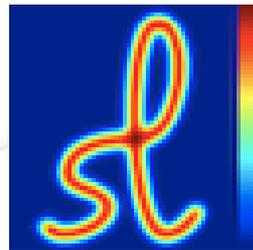


# Détection de couches diélectriques de nanoparticules de forme core-shell par microscopie à force électrostatique



**Diana El Khoury<sup>1</sup>,**

J. Castellon<sup>1</sup>, J-C. Laurentie<sup>1</sup>, V. Fedorenko<sup>2</sup>, M. Bechelany<sup>2</sup>, M.  
Ramonda<sup>3</sup>, S. Balme<sup>2</sup>, M. Fréchette<sup>4</sup>, R. Arinero<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Institut d'Electronique et des Systèmes (IES)-Montpellier-France

<sup>2</sup>Institut Européen des Membranes (IEM)-Montpellier-France

<sup>3</sup>Centre de Technologie de Montpellier (CTM)-Montpellier-France

<sup>4</sup>Hydro-Québec Research Institute (IREQ)-Varenes-QC-Canada



## I. Contexte de l'étude

Problématique et objectif

## II. Méthodes expérimentales

- a. Description des échantillons
- b. Mesures EFM

## III. Résultats

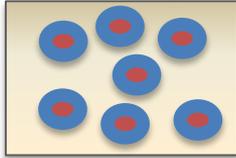
## IV. Conclusions et perspectives



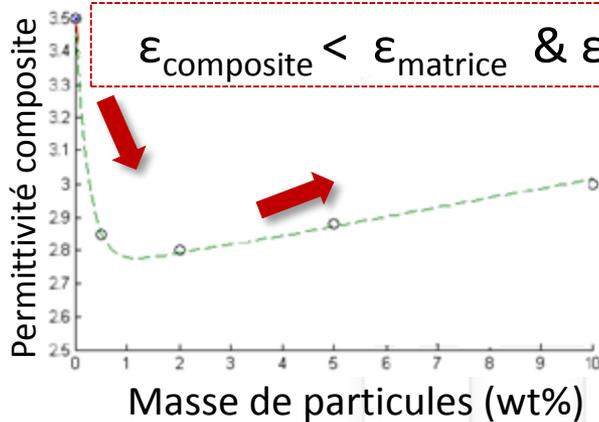
l'institut  
d'électronique

# Détection de couches diélectriques de nanoparticules de forme core-shell... Pourquoi?

**Nanodiélectriques** : Nanocomposites isolants  
électriques



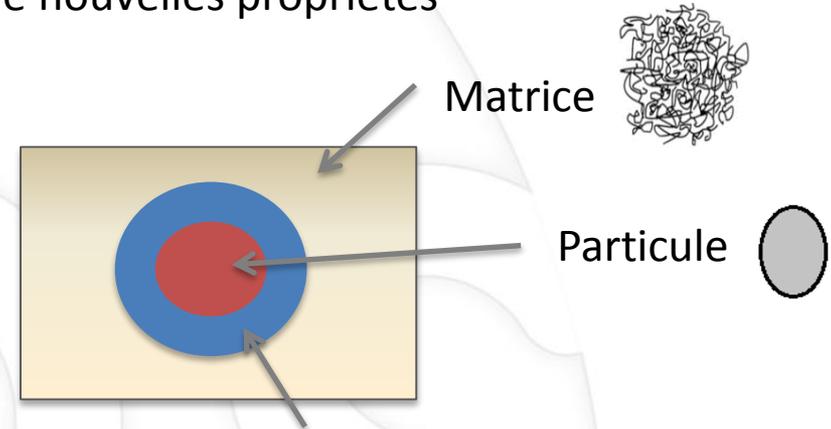
Permittivité des Nanodiélectriques :



Lois des mélanges modifiées :

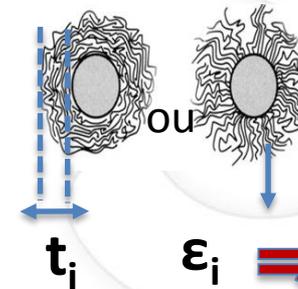
**f(particule, matrice et interphase:  $t_i$ ,  $\epsilon_i$ )**

**Interphase** : Zone d'interaction à l'interface  
de nouvelles propriétés



Zone d'interaction entre polymère et particule:

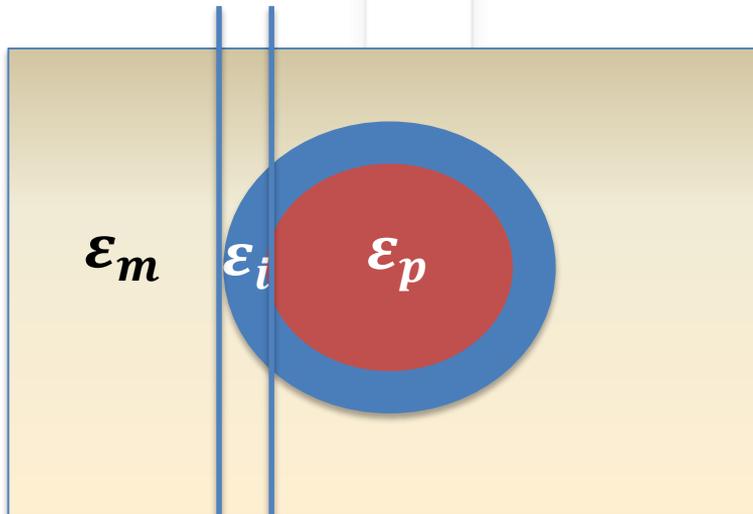
**Interphase**



$\epsilon_i \neq \epsilon_{\text{matrice}} \ \& \ \epsilon_{\text{particules}}$

# Problématique

Localement:  $(\epsilon_i, t_i) = ?$



Comment?

Technique

Résolution Nano

+

Sensibilité aux propriétés  
de polarisation élect.

TEM...

SPM...

BDS...

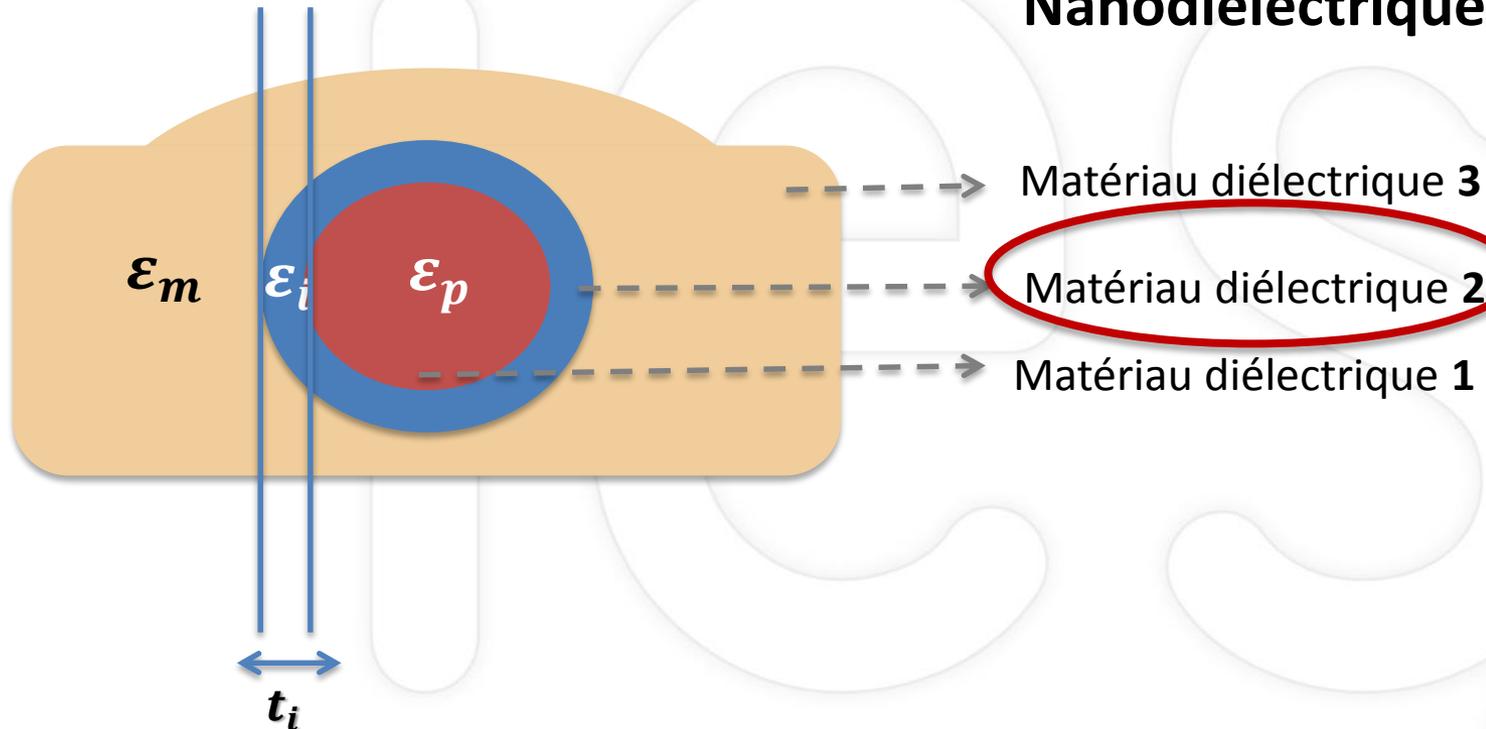
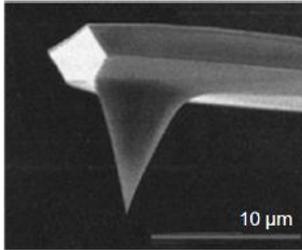
**Microscopie à force électrostatique**  
**EFM**

$t_i$



# Objectif

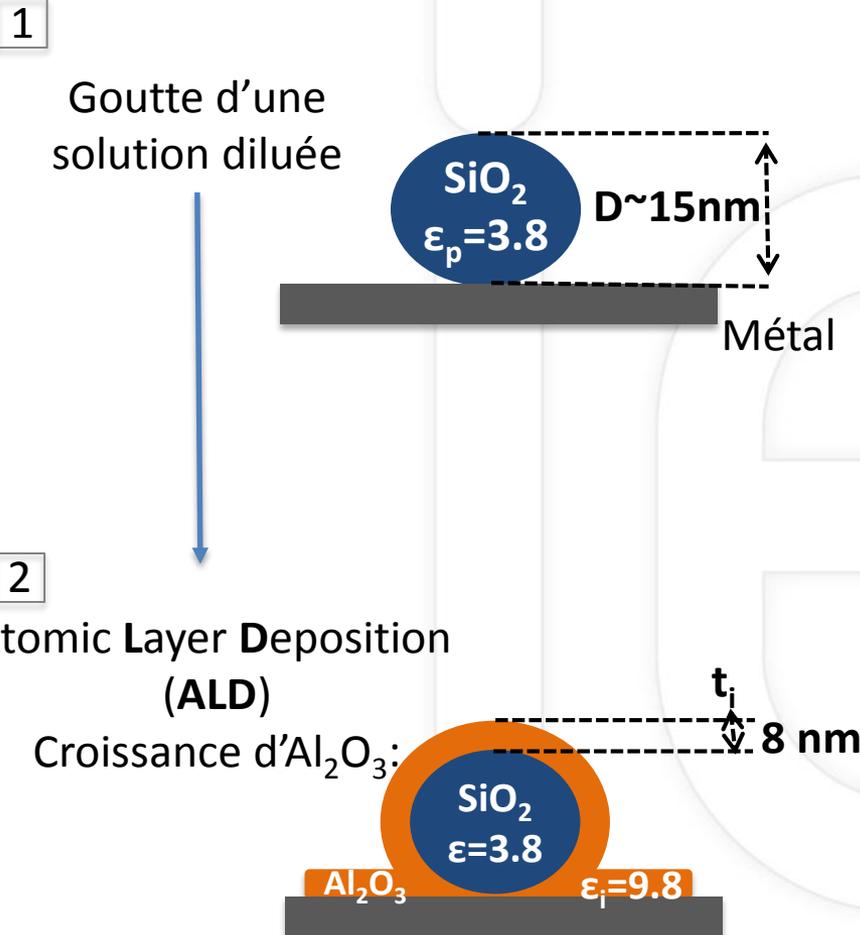
Dans une mesure EFM:



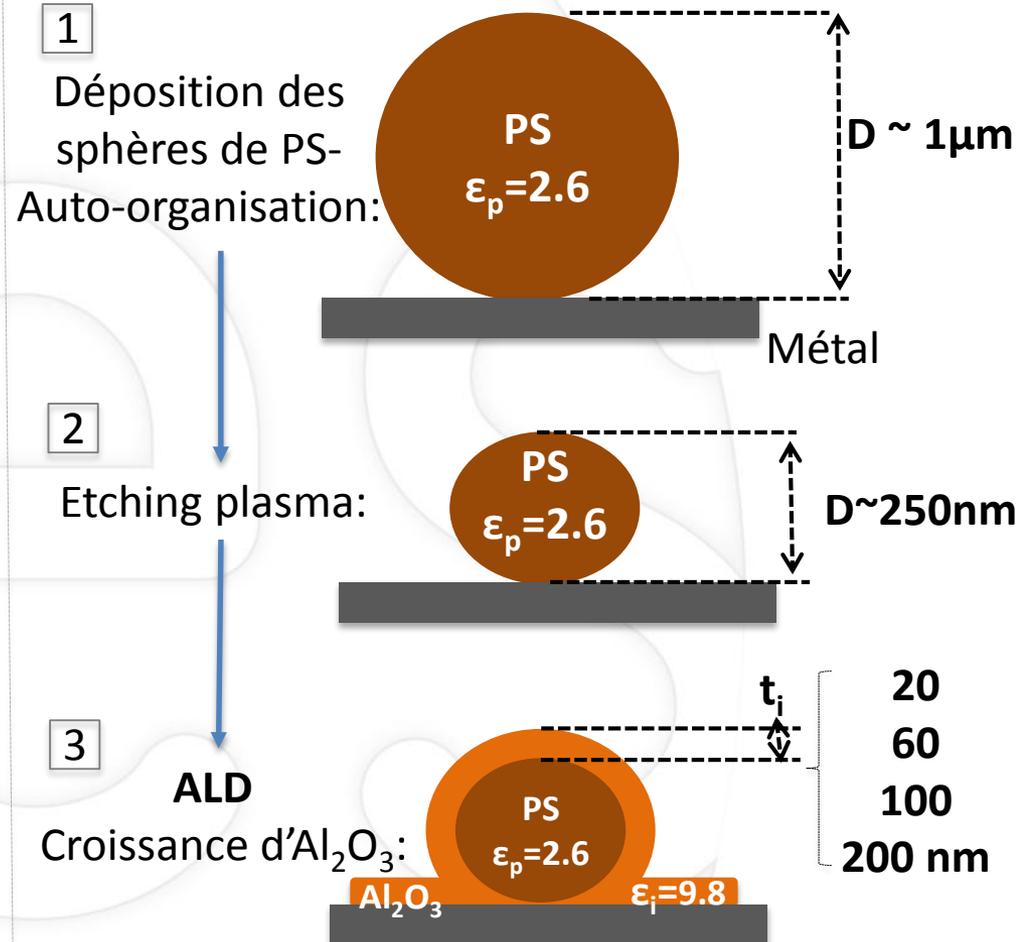
Objectif



## a. Description des échantillons

Dioxyde de Silicium (  $\text{SiO}_2$  )

## Polystyrène (PS)



## b. Mesures EFM

### Détection de gradients de force électrostatiques

**1<sup>er</sup> scan:** (AFM) Levier oscillant à  $A(\text{nm})$  et  $f_{\text{rés}}$  (Hz)

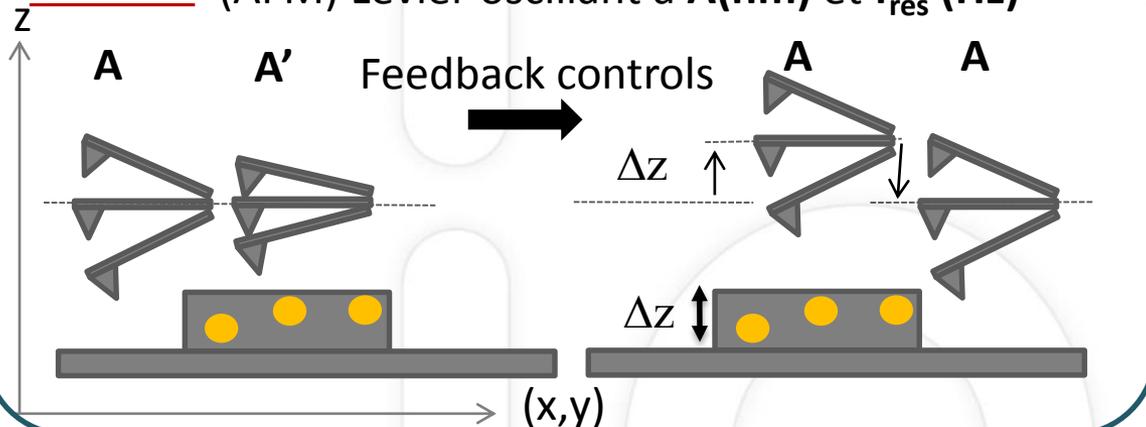
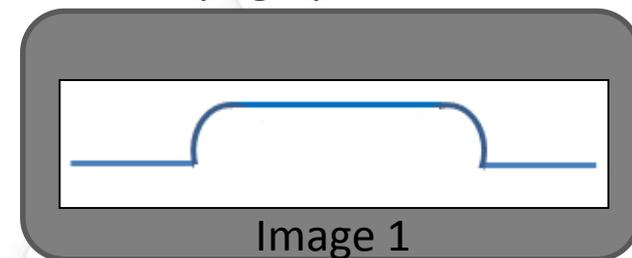


Image AFM:

Topographie  $\approx \Delta z$



**2<sup>nd</sup> scan:** (EFM) – Détection de **gradients de force**

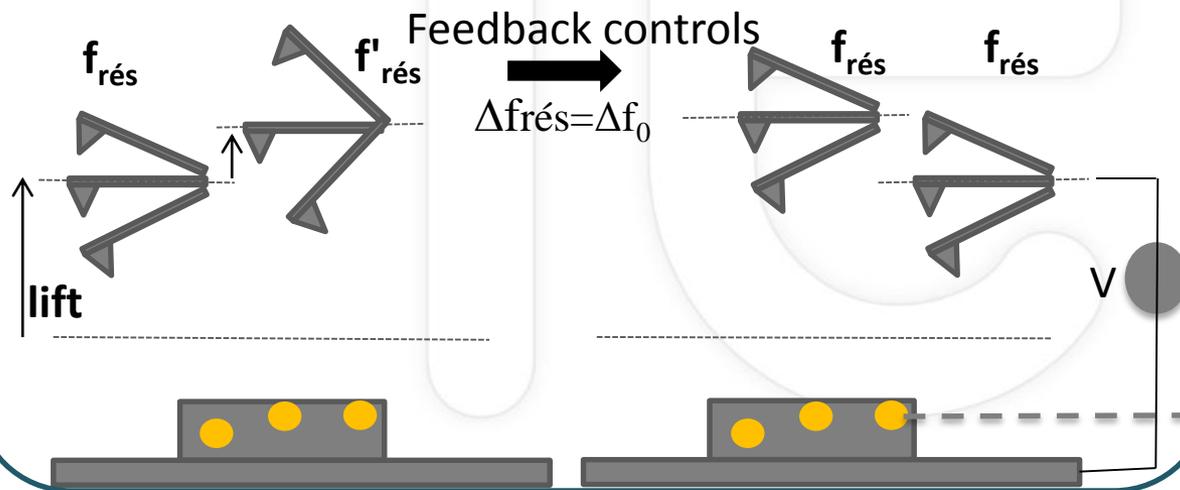
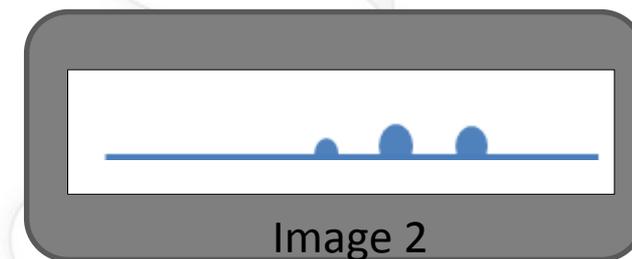


Image EFM:

$\Delta f_0 \sim$  Gradient de Force Electrostat.

$\sim C'' V^2$

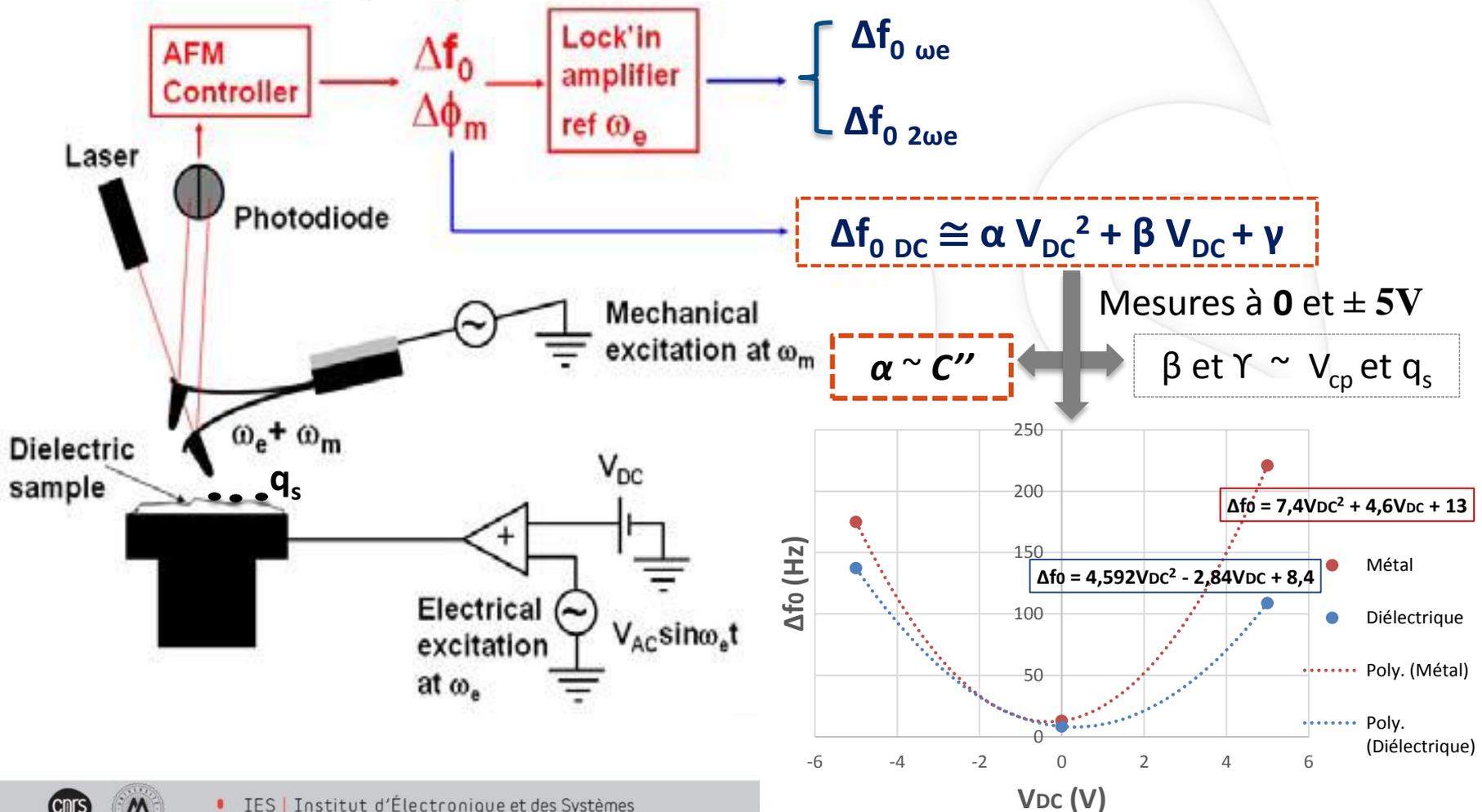


➔ Source de perturbation du champ

## b. Mesures EFM Polarisation DC

Extraction du 1<sup>er</sup> coefficient de parabole  $\alpha$ :

$\Delta f_0$  vs.  $V_{DC}$

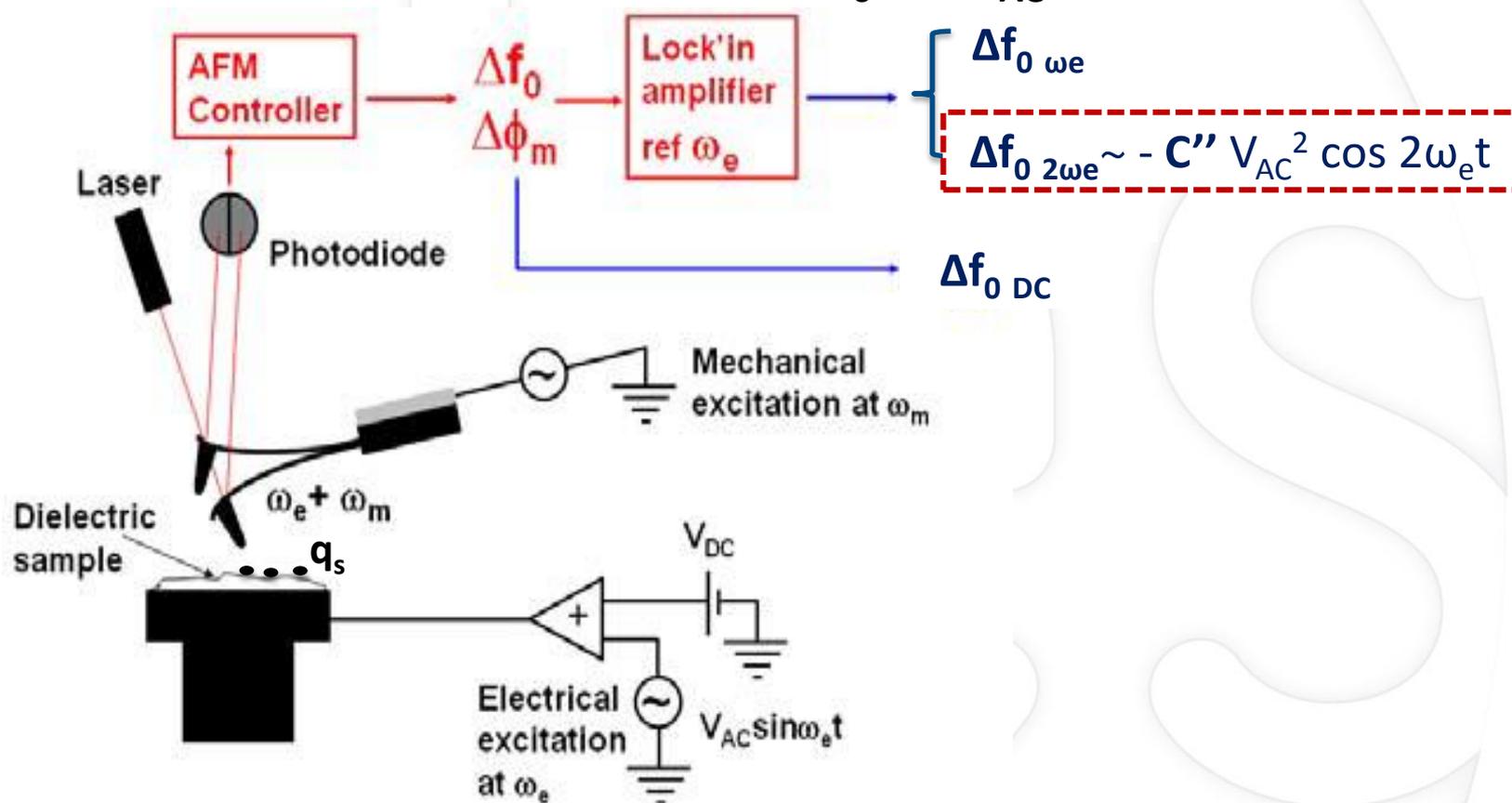


## b. Mesures EFM

### Polarisation AC

Extraction de la composante à  $2\omega_e$ :

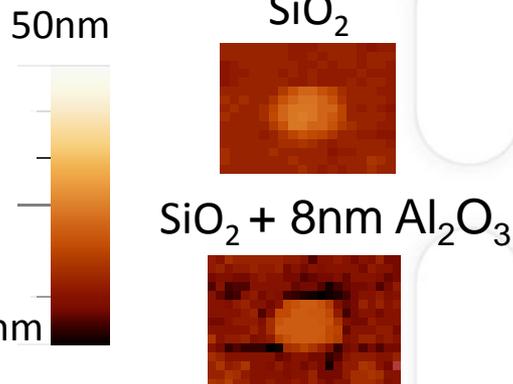
$\Delta f_0$  vs.  $V_{AC}$



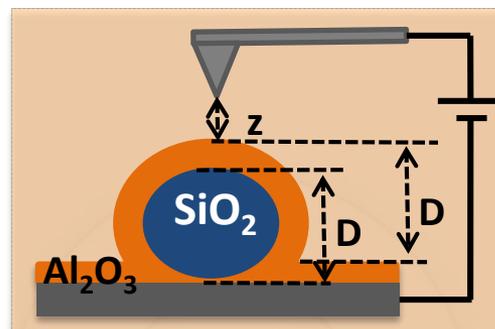
# 1) Particules de $\text{SiO}_2$

## DC – EFM: Même distance de lift

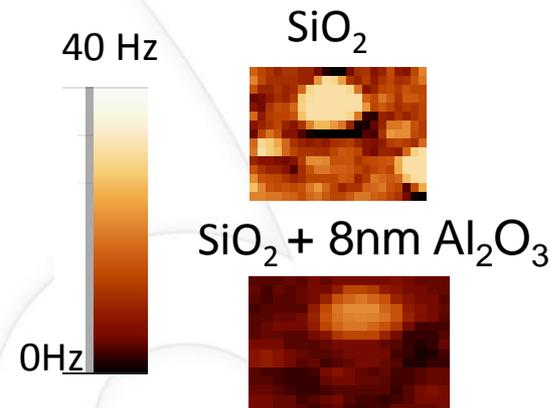
### Topographie



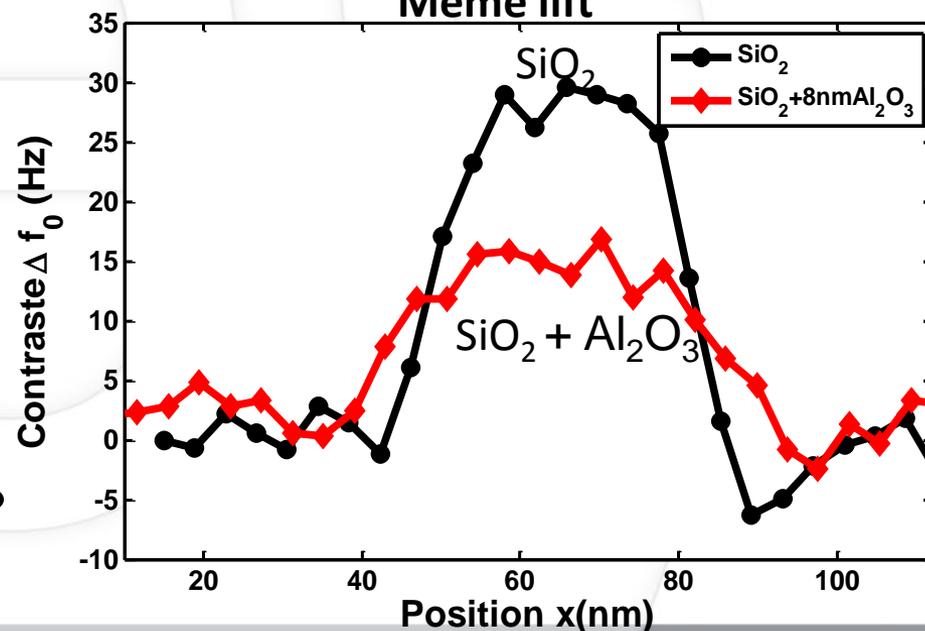
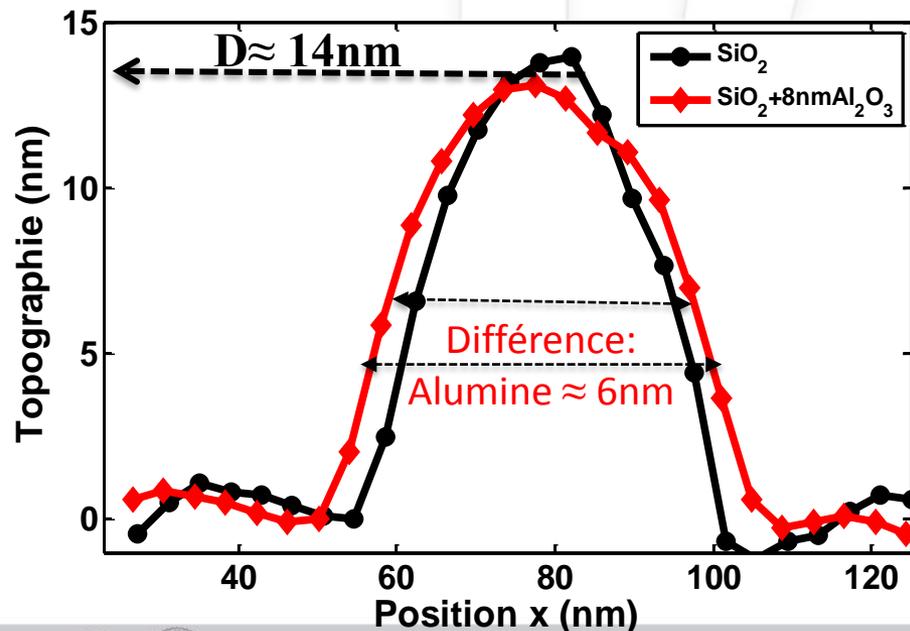
Scan



### EFM



### Même lift

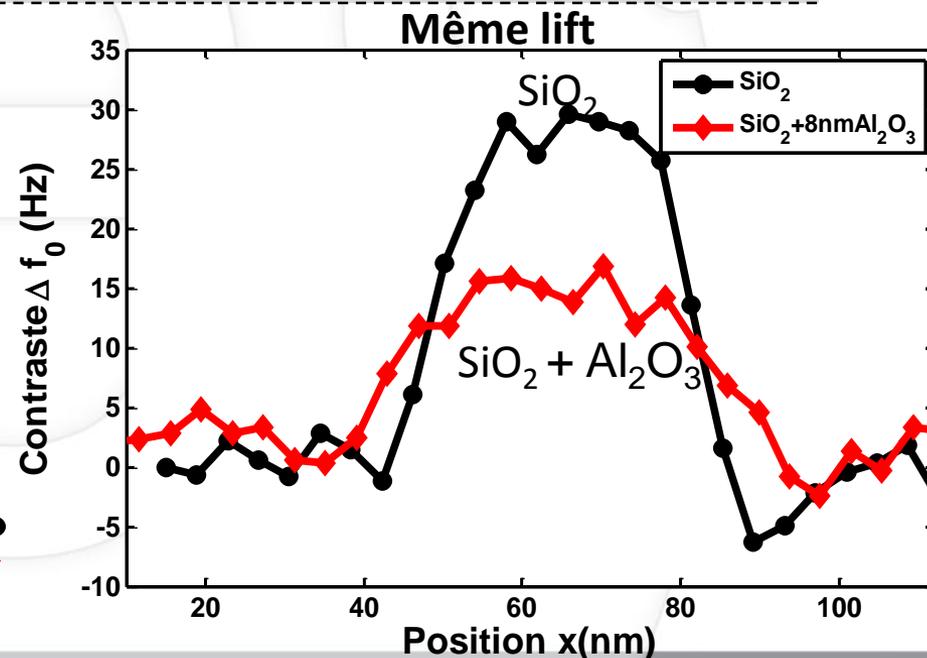
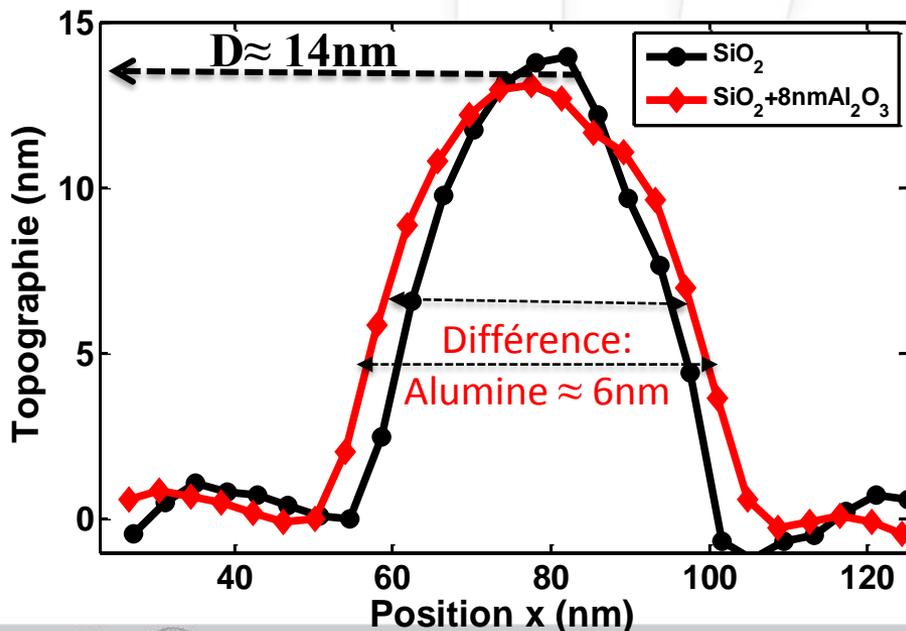
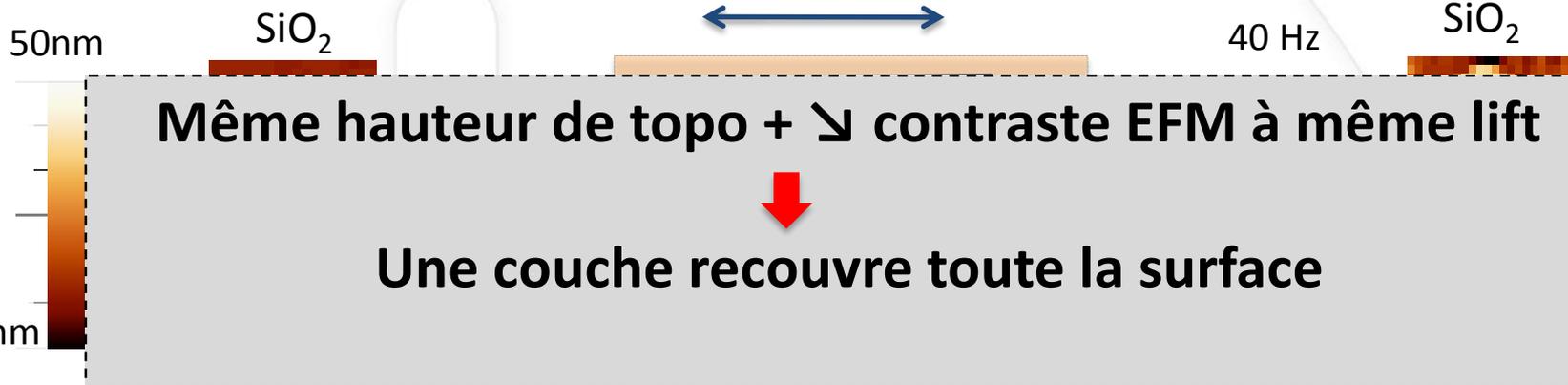


# 1) Particules de $\text{SiO}_2$

## DC – EFM: Même distance de lift

Topographie

EFM



# 1) Particules de $\text{SiO}_2$

## DC – EFM: Même distance de lift

### Topographie

### EFM

50nm

 $\text{SiO}_2$ 

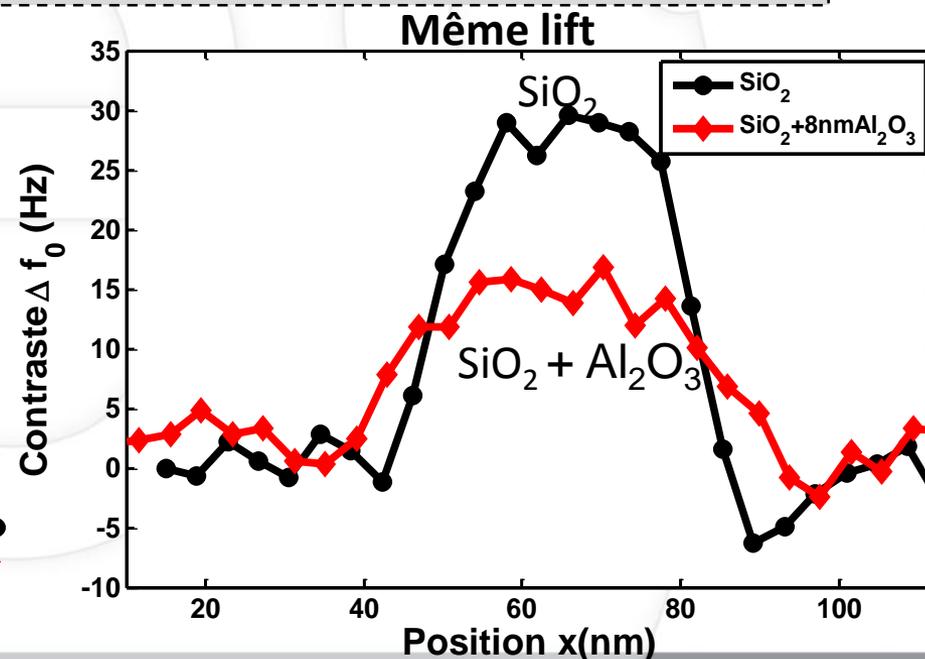
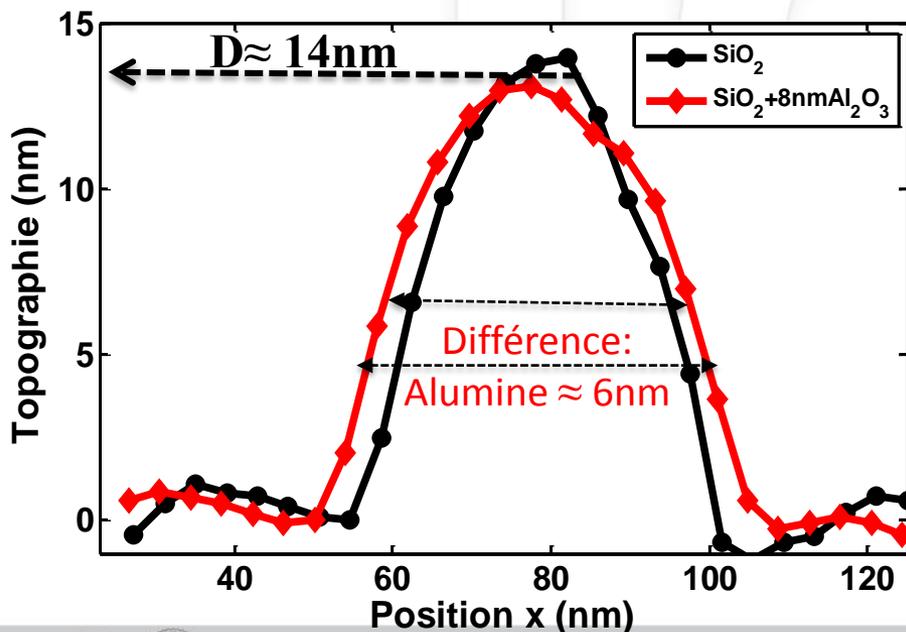
Scan

40 Hz

 $\text{SiO}_2$ 

Diminution du contraste due à la couche pour même lift:

- 1) Augmentation de la séparation des électrodes...?
- 2) Changement de la polarisation diélectrique du matériau...?

 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 



l'institut  
d'électronique

# 1) Particules de $\text{SiO}_2$

DC – EFM: Même distance inter-électrodes

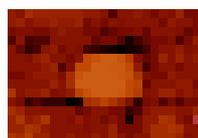
Topographie

50nm

$\text{SiO}_2$

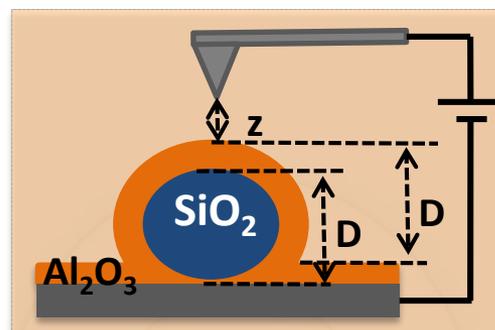


$\text{SiO}_2 + 8\text{nm Al}_2\text{O}_3$



0nm

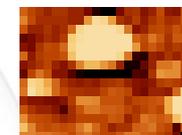
Scan



40 Hz

EFM

$\text{SiO}_2$

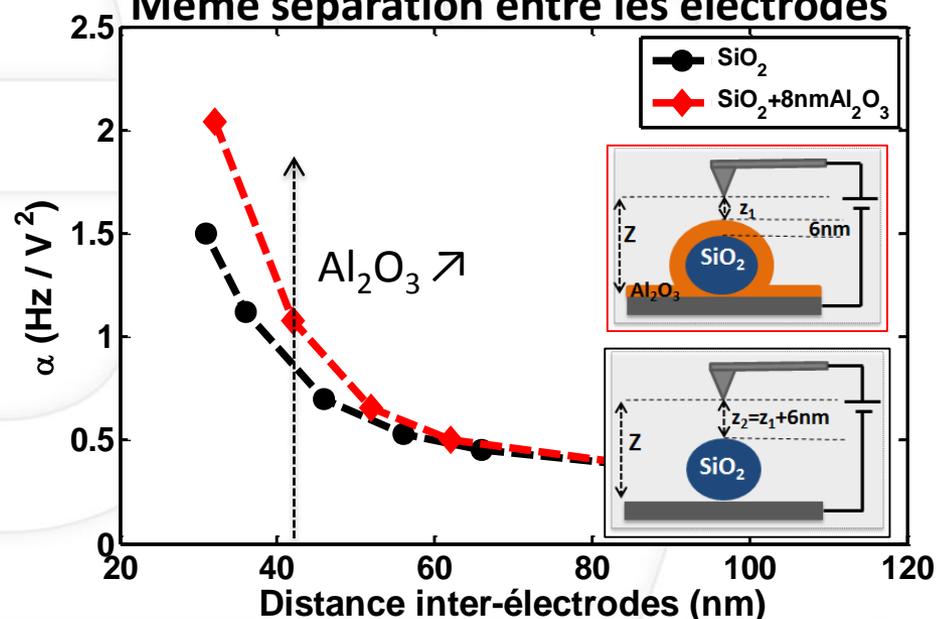
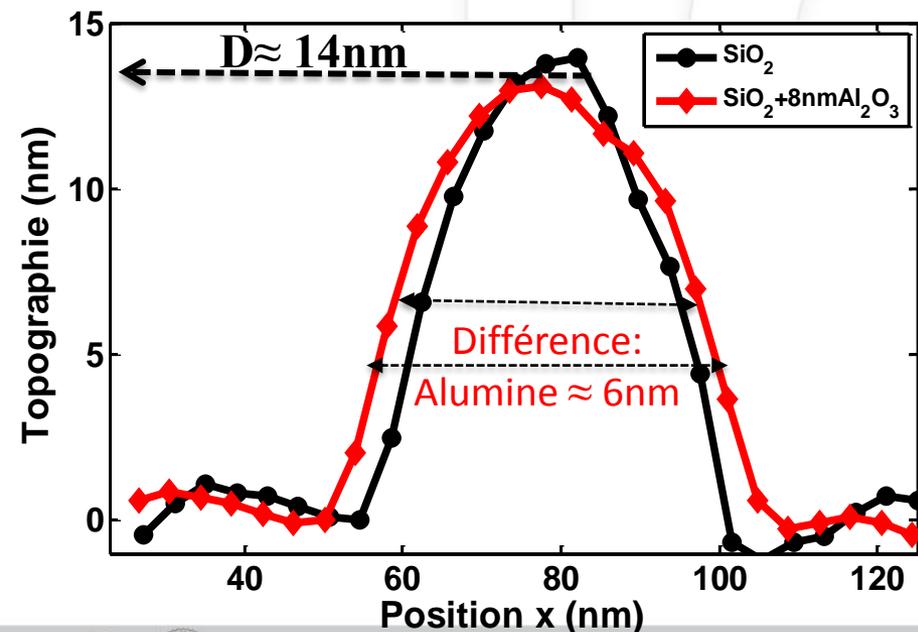


$\text{SiO}_2 + 8\text{nm Al}_2\text{O}_3$



0Hz

Même séparation entre les électrodes





l'institut  
d'électronique

# 1) Particules de $\text{SiO}_2$

DC – EFM: Même distance inter-électrodes

Topographie

Scan

EFM

50nm

$\text{SiO}_2$

40 Hz

$\text{SiO}_2$

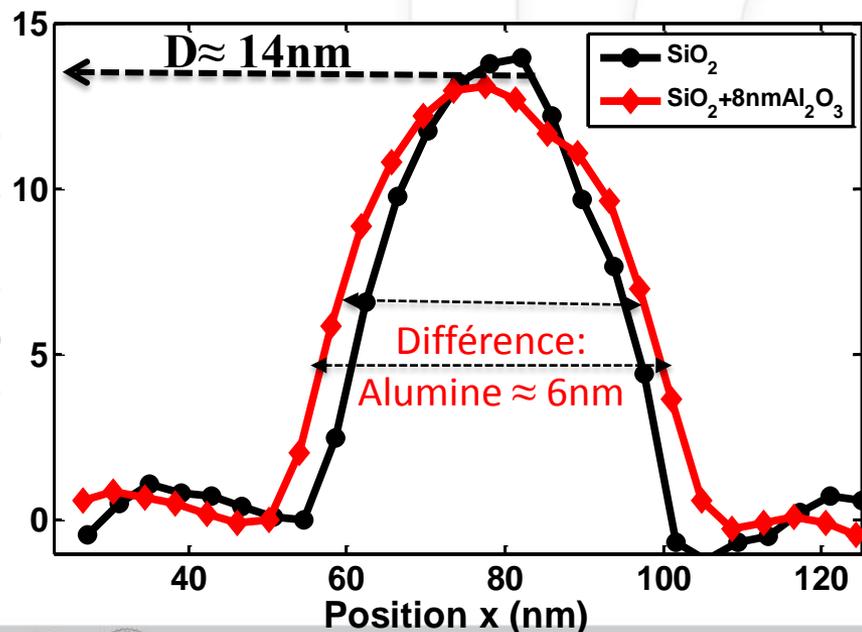
Même distance inter-électrodes  $\rightarrow$  signal EFM  $\nearrow$

Sensibilité à la réponse diélectrique de la couche

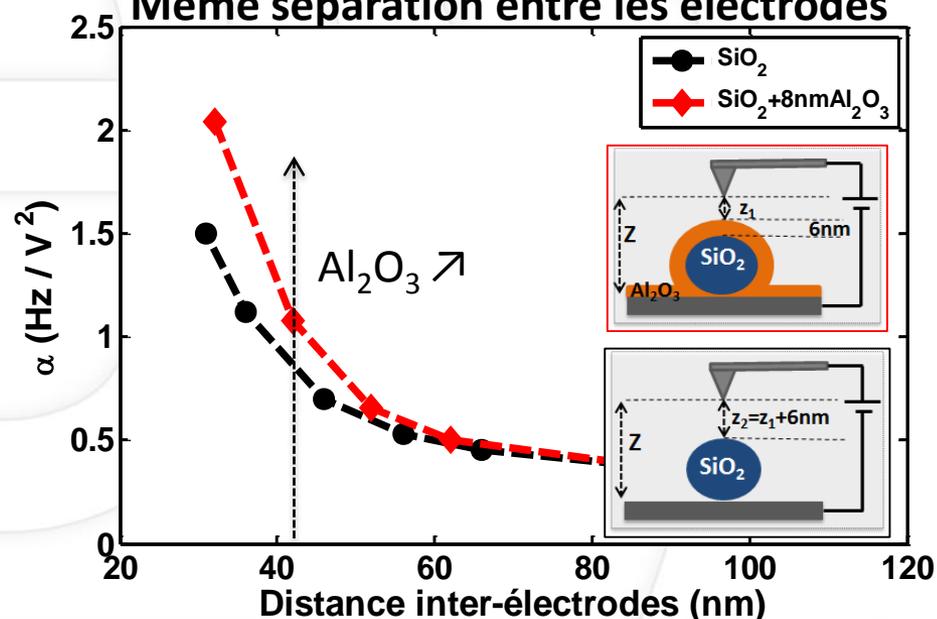
$\text{SiO}_2$

$\text{Al}_2\text{O}_3$

0Hz



Même séparation entre les électrodes





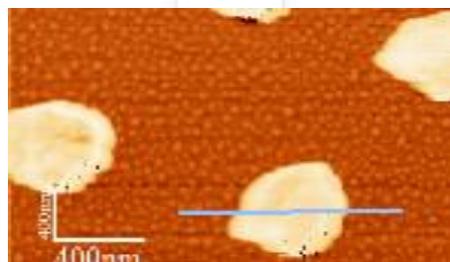
l'institut  
d'électronique

## 2) Particules de PS

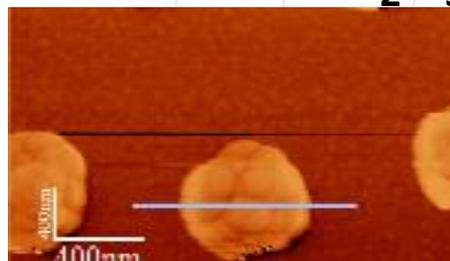
DC – EFM: Même distance de lift

EFM images

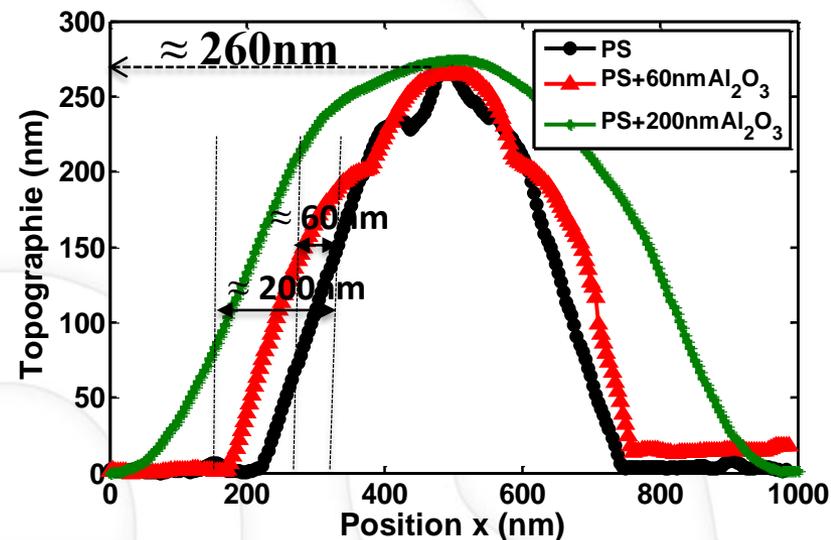
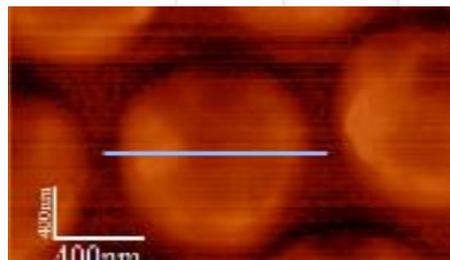
PS



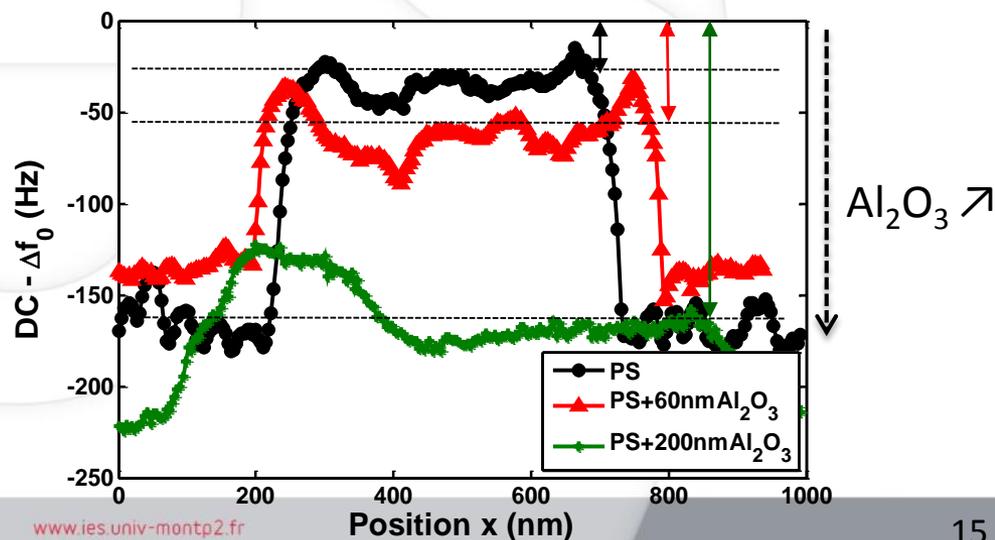
PS + 60nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$



PS + 200nm  $\text{Al}_2\text{O}_3$



DC – EFM: Même distance de lift





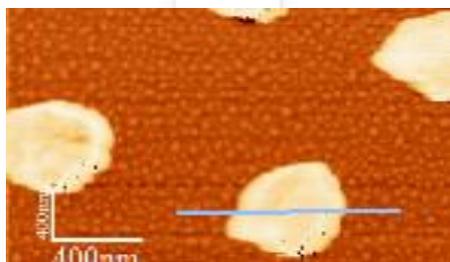
l'institut d'électronique

# 2) Particules de PS

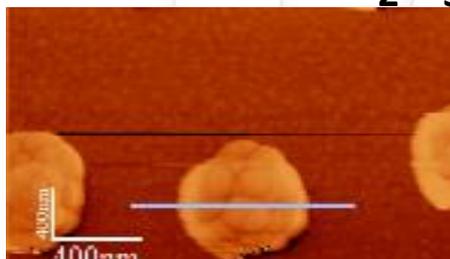
DC - EFM: Même distance de lift

EFM images

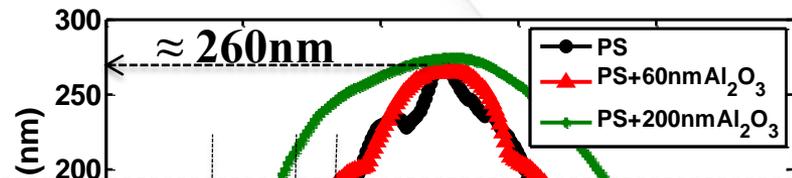
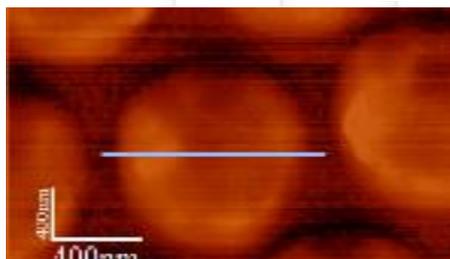
PS



PS + 60nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



PS + 200nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

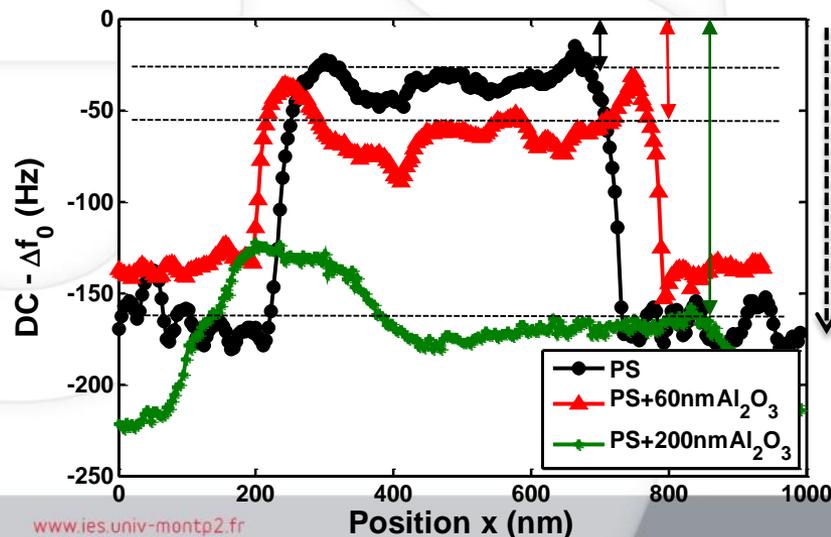


Signal au centre ↗ avec l'épaisseur



Sensibilité à l'épaisseur liée à la réponse diélectrique de la couche

DC - EFM: Même distance de lift



Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ↗



l'institut  
d'électronique

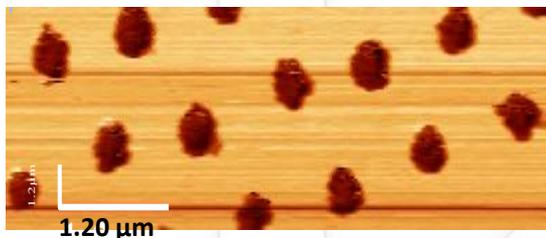
## 2) Particules de PS

AC – EFM: Même distance de lift

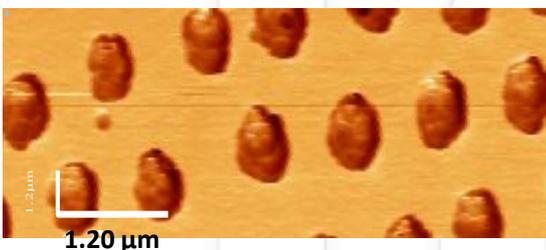
EFM images

PS

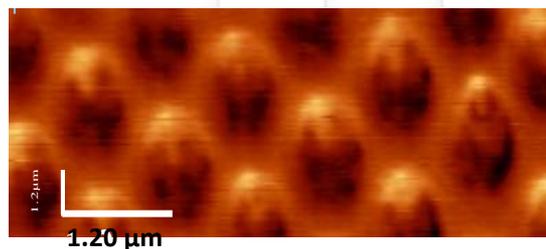
7.5V



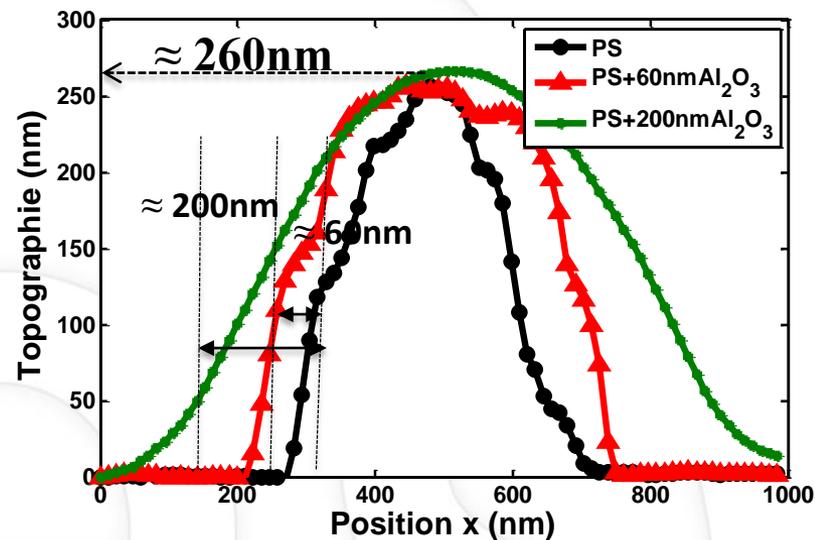
PS + 60nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



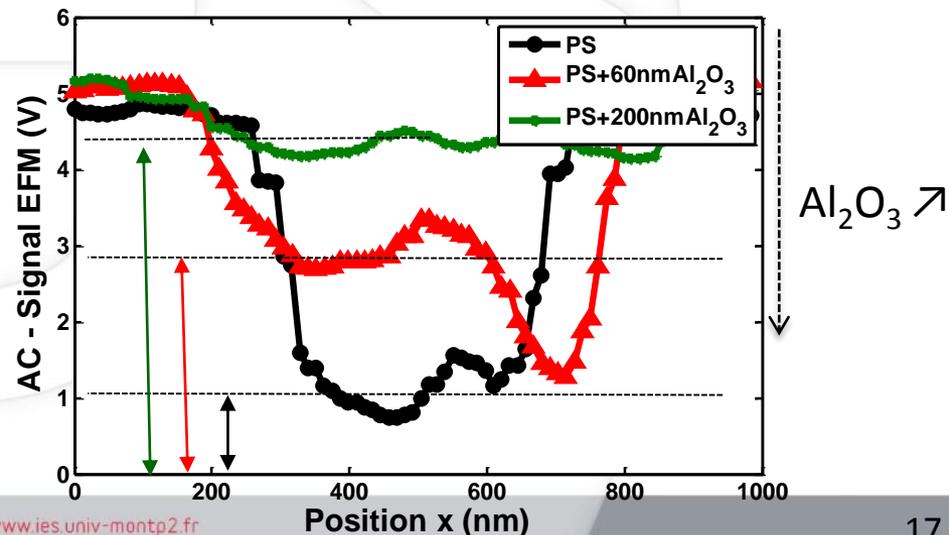
PS + 200nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



0V



AC – EFM: Même distance de lift





l'institut  
d'électronique

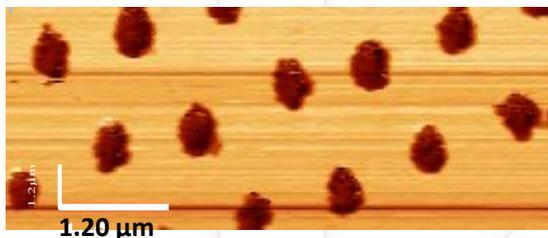
## 2) Particules de PS

AC – EFM: Même distance de lift

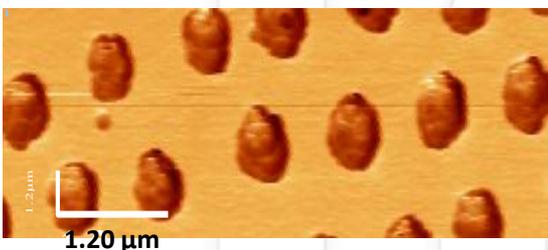
EFM images

PS

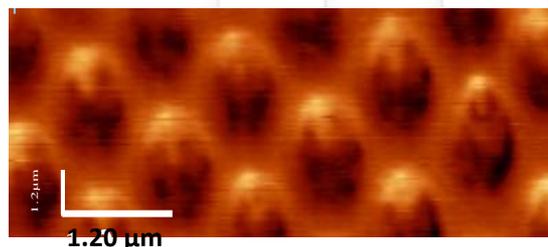
7.5V



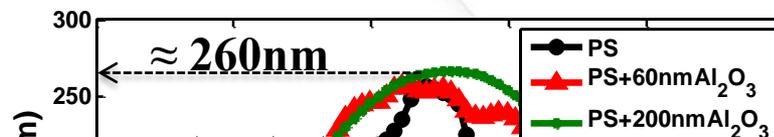
PS + 60nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



PS + 200nm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

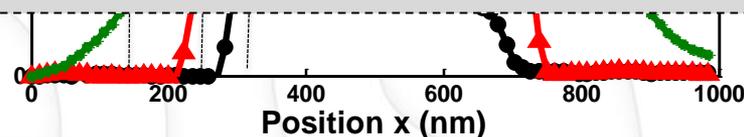


0V

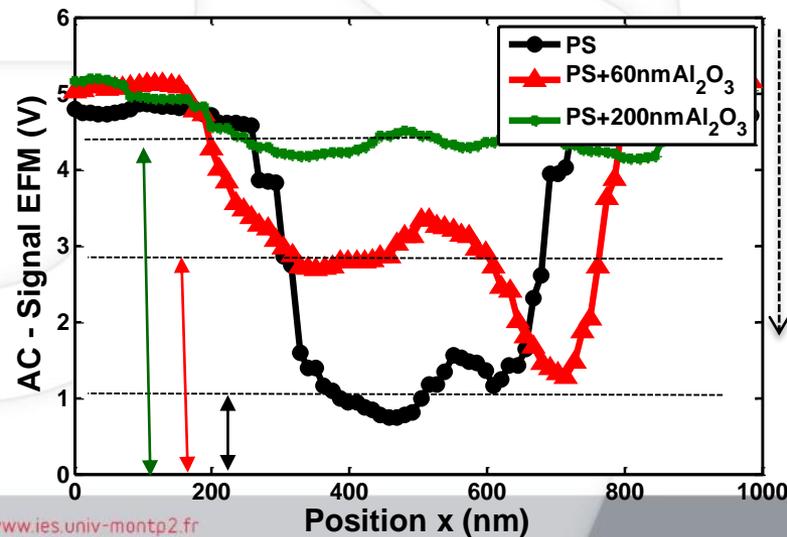


Signal au centre ↗ avec l'épaisseur

Sensibilité à l'épaisseur liée à la réponse diélectrique de la couche



AC – EFM: Même distance de lift

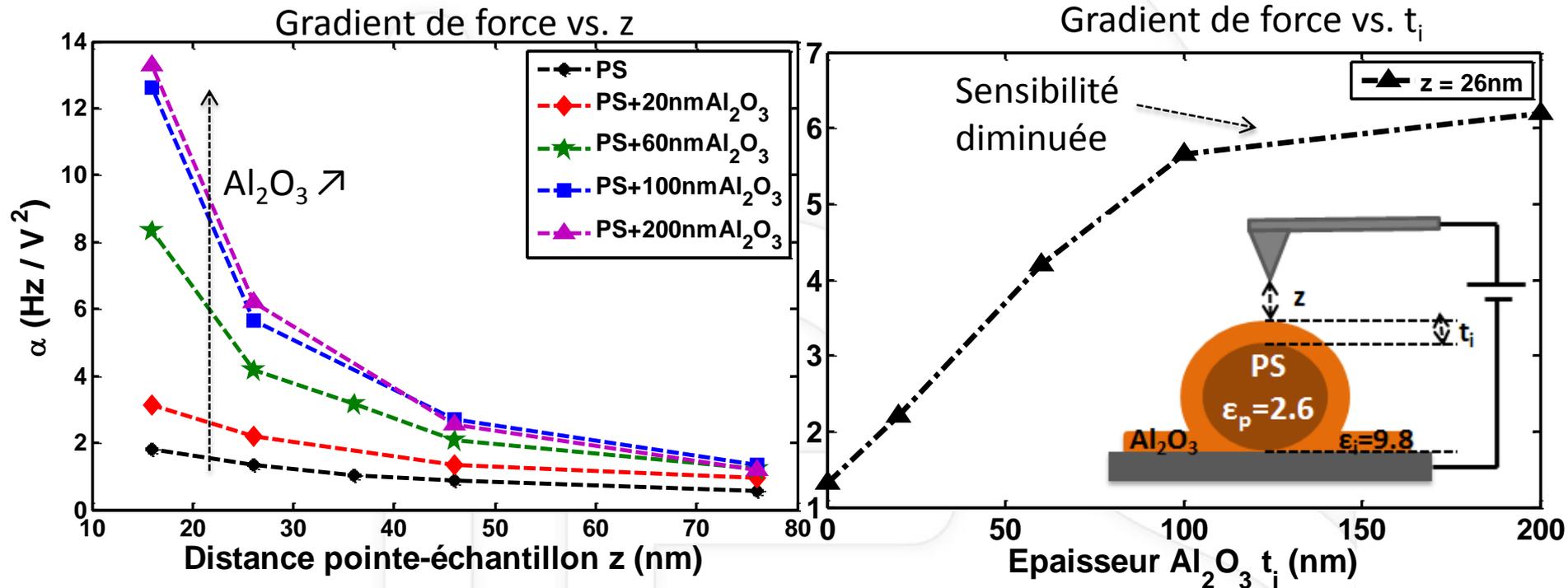




l'institut  
d'électronique

## 2) Particules de PS

DC – EFM: extraction  $\alpha(z)$  à même distance de lift



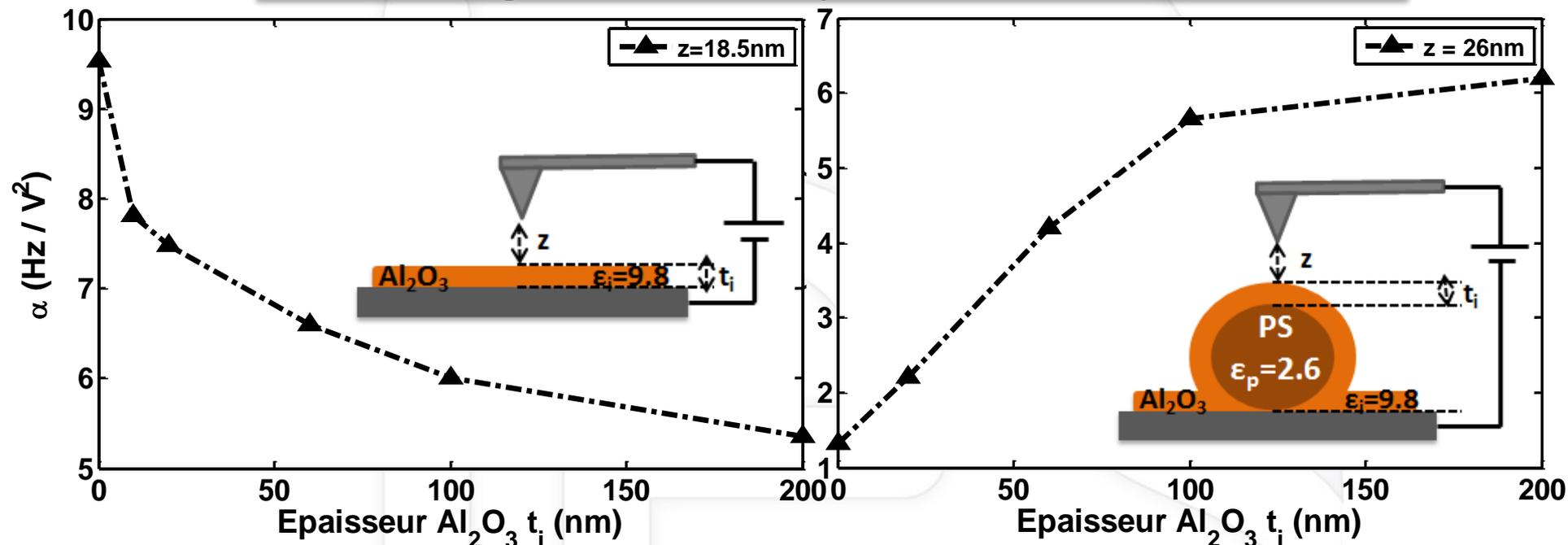
Détection AC et DC de gradient de force pour même lift:

- ✓ Sensibilité à l'épaisseur de la couche d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- ✓ Sensibilité à l'épaisseur limitée à 100nm-200nm pour ces particules de PS

## 2) Particules de PS

### Discussion

Ordre de grandeur de la permittivité de la couche?



Tendances opposées

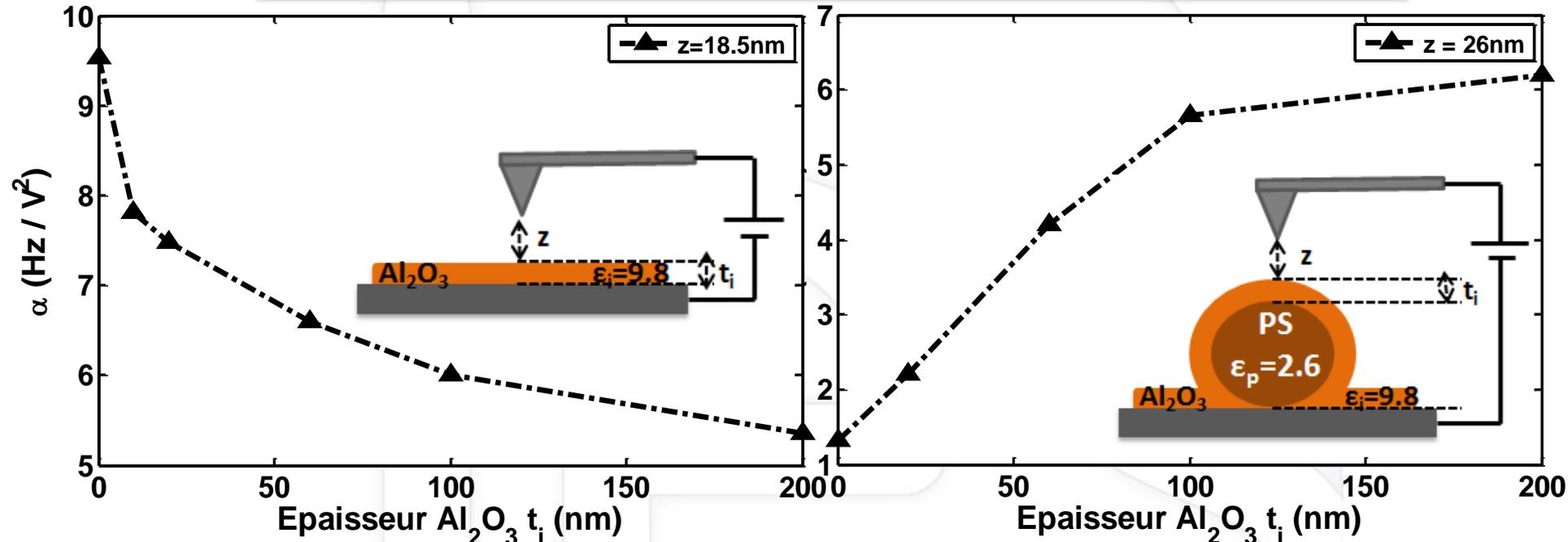
↗ Epaisseur couche → ↗ **permittivité effective**:  
 Permittivité de la couche > permittivité de la particule initiale:

✓ **Vérifié**:  $Al_2O_3$  ( $\epsilon=9.8$ ) > PS ( $\epsilon=2.6$ )

## 2) Particules de PS

### Discussion

Ordre de grandeur de la permittivité de la couche?



Tendances opposées

↗ Epaisseur couche → ↗ permittivité effective:  
 Permittivité de la couche > permittivité de la particule initiale:

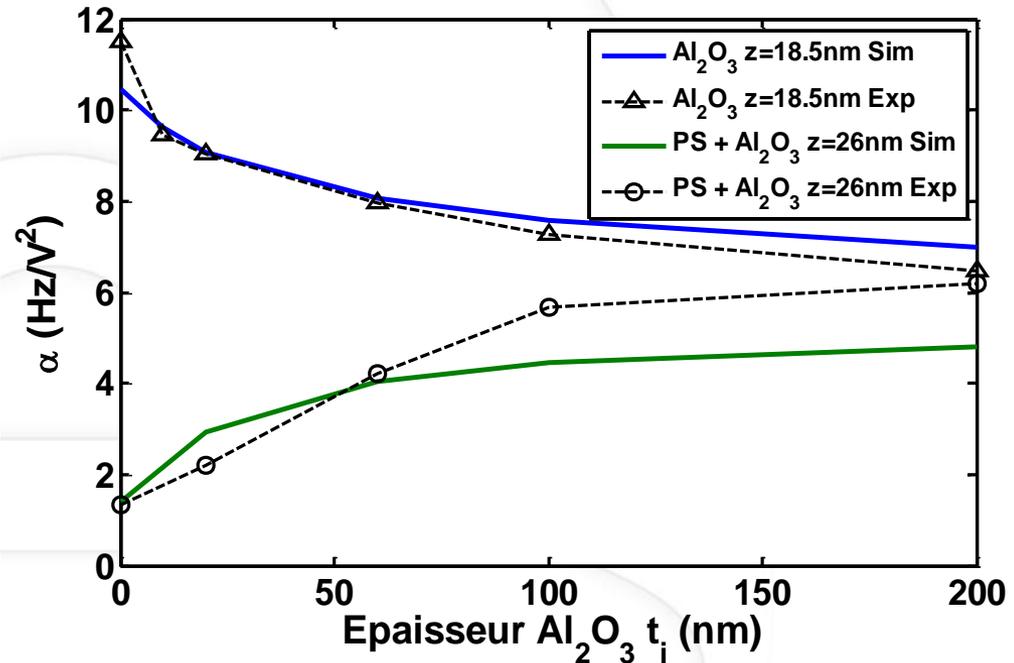
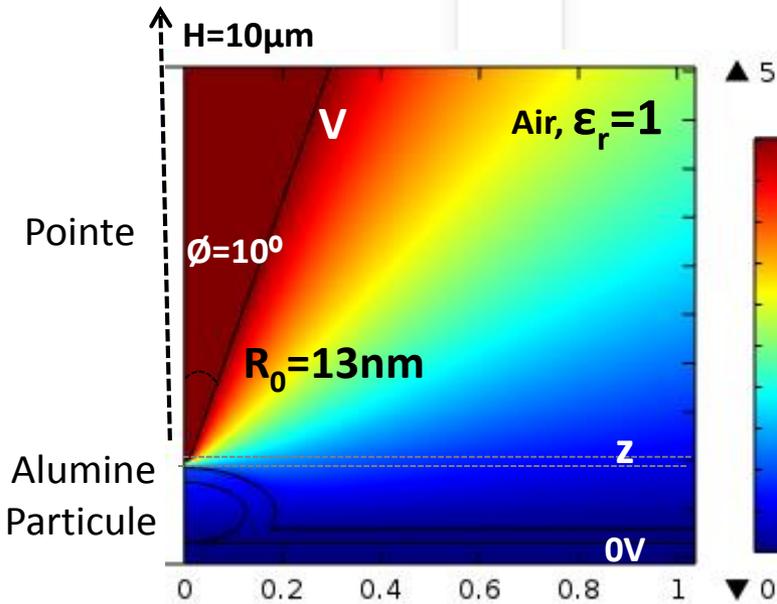
✓ Vérifié: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ε=9.8)

✓ Sensibilité à l'épaisseur et à la permittivité relative intrinsèque de la couche

## 2) Particules de PS

### Simulations numériques vs Mesures EFM

Cartographie 2D des équipotentels – Symétrie axiale



**Interface Electrostatique:**

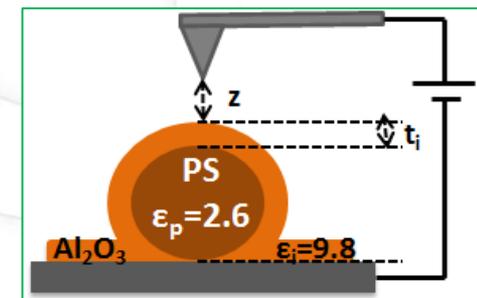
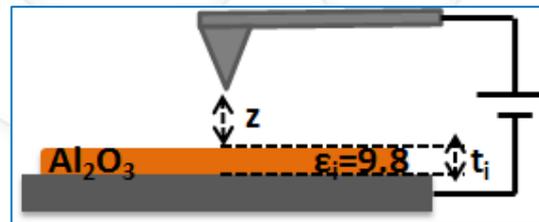
Poisson's equation:  $\nabla D = 0$

Tenseur de stress de Maxwell: T

Force électrosatique, F:

$$F=2\pi r \iint T ndS$$

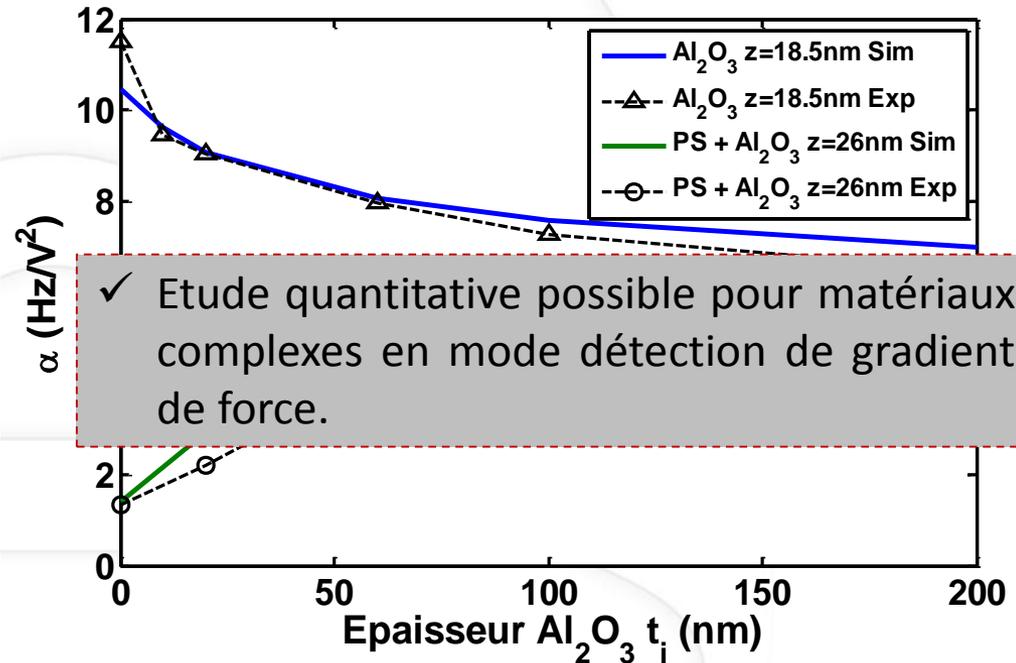
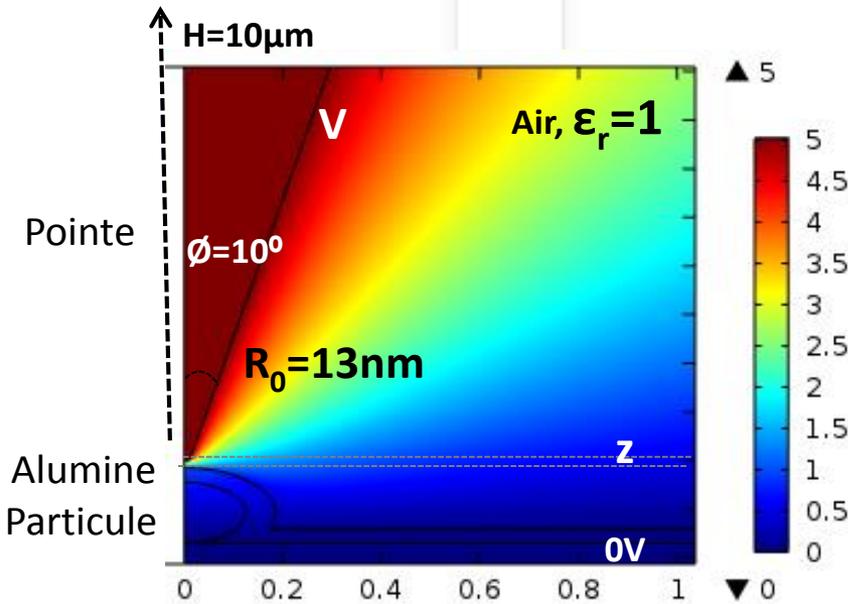
$$F(z) \rightarrow F'(z) = G(z)$$



## 2) Particules de PS

### Simulations numériques vs Mesures EFM

Cartographie 2D des équipotentels – Symétrie axiale



**Interface Electrostatique:**

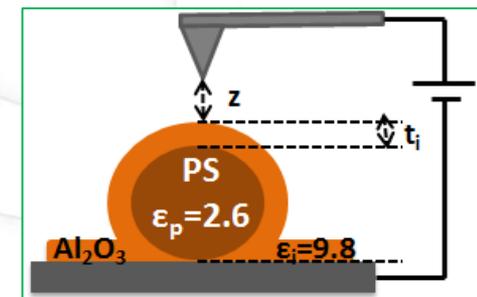
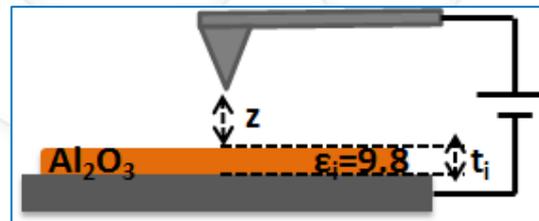
Poisson's equation:  $\nabla D = 0$

Tenseur de stress de Maxwell: T

Force électrosatigue, F:

$$F=2\pi r \iint T n dS$$

$$F(z) \rightarrow F'(z) = G(z)$$



## Conclusions:

**But:** vérification par EFM possibilité de détection de l'interphase pour échantillons modèles d'un nanodiélectrique: particule + couche

EFM DC et AC – détection de gradient de force électrostatique:

- ✓ Sensibilité à la présence de nanocouches d'alumine autour des nanoparticules de  $\text{SiO}_2$  (15nm) et PS (250nm)
- ✓ Sensibilité à l'épaisseur des couches
- ✓ Bonne sensibilité allant de 20nm à 100nm de couches pour PS (250nm)
- ✓ Détection de la permittivité intrinsèque de couche relativement à la particule
  
- ✓ Détection de l'interphase dans des conditions proches de cette étude est envisageable avec EFM

## Perspectives:

- Détection du shell pour particules enfouies dans une matrice → Modèle d'un nanodiélectrique complet



l'institut  
d'électronique

**Merci pour votre attention...**

