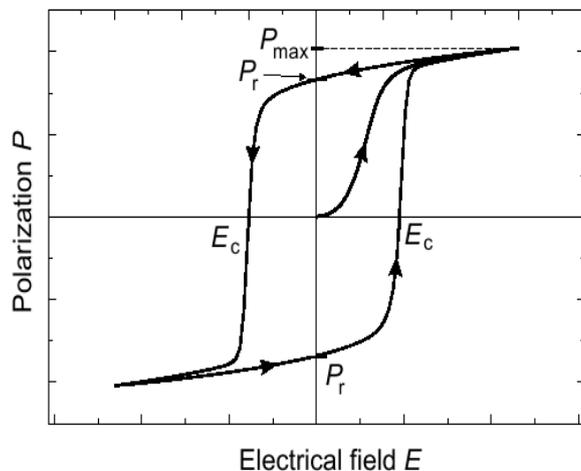
Institut des Nanotechnologies de Lyon
INSA de Lyon
France





• : A
• : O
• : B

- Polarisation diélectrique spontanée
- 2 états **stables** de polarisation diélectrique
- Réversible par application d'un champ électrique
- Hystérésis polarisation / champ électrique



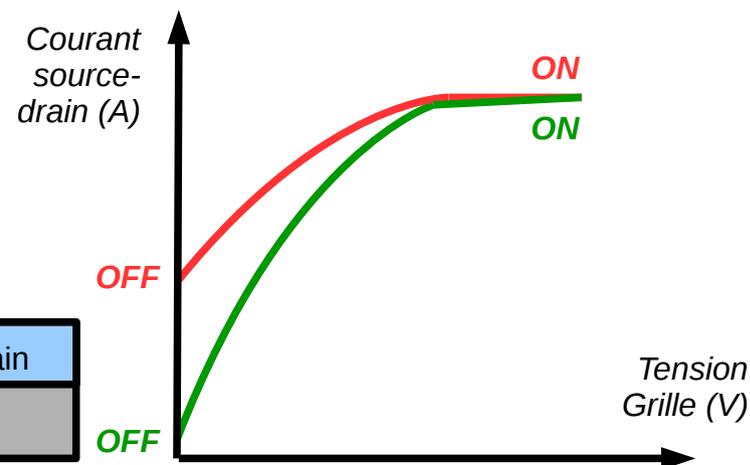
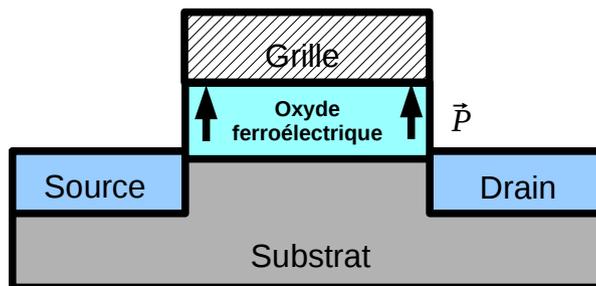
- Mémoires de stockage
- Mémoires RAM non volatiles
- Transistors à très faible consommation électrique par diminution de la consommation à l'état OFF + meilleure pente sous seuil
- Récupération d'énergie

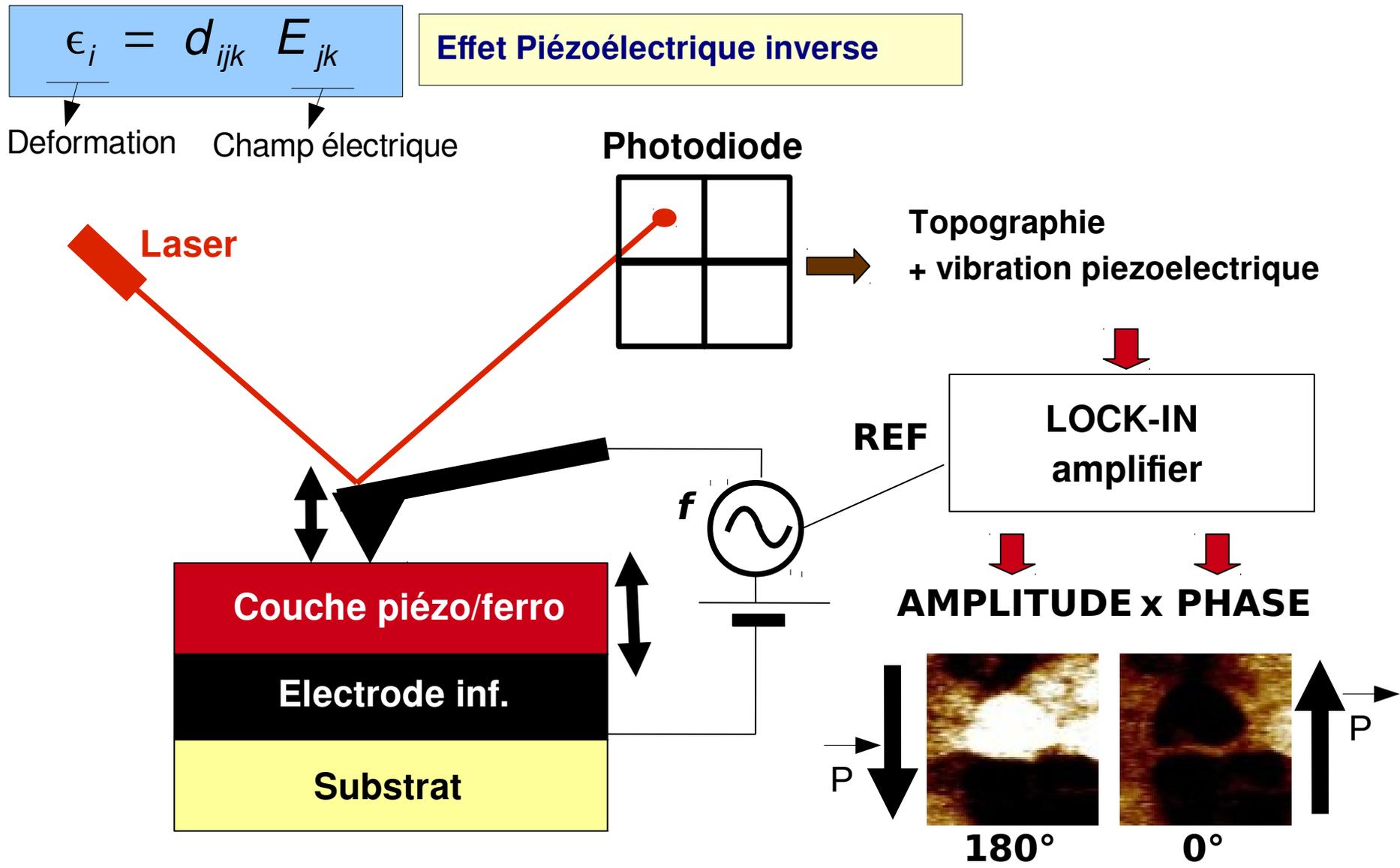
Polarisation rémanente

Champ coercitif

Coefficients piézoélectriques

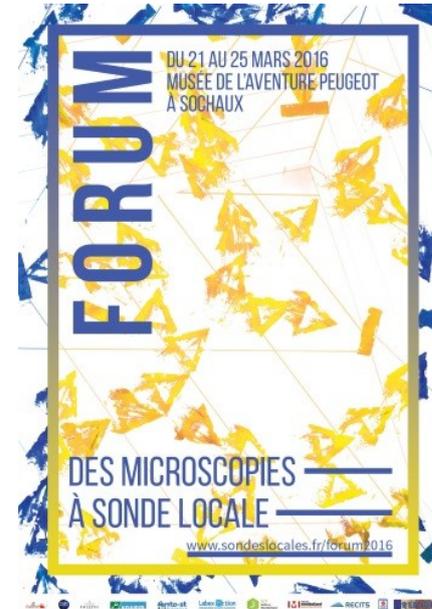
Coefficients pyroélectriques

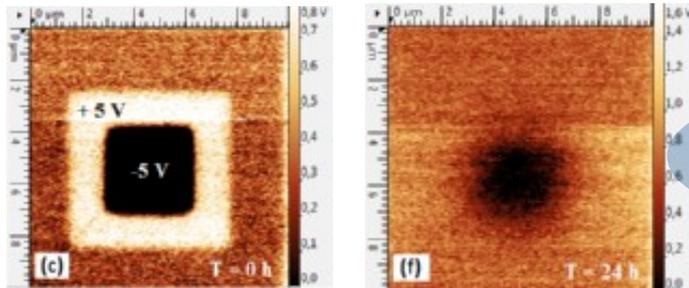




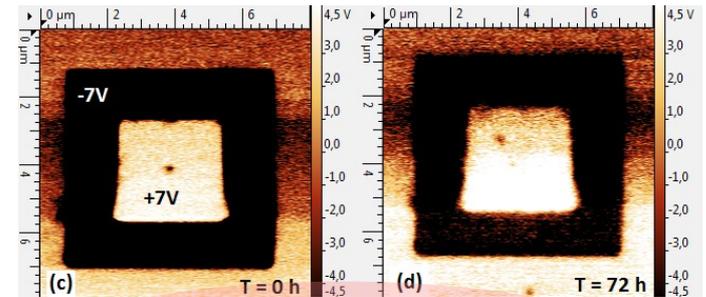
Les domaines anti-parallèles vibrent en opposition de phase

Résumé de l'épisode précédent...





BaTiO₃ cristallin

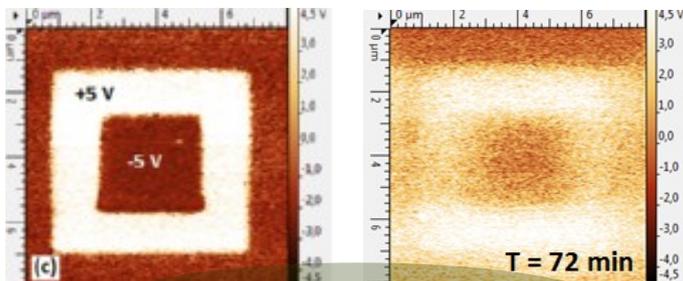


LaAlO₃ Amorphe

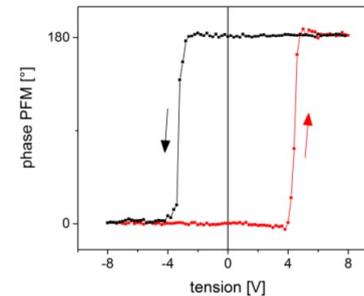
Cycles et images sur amorphes non-ferroélectriques

Bonne nouvelle : on peut débusquer beaucoup d'artefacts

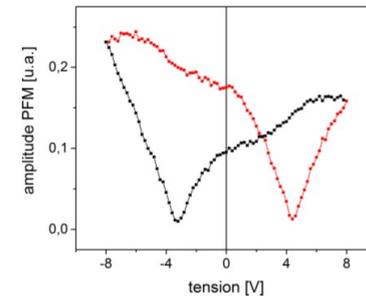
Mauvaise nouvelle : Certaines couches supposées ferroélectriques ne peuvent pas être testées de manière fiable par PFM...



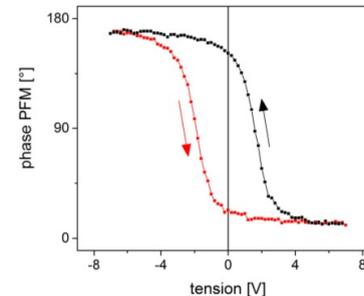
SiO₂ Amorphe



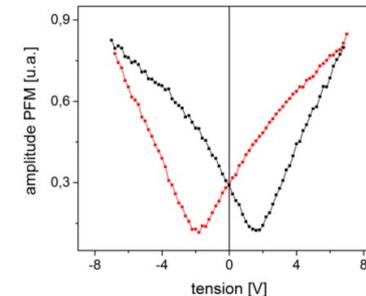
(a) Phase



(b) Amplitude



(c) Phase on-field



(d) Amplitude on-field

=> Nécessité de développer de nouvelles méthodes

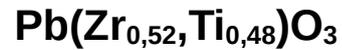
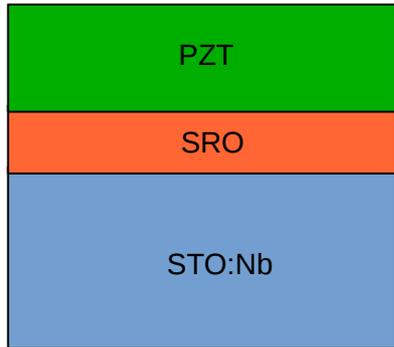
Épisode 2017 :

Où on met de côté la PFM et les images, pour tester les couches minces ferroélectriques par des mesures de courant :

Le nano-PUND

Les échantillons

Couche mince ferroélectrique



- Standard ferroélectrique (étalon)
- MPB : d_{33} le plus élevé
- Sol-gel ~ 133 nm et 200nm

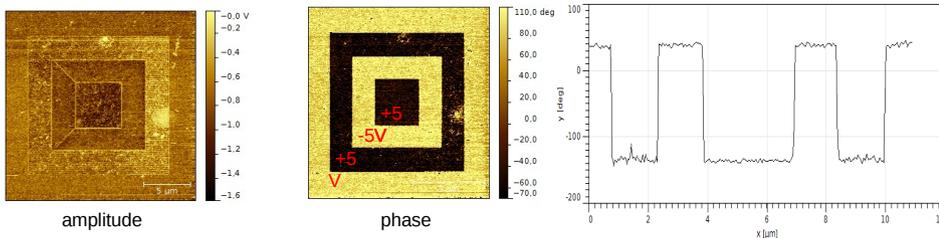
Couches minces non ferroélectriques

(diélectriques , amorphes) :

- Al_2O_3
- $LaAlO_3$
- SiO_2

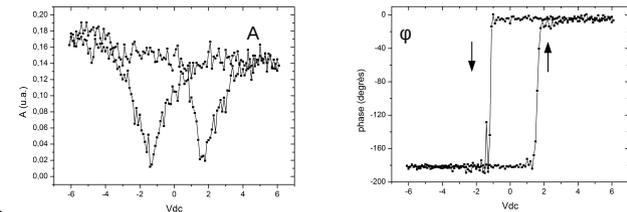
Imagerie et cycles PFM

Imagerie de domaines lithographiés

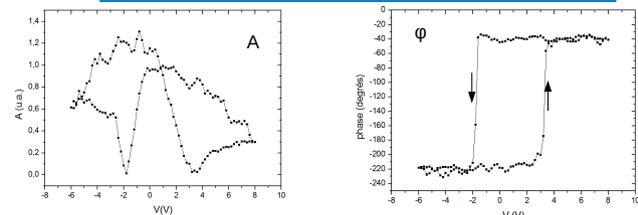


Deux état stables de polarisation dans le temps

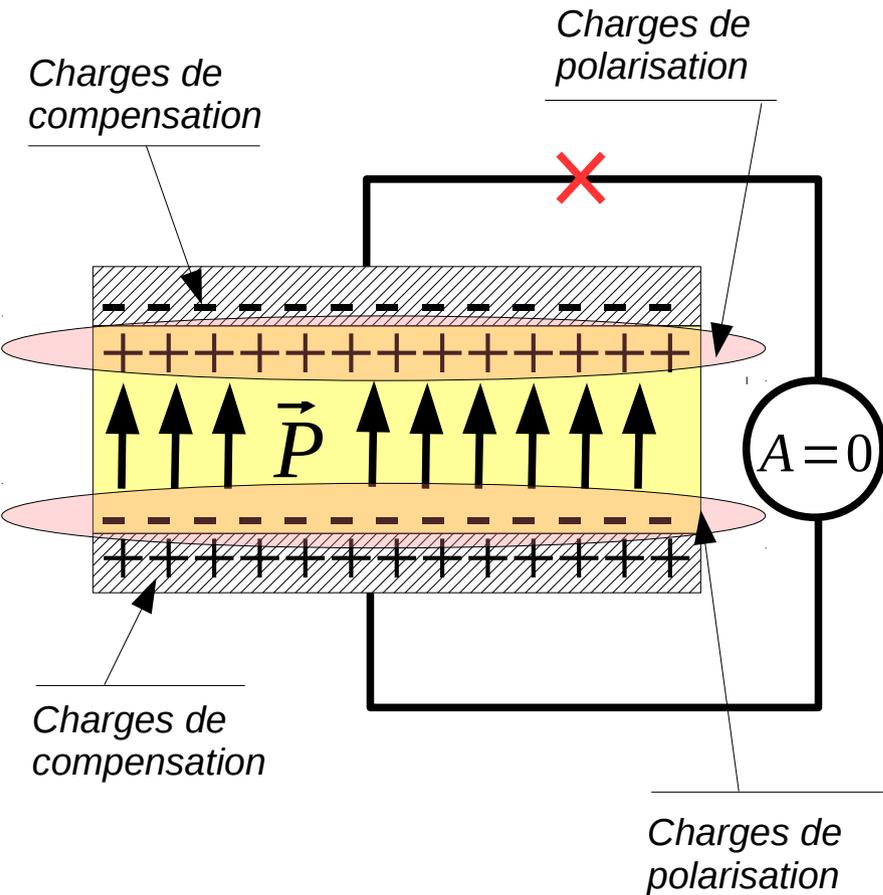
Cycles off-field



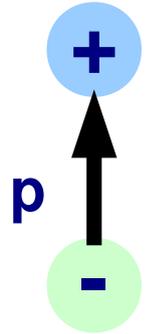
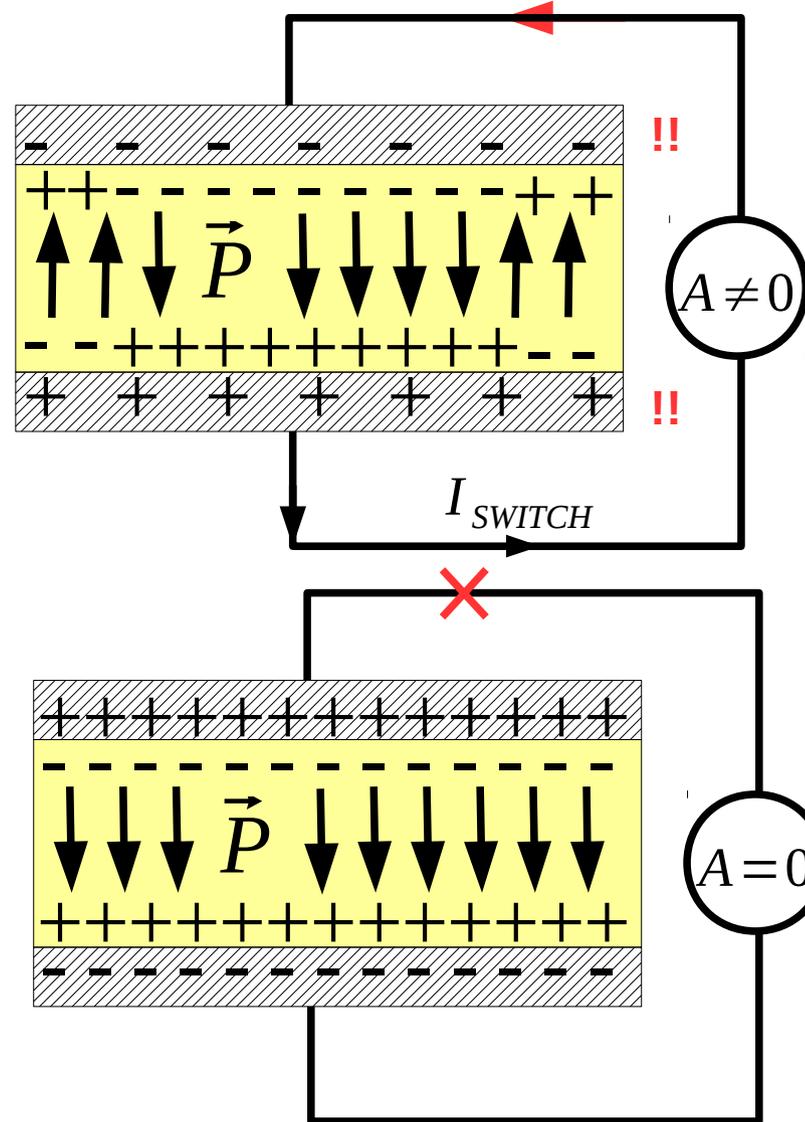
Cycles on-field



**Quelques explications théoriques préliminaires :
de quels courants parle-t-on ?**

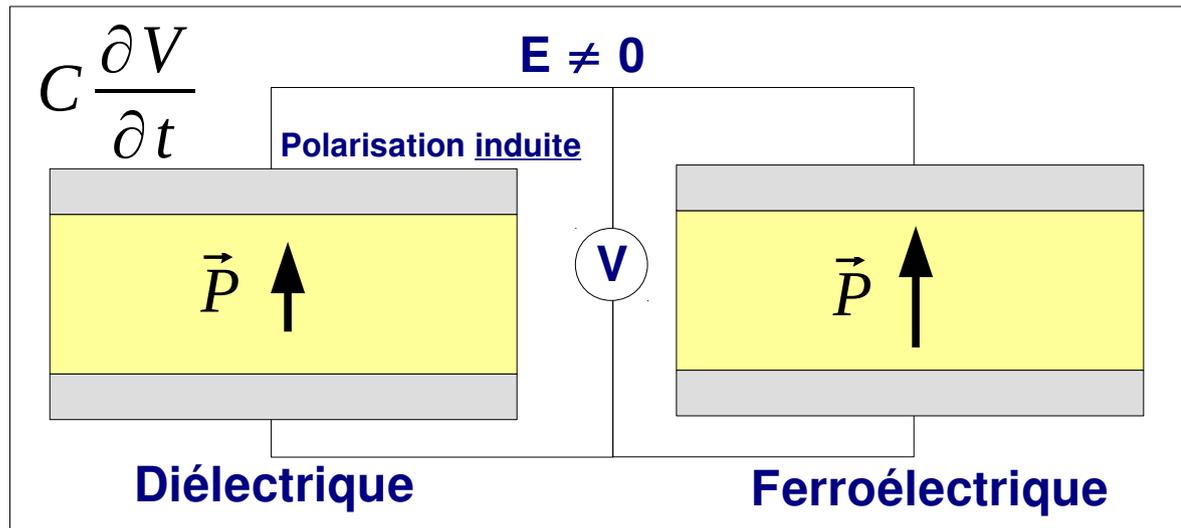
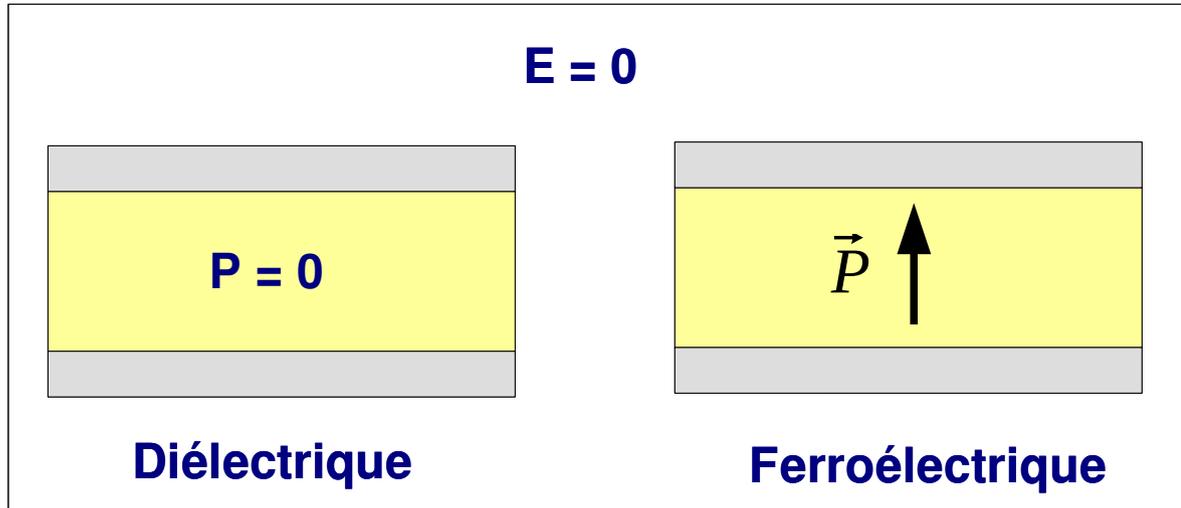


Si $E > E_c$



Courant de déplacement transitoire

Pic de courant lors du retournement de la polarisation



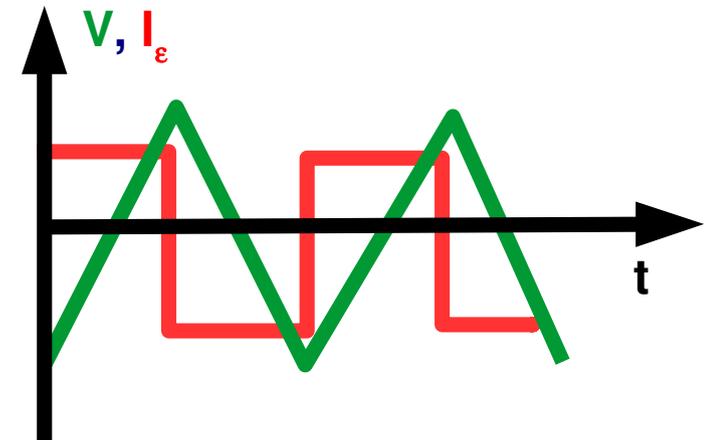
$$P = \epsilon_0 \chi E$$

Diélectrique

$Q = C V$

$I_\epsilon = C \frac{\partial V}{\partial t}$

(En cas de rampe de tension, I_ϵ **constant**)

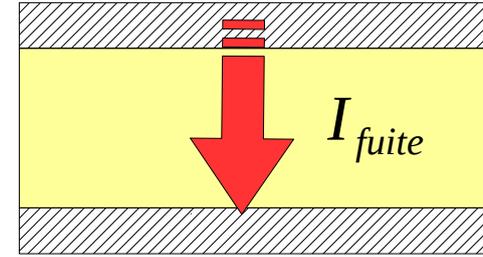
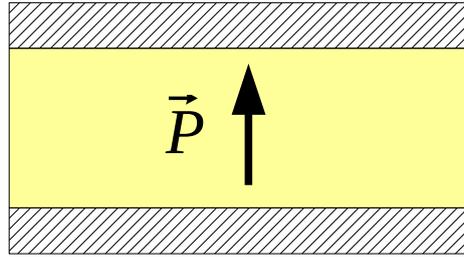
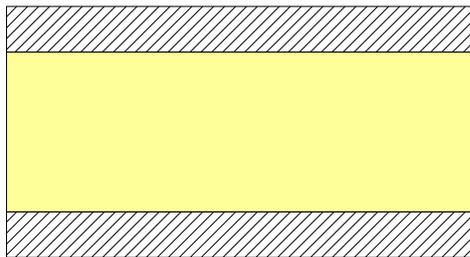


$$I_{TOTAL} = I_{\epsilon} + I_{SWITCH} + I_{FUIITE}$$

$C \frac{\partial V}{\partial t}$
 Courant de déplacement
diélectrique

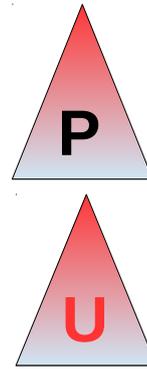
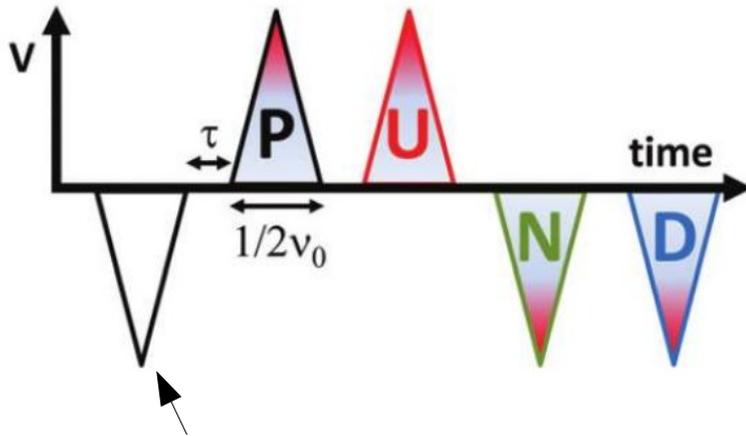
Courant de déplacement
ferroélectrique

Courant de conduction
(fuites)



Le courant de fuite est négligeable sur les (bons) diélectriques

$$I_{TOTAL} \simeq I_{\epsilon} + I_{SWITCH}$$



$$I_P = I_\epsilon + I_{SWITCH} (+ I_{FUITE})$$

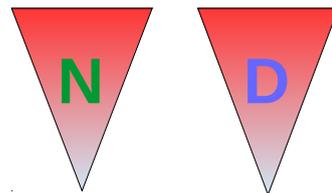
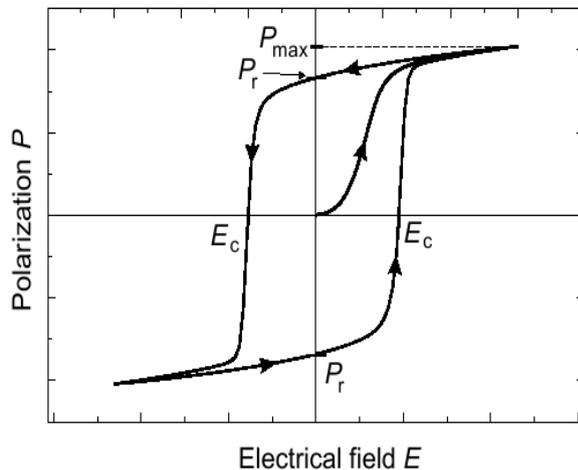
$$I_P - I_U = I_{SWITCH}$$

$$I_U = I_\epsilon (+ I_{FUITE})$$

Initialisation : domaines à l'état bas

$$I_{TOTAL} = I_\epsilon + I_{FUITE} + I_{SWITCH}$$

$$\text{Charge rémanente : } Q_r = \int I_{SWITCH} dt$$

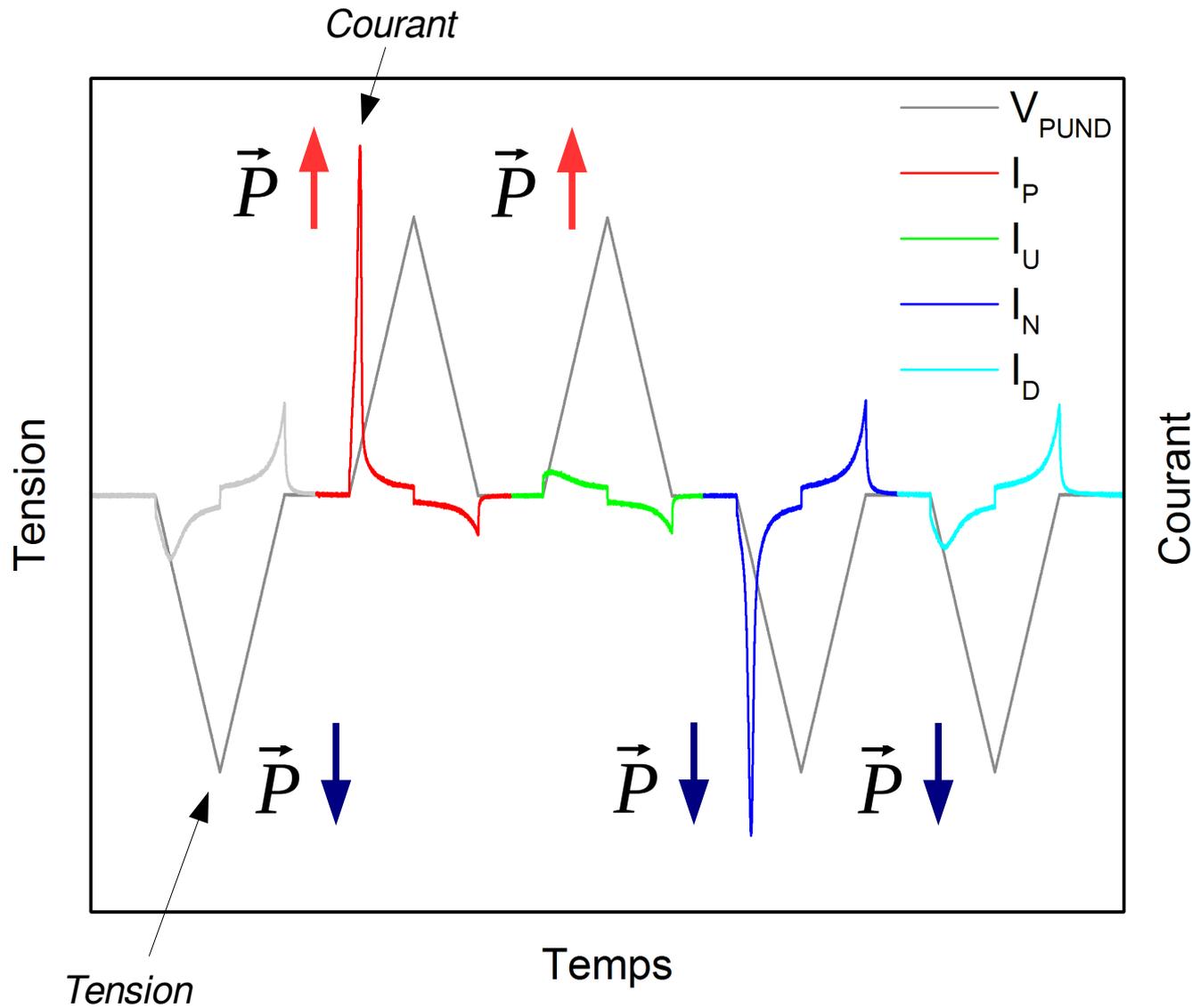


Polarisation rémanente P_R^+

$$I_N - I_D = I_{SWITCH}$$

Polarisation rémanente P_R^-

La méthode PUND permet de **séparer le courant de retournement de polarisation des composantes parasites** (à condition qu'elles soient identiques pour l'impulsion P (N) et l'impulsion U (D))



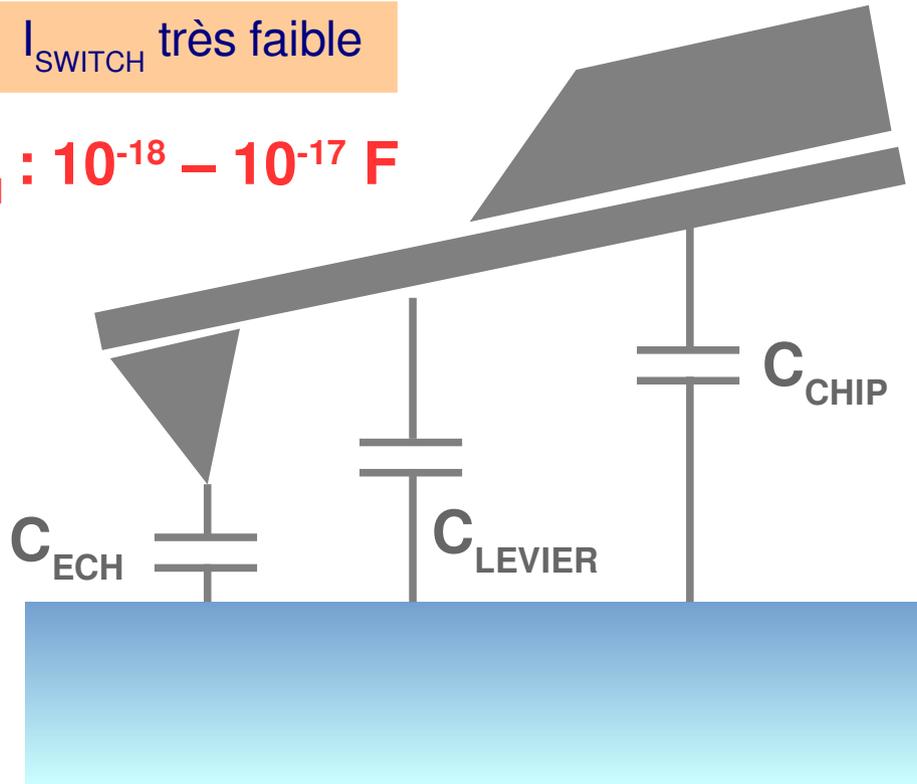
$$Q_r = \int I_{SWITCH} dt$$

Le courant diélectrique est proportionnel à la capacité **totale**

$$C_{ECH} + C_{LEVIER} + C_{CHIP} : \sim 5 \cdot 10^{-13} \text{ F !}$$

I_{SWITCH} très faible

$$C_{ECH} : 10^{-18} - 10^{-17} \text{ F}$$



I_ϵ très fort

$$I_{TOTAL} = I_\epsilon + I_{SWITCH} + I_{FUITE}$$

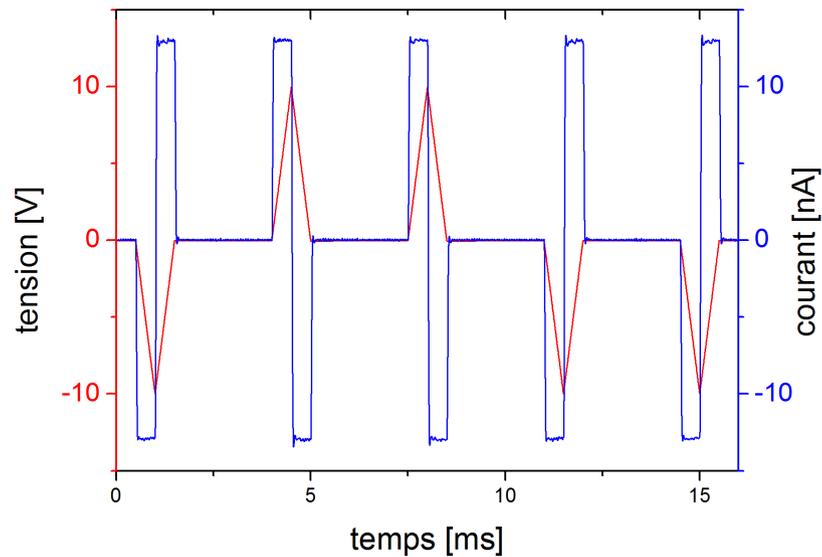
$$C \frac{\partial V}{\partial t}$$

Proportionnel à la surface de la pointe

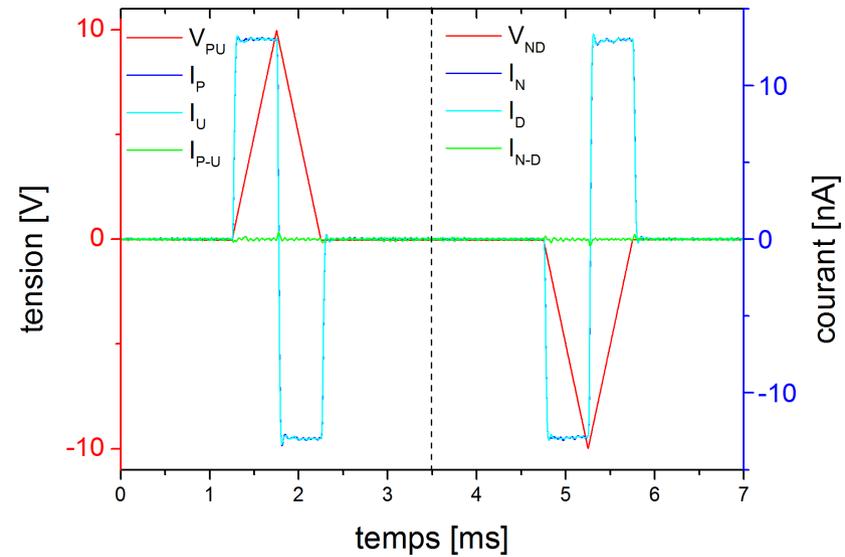
Nul dans le meilleurs des cas (diélectrique de bonne qualité)

Le courant à mesurer est vraiment très faible

Le courant de déplacement diélectrique (parasite) devient prépondérant sur tous les autres.

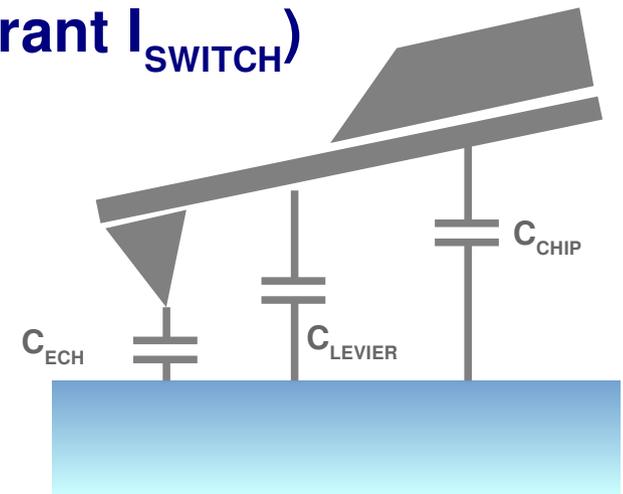


**Signal brut
(courant total)**



**Signal traité
(courant I_{SWITCH})**

Estimation de la capacité parasite du système : 0,65 pF



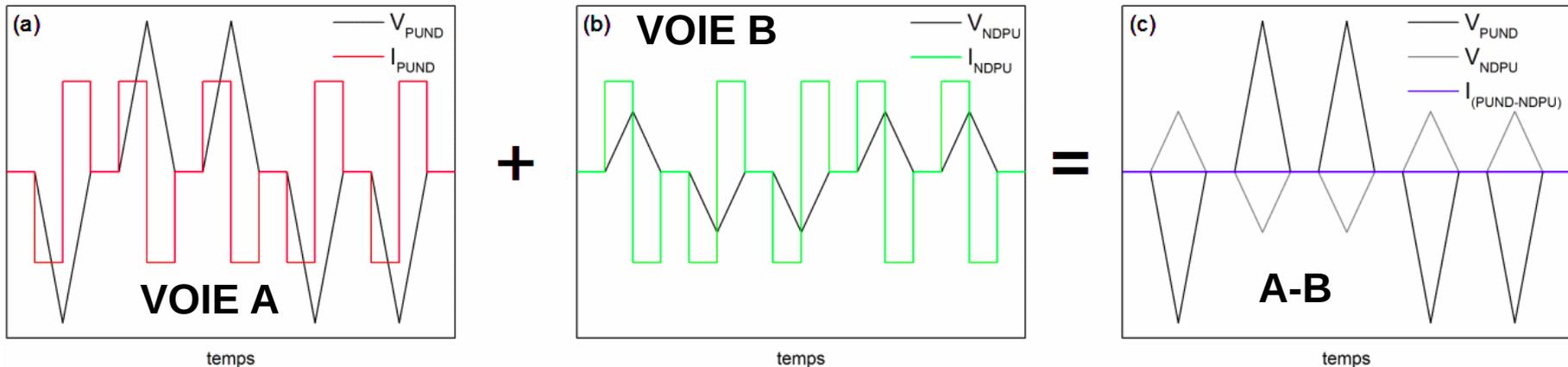
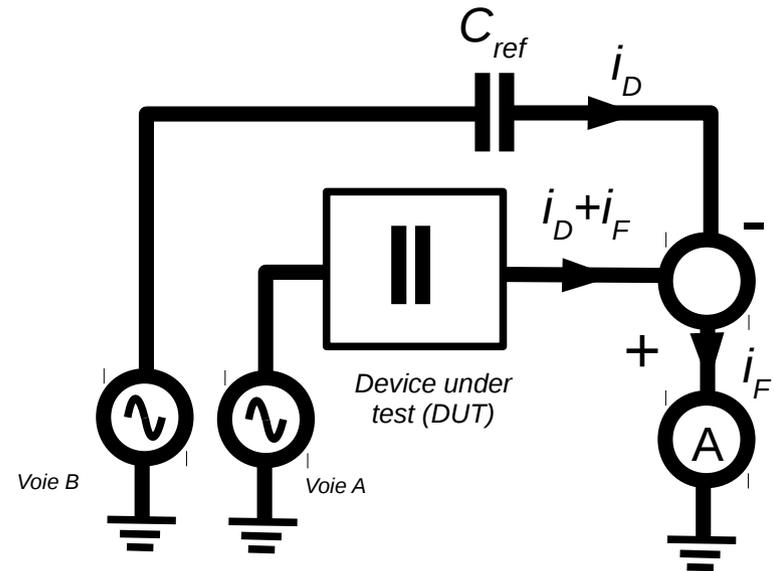
Pointe statique : pas de variation de la capacité parasite

Principe : soustraire le courant de déplacement AVANT l'amplification du courant

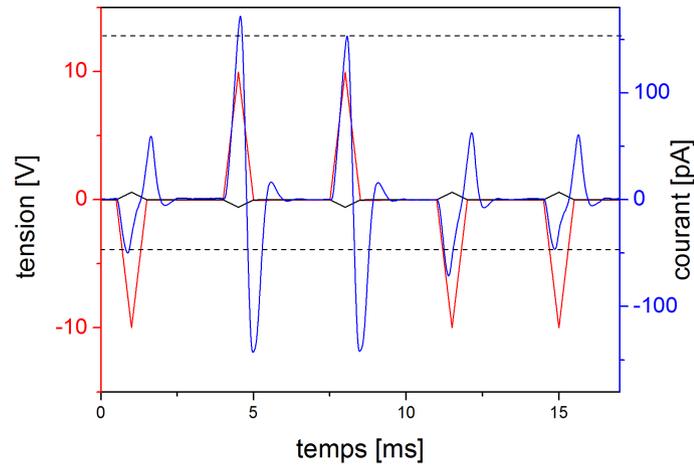
Matériel :

Un générateur de fonctions double sortie (synchro!) : V_A et V_B

Une capacité de référence ajustable

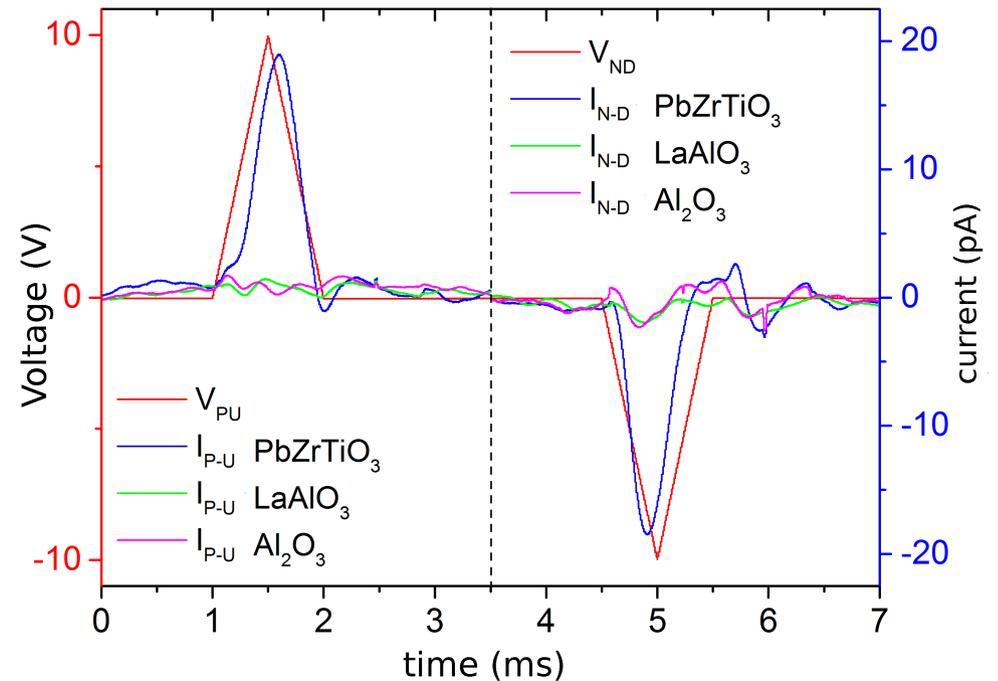


On ajuste I_D sur la voie B en ajustant la valeur de C_{REF} et l'amplitude de la tension V_B



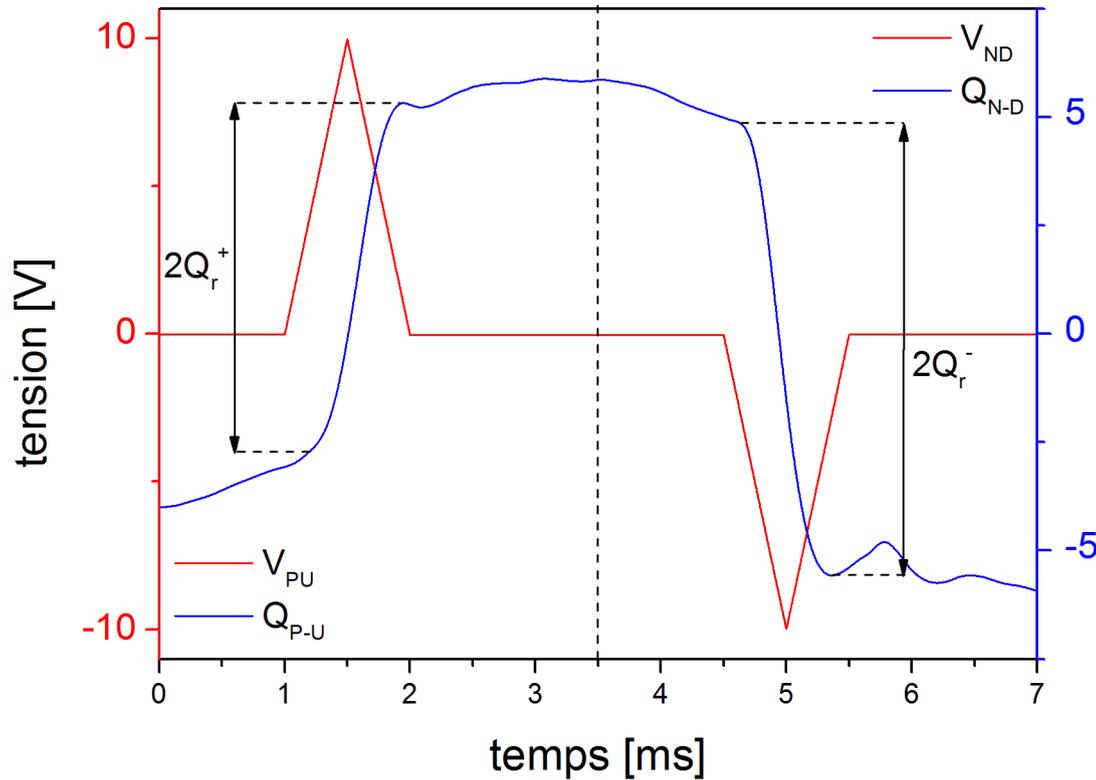
Signal brut (courant total)

Le courant total ne ressemble plus à un courant de déplacement (dérivée de la tension)
 Nette différence de niveau de courant entre les impulsions P et U (resp. N et D)



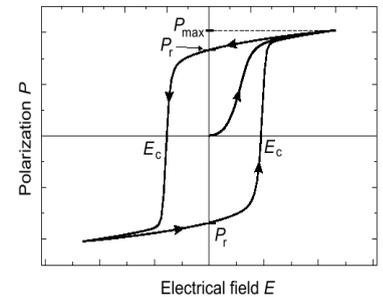
Signal traité (courant I_{SWITCH})

Le pic de retournement de polarisation sort du bruit



**Différence entre charge Q_{P-U} et charge Q_{N-D}
= 2 fois la charge rémanente**

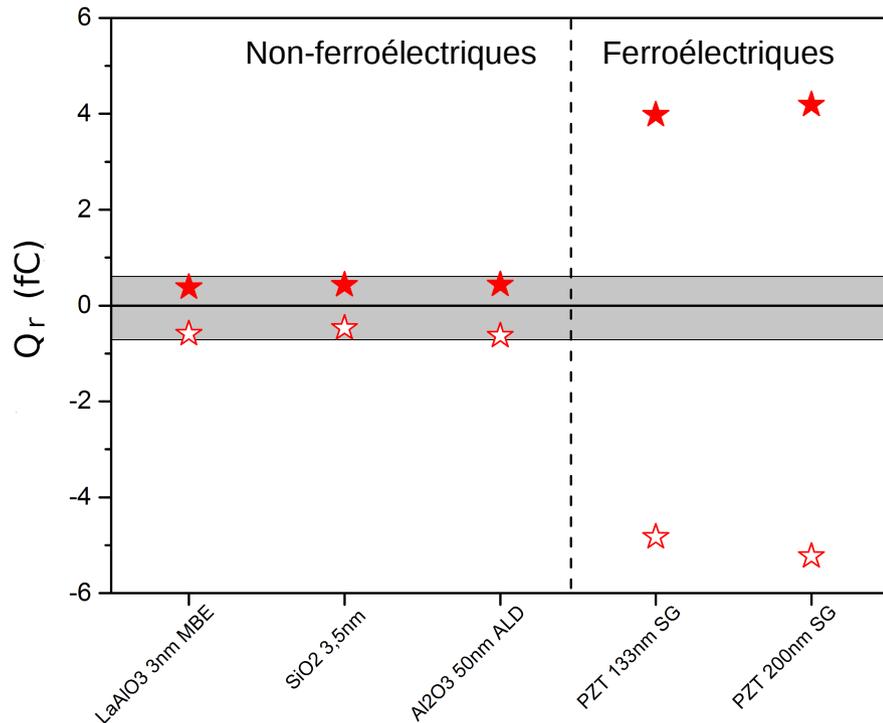
Q_r^+, Q_r^-



**Cycle d'hysteresis :
problèmes de retard entre la tension et le courant (amplification)**

PZT : charge rémanente moyenne mesurée = 4,2 fC

Même résultat obtenu sur deux couches d'épaisseur différente



Couches diélectriques :

- Al₂O₃
- LaAlO₃
- SiO₂

Les couches ferroélectriques se distinguent nettement des couches non-ferroélectriques

Bruit de mesure sur diélectriques :

0,4 fC - -0,6 fC

donne une idée de la limite de détection actuelle

*128 séquences PUND par point
5 points de mesure différents*

Mesures macroscopiques sur électrodes métalliques de surfaces variables :

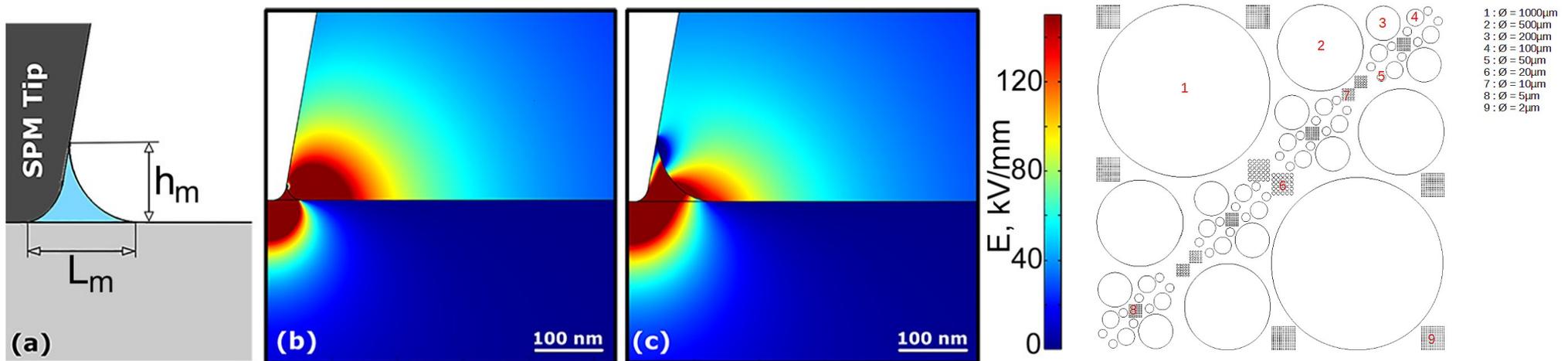
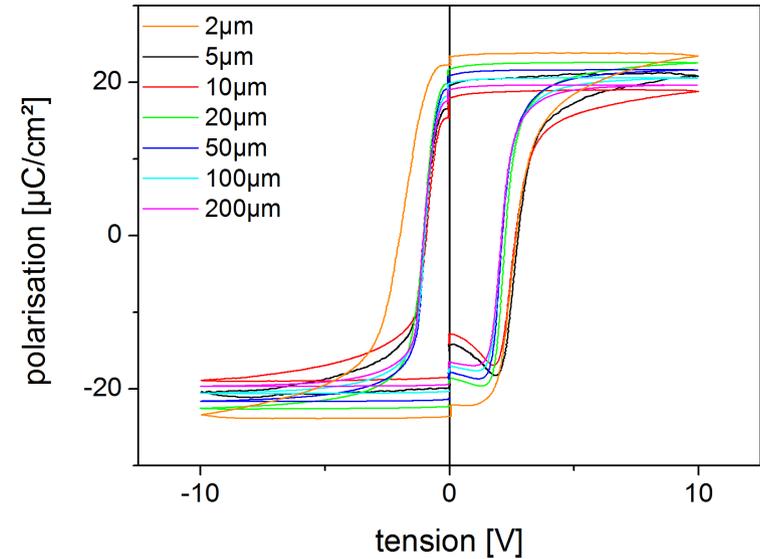
21,2 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$

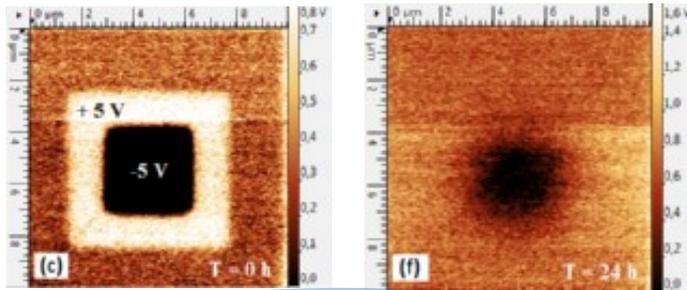
Charge rémanente mesurée par nano-PUND :
4,2 fC

$21,2 \cdot 10^{-6} \text{ C} \Rightarrow 10^{14} \text{ nm}^2$
 $4,2 \cdot 10^{-15} \text{ C} \Rightarrow 2 \cdot 10^4 \text{ nm}^2$

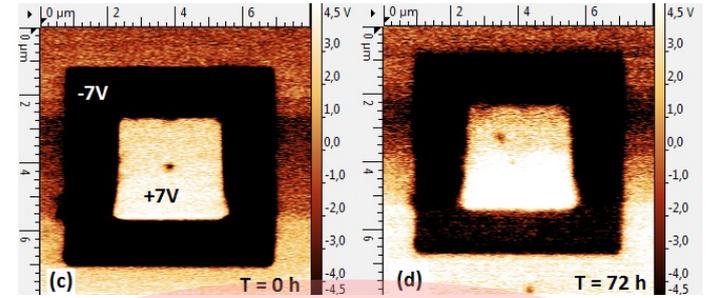
Diamètre déduit de la mesure : 158 nm

Mesures effectuées à l'air : ménisque = augmentation de l'aire de contact (pointes revêtement diamant)





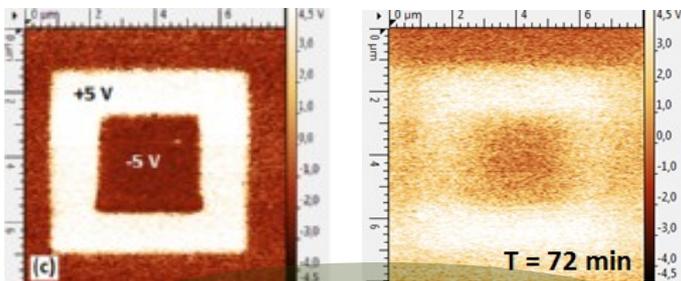
BaTiO₃ cristallin



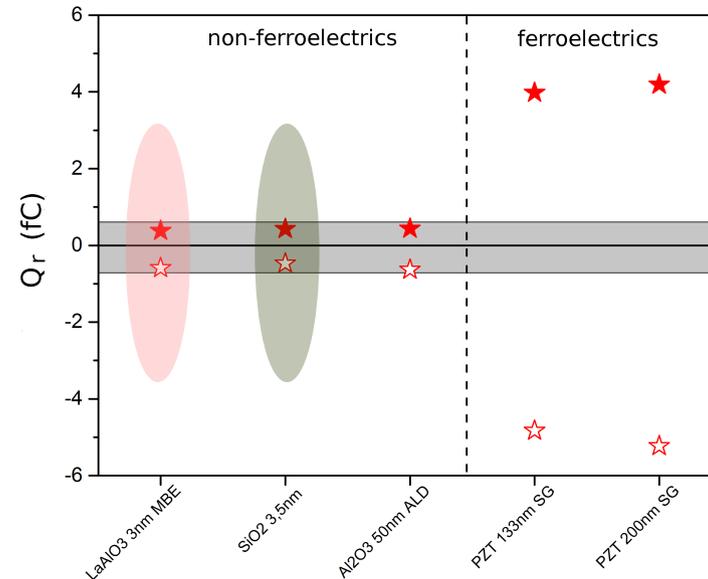
LaAlO₃ Amorphe

Trop de courants de fuite :
nécessite une correction de I_{FUITE}

Nano-PUND montre moins d'artefacts
que la PFM sur les non-ferroélectriques



SiO₂ Amorphe



- Mise en place d'une méthode de mesure de la **polarisation rémanente** à l'échelle nanométrique par AFM : **nano-PUND**
- Adaptation de la méthode macroscopique avec une **compensation de capacité parasite**
- **Mesure statique** (pointe arrêtée, pas d'image)
- **Mesure de la polarisation rémanente** de couches sol-gel de PZT (133 et 200 nm d'épaisseur), = **4.2 fC**
- La méthode s'avère **plus fiable que la PFM** pour **discriminer** les ferroélectriques des simples diélectriques dans certains cas artefactuels (conduction ionique par exemple)
- Nécessite une **compensation supplémentaire des courants de fuite** dans le cas des échantillons fuitieux : prochaine étape !

Merci de votre attention !

www.sondeslocales.fr/forum2017



Forum

des Microscopies à Sonde Locale

