

Caractérisation de matériaux fonctionnels par nanoindentation électrique in situ MEB

Chaymaa BOUJROUF

Sous la direction de F. Volpi et M. Verdier

Jeudi 10 février 2022 à 13h30

Jury :

M. Roland FORTUNIER, Professeur des universités, ISAE-ENSMA, Examineur

M. Frédéric HOUZÉ, Chargé de recherche, LGEP, Supelec, Rapporteur

Mme Anne KAMINSKI, Professeur des universités, IMEP-LAHC, UGA, Examinatrice

M. Christophe TROMAS, Professeur des universités, Pprime, Université de Poitiers, Rapporteur

Résumé : Cette thèse s'inscrit dans le cadre du développement de matériaux innovants pour des applications multifonctionnelles (en micro/nanotechnologies, en métallurgie, ...). En effet, les cahiers des charges « Matériaux » de ces développements exigent de plus en plus de combiner diverses propriétés (mécaniques, électriques, diélectriques, ...) qui sont parfois antinomiques, le tout à des échelles submicroniques. La caractérisation de ces matériaux nécessite donc des techniques adaptées à ces contraintes. Le travail effectué pendant cette thèse repose sur le développement, l'amélioration et l'application d'une technique de caractérisation multifonctionnelle innovante : la nanoindentation couplée aux mesures électriques et intégrée dans un MEB. Le dispositif utilisé a été développé au laboratoire SIMaP. Cet instrument est un nanoindenteur, initialement dédié à des essais mécaniques, qui a été fonctionnalisé afin de réaliser simultanément des mesures électriques. De plus, le dispositif peut être intégré dans un MEB afin d'assurer le positionnement de l'indenteur avec une résolution de l'ordre de la centaine de nanomètres, ainsi que pour visualiser des événements physiques en temps réel. Le but de ce travail est d'appliquer cette technique novatrice à trois systèmes ayant des intérêts industriels afin d'étudier leurs propriétés électriques et mécaniques locales. Le premier matériau est un alliage métallique multiphasé composé d'argent, de cuivre et de palladium (AgPdCu). Grâce aux mesures électriques associées aux essais de nanoindentation, une méthodologie complète a été développée (en s'appuyant en particulier sur les caractéristiques courant-tension du contact) afin de suivre en continu l'évolution de l'aire de contact au cours de l'enfoncement de la pointe. En outre, la visée au MEB a permis de positionner l'indenteur au centre des phases dont la taille est micrométrique, s'affranchissant ainsi d'essais statistiques chronophages. Ainsi, le module élastique et la dureté des phases individuelles ont été déterminés. Le deuxième système étudié est une structure piézoélectrique constituée d'îlots de nitrure d'aluminium (AlN) sur des piliers de silicium. Le coefficient piézoélectrique efficace a été mesuré avec un poinçon plat induisant une réponse mécanique parfaitement élastique du système. Ce dernier est en accord avec les valeurs retrouvées dans la littérature, ce qui montre l'efficacité de la nanoindentation électrique in situ MEB pour ce type de mesures. Le même matériau a été indenté avec une pointe Berkovich induisant de la plasticité. La réponse piézoélectrique est

différente de la précédente certainement à cause des défauts structuraux injectés dans le matériau. Le troisième système est quant à lui un empilement de couches minces incluant un film de nitrure de silicium (Si_3N_4) déposé sur une couche métallique (AlSiCu). Les courants de fuite à travers le diélectrique ont été mesurés et corrélés à la dégradation mécanique. L'intégration du dispositif dans le MEB a permis de visualiser la fissuration du film en temps réel. L'effet d'une sous-couche fragile ou ductile sur la réponse mécanique du système a également été étudié avec l'appui de simulations numériques menées par la méthode des éléments finis (FEM). Les résultats montrent qu'en présence d'une sous-couche ductile, le mécanisme prédominant est la fissuration du film fragile, alors qu'en son absence, le mécanisme prédominant est la plastification du film fragile. Finalement, la technique de nanoindentation électrique in situ MEB est un outil parfaitement adapté pour réaliser des mesures électriques et mécaniques locales de haute sensibilité à des échelles submicroniques. Grâce au présent travail, cette technique peut être ouverte à la caractérisation de systèmes dont les propriétés électriques dépendent de stimuli mécaniques, et réciproquement.