

Développement et application d'un nanoindenteur in situ MEB couplé à des mesures électriques

Solène COMBY

Sous la direction de Marc VERDIER et Fabien VOLPI

Jeudi 19 juillet 2018 à 14h00

Amphithéâtre Jean Besson (Phelma Campus)

Jury :

- M. Jean-Luc LOUBET, Directeur de Recherche, LTDS, Ecole Centrale Lyon, Rapporteur
- M. François BERTIN, Ingénieur de Recherche, LETI, CEA, Rapporteur
- M. Roland FORTUNIER, Professeur des Universités, ISAE-ENSMA, Examineur
- M. Frédéric HOUZE, Chargée de Recherche, LGEP, Supélec, Examineur
- M. Guillaume PARRY, Maître de Conférence, SIMAP, Grenoble INP, Invité
- M. Didier PELLERIN, Directeur Général de ScienTec/CSIstruments, Invité

Résumé : L'essor de la demande actuelle pour des matériaux architecturés, en microélectronique par exemple, ou pour des matériaux de structure, nécessite le développement d'outils de caractérisation toujours plus performants. Dans cette optique, un instrument de caractérisation multifonctionnel basé sur un couplage mécanique / électrique, a été développé au laboratoire SIMaP. Le cœur de ce dispositif est un nanoindenteur in situ FEG-SEM (Field Emission Gun Scanning Electron Microscope) couplé à des mesures électriques. Ce travail est porté par trois principales motivations : (1) L'étude du comportement mécanique d'objets petites échelles, (2) L'apport des données électriques à l'analyse quantitative du comportement mécanique pendant l'indentation, en particulier pour obtenir une meilleure estimation de l'aire de contact, (3) L'étude locale des propriétés électroniques d'empilements de films minces. L'intégration in situ SEM a été validée et permet un positionnement des indents avec une précision meilleure que 100 nm, autorisant ainsi l'étude des propriétés mécaniques à l'échelle submicrométrique. La rapidité des essais permet également des mesures statistiques. Des caractérisations mécaniques ont été menées aussi bien sur des échantillons composites massifs que sur des îlots d'or submicrométriques. Pour ce dernier cas, malgré la nature stochastique de leur comportement mécanique, une loi déterministe a pu être extraite des données mécaniques. Des mesures 3D-BCDI (Bragg Coherent Diffraction Imaging) au synchrotron ont été réalisées sur certains îlots avant et après chargement mécanique, révélant une germination de dislocations avant l'avalanche de grandes déformations plastiques. En parallèle de cette étude, des mesures électriques ont été réalisées pendant l'indentation de divers échantillons. Des mesures de nanoindentation résistive ont ainsi été effectuées sur des métaux nobles (Au) ou recouverts de leur oxyde natif (Cu, Al), soit à l'état de monocristal massif ou de film polycristallin. Les résultats quantitatifs soulignent l'importance de la présence d'une couche d'oxyde sur la réponse électrique. En présence d'un oxyde, l'interface pointe / échantillon semble être le lieu d'importantes réactions électrochimiques. En l'absence d'oxyde, la résistance mesurée peut être entièrement décrite par un modèle analytique. Dans ce cas, l'aire de contact électrique peut être prédite à partir des mesures de résistance. Enfin, des

mesures capacitives ont été réalisées sur des structures MOS avec différentes épaisseurs d'oxyde. Les résultats expérimentaux sont parfaitement décrits par un modèle analytique, ce qui ouvre la voie à des mesures locales de permittivité diélectrique sous contrainte mécanique.