

# Contrats doctoraux – Campagne 2013

## Ecole Doctorale EEA de Lyon

### *Sujet proposé par l'équipe Dispositifs Electroniques*

**Titre** : Caractérisation électrique multi-échelles de couches minces d'oxydes fonctionnels

**Directeur de thèse** : Brice Gautier (INL-INSA) équipe DE

**Co-encadrant** : N. Baboux (INL-INSA) équipe DE

### **Domaine et contexte scientifique**

Un axe majeur de l'équipe Dispositifs Electronique de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon, concerne la caractérisation électrique et fonctionnelle de couches minces d'oxydes innovants (diélectriques à haute permittivité, ferroélectriques, multiferroïques). Elle possède des équipements de caractérisation électrique sous pointes de précision permettant l'étude à l'échelle macroscopique des propriétés électriques, ainsi que plusieurs microscopes à force atomique donnant accès à des propriétés similaires à l'échelle nanométrique. En particulier, l'acquisition d'un microscope AFM ultravide vient d'être faite, étendant encore les possibilités de mesures. Les matériaux caractérisés proviennent souvent de l'équipe « hétéroépitaxie et nanostructures » du laboratoire, mais également de collaborations extérieures.

L'élaboration de ces nouveaux matériaux est dans tous les cas complexe et en constante évolution si bien que les échantillons fournis n'ont pas forcément la maturité ni l'intégrité des matériaux diélectriques utilisés dans les procédés industriels. Pour autant, les propriétés attendues sont bien plus nombreuses (par ex. la ferroélectricité, la pyroélectricité ou la piézoélectricité). En conséquence, il devient de plus en plus difficile de certifier telle ou telle fonctionnalité recherchée tant sa signature électrique est similaire à celle de potentiels défauts (en ce sens qu'ils ne sont pas souhaités au niveau d'un matériau intégrable) électriquement actifs.

Il faut ajouter à cela que les propriétés **locales** de ces matériaux sont absolument nécessaires pour comprendre leur comportement à plus grande échelle, et ce d'autant plus que les surfaces actives sont de plus en plus petites. Un effort de recherche spécifique doit être mené pour mesurer de manière fiable, reproductible et quantitative les grandeurs électriques importantes pour lesquelles seule une approche qualitative est encore possible à l'échelle nanométrique : mesures de capacité, mesures de coefficients piézoélectriques, potentiels électriques, courant, etc. Les travaux menés à l'INL ces dernières années ont démontré qu'un environnement propre était absolument nécessaire pour avancer sur le caractère métrologique de ces mesures [1-4].

### **Objectifs de la thèse, verrous scientifiques et programme de recherche**

Dans ce contexte, le but de cette thèse consiste à relever les défis auxquels font face la caractérisation nanométrique d'une part et la caractérisation macroscopique d'autre part lorsqu'elles sont prises séparément, en conciliant les avantages des deux mondes: la résolution spatiale et la souplesse en ce qui concerne la caractérisation à l'échelle nanométrique; la sensibilité et la quantitativité de la caractérisation à l'échelle macroscopique.

Il s'agira donc dans un premier temps, pour chacune des deux techniques, de choisir parmi l'existant – ou de développer le cas échéant – les protocoles de mesure les plus discriminants et d'identifier les artefacts irréductibles. Pour ce faire, le candidat profitera d'une série d'échantillons de complexité croissante et aux propriétés fonctionnelles plus ou moins référencées : plusieurs types d'oxyde ( $\text{SiO}_2$  thermique de référence, diélectriques à haute permittivité, ferro-électriques, multiferroïques...) déposés sur plusieurs types de substrats (buffer conducteur, silicium dopé P ou N), contactés par des électrodes supérieures variables (différents métaux, oxydes conducteurs, capping réalisés in-situ, ...).

De manière à rapprocher ces deux mondes, le candidat sera amené à réaliser des structures de test simples (de type capacité) dont la taille nominale devra varier de quelques dizaines de nanomètres à plusieurs dizaines de micron. Il utilisera à ces fins la plateforme technologique

NanoLyon où il disposera par exemple de procédés de lithographie optique et électronique et de dépôt d'électrode métallique par lift-off. Une synthèse comparative des résultats obtenus permettra alors d'identifier les défauts et de préciser leur caractère intrinsèque ou extrinsèque.

Après avoir mis en place les protocoles de mesure tant au niveau macroscopique et nanométrique, il sera amené à appliquer le savoir faire acquis à la résolution de problèmes liés à la caractérisation et restés sans réponse comme la ferroélectricité de matériaux quasi-amorphes [5], la conductivité aux frontières de domaines ferroélectriques [6], la caractérisation de la dynamique de croissance et de la stabilité des domaines ferroélectriques, dont l'étude conditionne la réalisation de dispositifs futurs basés sur les matériaux. Il sera à même de comprendre les mécanismes de transport dans des matériaux complexes comme le  $\text{GaFeO}_3$ , étudié au laboratoire dans le cadre de l'ANR GALIMEO en collaboration avec l'IPCMS de Strasbourg, dont il est difficile à ce jour d'établir la ferroélectricité de manière expérimentale. Enfin, son travail servira de base pour la compréhension des caractérisations multi-échelles de matériaux fonctionnels que l'INL met en avant : ferroélectriques, pyroélectriques, piézoélectriques, thermoélectriques, etc.

Pour mener à bien son travail, le candidat pourra profiter de l'infrastructure de l'équipe « Dispositifs Électroniques » pour les caractérisations macroscopiques (I-V, C-V,  $\gamma$  compris en température), des deux AFM sous air accessibles à l'INL et du microscope sous ultra-vide.

### **Encadrement scientifique, intégration au sein du laboratoire (Département / Equipe (s) impliquées), collaboration (s) / partenariat (s) extérieurs :**

**Directeur de thèse :** B. Gautier (INL-INSA) équipe DE ,

**Co-encadrant :** N. Baboux (INL-INSA).

### **Contacts :**

[brice.gautier@insa-lyon.fr](mailto:brice.gautier@insa-lyon.fr) : 04 72 43 70 03

[nicolas.baboux@insa-lyon.fr](mailto:nicolas.baboux@insa-lyon.fr) : 04 72 43 82 67

### **Compétences requises**

Le candidat devra posséder de solides connaissances dans le domaine des composants électroniques (physique des semiconducteurs) et des diélectriques et/ou ferroélectriques. Une expérience en caractérisation électrique classique sous pointes et/ou en technique champ proche est fortement souhaitée. Des notions de base concernant les procédés technologiques (lithographie, dépôt de métal, gravure...) constitueraient un plus.

### **Compétences développées au cours de la thèse et perspective professionnelle**

Mise en œuvre de techniques de caractérisation électrique sous pointes, mise en œuvre de microscopie à sonde locale (AFM) en mode électrique, réalisation de structures de test en salle blanche (lithographie optique et électronique, techniques de dépôt de métaux), acquisition de compétences dans le domaine de la physique des semi-conducteurs et des oxydes fonctionnels. Les perspectives professionnelles concernent l'industrie de la microélectronique mais aussi les carrières académiques.

### **Références**

- [1] W. Hourani, B. Gautier, L. Militaru, D. Albertini, A. Descamps-Mandine and R. Arinero, Influence of the surrounding ambient on the reliability of the electrical characterization of thin oxide layers using an atomic force microscope, *Microelectronic Reliability* 2011, 51(12):2097
- [2] A. Brugère, B. Gautier, S. Gidon, Finite element method simulation of the domain growth kinetics in single-crystal  $\text{LiTaO}_3$ : Role of surface conductivity, *J. Appl. Phys.* 5:052016 (2011)
- [3] A. Brugère, B. Gautier, S. Gidon, Abnormal switching of ferroelectric domains created by the tip

of an atomic force microscope in a congruent LiTaO<sub>3</sub> single-crystal thin film, accepté pour J. Appl. Phys. 110(2):024102, 2011

[4] **O. Ligor, B. Gautier, A. Descamps-Mandine, D. Albertini, N. Baboux, and L. Militaru:** Interpretation of Scanning Capacitance Microscopy for thin oxides characterization, Thin Solid Films, 517(24):6721-6725, 2009, DOI: 10.1016/j.tsf.2009.05.026

[5] **L. Wang, A. Pancotti, P. Jégou, G. Niu, B. Gautier, Y. Y. Mi, L. Tortech, S. Yin, B. Vilquin, N. Barrett,** Ferroelectricity in Quasi-Amorphous BaTiO<sub>3</sub> Ultra-thin film, accepté Phys. Rev. B., 2011, doi : 10.1103/PhysRevB.84.205426

[6] **Seidel J.** et al., Nature Materials 8(3):229, 2009