Du condensateur élémentaire à la mémoire non volatile qualification de la technologie Fujitsu 0,35 µm

Sommaire

4.1	Présentation de la technologie et approche de qualification	165
4.2	Caractérisation des condensateurs élémentaires	168
4.2.1	Nature des échantillons	168
4.2.2	Comportement électrique et uniformité sur le wafer	170
4.2.3	Résistance à la fatigue	173
4.2.4	Résistance à l'imprint	176
4.2.5	Bilan des études sur condensateurs élémentaires IrO2/PZT/Pt	178
4.3	Condensateurs intégrés : comparaison entre un condensateur unique et un rése	eau de
conden	sateurs	179
4.3.1	Comportement électrique et uniformité sur le wafer	179
4.3.2	Résistance à la fatigue	184
4.3.3	Résistance à l'imprint	187
4.3.4	Bilan sur l'analyse des structures de test et comparaison avec la technologie d'un autre fa	bricant
		188
4.4	Etude microstructurale de composants	190
4.4.1	Etude par microfluorescence X de la coupe A-A'	192
4.4.2	Etude couplée par microfluorescence X et microdiffraction X de la coupe B-B'	195
4.4.3	Bilan des caractérisations microstructurales de composants	199
4.5	Bilan sur la technologie Fujitsu 0,35 μm	200

Après avoir développé des caractérisations électriques et microstructurales sur des condensateurs à base de PZT et SBT, ce chapitre traite de la qualification d'une technologie actuellement commercialisée par Fujitsu. Cette étude a été menée dans une approche "bottomup" en allant du condensateur élémentaire au composant (puce) en passant par des réseaux de condensateurs intégrés.

4.1 Présentation de la technologie et approche de qualification

La section 1.1.3 a montré le positionnement de Fujitsu sur la technologie FeRAM. Cette entreprise est actuellement le leader mondial de la technologie en terme de commercialisation avec plus de 150 Millions de composants vendus. Le Tableau 4-1 présente la roadmap du développement de la technologie FeRAM chez Fujitsu dans les prochaines années. Plusieurs points sont à souligner :

- (i) Cette roadmap suit la diminution croissante de la taille des composants avec le passage à une technologie 0,13 μm en 2006 et 0,09 μm en 2008.
- (ii) La conservation du matériau PZT jusqu'à une technologie CMOS 90 nm est plus surprenante. En effet, selon Fujitsu, la technologie FeRAM ne nécessite pas l'intégration d'un matériau tel que SBT ou BLT. L'utilisation d'un matériau à base de bismuth est prévue en 2011 avec l'introduction d'une structure 1T comportant uniquement un transistor.
- (iii) Concernant, l'architecture du point mémoire, celui-ci conserve une structure 1T/1C jusqu'en 2011 mais l'empilement évolue continuellement. En effet, cette feuille de route programme le passage d'une technologie planaire (pour laquelle le condensateur plan se trouve décalé par rapport au transistor) à une technologie empilée (condensateur plan situé sur le transistor) puis, en 2008, à une technologie 3D empilée. En accord avec le chapitre précédent, ce tableau montre, une fois encore, la nécessité de passer à une technologie 3D.

Année de production de masse	2001	2004	2006	2008	2011
Technologie silicium (µm)	0,35	0,18	0,13	0,09	0,065
Mémoire standard (bit)	-	16 Mb	64 Mb	256 Mb	1 Gb
Mémoire embarquée (Byte)	32-64 KB	512 KB	2 MB	8 MB	32 MB
Temps d'accès (ns)	70	30	30	20	20
Temps de cyclage (ns)	150	60	50	50	30
Tension d'opération (V)	3,0	1,8	1,3	1,0	0,7
<i>Taille cellule (μm^2)</i>	6,3	1,3	0,5	0,25	0,034
<i>Taille du condensateur (μm^2)</i>	1,5	0,5	0,12	0,06	
Endurance (cycles)	10^{10}	10 ¹³	Sans limite	Sans limite	Sans limite
Architecture	2T/2C & 1T/1C	1T/1C	1T/1C	1T/1C	1T
Structure de la capacité	Planaire	Empilement	Empilement	3D	
Matériau ferroélectrique	PZT (pulvérisation)	PZT (MOCVD)	PZT (MOCVD)	PZT (MOCVD)	Oxyde à base de Bi

Tableau 4-1 : feuille de route du développement de la technologie FeRAM Fujitsu (d'après F. Fily, 2003).

Une collaboration a été initiée en 2003 entre l'industriel japonais, Gemplus et le L2MP pour qualifier la technologie FeRAM 0,35 µm détaillée dans le Tableau 4-1 et possédant une architecture 2T/2C. Ainsi, un wafer intégré (150 mm de diamètre) a été fourni au consortium L2MP/Gemplus pour effectuer des études sur des réseaux de condensateurs intégrés et sur des composants. Pour compléter ces investigations, deux autres wafers possédant des condensateurs élémentaires non intégrés ("short loop") ont été fournis au L2MP. La

méthodologie utilisée pour caractériser la technologie développée par Fujitsu est résumée dans le Tableau 4-2. Ainsi, quatre types d'échantillons (condensateurs élémentaires, condensateurs uniques intégrés, réseaux de condensateurs intégrés et puces) ont été analysés à l'aide de caractérisations électriques et/ou microstructurales:

- (*i*) Les caractérisations électriques de structures de test (condensateurs élémentaires, condensateurs uniques intégrés (2500 μ m²) et réseaux de condensateurs intégrés (de surface totale de 2484 μ m²) ont été menées en trois étapes :
 - Tout d'abord des caractérisations "standards" par des mesures de cycles d'hystérésis dynamiques, statiques et des mesures C-V ont été développées. Elles ont permis de qualifier l'uniformité de la réponse électrique sur l'ensemble du wafer et d'analyser l'influence de sollicitations telles que la tension et la température.
 - Des tests de fatigue ont permis d'appréhender l'influence de la tension de cyclage et de la température (pour les condensateurs uniques intégrés).
 - Enfin, des mesures d'imprint à différentes tensions continues ont été effectuées.

Les tests de fatigue et d'imprint ont été couplés, au cours de la dégradation, à des mesures C-V afin de discuter les mécanismes physiques à l'origine de cette dégradation.

Des premières caractérisations microstructurales ont été menées sur les (ii) condensateurs élémentaires et sur les composants. Dans le cas des condensateurs élémentaires, la caractérisation de l'empilement a été effectuée par diffraction des rayons X sur un diffractomètre conventionnel. Les puces ont, quant à elles, été étudiées sur la ligne ID18F à l'ESRF en utilisant un protocole expérimental identique à celui développé pour l'analyse des réseaux de condensateurs 3D de l'IMEC (paragraphe 3.2). Il a donc été possible de caractériser la technologie Fujitsu 2T/2C par microdiffraction et microfluorescence X. Cependant, la caractérisation microstructurale des échantillons ayant débutée en 2004, il n'a pas été possible de la coupler à des études par microscopie électronique à transmission. Néanmoins, les résultats de microdiffraction et de microfluorescence X ont été comparés à une coupe transverse MET obtenue par Fujitsu.

			Condensateurs élémentaires	Condensateur unique intégré	Réseau de condensateurs intégrés	Puce
Caractérisations électriques		Rendement sur Wafer	+	+	+	
	Caractérisations "standards"	Influence tension	+	+	÷	
		Influence température		+		
	Fatigue	Influence tension	+	+	+	
		Mesures C(V)	+	+		
		Influence température		+		
	Imprint	Influence tension	+	+	+	
		Mesures C(V)	+			
Caractérisations microstructurales	Diffraction conventionnelle		+			
	Microdiffraction X					+
	Microfluorescence X					+

Tableau 4-2 : qualification de la technologie Fujitsu : résumé des analyses électriques et microstructurales.

Les prochains paragraphes traiteront des résultats des études résumées dans le Tableau 4-2. Il est important de noter que, afin de qualifier la technologie, les résultats électriques obtenus seront discutés en rapport avec les spécifications couramment utilisées dans l'industrie des mémoires FeRAM. D'autre part, afin de situer cette technologie sur le marché des mémoires FeRAM, les résultats électriques sur réseaux de condensateurs intégrés seront comparés à ceux d'une autre technologie industrielle appelée B dans ce mémoire.

4.2 Caractérisation des condensateurs élémentaires

La première étape de qualification de la technologie FeRAM Fujitsu a consisté à mener des études amont sur des condensateurs élémentaires. Ces investigations permettent de discuter la qualité microstructurale et électrique des condensateurs avant leur intégration dans l'architecture silicium submicronique.

4.2.1 Nature des échantillons

L'étude a porté sur deux wafers (short loop) présentant des condensateurs élémentaires de $0,04 \text{ mm}^2$ (200 $\mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$) dont l'empilement est schématisé sur la Figure 4-1. Ainsi, dans

cette technologie, le film mince de PZT (de symétrie quadratique), dont l'épaisseur varie de 150 nm pour un wafer à 200 nm pour l'autre, est déposé entre deux électrodes de natures chimiques différentes ce qui peut avoir une influence non négligeable sur la réponse électrique (Scott, 2000 ; Kim & Song, 2003).



Figure 4-1 : empilement de couches dans les condensateurs élémentaires élaborés par Fujitsu.

La Figure 4-2 présente les résultats de diffraction des rayons X obtenus sur une portion de wafer comportant des condensateurs élémentaires $IrO_2/PZT/Pt$ (épaisseur de PZT de 150 nm). Ces mesures ont été effectuées sur un diffractomètre conventionnel de type Siemens-Bruker D5000 à une longueur d'onde de 1,5418 Å. La Figure 4-2-a présente le diagramme de diffraction de rayons X (θ -2 θ) obtenu en géométrie Bragg-Brentano sur le domaine angulaire 20-60° en 2 θ . La Figure 4-2-b présente les rocking curves mesurées sur les réflexions de Bragg (111)_{Pt} et (111)_{PZT}. Plusieurs commentaires peuvent être faits sur la base de cette étude :

- (i) L'indexation des raies de diffraction (Figure 4-2-a) permet de vérifier la nature de l'empilement présenté sur la Figure 4-1. En revanche, il n'est pas possible d'indexer toutes les raies car des structures de test inconnues et différentes des condensateurs élémentaires sont également présentes sur la portion de wafer analysée par diffraction.
- (*ii*) Les Figures 4-2-a et 4-2-b mettent en évidence la forte texture [111] de l'électrode inférieure de Pt. En effet, la rocking curve effectuée sur la réflexion de Bragg (111)_{Pt} présente une faible dispersion en angle, la largeur à mi-hauteur de la raie étant de 1,93° en θ .
- (*iii*) Enfin, ces études par diffraction montrent la forte texture des films de PZT selon la direction [111]. En effet, le rapport d'intensité entre les raies $(111)_{PZT}$ et $(200)_{PZT}$ est d'environ 70 (Figure 4-2-a). De plus, la rocking curve de la réflexion $(111)_{PZT}$ présente une largeur à mi hauteur inférieure à 3° en θ (Figure 4-2-b). A titre de comparaison, il faut noter que cette texture

est légèrement inférieure à celle des condensateurs $Pt/PbZr_{0,3}Ti_{0,7}O_3/Pt$ étudiés dans la section 2.2.



Figure 4-2 : diagrammes de diffraction de rayons X obtenus sur des condensateurs élémentaires $IrO_2/PZT/Pt$: a) diagramme θ -2 θ en mode réflexion; b) rocking curves sur les raies (111)_{Pt} et (111)_{PZT}.

4.2.2 Comportement électrique et uniformité sur le wafer

Après la description microstructurale succincte de l'empilement constituant les condensateurs élémentaires à base de PZT, leur comportement électrique a été analysé. La Figure 4-3 présente les caractéristiques électriques des condensateurs élémentaires à base de PZT (150 nm d'épaisseur) en réponse à trois types de sollicitations : (1) cycle d'hystérésis dynamique mesuré à une fréquence de 100 Hz et une tension de \pm 5 V ; (2) cycle d'hystérésis statique effectué de -5 V à + 5V par palier de 0,2 V (1 seconde de relaxation) ; (3) mesures C-V réalisées de -5 V à + 5V avec une tension alternative d'amplitude variable et de fréquence 100 kHz. Plusieurs remarques peuvent être faites sur la base de ces mesures :

(*i*) La Figure 4-3-a compare les cycles d'hystérésis dynamique et statique (ou relaxé). Il ressort que, comme dans le cas des condensateurs à base de SBT (paragraphe 2.1.2.1.2), le phénomène de relaxation est relativement marqué pour les condensateurs à base de PZT ($\sim 3 \mu C/cm^2$). De plus, cette figure montre que la valeur de la polarisation rémanente relaxée issue de la mesure du cycle d'hystérésis dynamique est bien identique à la polarisation rémanente extraite de la mesure statique. Il est donc important, pour définir les valeurs du champ coercitif et des polarisations rémanentes des condensateurs à base de PZT de préciser les conditions de mesure de ces caractéristiques.

- (ii) La Figure 4-3-b montre la faible dépendance de la réponse C-V en fonction de l'amplitude du signal alternatif appliqué à chaque palier. Cette observation garantit que les oscillations des parois de domaines ne dépendent pas de l'amplitude de la tension appliquée et que l'augmentation de la tension alternative n'induit aucune variation de la polarisation réversible.
- (*iii*) Enfin, il est très important de noter que les mesures des cycles d'hystérésis statiques et des caractéristiques C-V ont été effectuées de manière à ce que les temps de relaxation soient identiques (1 seconde). Cette précaution permet de vérifier que les champs coercitifs mesurés dans les deux cas sont quasiment identiques (hystérésis statique : $E_{c+} = 30$ kV/cm, $E_{c-} = -40$ kV/cm ; C-V : $E_{c+} = 29$ kV/cm, $E_{c-} = -44$ kV/cm).



Figure 4-3 : comportement électrique des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$: a) cycles d'hystérésis statique et dynamique ; b) évolution de la caractéristique C-V en fonction de la tension alternative appliquée.

Afin d'étudier plus en détail le comportement électrique des condensateurs à base de PZT, la dépendance en tension de la réponse électrique a été étudiée à l'aide de mesures de cycles d'hystérésis dynamiques et statiques. La Figure 4-4 retrace ainsi les évolutions des polarisations rémanentes (hystérésis dynamique) et rémanentes relaxées (hystérésis statique) et des champs coercitifs et coercitifs relaxés en fonction de la tension de mesure. Trois conclusions principales peuvent être tirées de ces expériences :

- *(i)* La relaxation est d'autant plus importante que la tension de mesure est grande.
- (ii) Comme cela a été suggéré sur les mesures de la Figure 4-3, il existe une légère, mais monotone, dissymétrie entre les valeurs positives et négatives des polarisations rémanentes et des champs coercitifs. Une origine possible à ce phénomène réside dans la différence de nature chimique entre les

électrodes supérieure (IrO_2) et inférieure (Pt). En effet, il est communément admis, que des électrodes de natures différentes peuvent modifier les caractéristiques de switching du matériau ferroélectrique en induisant des champs électriques internes provoquant un déplacement du cycle d'hystérésis sur l'axe des tensions (Scott, 2000 ; Kim & Song, 2003).

(iii) La Figure 4-4 montre que les condensateurs ferroélectriques à base de PZT sont portés à saturation pour une tension supérieure (ou égale) à 2 V. Ces condensateurs peuvent donc être intégrés dans une mémoire dans laquelle la tension d'écriture/lecture est supérieure (ou égale) à 2 V. Ce constat est totalement en accord avec la roadmap de Fujitsu qui prévoie (Tableau 4-1), pour la technologie 0,35 μm, une tension d'opération de 3 V.



Figure 4-4 : évolution, en fonction de la tension appliquée, de la réponse électrique des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$: a) évolution des polarisations rémanentes (hystérésis dynamique) et rémanentes relaxées (hystérésis statique); b) évolution des champs coercitifs relaxés (hystérésis statique) ou non (hystérésis dynamique).

Enfin, pour terminer la description du comportement électrique des condensateurs élémentaires IrO₂/PZT/Pt, la Figure 4-5 présente la répartition, sur un wafer, des polarisations rémanentes et des champs coercitifs. Il faut noter que ces mesures ont été effectuées à partir de cycles d'hystérésis dynamiques (fréquence 100 Hz et amplitude \pm 5 V) sur des condensateurs dont l'épaisseur de PZT est égale à 200 nm. D'autre part, les valeurs inscrites correspondent aux valeurs moyennes : $P_r = (|P_{r+}|+|P_{r-}|)/2$ et $E_c = (|E_{c+}|+|E_{c-}|)/2$. Ces distributions très homogènes attestent la qualité des échantillons et le rendement de fabrication de Fujitsu. En effet, la dispersion en polarisation rémanente et en champ coercitif est de l'ordre de 4% ce qui, en terme d'application mémoire, entre totalement dans les spécifications couramment employées (de l'ordre de 10%).



Figure 4-5 : distribution de Pr (a) et Ec (b) sur un wafer ("short loop").

4.2.3 Résistance à la fatigue

La section précédente a permis d'attester la qualité des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$ en terme de réponse électrique et d'uniformité sur le wafer. En complément, la résistance à la fatigue a été analysée. L'influence de la tension de cyclage sur la fatigue électrique est illustrée à partir des évolutions des polarisations rémanentes et rémanentes relaxées en fonction du nombre de cycles de renversement de polarisation (Figure 4-6-a). Le cyclage a été effectué avec une tension carrée de fréquence 100 kHz et les cycles d'hystérésis dynamiques ont été mesurés à une fréquence de 100 Hz et une tension de \pm 5 V. A partir de ces tests, le logarithme du nombre de cycles nécessaires pour diminuer la polarisation rémanente de 10% ou 20% est représenté en fonction du logarithme de la tension (demi amplitude) de cyclage (Figure 4-6-b). Cette représentation permet, après ajustement des résultats expérimentaux, de prévoir la dégradation de polarisation associée à l'amplitude de cyclage. Sur la base des résultats présentés dans la Figure 4-6, plusieurs points peuvent être discutés :

- (*i*) Comme dans le cas des condensateurs à base de SBT, il est très clair que la tension de cyclage a une influence importante sur la dégradation des propriétés électriques du film mince de PZT. Plus la tension est grande, plus la cinétique de dégradation de la polarisation rémanente est rapide. Néanmoins, cette dégradation ne semble pas trop affecter le phénomène de relaxation puisque l'écart entre $P_{r +}$ et $P_{r rel +}$ reste le même au cours des cycles de fatigue.
- *(ii)* En terme d'application mémoire, ces quelques tests montrent que la fatigue des matériaux PZT est relativement rapide mais proche des valeurs

annoncées dans la feuille de route pour la technologie 0,35 μ m (Tableau 4-1). En effet, à ± 3 V, la dégradation de polarisation après 10¹⁰ cycles de renversement de polarisation est de l'ordre de 10%. De plus, l'extrapolation des résultats expérimentaux prévoie, pour une tension de cyclage de ± 1 V, une dégradation de P_r de l'ordre de 20% après 10¹² cycles (Figure 4-6-b). Il faut toutefois noter que Fujitsu a montré une influence de la composition sur l'endurance des matériaux PZT en couche mince (résultats non publiés). Sur la base de ces résultats, Fujitsu a annoncé, dans une communication récente (Horii, 2004) et en accord avec la roadmap établie pour 2004, une diminution de polarisation rémanente inférieure à 10% après 10¹³ cycles à une tension de ± 3 V.



Figure 4-6 : influence de la tension de cyclage sur la fatigue électrique des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$: a) évolution de P_{r+} et P_{r+} ; b) extrapolation de la dépendance en tension de $P_r = (|P_{r+}| + |P_{r-}|)/2)$.

Quelques arguments peuvent être avancés pour proposer à une première interprétation des mécanismes physiques à l'origine de la dégradation des propriétés électriques des condensateurs IrO₂/PZT/Pt avec le cyclage électrique :

(i) Les Figures 4-7-a et 4-7-b comparent les cycles d'hystérésis et les courants de switching avant et après cyclage à ± 5 V et 100 kHz. Ces résultats traduisent le caractère relativement "classique" de la fatigue des matériaux PZT. En effet, celle-ci est caractérisée, sur le cycle d'hystérésis, par une diminution de la polarisation rémanente et un basculement du cycle. Sur les courants de switching, la fatigue se manifeste par une diminution et un élargissement du pic de courant maximum. De plus, on note un léger déplacement, vers les tensions positives, de la réponse électrique du matériau. Dès lors, les mécanismes physiques tels que la présence d'une couche passive aux interfaces entre le matériau ferroélectrique et les électrodes, le



phénomène d'ancrage des parois de domaine (pinning) ou de croissance de domaines gelés (imprint local) peuvent être envisagés (cf. section 1.2.2.1).

Figure 4-7 : manifestations électriques de la fatigue (cyclage à \pm 5 V et 100 kHz) des condensateurs IrO₂/PZT/Pt : cycles d'hystérésis dynamiques (a) et courants de switching (b) avant et après cyclage (3 × 10⁹ cycles).

(*ii*) La Figure 4-8 présente l'évolution des courbes C-V mesurées avant cyclage et après 2×10^{10} cycles (à ± 3 V et 100 kHz) sur un condensateur IrO₂/PZT/Pt. Sur la Figure 4-8-a, la fatigue se manifeste par une diminution des maxima de la capacité et par un léger déplacement de ces maxima vers les tensions positives, ce dernier point étant totalement en accord avec les mesures dynamiques présentées sur la Figure 4-7. La Figure 4-8-b présente un grossissement de la caractéristique C-V à fort champ électrique. Cette figure met en évidence une augmentation de la capacité à fort champ électrique pouvant, comme cela a été discuté dans les chapitres précédents, être attribuée au phénomène d'ancrage des parois de domaines (Colla *et al.*, 1998 ; Bolten *et al.*, 2003).



Figure 4-8 : évolution des caractéristiques C-V des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$ avec la fatigue (cyclage à \pm 3 V et 100 kHz): courbes C-V complètes (a) et grossissement sur la capacité électrique à fort champ appliqué (b).

4.2.4 Résistance à l'imprint

Des mesures de résistance à l'imprint ont aussi été effectuées, à température ambiante, sur les condensateurs IrO₂/PZT/Pt. La Figure 4-9 présente l'évolution du déplacement de la réponse électrique ($V_{c shift}$) sur l'axe des tensions en fonction du temps de mesure et de la tension continue appliquée. Dans ces tests, il est clair que plus la tension continue appliquée est importante plus la dégradation électrique associée au phénomène d'imprint est drastique. Il est cependant très difficile, sur la seule base de ces mesures, de discuter la fiabilité de mémoires à base de ce type de matériau PZT. A titre d'exemple, il est néanmoins possible d'extrapoler les résultats par ajustement de l'évolution du déplacement du cycle (après 1000 secondes), en considérant que la cinétique de ce déplacement suit une loi logarithmique. Un tel ajustement prévoie qu'à tension nulle, 30 ans sont nécessaires pour déplacer le cycle d'hystérésis de 10% de sa largeur initiale.



Figure 4-9 : évolution du déplacement ($V_{c shift}$) du cycle d'hystérésis mesuré sur des condensateurs IrO₂/PZT/Pt en fonction du temps et de la tension continue appliquée.

La Figure 4-10 présente l'évolution de la réponse électrique des condensateurs à base de PZT (cycles d'hystérésis (Figure 4-10-a) et courants de switching (Figure 4-10-b)) avant et après le test d'imprint à 5 V. Les cycles d'hystérésis dynamiques ont été mesurés à une tension de \pm 5 V et une fréquence de 100 Hz. Ces deux figures montrent un déplacement de la réponse électrique vers les tensions négatives et caractérisent ainsi l'apparition, au cours de l'imprint, d'un état de polarisation préférentiel (P_{r+}). De plus, sur la Figure 4-10-b, le déplacement des courants de switching est accompagné par une augmentation des maxima de courant et un rétrécissement de la distribution en courant. Ces observations sont en accord avec celles faites

lors de l'expérience d'imprint (à -3 V) sous faisceau de rayons X sur les condensateurs Pt/SBT/Pt (cf. paragraphe 2.1.4.2). En suivant un raisonnement identique à celui utilisé pour les condensateurs à base de SBT, il est possible d'interpréter les résultats de la Figure 4-10-b en terme d'arrangement en domaines ferroélectriques. En effet, comme cela a été mis en évidence dans la Figure 4-4, un condensateur IrO₂/PZT/Pt soumis à une tension supérieure à 2 V est à saturation. D'après Wouters *et al.* (Wouters *et al., 1997*), cet état à saturation correspond, pour les PZT présentant une texture [111], à un arrangement quasi-monodomaine. Dans cette hypothèse, l'imprint ne peut être gouverné par le phénomène de piégeage de charges au niveau des parois de domaines ferroélectriques.



Figure 4-10 : manifestations électriques liées à l'imprint (tension continue de 5 V appliquée pendant 10^4 s) des condensateurs IrO₂/PZT/Pt : cycles d'hystérésis dynamiques (a) et courants de switching (b) avant et après imprint.

Afin de confirmer cette dernière hypothèse, des caractéristiques C-V ont été mesurées après les tests d'imprint (10⁴ secondes sous tension continue). La Figure 4-11-a met en évidence le déplacement de la capacité en fonction de la tension continue appliquée et compare ces mesures à celle effectuée sur un condensateur vierge. La Figure 4-11-b montre un grossissement de la capacité à fort champ électrique appliqué. Comme on pouvait s'y attendre, aucune augmentation de cette capacité à fort champ électrique n'est manifeste. Cet argument renforce l'hypothèse selon laquelle la couche de PZT texturée dans la direction [111] présente, à saturation, peu de parois de domaines ferroélectriques et apparaît donc moins sensible au phénomène de piégeage de charge au niveau des parois de domaines.



Figure 4-11 : évolution de la caractéristique C-V des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$ avec l'imprint (après 10⁴ secondes sous tension continue) : courbes C-V complètes (a) et grossissement sur la capacité à fort champ appliqué (b).

4.2.5 Bilan des études sur condensateurs élémentaires IrO₂/PZT/Pt

Avant d'étudier plus en détail les structures de test et les mémoires FeRAM commercialisées par Fujitsu, une analyse préliminaire des condensateurs élémentaires Pt/PZT/Pt a permis d'obtenir plusieurs informations importantes :

- (i) Sur le plan microstructural, les analyses par diffraction de rayons X ont permis de mettre en évidence la forte texture du film mince de PZT selon la direction [111].
- (ii) Les caractérisations électriques (cycles d'hystérésis et mesures C-V) ont permis de rendre compte de la qualité des condensateurs. En particulier, il a été montré, que le condensateur peut être utilisé comme élément de stockage dans les mémoires dès une tension de 2 V. De plus, en terme d'uniformité, la dispersion en polarisation et en champ coercitif sur l'ensemble d'un wafer de 150 mm de diamètre a été estimée à 4%.
- (*iii*) Concernant la fiabilité du matériau ferroélectrique en couche mince, les tests de fatigue effectués à différentes tensions ont permis de prévoir une diminution de polarisation rémanente de l'ordre de 20% après 10^{12} cycles de renversement de polarisation à ± 1V et 100 kHz. D'autre part, les premiers tests de résistance à l'imprint montrent une dégradation modérée de la réponse électrique des condensateurs à base de PZT.
- (iv) Des mesures C-V ont permis de distinguer les mécanismes physiques à l'origine de l'imprint et de la fatigue. Il a été proposé, en accord avec la littérature, que la fatigue des condensateurs IrO₂/PZT/Pt est principalement

gouvernée par le piégeage de charges aux parois de domaines ferroélectriques (Dimos *et al.*, 1996). En revanche, ce phénomène peut être négligé en imprint sous tension continue, le matériau ferroélectrique (à saturation) pouvant être considéré dans un état monodomaine. Ainsi, l'imprint des condensateurs IrO₂/PZT/Pt semble plutôt gouverné par le piégeage de charges au niveau des interfaces entre le matériau ferroélectrique et les électrodes (Al-Shareef *et al.*, 1996*a*).

4.3 Condensateurs intégrés : comparaison entre un condensateur unique et un réseau de condensateurs

Après avoir analysé des condensateurs élémentaires, des condensateurs ferroélectriques intégrés dans l'architecture silicium submicronique ont été étudiés. Plus particulièrement, deux types de structures de test ont été comparés : l'un ne comportant qu'un condensateur unique de 2500 μ m², l'autre constitué d'un réseau de 1656 condensateurs de 1,5 μ m² chacun (soit 2484 μ m² au total). Comme dans la partie précédente, des caractérisations électriques standards par mesures dynamique, statique et C-V ont été effectuées pour estimer la qualité des structures de test. De plus, leur endurance et leur résistance à l'imprint ont été évaluées et une première étude de l'influence de la température sur le comportement électrique d'un condensateur unique intégré a été effectuée.

4.3.1 Comportement électrique et uniformité sur le wafer

La Figure 4-12 compare les caractéristiques électriques des deux structures de test : la Figure 4-12-a présente les cycles d'hystérésis dynamiques mesurés à \pm 3,3 V (tension d'utilisation du composant) et 100 Hz ainsi que les polarisation réversibles extraites des caractéristiques C-V présentées dans la Figure 4-12-c et mesurées de -3,3 à +3,3 V (par pas de 0,1 V) avec une tension alternative de fréquence 10 kHz et d'amplitude 15 mV. La Figure 4-12-b présente les courants de switching correspondant aux cycles d'hystérésis dynamiques. Sur la base de ces résultats, plusieurs remarques peuvent être formulées :

(*i*) La Figure 4-12-a montre que les polarisations rémanentes et à saturation ainsi que la polarisation réversible des réseaux de condensateurs sont plus importantes que celles d'un condensateur unique. Cette augmentation globale de polarisation est accompagnée d'une augmentation de $|E_c|$ visible sur les trois figures.

- (ii) De plus, la Figure 4-12-b met en évidence une distribution particulière des courants de switching des réseaux de condensateurs. En effet, celle-ci montre, sur le coté du pic maximum, un épaulement traduisant la formation d'un second pic de courant. Ce comportement particulier est aussi visible sur la caractéristique C-V. Ces arguments semblent être en faveur de l'existence de deux populations de domaines dans le matériau. D'après le travail de Bar-Chaim *et al.* (Bar-Chaim *et al.*, 1974), il semble possible d'attribuer les épaulements dans la caractéristique C-V à la présence, dans les PZT de symétrie quadratique, de domaines à 180° et 90°.
- (iii) Enfin, comme dans le cas des condensateurs élémentaires (paragraphe 4.2.2), la réponse électrique des structures de test est légèrement déplacée sur l'axe des tensions. Encore une fois, la dissymétrie dans la nature des électrodes peut être à l'origine de cet imprint initial.



Figure 4-12 : comparaison des réponses électriques d'un condensateur unique intégré (2500 μ m²) et d'un réseau de condensateurs (surface totale : 2484 μ m²) : a) cycles d'hystérésis dynamiques et polarisations réversibles ; b) courants de switching ; c) caractéristiques C-V.

Les remarques précédentes mettent en avant des différences sensibles de comportement électrique entre les deux structures de test. Pour confirmer ces premiers résultats, la Figure 4-13 présente l'évolution, en fonction de la tension appliquée, des polarisations rémanentes (Figure 4-13-a) et champs coercitifs (Figure 4-13-b) associés aux deux structures de test. Ces valeurs sont extraites de cycles dynamiques mesurés à une fréquence de 100 Hz. En relation avec les résultats précédents, la valeur des polarisations rémanentes et des champs coercitifs est plus importante pour les réseaux de condensateurs. Néanmoins, les mesures montrent que ceci n'est vrai qu'à partir d'une tension appliquée de 2 V. Ceci laisse à penser, qu'en terme d'application mémoire, il est nécessaire de dépasser 2 V pour atteindre un état de polarisation stable permettant de distinguer les deux états de polarisation rémanente. Cette dernière remarque est en accord avec les résultats de l'étude des condensateurs élémentaires (cf. section 4.2.2) et avec la feuille de route de Fujitsu (Tableau 4-1). En effet, la technologie FeRAM 0,35 μm fonctionnant à une tension de 3,3 V, ces mesures permettent d'en attester le bon fonctionnement.



Figure 4-13 : évolution, en fonction de la tension appliquée, de la réponse électrique (extraite du cycle hystérésis dynamique) des structures de test (condensateur unique et réseau de condensateurs) : a) évolution des polarisations rémanentes ; b) évolution des champs coercitifs.

Enfin, pour terminer la comparaison entre les deux structures de test, la Figure 4-14 présente la distribution, sur le wafer, des polarisations rémanentes moyennes ($P_r = (|P_{r+}|+|P_{r-}|)/2$) et des champs coercitifs moyens ($E_c = (|E_{c+}|+|E_{c-}|)/2$). Les résultats ont été extraits des cycles d'hystérésis dynamiques mesurés à une fréquence de 100 Hz et une amplitude de ± 5 V. Ces expériences mettent en évidence une dispersion de polarisation et de champ coercitifs inférieure à 10% sur l'ensemble de la plaquette et ce quelle que soit la structure de test étudiée. Ce résultat corrobore les mesures effectuées sur les condensateurs élémentaires (paragraphe 4.2.2) et met, une fois encore, en évidence la maîtrise des procédés de fabrication utilisés dans la technologie FeRAM 0,35 µm.



Figure 4-14 : distribution, sur le wafer, des polarisations rémanentes et des champs coercitifs des condensateurs uniques et des réseaux de condensateurs : a) P_r des condensateurs uniques ; b) E_c des condensateurs uniques ; c) P_r des réseaux de condensateurs ; d) E_c des réseaux de condensateurs . La taille des bulles est proportionnelle à la valeur du paramètre étudié.

L'ensemble des mesures effectuées sur les structures de test met en évidence une différence sensible du comportement électrique des réseaux de condensateurs et ceci à surface totale équivalente. Selon la littérature, une origine possible à cette différence concerne l'impact de l'étape de gravure sur les propriétés électrique du matériau ferroélectrique (Lee *et al.*, 1996 ; Lee, 1999). En effet, le rapport périmètre/surface étant 40 fois plus important dans les réseaux de condensateurs, une détérioration même localisée de la couche de PZT aura d'autant plus d'impact sur les propriétés électriques des réseaux.

Pour achever l'analyse électrique des structures de test associées à la technologie Fujitsu 0,35 μ m, une étude préliminaire de l'impact de la température sur les caractéristiques électriques des condensateurs uniques intégrés a été menée (Figure 4-15). La Figure 4-15-a compare les cycles d'hystérésis dynamiques (± 3,3 V et 1 kHz) mesurés à 26 °C et 128 °C. La Figure 4-15-b présente l'évolution des polarisations rémanentes relaxées et des champs coercitifs en

fonction de la température. Enfin, la Figure 4-15-c montre l'évolution, en température, du champ coercitif moyen (Ec = $|E_{c+}| + |E_{c-}|)/2$) en fonction de la polarisation rémanente relaxée moyenne ($P_{r rel} = (|P_{r rel+}| + |P_{r rel-}|)/2$). Il faut noter que l'ensemble de ces mesures a été effectué sur le même condensateur en augmentant progressivement la température. Ces expériences donnent lieu à plusieurs constatations :

(i) Comme cela a souvent été évoqué dans la littérature, la température a un impact important sur les propriétés électriques des condensateurs à base de PZT (Warren *et al.*, 1996, Glazer & Mabud, 1978). En particulier, les figures 4-15-a et 4-15-b mettent en évidence une diminution drastique de polarisation avec la température. Dans la littérature, l'origine physique de cette diminution est attribuée (pour les matériaux PZT) à une diminution des déplacements cationiques avec la température (Warren *et al.*, 1996b, Glazer & Mabud, 1978 ; Muller *et al.*, 1999 ; Muller *et al.*, 2000).



Figure 4-15 : évolution des propriétés électriques des condensateurs $IrO_2/PZT/Pt$ intégrés en fonction de la température : a) évolution du cycle d'hystérésis ; b) évolution des polarisations rémanentes relaxées positive et négative ; c) relation entre la polarisation rémanente relaxée moyenne ($P_{r rel} = (|P_{r rel+}| + |P_{r rel-}|)/2$) et le champ coercitif moyen ($E_c = |E_{c+}| + |E_{c-}|)/2$).

(ii) De plus, la Figure 4-15-b montre que les polarisations rémanentes relaxées et les champs coercitifs varient linéairement avec la température (en suivant des

cinétiques très proches). Ceci est corroboré par la relation de proportionnalité entre la polarisation rémanente relaxée moyenne et le champ coercitif moyen (Figure 4-15-c). Dès lors, le champ coercitif peut être défini comme $E_c = \alpha P_{r rel} + \beta$ où $\alpha = 2,77$ kV.cm/ μ C. Une telle relation permet d'estimer grossièrement la gamme de température pour laquelle une mémoire FeRAM peut être utilisée (écriture et lecture fiable de la donnée inscrite).

(iii) Toutes ces variations ne semblent être accompagnées d'aucun changement de pente du cycle d'hystérésis à fort champ électrique appliqué (pas de variation significative de la constante diélectrique dans la gamme de température étudiée).

4.3.2 Résistance à la fatigue

La Figure 4-16 présente l'évolution des polarisations de switching (P_{sw}) et de non switching (P_{nsw}) des deux structures de test en fonction du nombre de cycles de renversement de polarisation. Ces tests ont été effectués à ± 0,8 V (tension légèrement inférieure au champ coercitif) (Figure 4-16-a) et à ± 3,3 V (tension d'utilisation de la mémoire) (Figure 4-16-b) à une fréquence de 1 MHz. La détermination des polarisations a été effectuée à partir de cycles d'hystérésis dynamiques mesurés à une fréquence de 100 Hz et une tension de ± 3,3 V. Ces mesures permettent de discuter différents points :

- (i) Comme dans le cas des condensateurs élémentaires (cf. Figure 4-6), il n'y a pas de régime de "wake-up" des domaines ferroélectriques. En effet, quelle que soit l'amplitude de la tension de cyclage, aucune augmentation de polarisation n'est visible lors des premiers cycles. Ceci atteste, une fois encore, de la maîtrise des procédés d'élaboration.
- (ii) Comme on pouvait s'y attendre, une tension de cyclage inférieure à la tension coercitive n'entraîne pas ou peu de dégradation des propriétés électriques des condensateurs IrO₂/PZT/Pt (jusqu'à 10¹¹ cycles) et ce quelle que soit la taille du condensateur unité (Figure 4-16-a).
- (*iii*) En revanche, le cyclage à \pm 3,3 V entraîne une diminution nette de la polarisation. De plus, la Figure 4-16-b montre que cette dégradation est plus importante sur les réseaux de condensateurs que sur les condensateurs uniques. Ainsi, après 5 × 10¹⁰ cycles, la dégradation de P_{sw} est de l'ordre de 10% pour les structures de test ne comportant qu'un seul condensateur et de

20% pour les réseaux de condensateurs. Comme dans le paragraphe 4.3.1, la gravure de la couche de PZT peut être à l'origine de ce phénomène.



Figure 4-16 : comparaison des évolutions en fatigue des polarisations (P_{sw} et P_{nsw}) des structures de test comportant un condensateur unique et un réseau de condensateurs : a) cyclage à ± 0,8 V et 1 MHz ; b) cyclage à ± 3,3 V et 1 MHz.

Pour compléter ces premières mesures, un test de fatigue à \pm 3 V et 100 kHz a été effectué jusqu'à 3 × 10¹⁰ cycles, sur les structures de test ne comportant qu'un condensateur unique (2500 µm²). La Figure 4-17 compare les cycles d'hystérésis statiques (Figure 4-17-a) et les caractéristiques C-V (Figure 4-17-b et 4-17-c) avant et après cyclage. Les cycles d'hystérésis statiques ont été mesurés de - 5 V à + 5 V par paliers de 0,2 V (1 seconde de relaxation). Les mesures C-V ont été effectuées de - 5 V à + 5 V par paliers de 0,1 V (1 seconde de relaxation) à l'aide d'une tension alternative de \pm 5 mV et 100 kHz. Ces mesures permettent de confirmer les manifestations de fatigue identifiées précédemment sur les condensateurs élémentaires non intégrés :

- (*i*) Les figures 4-17-a et 4-17-b montrent que la perte de polarisation associée à la fatigue s'accompagne d'un léger déplacement du cycle d'hystérésis le long de l'axe des tensions (0,04 V après 3×10^{10} cycles).
- *(ii)* L'extraction, à partir des courbes C-V, de la polarisation réversible montre que celle-ci n'est pas affectée par le cyclage.
- (*iii*) Enfin, la Figure 4-17-c montre une légère augmentation de la capacité à fort champ électrique après 3×10^{10} cycles de renversement de polarisation. Ce résultat corrobore les mesures effectuées sur les condensateurs élémentaires (paragraphe 4.2.3) et indique, une fois encore, que le phénomène d'ancrage des parois de domaines ferroélectriques est prépondérant dans la fatigue des condensateurs IrO₂/PZT/Pt.



Figure 4-17 : influence du cyclage sur les propriétés électriques des structures de test ne comportant qu'un unique condensateur (2500 μ m²) : a) hystérésis dynamique et polarisation réversible ; b) caractéristique C-V et c) zoom sur la réponse C-V à fort champ électrique.

Enfín, l'évolution des propriétés électriques en réponse au cyclage (± 3,3 V, 10 MHz) des structures de test ne comportant qu'un condensateur a aussi été étudiée à une température de 125°C. Les résultats, présentés sur la Figure 4-18, montrent une influence importante de la température sur l'endurance des condensateurs IrO₂/PZT/Pt. La Figure 4-18-a présente les évolutions de P_{r+} , P_{r-} et V_{cshift} en fonction du nombre de cycles de renversement de polarisation. Cette expérience montre une accélération de la cinétique de dégradation des propriétés de switching avec la température. En effet, à 125°C, seulement 10⁷ cycles de renversement de polarisation sont nécessaires pour diminuer $P_r = (|P_{r+}| + |P_{r-}|)/2$ de 10 %. Cette dégradation se manifeste aussi par un déplacement du cycle d'hystérésis sur l'axe des tensions (phénomène d'imprint). D'autre part, la Figure 4-18-b compare les cycles d'hystérésis (mesurés à 125°C) avant et après fatigue à 125°C. On constate que la diminution de polarisation et le déplacement du cycle ne s'accompagnent pas de changement de pente du cycle d'hystérésis à fort champ électrique. Ce dernier point est totalement en accord avec les mesures en température effectuées dans le paragraphe précédent (4.3.1).



Figure 4-18 : endurance, à 125°C, des structures de test comportant un condensateur unique : a) évolutions de P_{r+} , P_{r-} et V_{cshift} en fonction du nombre de cycles ; b) comparaison des cycles d'hystérésis avant et après fatigue (cycles mesurés à 125°C).

4.3.3 Résistance à l'imprint

Pour terminer l'analyse de la fiabilité des structures de test, des tests d'imprint ont été réalisés. La Figure 4-19 présente le déplacement ($V_{c shift}$) du cycle d'hystérésis dynamique (mesuré à ± 3,3 V et 100 Hz) en réponse à des tensions continues de 0,8 V et 3,3 V. La Figure 4-19 met encore une fois en évidence l'impact de la tension sur le déplacement du cycle d'hystérésis. Le point le plus intéressant à relever est que la cinétique de dégradation des propriétés électriques associée à l'imprint ne semble pas être dépendante l'architecture des structures de test. En effet, pour une tension continue de 3,3 V, les deux structures de test semblent suivre le même processus de dégradation. Ainsi, à température ambiante, la dégradation de polarisation après 5 × 10⁴ s est de l'ordre de 15%.



Figure 4-19 : évolution du déplacement ($V_{c \ shift}$) du cycle d'hystérésis des structures de test comportant un unique condensateur (en bleu) ou un réseau de condensateurs (en rouge) en fonction du temps et de la tension continue appliquée.

4.3.4 Bilan sur l'analyse des structures de test et comparaison avec la technologie d'un autre fabricant

Le bilan des études sur les structures de test comportant soit un condensateur unique soit un réseau de condensateurs peut être discuté en plusieurs points :

- (i) Dans un premier temps, la comparaison quasi-systématique des deux structures de test a permis de mettre en évidence certaines différences de comportement électrique. Ainsi, la polarisation rémanente et le champ coercitif sont systématiquement plus importants dans le cas des réseaux. Ces différences de comportement se manifestent aussi en réponse au cyclage électrique (fatigue), la cinétique de dégradation étant plus rapide dans les réseaux de condensateur. L'origine proposée pour expliquer le comportement original des réseaux concerne l'impact de la gravure. En effet, celle-ci peut provoquer localement une modification de la composition chimique et/ou des contraintes internes dans le matériau et ainsi modifier son comportement électrique. Il faut toutefois noter que ces différences de comportement semblent être nettement moins significatives en réponse à une tension continue, les cinétiques d'imprint des condensateurs uniques et des réseaux étant très similaires.
- *(ii)* Les différences de comportement électrique n'affectent en rien l'uniformité électrique sur l'ensemble du wafer. En effet, la dispersion en polarisation et

en champ coercitif reste inférieure à 10% quelle que soit la structure étudiée. Ceci corrobore les mesures effectuées sur les wafers ne comportant que des condensateurs élémentaires (cf. partie 4.2.2).

- (iii) L'impact de la température sur les propriétés électriques des condensateurs intégrés a été mis en évidence. En effet, il a été montré que les polarisations rémanentes et champs coercitifs varient linéairement avec la température. Cette caractéristique a permis d'établir, en fonction de la température, une corrélation entre le champ coercitif et la polarisation rémanente. D'autre part, la température apparaît comme un facteur accélérateur du phénomène de fatigue.
- (iv) Enfin, l'étude de la fatigue par la méthode C-V a montré les mêmes tendances que celles identifiées sur les condensateurs élémentaires. Ainsi, le phénomène d'ancrage des parois de domaines a pu être identifié comme une origine probable de la diminution de polarisation des condensateurs IrO₂/PZT/Pt.

Pour terminer la qualification de la technologie Fujitsu 0,35 μ m, les caractéristiques électriques des structures de test comportant des réseaux de condensateurs ont été comparées à celles d'une technologie concurrente (appelée B). Pour des raisons de confidentialité, il n'est pas possible de divulguer toutes les caractéristiques mesurées mais le Tableau 4-3 présente quelques résultats succincts permettant une première comparaison entre les deux technologies :

- (i) Si l'on considère les réseaux de condensateurs dans leur état initial, la réponse électrique des structures de test de Fujitsu est globalement meilleure que celle de son concurrent. La polarisation rémanente est nettement supérieure et le champ coercitif mieux défini. En effet, les premiers tests sur l'influence de la tension sur la caractéristique P(E) du produit B, ne permettent pas de définir précisément un champ coercitif.
- (*ii*) La comparaison des caractéristiques électriques après fatigue est beaucoup plus délicate. En effet, dans le cas de la technologie développée par Fujitsu (cf. paragraphe 4.3.2), la diminution de polarisation après 10^{10} cycles de renversement de polarisation (à ± 3,3 V) est de 13,8% et ne s'accompagne que d'une très légère évolution du champ coercitif. En terme d'application mémoire, ce comportement en fatigue peut être qualifié de "classique". En

revanche, le comportement électrique du produit B en réponse au cyclage est beaucoup plus surprenant. En effet, on assiste, après 10^{10} cycles de renversement de polarisation ($\dot{a} \pm 3,3$ V), \dot{a} une augmentation de polarisation de l'ordre de 42% (par rapport à l'état initial) accompagnée d'une augmentation du champ coercitif de l'ordre de 20%. Il semble donc que dans ce cas précis le cyclage produise un effet bénéfique, une sorte de "rajeunissement". Des études par microscopie électronique à transmission ont permis de fournir une première interprétation possible à ce phénomène. En effet, pour le produit B la rugosité d'interface importante entre le matériau ferroélectrique et l'électrode supérieure laisse à penser que cette augmentation initiale de polarisation puisse être attribuée au phénomène de "wake-up" des domaines ferroélectriques. Une autre interprétation possible est que, pour le produit B, la réponse électrique mesurée initialement corresponde à une réponse dégradée par l'effet du temps. Ceci implique que les réseaux de condensateurs du produit B vieillissent plus rapidement que les produits Fujitsu.

		Produit Fujitsu	Produit B
Caractéristiques réseaux		1 μm × 1,5 μm × 1656 condensateurs	6000 condensateurs carrés
Etat initial	P _r à 3 V	18,08 μ C/cm ²	$10,87 \ \mu C/cm^2$
Liai mitiai	V _c à 3 V	0,95 V	0,845 V
Après 10 ¹⁰ cycles à	P _r à 3,3 V	$15,6 \mu C/cm^2$	$15,43 \ \mu C/cm^2$
\pm 3,3 V et 1 MHz	V _c à 3,3 V	0,93 V	1,01 V

Tableau 4-3 : comparaison, avant et après fatigue, des caractéristiques électriques des réseaux de condensateurs des technologies Fujitsu 0,35 µm et B.

4.4 Etude microstructurale de composants

Après avoir caractérisé le comportement électrique de condensateurs élémentaires et de structures de test, une étude microstructurale a été menée sur un composant FeRAM de Fujitsu. La Figure 4-20 présente deux micrographies de la technologie étudiée (cf. paragraphe 4.1). La première (Figure 4-20-a), obtenue par microscopie optique, représente une puce sur laquelle on peut distinguer, le bloc mémoire FeRAM (d'une capacité de 1,5 kOctets) et les plots permettant la prise de contacts électriques. La Figure 4-20-b représente une section transverse, obtenue par microscopie électronique à transmission, d'un point mémoire (source

Fujitsu). Sur cette cross section, on distingue les condensateurs ferroélectriques et les transistors associés à cette technologie 2T/2C, les trois niveaux de métal et les plots de tungstène assurant le contact électrique entre ces niveaux. De plus, la Figure 4-20-b montre que le plot de tungstène assurant le contact électrique entre le transistor et le condensateur est placé sur le coté du condensateur et non pas en dessous de celui-ci. Il s'agit donc d'une architecture dite planaire (par opposition à la structure empilée).



Figure 4-20 : composant FeRAM Fujitsu : a) photographie d'une puce (obtenue par microscopie optique) ; b) section transverse d'un point mémoire obtenue par microcopie électronique à transmission (source Fujitsu).

Les blocs mémoires présentés sur la Figure 4-20 ont été étudiés sur la ligne ID18F à l'ESRF à la fois par microfluorescence X et par microdiffraction X. La méthodologie employée pour ces expériences était identique à celle utilisée pour l'analyse des réseaux de condensateurs Pt/SBT/Pt à 2 et 3 dimensions (cf. paragraphe 3.2.1). La taille du faisceau de rayons X incident (d'énergie 28 keV) était de 1,8 µm de large pour environ 20 µm de long. La Figure 4-21 illustre les différentes directions d'analyse au sein des blocs mémoires FeRAM. L'image obtenue par microscopie optique représente un agrandissement d'une partie du bloc mémoire sur laquelle on distingue clairement les zones mémoires (en jaune) ainsi que les zones d'adressage (en noir). Pour caractériser ces différentes zones, des mesures de microfluorescence X ont été effectuées horizontalement (coupe A-A') et verticalement (coupe B-B') dans le bloc mémoire. Par ailleurs, des mesures de microdiffraction de rayons X ont été également effectuées le long de la coupe B-B'.



Figure 4-21 : méthodologie d'étude d'un bloc mémoire sur la ligne microfaisceau ID18F à l'ESRF.

4.4.1 Etude par microfluorescence X de la coupe A-A'

La Figure 4-22 présente les profils de concentration des éléments Pb, Zr, Ti, W et Pt, obtenus par microfluorescence X le long de la coupe A-A'. Ces expériences ont été menées sur une distance de 400 μ m avec un pas de 0,5 μ m, le temps d'acquisition des spectres de fluorescence étant de 10 secondes par pas.

- (i) Sur cette figure, l'alternance entre les zones mémoires (contenant Pb, Zr et Ti) et les zones d'adressage (contenant principalement du tungstène) est très claire. De plus, les zones mémoires semblent être scindées en deux parties identiques d'environ 30 µm de large. La séparation entre ces deux portions est caractérisée par une diminution brutale des éléments constitutifs de l'empilement au centre de la barrette mémoire. Cette séparation est aussi visible sur la Figure 4-21 et matérialisée par une trait vertical plus sombre.
- (ii) Outre la présence des éléments Pb, Zr et Ti, les zones mémoires présentent aussi une importante proportion de platine (constituant l'électrode inférieure des condensateurs IrO₂/PZT/Pt) et une proportion moyenne de tungstène (plots assurant le contact électrique).
- (iii) Enfin, il semble que les zones d'adressage présentent aussi une proportion importante de titane. Celle-ci peut être attribuée à l'utilisation de TiN en tant que couche d'adhésion pour les plugs de tungstène. La présence de titane

n'étant donc pas toujours associée à celle de plomb et de zirconium, il ne peut être pris comme identifiant de la présence de PZT.



Figure 4-22 : profils de concentration obtenus par microfluorescence X le long de la coupe A-A'. Le pas utilisé pour ces expériences était de $0,5 \mu m$.

Sur la base de ces résultats, des modélisations ont été développées pour caractériser l'architecture utilisée dans cette technologie. Comme dans le cas des réseaux de condensateurs à base de SBT (section 3.2), la modélisation est obtenue par convolution du faisceau de rayons X (supposé gaussien avec une largeur à mi-hauteur de 1,8 μ m) avec un motif caractéristique de l'architecture. Par cette méthode l'évolution de la composition en zirconium au sein des blocs mémoires (selon la coupe A-A') a pu être modélisée (Figure 4-23). Il ressort de ces modélisations que le motif de base constituant les blocs FeRAM est une fonction périodique en "créneaux doubles" dont les dimensions sont présentées sur la Figure 4-23. Il faut aussi noter que la périodicité (de l'ordre de 100 μ m) mise en évidence par la modélisation n'est pas relative à celle des condensateurs unitaires de surface de 1,5 μ m². La périodicité sur les condensateurs individuels est probablement à l'origine des oscillations bruitées de la concentration en Zr au sommet des créneaux. Enfin, la modélisation montre que la gravure de 2 μ m au centre des créneaux n'est probablement pas complète.



Figure 4-23 : modélisation du profil de concentration en zirconium au sein du bloc mémoire FeRAM.

A première vue, il est difficile, sur la base de ces résultats expérimentaux, de distinguer une quelconque périodicité relative aux condensateurs individuels dans la zone mémoire. Néanmoins, la Figure 4-22 montre de grandes variations de la concentration en tungstène au sein de la zone mémoire. Celles-ci ont été étudiées en réduisant le pas d'acquisition à $0,2 \mu m$ afin d'obtenir une meilleure résolution. La Figure 4-24 présente les résultats de cette étude et montre, au sein des blocs mémoires, des oscillations régulières de la concentration de tungstène ajustées à l'aide d'une fonction cosinus de période 1,6 μm (Figure 4-24). Cette périodicité, même si elle n'est pas directement relative à celle des réseaux de condensateurs permet tout de même d'estimer l'ordre de grandeur des distances entre les points mémoires selon la coupe A-A'.



Figure 4-24 : profil de concentration en tungstène, obtenu par microfluorescence X, au sein d'une zone mémoire et ajustement à l'aide d'une fonction cosinus. Le pas utilisé pour ces expériences était de $0,2 \mu m$.

4.4.2 Etude couplée par microfluorescence X et microdiffraction X de la coupe B-B'

La Figure 4-25 présente les profils de concentration des éléments Pb, Zr, Ti, W et Pt, obtenus par microfluorescence X selon la coupe B-B'. Ces expériences ont été menées sur une distance de 40 μ m par pas de 0,2 μ m avec un temps d'acquisition de 10 secondes par pas. Plusieurs résultats peuvent être extraits de ces expériences :

- (i) Comme dans l'étude de la coupe A-A' (Figure 4-22), les variations en Pb, Zr et Pt sont corrélées ce qui atteste, encore une fois, que le PZT est déposé sur Pt. Par ailleurs, ces variations régulières sont modulées sous la forme d'une succession de deux "bosses" et d'un "creux". La modélisation (par la méthode de convolution) de ces variations (Figure 4-26) a permis de proposer un profil avec une marche d'environ 1,4 µm de large. Il est donc possible d'attribuer, sans aucune ambiguïté, chacune de ces oscillations à la présence d'un condensateur individuel et ainsi de retrouver la structure 2T/2C des points mémoires (Figure 4-20-b). Dans cette géométrie, deux condensateurs successifs sont distants d'environ 1 µm.
- (ii) La concentration en tungstène évolue de manière différente de celles des éléments Pb, Zr et Pt. Elle est plus importante en dehors des zones où se trouvent les condensateurs à base de PZT. Ce résultat est en accord avec la Figure 4-20-b qui montre que les plots de tungstène sont intercalés entre les blocs de 2 condensateurs.
- (iii) Enfin, ces résultats montrent de légères variations de composition en titane.
 D'une part, la concentration de titane suit les variations des éléments Pb et Zr dans les zones comportant des condensateurs. Ceci n'est pas surprenant puisque le titane est à la fois présent dans PZT mais aussi dans l'empilement constituant l'électrode inférieure (barrière de diffusion) (cf. partie 4.2.1).
 D'autre part, en dehors des zones comportant des condensateurs, la concentration de Ti semble être associée à celle en W. Ce résultat, totalement en accord avec la partie précédente, laisse à penser que le titane est également utilisé dans les lignes de connexion (sous forme de TiN par exemple).



Figure 4-25 : profils de concentrations obtenus par microfluorescence X selon la coupe B-B'. Le pas utilisé pour ces expériences était de $0,2 \mu m$.



Figure 4-26 : profil (en vert) représentant l'architecture du point mémoire déduit de la modélisation des variations de concentration en zirconium (selon la coupe B-B').

Parallèlement à la microfluorescence X, des diagrammes de microdiffraction de rayons X ont été enregistrés avec un pas de 0,2 μ m sur une distance de 70 μ m le long de la coupe B-B' (Figure 4-21). Le protocole d'acquisition et de traitement des données est identique à celui présenté dans la section 3.3.1. La Figure 4-27-a présente deux diagrammes de microdiffraction obtenus pour deux positions distinctes du microfaisceau de rayons X. Ces deux diagrammes présentent les raies de diffraction caractéristiques du PZT et du tungstène. A partir de l'intégration des profils de diffraction, l'évolution des contributions du PZT et du tungstène ont été extraites le long de la coupe B-B' (Figure 4-27-b).



Figure 4-27 : résultats de microdiffraction de rayons X obtenus sur la ligne ID18F : a) diagrammes de diffraction correspondant à deux positions distinctes du microfaisceau sur la coupe B-B' (Figure 4-21) ; b) évolution des intensités intégrées (en échelle logarithmique) des réflexions (101)/(110) du PZT et (110) du tungstène selon la coupe B-B'.

Les résultats de microdiffraction présentés sur la Figure 4-27-b peuvent être discutés en plusieurs points :

- (i) La périodicité sur le tungstène et le PZT est rompue entre 32 et 45 μm. Ce changement a lieu au cœur de la zone mémoire et peut être associé à une "transition" entre deux parties de la mémoire. Celle-ci est clairement visible sur la micrographie optique (Figure 4-21) et matérialisée par une bande épaisse de couleur jaune au centre de la coupe B-B'.
- (ii) De part et d'autre de cette zone de transition l'évolution microstructurale du PZT est périodique. De plus, cette périodicité est conforme aux résultats obtenus par microfluorescence X (Figure 4-26). En effet, la modélisation des intensités intégrées (Figure 4-28-a) a conduit à proposer un profil, décrivant l'architecture du point mémoire, très semblable à celui déterminé par microfluorescence X.
- (iii) En revanche, la périodicité sur le tungstène obtenue par microdiffraction n'est pas en accord avec celle obtenue par microfluorescence. Ce résultat, surprenant de prime abord, met en évidence l'intérêt de coupler les expériences de microdiffraction et de microfluorescence. En effet, les expériences de microfluorescence X prennent en compte le tungstène présent à la fois sous sa forme pure ou dans des alliages (WSi ou WTi par exemple). En revanche, les résultats de microdiffraction présentés sur la Figure 4-27 sont associés uniquement au tungstène pur (cristallisé) tel qu'il est employé dans les "plugs" assurant le contact électrique. Il est donc possible, à partir des expériences de microdiffraction X d'isoler et de modéliser la

contribution des "plugs" de tungstène (Figure 4-28-b). Le profil ainsi obtenu est une succession de 3 créneaux (de 0,2 μ m) espacés de 1 μ m et dont le créneau central possède une hauteur double des deux autres.



Figure 4-28 : ajustement des résultats de microdiffraction X à partir de la convolution d'une gaussienne (représentant le faisceau de rayons X) et d'un profil modélisant l'architecture du point mémoire : a) évolution sur le PZT ; b) évolution sur le tungstène.

Pour conclure l'étude microstructurale des puces Fujitsu, la Figure 4-29 compare la section transverse d'un point mémoire (obtenue par microscopie électronique à transmission) aux profils de PZT et W déterminés par ajustement des résultats de microdiffraction X. Cette Figure permet de valider l'approche utilisée pour traiter et interpréter les résultats de microdiffraction. La Figure 4-29 permet aussi de justifier l'attribution des raies de microdiffraction du tungstène à la seule présence des "plugs". Il y a non seulement accord au niveau de la périodicité mais aussi au niveau de l'intensité des profils. En effet, la Figure 4-28-b a montré que le créneau central est deux fois plus intense que les deux créneaux "satellites". Ceci est totalement en accord avec la cross section MET qui montre, entre les condensateurs une alternance de trois via de tungstène (liés au métal 1) dont le via central est situé à l'aplomb d'un second via (assurant le contact avec le métal 2).



Figure 4-29 : comparaison entre le point mémoire (cross section MET de Fujitsu) et les profils modélisés à partir des résultats de microdiffraction obtenus sur la ligne ID18F selon la coupe B-B' (Figure 4-21).

4.4.3 Bilan des caractérisations microstructurales de composants

L'ensemble de cette partie a été consacré à la caractérisation, à l'aide de techniques synchrotron, de points mémoires intégrés dans l'architecture silicium submicronique. Plus particulièrement, la zone mémoire FeRAM des composants Fujitsu a été étudiée en détail par microfluorescence X et microdiffraction X sur la ligne ID18F à l'ESRF. Des profils de fluorescence et diffraction en mode microfaisceau ont ainsi été obtenus parallèlement et perpendiculairement aux barrettes mémoires. Ils ont ensuite été modélisés pour identifier la géométrie des points mémoires. Plusieurs conclusions ressortent de cette étude :

- (i) La coupe horizontale (A-A'), analysée uniquement par microfluorescence, a permis de décomposer chaque barrette de mémoire FeRAM en deux parties équivalentes d'une trentaine de microns de large. De plus, au sein de chacune de ces parties, une modélisation des évolutions de composition a permis d'identifier une périodicité sur le tungstène de l'ordre de 1,6 μm. Malgré cette indication, les premières mesures n'ont pas permis d'isoler une réelle périodicité sur les condensateurs à base de PZT.
- (ii) La coupe verticale (B-B') a été analysée par microfluorescence et microdiffraction X. Ces expériences ont permis d'isoler la contribution liée aux condensateurs ferroélectriques de celle liée aux plots de tungstène. Ceci

a permis de vérifier, sans aucune ambiguïté, l'architecture 2T/2C des points mémoires. D'autre part, la modélisation des résultats expérimentaux s'est avérée très utile pour caractériser la périodicité au sein des points mémoires. Il a ainsi été possible de confronter directement les profils modélisés à une cross section MET caractérisant le point mémoire.

Pour conclure, ces expériences ont clairement mis en évidence l'apport des techniques synchrotron utilisant un microfaisceau de rayons X pour l'analyse chimique et microstructurale d'objets technologiques avancés (cf. Figure 4-29). Ces techniques sont très utiles en terme de "reverse engineering" car elles permettent une caractérisation fine et non destructive de composants.

4.5 Bilan sur la technologie Fujitsu 0,35 μm

Ce chapitre a été axé sur la qualification de la technologie FeRAM de Fujitsu. Dans une démarche allant du condensateur élémentaire vers le composant (2T/2C, 0,35 μ m) des études ont été menées par l'association de caractérisations électriques et microstructurales. Quelques résultats majeurs ressortent de cette étude :

- (*i*) L'ensemble des caractérisations électriques a mis en évidence la qualité de la réponse électrique des condensateurs IrO₂/PZT/Pt (intégrés ou non) élaborés par Fujitsu. En effet, outre la forte valeur de la polarisation rémanente (2 $P_r \sim 40 \ \mu\text{C/cm}^2$ en moyenne), les faibles tensions d'accès (autour de 2 V) et la reproductibilité de la réponse électrique des structures de test (dispersion inférieure à 10%) ont montré un bon accord global avec les spécifications couramment employés en microélectronique. Il en va de même de la fiabilité des condensateurs qui ont montré une endurance en accord avec la roadmap de Fujitsu (10¹⁰ cycles de renversement de polarisation pour la technologie 0,35 μ m). De plus, la comparaison de la réponse électrique des réseaux de condensateurs Fujitsu avec une autre technologie FeRAM confirme la qualité des produits de l'entreprise japonaise.
- (ii) Sur un plan plus fondamental, des études sur les origines physiques de la fatigue et de l'imprint ont été menées en associant des mesures de cycles d'hystérésis dynamiques et des caractéristiques C-V. Celles-ci ont permis de

distinguer, au moins en partie, les mécanismes propres à chaque mode de défaillance. Ainsi, en accord avec la littérature, il a pu être proposé que la fatigue est plutôt gouvernée par un mécanisme d'ancrage des parois de domaines dans l'épaisseur du matériau ferroélectrique alors que l'imprint semble plutôt régi par un mécanisme de piégeage de charges au niveau des interfaces. D'autre part, l'impact de la température sur les propriétés électriques de condensateurs a aussi été étudié. Il en ressort que la température modifie de manière importante les propriétés de switching des condensateurs IrO₂/PZT/Pt et accélère la dégradation des propriétés électriques des mémoires. Néanmoins, il serait intéressant de poursuivre ces premières investigations afin d'identifier plus clairement les mécanismes de dégradation mis en jeu avec la température et d'en prévoir l'impact sur les futures mémoires.

(iii) Des études sur composants, menées par microdiffraction et microfluorescence X, ont montré l'apport incontestable des techniques synchrotron dans l'évaluation et la qualification des technologies microélectroniques actuelles. Plus particulièrement, dans cette étude, il a été possible de distinguer la structure des blocs mémoires FeRAM, et d'identifier clairement l'architecture 2T/2C des points mémoires.

Enfin, pour terminer ce chapitre, il est regrettable que des tests de fiabilité sur composants n'aient pu être présentés dans ce travail. En effet, pour des raisons de programmation de la mémoire, les premiers essais de cyclage effectués chez Gemplus n'ont pas permis d'évaluer clairement la fiabilité du composant.