

## THESE

# ÉTUDE PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE DU SILICIUM AUX PETITES ECHELLES : COMPORTEMENT MECANIQUE ET STRUCTURE ATOMIQUE DES DEFAUTS

Présentée par  
**Amina MERABET**



Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences Provence  
UMR 7334 CNRS – Aix-Marseille Université

---

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR D'UNIVERSITÉ  
Spécialité : Matière condensée et nanosciences

Directeurs de thèse : Olivier THOMAS et Michaël TEXIER

### Soutenance prévue le 18/12/2018 devant la commission d'examen :

Marie-France BEAUFORT	Directeur de recherche CNRS, PPRIME, Poitiers	Rapporteur
Marc LEGROS	Directeur de recherche CNRS, CEMES, Toulouse	Rapporteur
Suzanne GIORGIO	Professeur, CINaM, Marseille	Examinatrice
Jacques RABIER	Directeur de recherche émérite CNRS, PPRIME, Poitiers	Examinateur
Olivier THOMAS	Professeur, IM2NP, Marseille	Directeur de thèse
Michaël TEXIER	Maître de conférences, IM2NP, Marseille	Directeur de thèse



# Remerciements

*J'adresse mes remerciements tout d'abord à Jean-Luc AUTRAN et Conrad BECKER, directeurs respectifs de l'Institut Matériaux Microélectronique et Nanosciences de Provence et de l'École Doctorale 352 physique et sciences de la matière pour m'avoir successivement accueilli et permis de réaliser cette thèse.*

*Je souhaite également remercier les membres de mon jury qui ont accepté d'examiner mon travail de thèse. Tout particulièrement, je remercie Marie-France BEAUFORT et Marc LEGROS pour avoir évalué et rapporté mon manuscrit. Je remercie Suzanne GIORGIO de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse, ainsi que Jacques RABIER pour avoir accepté de faire partie de ce jury en tant qu'examineur.*

*Je remercie sincèrement mes deux directeurs de thèse : Olivier THOMAS, professeur des universités et directeur adjoint de l'im2np, pour m'avoir initié au monde du "Nano" à travers de ses cours à l'ENSMM-ANNABA et qui m'ont donné envie de me lancer dans l'univers de la recherche. Je le remercie également pour son accueil chaleureux au sein de l'équipe MNO ainsi que pour sa gentillesse et sa disponibilité malgré son calendrier chargé. J'adresse également de chaleureux remerciements à Michael TEXIER, maître de conférences à l'université d'Aix-Marseille, pour son excellent encadrement tout au long de cette thèse. J'ai grandement apprécié travailler avec lui et beaucoup appris de nos échanges très réguliers. Je lui suis très reconnaissante pour ses conseils avisés, sa sympathie et sa disponibilité permanente ainsi que pour les nombreux encouragements qu'il m'a prodigués tout au long de ces trois années de thèse.*

*Je tiens à remercier l'ensemble des membres du projet BiDuL avec qui j'ai pu travailler, plus particulièrement Julien GODET, Sandrine BROCHARD, Laurent PIZZAGALLI, Christophe TROMAS, Ludovic THILLY, Guillaume AMIARD, Loïc CROUZIER, Firas ABED EL NABI, Tristan ALBARET, Anne TALNEAU et Yves-Matthieu LE VAILLANT. J'ai eu beaucoup de plaisir à travailler avec chacun d'eux.*

*Je remercie également toutes les personnes que j'ai régulièrement côtoyés au sein de l'équipe MNO et avec qui j'ai passé d'agréables moments lors des pauses café ou autour d'un bon repas : Nelly BURLE, Stéphanie ESCOUBAS, Stéphane LABAT, Marc GAILHANOU, Thomas CORNELIUS, Jean Marc ROUSSEL, Christophe*

*GUICHET, Marie-Ingrid RICHARD, Rajkiran THOLAPI, Florian LAURAUX, Mouaad-Yassine ALIOUAT et Jungho SHIN.*

*Merci enfin aux collègues microscopistes du laboratoire IM2NP, Luc FAVRE et Thomas DAVID, mais également du CP2M, Martiane CABIE, Andrea CAMPOS et Thomas NEISIUS. Je tiens à les remercier pour leur sympathie, aide et leur disponibilité.*

*Merci aussi à toute ma famille et amis, pour leur soutien et leurs encouragements. Enfin, je remercie toute personne ayant contribué de près ou de loin à la mise au point de ce travail.*

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>i</b>
<b>Table des matières</b>	<b>iv</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>I Etat de l'art</b>	<b>5</b>
1 Silicium : Semiconducteur modèle . . . . .	5
1.1 Généralités . . . . .	5
1.2 Quelques propriétés physiques . . . . .	7
2 Silicium : Structure et défauts cristallins . . . . .	13
2.1 Structure cubique diamant . . . . .	14
2.2 Dislocations dans le silicium . . . . .	15
2.2.1 Généralités . . . . .	15
2.2.2 Systèmes de glissement . . . . .	18
2.2.3 Caractères des dislocations . . . . .	21
2.2.4 Mobilité des dislocations . . . . .	28
3 Silicium : Plasticité à l'état massif . . . . .	31
3.1 Comportement mécanique . . . . .	31
3.2 Transition fragile-ductile en température . . . . .	35
4 Silicium aux petites échelles . . . . .	39
4.1 Propriétés mécaniques des nano-objets . . . . .	39
4.2 Transition fragile-ductile en taille . . . . .	41
<b>II Procédures expérimentales</b>	<b>49</b>
1 Élaboration des nanopiliers de silicium . . . . .	49
1.1 Substrats . . . . .	49
1.2 Gravure plasma . . . . .	51
2 Nano-compression des nanopiliers de silicium . . . . .	54
2.1 Dispositif expérimental . . . . .	54
2.2 Protocole expérimental . . . . .	54
3 Préparation des échantillons pour l'observation TEM . . . . .	57
3.1 Contraintes de préparation des lames TEM . . . . .	57
3.2 Usinage par faisceau d'ions focalisés (FIB) . . . . .	57
4 Analyses par microscopie électronique en transmission . . . . .	62
4.1 Principe de fonctionnement . . . . .	62
4.2 Imagerie haute résolution corrigée . . . . .	68

4.3	Simulation du contraste HRTEM . . . . .	71
4.4	Analyse de phase géométrique (GPA) . . . . .	76
<b>III</b>	<b>Résultats</b>	<b>81</b>
1	Caractérisation microstructurale des nanopiliers non-déformés . . .	81
1.1	Morphologie des nanopiliers non déformés . . . . .	81
1.2	microstructure des nanopiliers non déformés . . . . .	82
2	Morphologie et comportement mécanique des nanopiliers déformés	85
2.1	Axe de compression $\langle 110 \rangle$ . . . . .	85
2.2	Axes de compression $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ . . . . .	93
3	Analyses par microscopie électronique en transmission . . . . .	96
3.1	Axe de compression $\langle 110 \rangle$ . . . . .	96
3.1.1	Observations TEM des nanopiliers faiblement déformés . . . . .	96
3.1.2	Observations TEM des nanopiliers fortement déformés . . . . .	98
3.1.3	Analyses HRTEM des évènements de déformation plastique . . . . .	99
3.2	Axe de compression $\langle 100 \rangle$ . . . . .	122
3.3	Axe de compression $\langle 111 \rangle$ . . . . .	127
4	Synthèse des résultats . . . . .	131
<b>IV</b>	<b>Discussion</b>	<b>133</b>
1	Comportement mécanique du silicium aux petites échelles . . . . .	133
2	Défauts et mécanismes de déformation plastique . . . . .	137
2.1	Nature des défauts mobiles dans le régime ductile . . . . .	137
2.1.1	Effet du mode de sollicitation . . . . .	138
2.1.2	Effet de la direction cristallographique de l'axe de sollicitation . . . . .	140
2.1.3	Effet de la contrainte sur la structure de cœur . . .	141
2.1.4	Effet des imperfections du protocole expérimental	144
2.2	Défauts de transition . . . . .	146
3	Transitions entre les régimes ductile et fragile . . . . .	151
3.1	Effet du taux de déformation . . . . .	151
3.2	Effet de taille . . . . .	153
	<b>Conclusion générale</b>	<b>155</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>178</b>

# Introduction générale

La course vers la miniaturisation des dispositifs électroniques à aujourd'hui atteint un stade tel qu'il n'est plus possible de réduire les dimensions des composants sans modifier leurs propriétés physiques. De nouvelles approches basées sur la complexification et diversification des fonctionnalités permettent désormais de poursuivre l'amélioration de ces dispositifs. Par exemple, la technique d'intégration tridimensionnelle, qui consiste à empiler des substrats de natures différentes et à les interconnecter électriquement *via* une connexion verticale traversant les couches de silicium, permet de réaliser des dispositifs avec une multitude de fonctionnalités. Cependant, l'empilement de différentes nanostructures peut générer des contraintes indésirables à l'intérieur des composants et impacter significativement leur fonctionnement.

Par ailleurs, avec la réduction de la taille des dispositifs à base de silicium, une modification sensible de leurs propriétés mécaniques doit être prise en compte, voire exploitée. Ainsi, comparativement au silicium massif, les nanostructures de silicium sont mécaniquement plus stables sous contrainte. La limite élastique est également très élevée et peut atteindre dans certains cas la limite élastique théorique. Par conséquent les nanostructures peuvent supporter de très hautes contraintes sans se déformer plastiquement. La manifestation de ces nouvelles propriétés mécaniques des semiconducteurs à l'échelle nanométrique a permis le développement des NEMS (*Nano-Electro-Mechanical Systems*) et de systèmes électroniques capables de soutenir de fortes contraintes tout en minimisant le risque de fracture.

De plus, la variation contrôlée de la déformation élastique dans les nanostructures de silicium permet d'améliorer et de contrôler certaines propriétés physiques telles que la largeur de *gap* ou la mobilité des porteurs de charges, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives pour le développement des nanotechnologies, basées sur l'ingénierie des contraintes.

Toutefois, au cours du vieillissement des nanocomposants contraints, la déformation accumulée dans ces systèmes peut se relaxer à travers la nucléation de dislocations pouvant altérer leurs performances, ou à travers l'ouverture de fissures

pouvant conduire à la perte d'intégrité du nanocomposant. Il est alors crucial de pouvoir prédire le comportement du silicium à l'échelle nanométrique pour anticiper ces problèmes.

Le silicium, considéré ici comme un semiconducteur modèle, présente deux comportements mécaniques distincts suivant le régime de déformation. À basse température/haute contrainte, le silicium à l'état massif présente un comportement fragile ; dans ce cas l'ouverture des fissures préexistantes est le mécanisme de déformation supposé dominant. Cependant avec l'augmentation de la température, une transition vers un comportement ductile est observée. Dans ce régime de haute température/basse contrainte, la nucléation et la propagation des dislocations est facilitée et le comportement mécanique global du matériau est contrôlé par la propagation des défauts étendus majoritaires (fissures ou dislocations).

Cependant, de récents travaux de recherche ont montré qu'à basse température, le silicium présente une transition vers un comportement ductile lorsque la taille des échantillons est inférieure à quelques centaines de nanomètre.

La compréhension des mécanismes élémentaires à l'origine de cette transition fragile-ductile à basse dimension est fondamentale, en particulier pour optimiser la taille et la géométrie des nano-composants selon les conditions de sollicitation en fonctionnement, afin d'éviter leur vieillissement prématuré.

Dans ce contexte, le projet ANR BiDuL : "*BrITTLE to DUCTILE transition in silicon at Low dimensions*" dans lequel s'inscrit cette étude, avait pour objectif d'étudier dans le détail les défauts et les mécanismes élémentaires de la déformation plastique dans les nanostructures de silicium. L'identification de ces mécanismes élémentaires est en effet un préalable à la compréhension de l'origine de l'effet de taille conduisant à la transition fragile-ductile aux petites dimensions.

Dans ce projet une double approche expérimentale et numérique a été considérée. Le volet expérimental visait à étudier la plasticité de nanopiliers de silicium déformés en compression. Pour cela, des piliers de diamètre 100 nm ont été réalisés par lithographie puis déformés à l'institut Pprime (Poitiers) à l'aide d'un nano-indenteur muni d'un poinçon plat. Des essais de compression *in situ* sous diffraction de rayons X de nanopiliers de silicium ont également été réalisés à l'ESRF. Les analyses *post mortem* des nanopiliers de silicium déformés ont ensuite été menées à l'IM2NP à l'aide de différentes techniques de microscopie électronique.

Le second volet du projet BiDuL reposait sur des simulations numériques d'essais de compression et de traction de nanopiliers de différents diamètres, réalisés par dynamique moléculaire à l'Institut Pprime et par des simulations hybrides mêlant dynamique moléculaire et calculs *ab initio* à l'ILM (Lyon).

Le travail présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans le cadre de l'étude expéri-

---

mentale et porte sur l'analyse des défauts et mécanismes de déformation contrôlant la plasticité des nanopiliers de silicium déformés en compression.

Dans un premier chapitre, une étude bibliographique focalisée sur le comportement mécanique du silicium à l'état massif et aux petites échelles est présentée. Après quelques rappels des notions fondamentales concernant les défauts étendus dans la structure diamant, les régimes de déformation dans le silicium et l'effet de taille sur les propriétés mécaniques sont abordés.

Dans le deuxième chapitre, les différentes techniques expérimentales employées dans le cadre de cette étude sont décrites. Notamment, une place particulière est accordée aux différentes techniques de microscopie utilisées pour la caractérisation des défauts étendus et les outils utilisés pour les analyses du contraste obtenu en microscopie électronique en transmission haute résolution (HRTEM).

Dans le troisième chapitre, l'analyse des résultats expérimentaux obtenus durant cette étude est présentée. Cette partie est plus particulièrement focalisée sur les microstructures de déformation des nanopiliers compressés.

Dans le quatrième et dernier chapitre, les résultats expérimentaux présentés au chapitre précédent sont discutés. La première partie aborde la relation entre les conditions de sollicitation et le comportement mécanique observé lors des tests mécaniques. Ensuite, les défauts et les mécanismes élémentaires de la déformation plastique observée dans les nano-objets sont discutés. Dans une dernière partie nous proposons un modèle permettant de faire le lien entre les résultats rapportés dans la littérature et d'expliquer l'origine de la transition fragile-ductile aux petites échelles.



# Chapitre I

## Etat de l'art

---

*Ce premier chapitre est dédié à l'étude bibliographique du silicium. Il se focalise sur son comportement mécanique à l'état massif et aux petites échelles. Dans une première partie, les propriétés cristallographiques du silicium sont présentées en considérant les différents types de défauts cristallins de la structure diamant. La deuxième partie détaille le comportement mécanique du silicium dans les deux régimes de déformation : basse température/haute contrainte et haute température/basse contrainte. La transition fragile-ductile en température est ensuite décrite. Enfin, l'impact de la miniaturisation sur le comportement mécanique du silicium est abordé dans la troisième partie.*

---

## 1 Silicium : Semiconducteur modèle

### 1.1 Généralités

L'industrie microélectronique se place au cœur de l'économie mondiale. En effet les gains en productivité et en performance dus à la miniaturisation continu des dispositifs électroniques ont soutenu le développement de nombreux secteurs industriels (défense, informatique pour l'entreprise, électronique grand public, énergétique et , télécommunication, etc. . .). Le développement continu des composants électroniques repose sur les recherches menées dans le domaine des matériaux semiconducteurs. Dans ce contexte, le silicium à joué le rôle du matériau modèle en raison de son abondance, du contrôle et du faible coût nécessaire pour l'obtention de monocristaux de haute pureté, ainsi une bibliographie importante lui est consacrée.

Le silicium (Si) est un matériau semiconducteur appartenant à la quatorzième colonne du tableau périodique (groupe IV A). C'est le deuxième élément le plus abondant, après l'oxygène, dans la croute terrestre (25,7% de sa masse<sup>1</sup>). Il a

été découvert par Jacöb Berzelius en 1824, mais ce n'est qu'en 1854 que Henri Sainte-Claire Deville a réussi à l'obtenir sous forme cristalline. C'est un matériau polyvalent qui en fonction de sa pureté est utilisé dans différents champs d'applications : par exemple, le silicium métallurgique (pureté 99 %) est utilisé dans les alliages d'aluminium ou dans la fabrication des silicones, le silicium de qualité solaire (99,999 9 %) est utilisé dans l'industrie photovoltaïque et enfin le silicium de très haute pureté (99,999 999 99 %) est destiné à l'industrie microélectronique.

Le silicium est extrait de la silice  $\text{SiO}_2$  présente naturellement dans la croûte terrestre. Il est obtenu sous forme de lingots de silicium polycristallins par des réactions de réduction dans des fours à arc<sup>2</sup>, avec une pureté de 98 %. Puis des étapes de purification et de recristallisation sont nécessaires pour l'obtention du silicium monocristallin de haute pureté. Les principales méthodes de croissance du silicium monocristallin sont la méthode de Czochralski (Silicium Cz<sup>3</sup>) et la méthode de la zone fondue flottante (Silicium FZ pour *floating zone*<sup>4</sup>) illustrées dans la figure I.1.

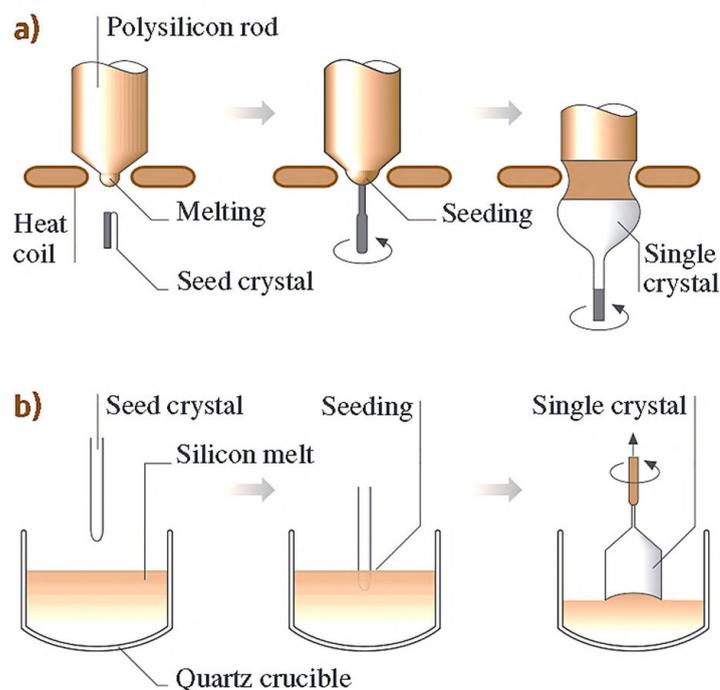


FIGURE I.1 – Principes d'élaboration du silicium monocristallin : a) Méthode de la zone fondue flottante. b) Méthode Czochralski<sup>5</sup>.

L'industrie des semiconducteurs utilise plus de 20000 tonnes/an<sup>6</sup> de silicium. Ce dernier est la plupart du temps de type N ou P, dopé à l'antimoine, à l'arsenic, au phosphore (type N) ou au bore (type P). Le dopage permet d'ajuster la résistivité de quelques  $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$  jusqu'à quelques  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}$ <sup>7-9</sup>, la concentration en do-

pants étant comprise entre  $10^{13}$  et  $10^{20}$  atomes de dopants par  $\text{cm}^3$ . En plus de ses propriétés semiconductrices, le silicium présente d'excellentes propriétés mécaniques, qui combinées avec les technologies de fabrication à grande échelle de l'industrie des circuits intégrés, permet la production de capteurs et d'actionneurs micromécaniques en grands volumes et à faible coût. La production des microsystème électromécaniques (*Microelectromechanical systems* ou MEMS) est née à la fin des années 1970. De nombreuses applications du silicium pour les MEMS (accéléromètres, transducteurs de pression, transistors à grille résonante, commutateurs microélectromécaniques,...) sont réunis dans l'article de revue de Petersen<sup>10</sup>.

## 1.2 Quelques propriétés physiques

### a) Propriétés électriques :

Le comportement électrique du silicium peut être décrit à l'aide de la théorie des bandes d'énergie<sup>11</sup>. Tout matériau semiconducteur possède une bande interdite suffisamment étroite telle que les électrons de la bande de valence puissent passer vers la bande de conduction (cf. Fig.I.2). Lorsqu'une différence de potentiel électrique est appliquée entre deux régions du semiconducteur, un faible courant électrique apparaît, ce dernier est provoqué à la fois par le déplacement des électrons et par celui des "trous" produits dans la bande de valence. L'énergie de *gap*  $E_g$  dépend de la température<sup>12</sup>, qui est dans le cas du silicium intrinsèque  $E_g = 1,12 \text{ eV}$  à température ambiante.

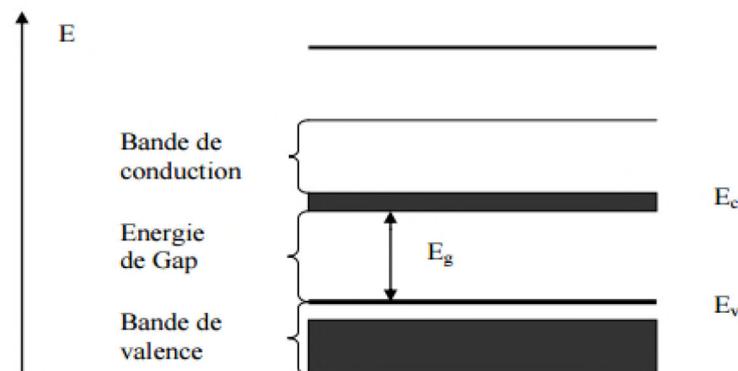


FIGURE I.2 – Diagramme des bandes d'énergie des semiconducteurs.

La conductivité électrique d'un semiconducteur  $\sigma$  ( $\Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ ), inverse de la résistivité  $\rho$  ( $\Omega \cdot \text{m}$ ), dépend de la valeur de l'énergie de *gap*  $E_g$ , de la température et du dopage. Elle est essentiellement liée aux porteurs de charges et s'écrit :

$$\sigma = \frac{ne^2\tau}{m} \quad (\text{I.1})$$

où  $n$  est la densité d'électrons dans la bande de conduction,  $e$  leur charge,  $\tau_e$  le temps de relaxation des électrons dans cette bande et  $m$  leur masse effective.

La conductivité varie en fonction de la température. À haute température, son comportement est dominé par les effets intrinsèques<sup>13</sup>, la pente de la variation linéaire de  $\ln(\sigma)$  en fonction de  $1/T$ , dans l'équation I.2, permet alors de déterminer expérimentalement la valeur de  $E_g$ <sup>14</sup>.

$$\Delta \ln(\sigma) \sim \ln n_i \sim -\frac{E_g}{2k_B T} \quad (\text{I.2})$$

À basse température, le comportement de  $\sigma$  est influencé par la présence d'impuretés. Afin d'améliorer la conductivité des semiconducteurs, des impuretés sont introduites avec une certaine densité (dopage) afin de produire un excès ou un déficit d'électrons (porteurs de charge). On parle dans ce cas d'un semiconducteur extrinsèque. Le dopage du silicium peut être différent dans deux régions voisines afin de créer des jonctions, permettant de contrôler la direction et la quantité de courant qui traverse l'ensemble. Cette propriété est à la base du fonctionnement des composants de l'électronique : diodes, transistors. . .

### **b) Effet des contraintes sur les propriétés électriques :**

Les contraintes mécaniques jouent un rôle important dans le comportement des semiconducteurs. Les effets des contraintes mécaniques, découverts tout d'abord par Bardeen et Shockley<sup>15</sup>, ont depuis été utilisés dans nombreuses applications telles que les accéléromètres Piézorésistifs<sup>16</sup>, les microsystèmes électromécaniques (MEMS) et les transistors contraints à effet de champ (MOSFET)<sup>17,18</sup>.

Quand un échantillon est soumis à des sollicitations externes, un champ de déformation est généré. On note  $\vec{u}(x, y, z)$  le champ de déplacement qui relie dans un solide la position initiale non déformée à une position finale déformée. Lorsque le déplacement est infinitésimal, le champs de déformation s'écrit :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (\text{I.3})$$

avec  $i, j = x, y, z$

Dans un espace à 3 dimensions, les déformations sont données par un tenseur symétrique d'ordre 2 qui possède donc 9 composantes. À partir de la relation I.3 on a  $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$ , donc seules 6 composantes du tenseur sont indépendantes. Dans la

base  $(O, x, y, z)$  le tenseur est symétrique et il est représenté par une matrice  $3 \times 3$  :

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} & \varepsilon_{yz} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad (\text{I.4})$$

Quand un échantillon est soumis à une force  $\vec{F}$  un champ de contrainte est produit. Le tenseur de contraintes  $\bar{\sigma}$  est défini par :

$$\vec{F} = \bar{\sigma} \vec{n} \quad (\text{I.5})$$

où  $\vec{n}$  est la normale à la surface quelconque. À l'équilibre on a  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ , le tenseur a donc 6 composantes indépendantes, il est représenté par une matrice  $3 \times 3$  :

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{yz} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad (\text{I.6})$$

Les matériaux cristallins présentent un comportement élastique pour de faibles déformations. Dans ce cas, la déformation est proportionnelle à la contrainte appliquée et le matériau suit la loi de Hooke, qui permet de relier le tenseur des déformations  $\bar{\varepsilon}$  au tenseur de contraintes  $\bar{\sigma}$ , qui s'écrit :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (\text{I.7})$$

Les constantes  $C_{ijkl}$  sont nommées rigidités ou constantes élastiques. Le tenseur  $\bar{C}$  est de rang 4 et possède donc 81 composantes. Mais comme  $\bar{\varepsilon}$  et  $\bar{\sigma}$  sont symétriques, les composantes indépendantes sont réduites 36.

Sachant que l'énergie élastique par unité de volume s'écrit comme suit :

$$W = \frac{1}{2} C_{ijkl} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} \Rightarrow C_{ijkl} = C_{klij} \quad (\text{I.8})$$

on obtient finalement 21 composantes indépendantes dans le cas général. Le nombre de composantes indépendantes diminue ensuite en fonction des symétries dues à la structure du matériau.

Pour faciliter l'écriture des tenseurs  $\bar{\varepsilon}$ ,  $\bar{\sigma}$  et  $\bar{C}$ , Voigt a proposé d'écrire  $\bar{\varepsilon}$  et  $\bar{\sigma}$  en vecteur colonnes à six composantes et  $\bar{C}$  en matrice carrée  $6 \times 6$  symétriques. Cette notation matricielle est très pratique pour la représentation de ces tenseurs, notamment pour écrire les relations entre les déformations et les contraintes.

Pour les tenseurs de rang 2 dans un repère  $(O, x, y, z)$ , l'ordre conventionnel des coefficients indépendants est le suivant :

$$\begin{pmatrix} xx & xy & xz \\ xy & yy & yz \\ xz & yz & zz \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{pmatrix} 1 & 6 & 5 \\ 6 & 2 & 4 \\ 5 & 4 & 3 \end{pmatrix} \quad (\text{I.9})$$

Pour les tenseurs de rang 4, la notation est la suivante :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{56} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} = \overline{\overline{C}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (\text{I.10})$$

Soit  $i, j = x, y, z$  et  $m$  la notation de Voigt correspondante au couple  $(i, j)$ . On remarquera que  $\sigma_{ij} = \sigma_m$  quelque soit  $i$  et  $j$  tandis que  $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_m$  pour  $i = j$  et  $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_m/2$  pour  $i \neq j$ . Pour le tenseur  $\overline{\overline{C}}$ , quelque soit  $i, j, k$  et  $l$ ,  $C_{ijkl} = C_{mn}$ . L'indice  $m$  en notation de Voigt s'obtient à partir des indices  $i, j$  et l'indice  $n$  à partir des indices  $k, l$ .

Ainsi la loi de Hooke peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma_i = C_{ij} \varepsilon_j \quad (\text{I.11})$$

Dans le cas simple de la contrainte uniaxiale, peut s'écrire :

$$\sigma = E \varepsilon \quad (\text{I.12})$$

où le scalaire  $E$  est le module de Young. Ce paramètre est variable dans le cas des matériaux anisotropes comme le silicium. En effet, la réponse élastique diffère selon l'orientation cristallographique.

Pour les déformations supérieures à une valeur seuil (limite élastique), la loi de Hooke n'est plus valide. Ceci est dû à une déformation non élastique ou irréversible (plastique), qui sera détaillée un peu plus loin.

L'effet piézorésistif, décrivant la relation entre la contrainte appliquée et le changement de résistivité, est observé dans plusieurs matériaux semiconducteurs, tels que le germanium, le silicium polycristallin et le silicium monocristallin mais aussi dans certains métaux tels que le fer et cuivre.

La piézorésistivité des semiconducteurs est plus importante que celle des métaux. En effet, dans le cas des métaux, les bandes de conduction/valence sont partiellement remplies de porteurs de charge. Les petites variations produites dans la

forme ces bandes par les contraintes n'affectent pas la plupart des porteurs. Par contre, dans le cas des semiconducteurs, une légère modification de la forme et de la dimension de la bande interdite affectent énormément la mobilité des porteurs de charge<sup>19,20</sup>. La variation de la résistivité est proportionnelle à la déformation.

Pour les matériaux anisotropes contraints, la résistivité est exprimée sous forme d'un tenseur<sup>20,21</sup>. Pour la majorité des applications, la variation de la résistivité est limitée aux contraintes parallèles et perpendiculaires au chemin résistif. Le tenseur se réduit donc à :

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \pi_l \sigma_l + \pi_t \sigma_t \quad (\text{I.13})$$

où  $\pi_l$  et  $\pi_t$  représentent les coefficients piézorésistifs longitudinal et transversal respectivement<sup>22</sup>.

La relaxation des contraintes résiduelles peut générer des défauts dans la structure cristalline que nous détaillerons par la suite, a un impact délétère sur les dispositifs électroniques entraînant leur défaillance et baissant ainsi le rendement de fabrication. La présence de ces défauts cause en effet une diminution importante de la durée de vie des porteurs de charge par recombinaison<sup>23,24</sup>. Ils engendrent aussi des courants de fuite dans les dispositifs à jonction P-N<sup>25</sup>.

### c) Constantes élastiques :

Le silicium est un matériau très rigide à température ambiante et à pression atmosphérique. Comme évoqué précédemment, la rigidité d'un matériau est déterminée par différents modules d'élasticité suivant qu'il s'agisse d'une déformation en traction, cisaillement ou compression. Les constantes élastiques du second ordre ou de rigidité, telles que définies par Kittel<sup>26</sup> ou Hirth et Lothe<sup>27</sup>, relient les contraintes aux déformations élastiques selon la loi de Hooke. Dans le cas des cristaux cubiques, trois constantes  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  sont suffisantes pour déterminer toutes les composantes du tenseur des contraintes quel que soit l'état de déformation.

Le silicium étant un matériau anisotrope, la réponse élastique diffère selon l'orientation cristallographique<sup>28</sup>. Un coefficient d'anisotropie  $A$  est alors défini et s'écrit dans le cas d'une structure cubique :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (\text{I.14})$$

Pour le silicium pur à température ambiante et pression atmosphérique  $C_{11} = 165,7$  GPa,  $C_{12} = 121,4$  GPa,  $C_{44} = 75,4$  GPa et  $A = 1,56$ .

Une approximation isotrope peut être effectuée<sup>29</sup> dans le cas des matériaux anisotropes. Pour les cristaux cubiques les moyennes des constantes élastiques sont données par :

$$\begin{aligned}
 \text{Module de cisaillement :} \quad & \mu = C_{44} - \frac{1}{5}(A - 1)(C_{11} - C_{12}) \\
 \text{Coefficient de Poisson :} \quad & \nu = \frac{C_{12} - \frac{1}{5}(A - 1)(C_{11} - C_{12})}{2(C_{12} + C_{44} - \frac{2}{5}(A - 1)(C_{11} - C_{12}))} \quad (\text{I.15}) \\
 \text{Module de Young :} \quad & E = 2\mu(1 + \nu)
 \end{aligned}$$

En utilisant les  $C_{ij}$  de Hall<sup>30</sup> nous obtenons pour le silicium pur à température ambiante et à pression atmosphérique :

$$\mu = 68 \text{ GPa}$$

$$\nu = 0,218$$

$$E = 165,6 \text{ GPa}$$

Le module de compression  $B$  (*bulk modulus*) est défini par  $B = -V(dP/dV)$ , où  $V$  est le volume et  $P$  est la pression hydrostatique. La compressibilité  $K$  est définie par  $K = 1/B$ . Dans le cas du silicium pur à température ambiante et pression atmosphérique :

$$B = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3} = 97,84 \text{ GPa}$$

$$K = 1,0221 \times 10^{-2} \text{ GPa}^{-1}$$

Les propriétés élastiques des semiconducteurs dépendent de la concentration de porteurs de charge (dopants) comme démontré par Keyes et Kobayashi<sup>31</sup>. Les constantes élastiques de second ordre ont été mesurées dans le Si de type N fortement dopé par Hall<sup>30</sup> et pour le type P par Mason et Bateman<sup>32</sup>. D'autres approches théoriques ont été données par Keyes<sup>31</sup> et Khan et Allen<sup>33</sup>. L'effet typique du dopage est de diminuer les  $C_{ij}$  et de modifier leur dépendance à la température.

## 2 Silicium : Structure et défauts cristallins

À pression atmosphérique le Si a une structure cubique diamant, cette structure restant stable jusqu'à la température de fusion. À des pressions élevées, pas moins de onze autres phases cristallines ont été identifiées expérimentalement. Certaines d'entre elles sont des phases thermodynamiquement stables et apparaissent lorsque la pression est augmentée au-dessus d'un certain niveau. D'autres sont des phases métastables, qui se forment lors de la décompression. À l'exception de la structure cubique diamant du Si et de la phase Si-IV qui sont semiconductrices, toutes les autres phases, présentées dans le tableau ci-dessous, sont des phases métalliques.

Désignation	Structure	Groupe d'espace	domaine de pression (GPa)
Si-I	cubique diamant	Fd3m	0-12,5
Si-III	cubique centré ( $\beta$ - Sn)	I4 <sub>1</sub> /amd	8,8-16
Si-III	cubique centré	Ia $\bar{3}$	2,1-0
Si-IV	hexagonale diamant (lonsdaleite)	P6 <sub>3</sub> /mmc	
Si-V	hexagonale	P6/mmm	14-35
Si-VI			34-40
Si-VII	hexagonale compacte	P6 <sub>3</sub> /mmc	40-78,3
Si-VIII	tétragonal	P4 <sub>1</sub> 2 <sub>1</sub> 2	14,8-0
Si-IX	tétragonal	P4 <sub>2</sub> 22	12-0
Si-X	cubique face centrée	Fm3m	78,3-230
Si-XI	orthorhombique centré	Imma	13/15
Si-XII	trigonal	R $\bar{3}$	12-2

TABLE I.1 – Phases cristallines du silicium<sup>34</sup>

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont été effectués à température ambiante et pression atmosphérique, donc seule la structure cubique diamant du silicium sera détaillée par la suite.

## 2.1 Structure cubique diamant

À température ambiante, le silicium cristallise dans la structure cubique diamant (cf. Fig. I.3), correspondant à deux réseaux cubiques faces centrées (CFC) décalés l'un par rapport à l'autre d'un vecteur  $\vec{v} = \frac{a_0}{4}[111]$  ( $a_0 = 5,4307 \text{ \AA}$  est le paramètre de maille à l'équilibre à la température de  $273,2 \text{ K}^{35}$ ). La liaison entre premiers atomes voisins (distance interatomique =  $2,35 \text{ \AA}$ ) est une liaison covalente, directionnelle, résultant de la combinaison d'orbitales  $sp^3$ . Le groupe d'espace est  $Fd\bar{3}m$ .

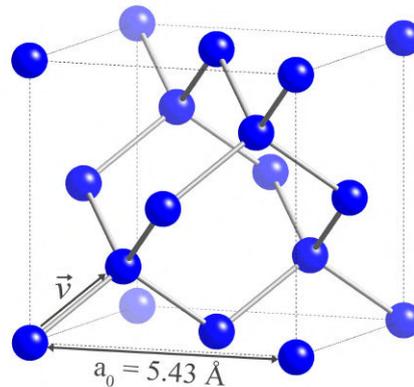


FIGURE I.3 – Structure cubique diamant du silicium

Dans cette structure, les plans atomiques les plus denses sont les plans de type  $\{110\}$  et  $\{111\}$ . La structure et la symétrie des plans  $\{111\}$  présentent une importance particulière du point de vue des propriétés mécaniques, puisque ce sont les plans dans lesquels se propagent généralement les défauts étendus tels que les dislocations (cf. chap.I §2.2.2).

Les plans  $\{111\}$  ont une symétrie d'ordre 3 (cf. Fig. I.4.a), ils sont empilés périodiquement avec une période constituée de six plans successifs  $\dots AaBbCcAaBbCc\dots$ . Ces plans sont répartis en deux sous ensembles : le premier sous-ensemble est appelé "Glide-set" et désigne les plans  $\{111\}$  atomiques fortement rapprochés d'indices différents (e.g.  $A - a, B - b, C - c$ ). Chaque atome du plan repéré par une lettre forme un tétraèdre avec les trois atomes les plus proches contenus dans le plan repéré par une lettre différente (cf. Fig. I.4.b)

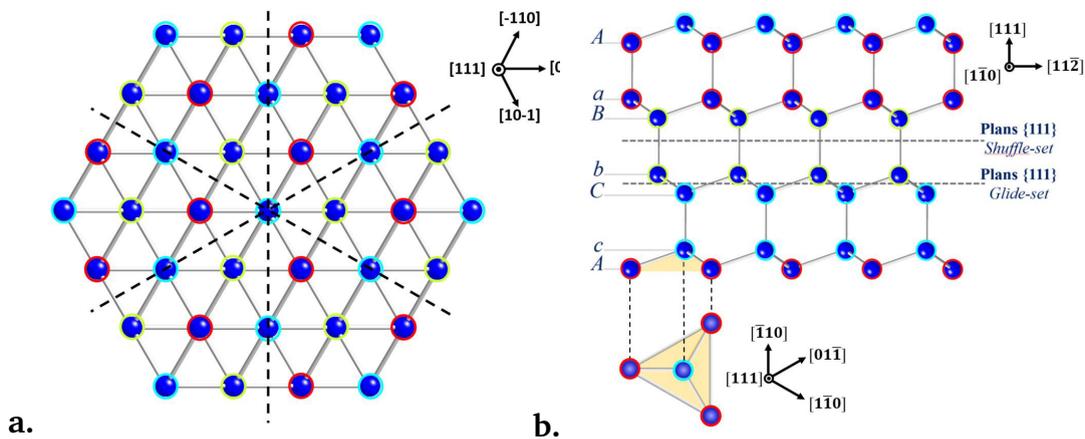


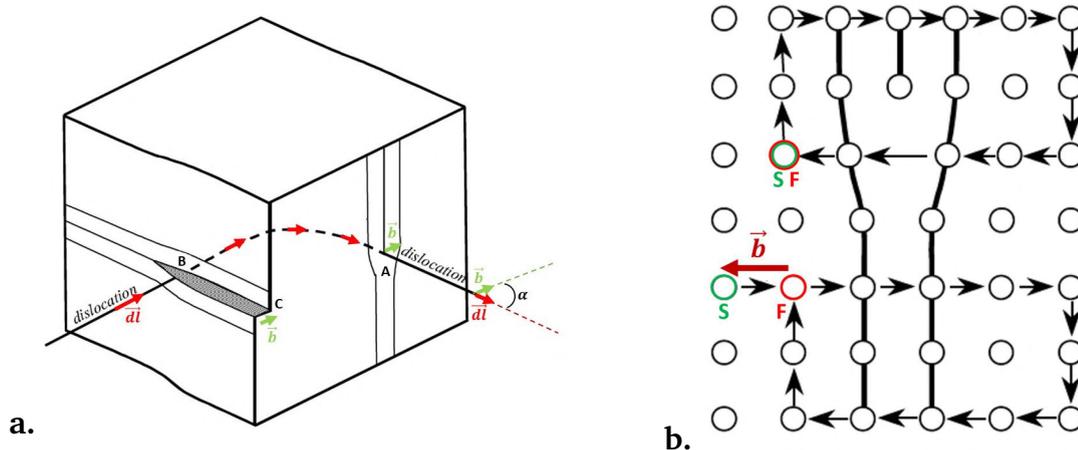
FIGURE I.4 – Projections de la structure du silicium. **a)** suivant une direction  $\langle 111 \rangle$  : les traits en pointillés montrent la symétrie d'ordre 3 des plans  $\{111\}$ . **b)** suivant une direction  $\langle 110 \rangle$  : les deux ensembles de plans *shuffle-set* et *glide-set* sont repérés par les traits en pointillés. Le tétraèdre formé par un atome du plan repéré par la lettre (c) et les trois atomes les plus proches du plan inférieur repéré par la lettre (A) est indiqué en orange.

Le second sous ensemble est appelé "*Shuffle-set*" et regroupe les plans  $\{111\}$  compris entre les plans atomiques faiblement rapprochés de même indice (*e.g.*  $A - a, B - b, C - c$ ). Dans ce cas, les atomes du plan supérieur sont alignés avec les atomes du plan inférieur selon la direction  $\langle 111 \rangle$  perpendiculaire au plan considéré. Ceci est dû en partie à la nature directionnelle des liaisons covalentes.

## 2.2 Dislocations dans le silicium

### 2.2.1 Généralités

Les dislocations sont des défauts étendus qui perturbent l'ordre cristallin. Ces singularités structurales unidimensionnelles ( $1D$ ) peuvent être créées en réponse à des distorsions du réseau cristallin dues à des sollicitations mécaniques (compression, tension, cisaillement, ...), ou thermiques. Leur présence a été proposée pour rendre compte du désaccord entre la contrainte de cisaillement théorique d'un cristal et la valeur mesurée expérimentalement. Les premières observations expérimentales des dislocations ont été réalisées au cours des années 50<sup>36,37</sup>. En effet, les valeurs expérimentales de la contrainte de cisaillement mesurées par Taylor<sup>38</sup> se sont révélées plusieurs ordres de grandeurs en dessous de la valeur théorique calculée pour un cristal parfait<sup>39</sup>.



**FIGURE I.5 – Caractère d'une dislocation et vecteur de Burgers.** a) Ligne de dislocation présentant un caractère coin en A ( $\alpha = 90^\circ$ ) et vis en B ( $\alpha = 0^\circ$ ). b) Circuit de Burgers : en haut, dans le cristal avec la dislocation ; en bas, le même circuit dans le cristal parfait. le défaut de fermeture étant le vecteur de Burgers<sup>40</sup>.

Une dislocation est une boucle fermée sur elle-même qui peut être contenue entièrement ou partiellement dans le cristal (*i.e* émergeant à la surface du cristal). Selon les cas, elle peut apparaître sous la forme d'une ligne courbe ou segmentée. Chaque segment ou portion de ligne est défini par son vecteur de ligne  $\vec{dl}$  et le vecteur de Burgers  $\vec{b}$ , ce dernier étant le même pour tous les segments de la boucle de dislocation. Ainsi une dislocation est caractérisée localement par l'angle  $\alpha$  entre  $\vec{b}$  et  $\vec{dl}$ . Selon que le vecteur  $\vec{b}$  est perpendiculaire ou parallèle à  $\vec{dl}$ , la dislocation est dite respectivement coin ou vis. Le plus souvent, les segments de dislocations correspondent à une situation intermédiaire à ces deux cas : on parle de dislocations mixtes (*cf.* Fig. I.5.a).

Pour déterminer le vecteur de Burgers, un circuit fermé est tracé dans la région du cristal contenant une dislocation en faisant le tour de celle-ci, puis un circuit équivalent (même déplacement unitaire) est tracé dans une région du cristal parfait. Suivant la convention FSRH (Finish-Starting/Right-Hand), le défaut de fermeture du nouveau circuit désigne le vecteur de Burgers (*cf.* Fig. I.5.b).

Le plan contenant la ligne  $l$  de la dislocation et le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  représente le plan de glissement de dislocation et ensemble ils définissent un système de glissement.

Sous contrainte, les dislocations peuvent être amenées à se propager dans le cristal en induisant une déformation plastique irréversible. Pour qu'une dislocation soit mobile sous l'action d'une force mécanique extérieure il faut que cette force ait une composante parallèle au vecteur de Burgers. Dans le cas du segment coin cette composante est perpendiculaire à la ligne de dislocation, tandis que dans le cas du segment vis cette composante est parallèle à la ligne de dislocation (*cf.* Fig.

I.6.a et Fig. I.6.b).

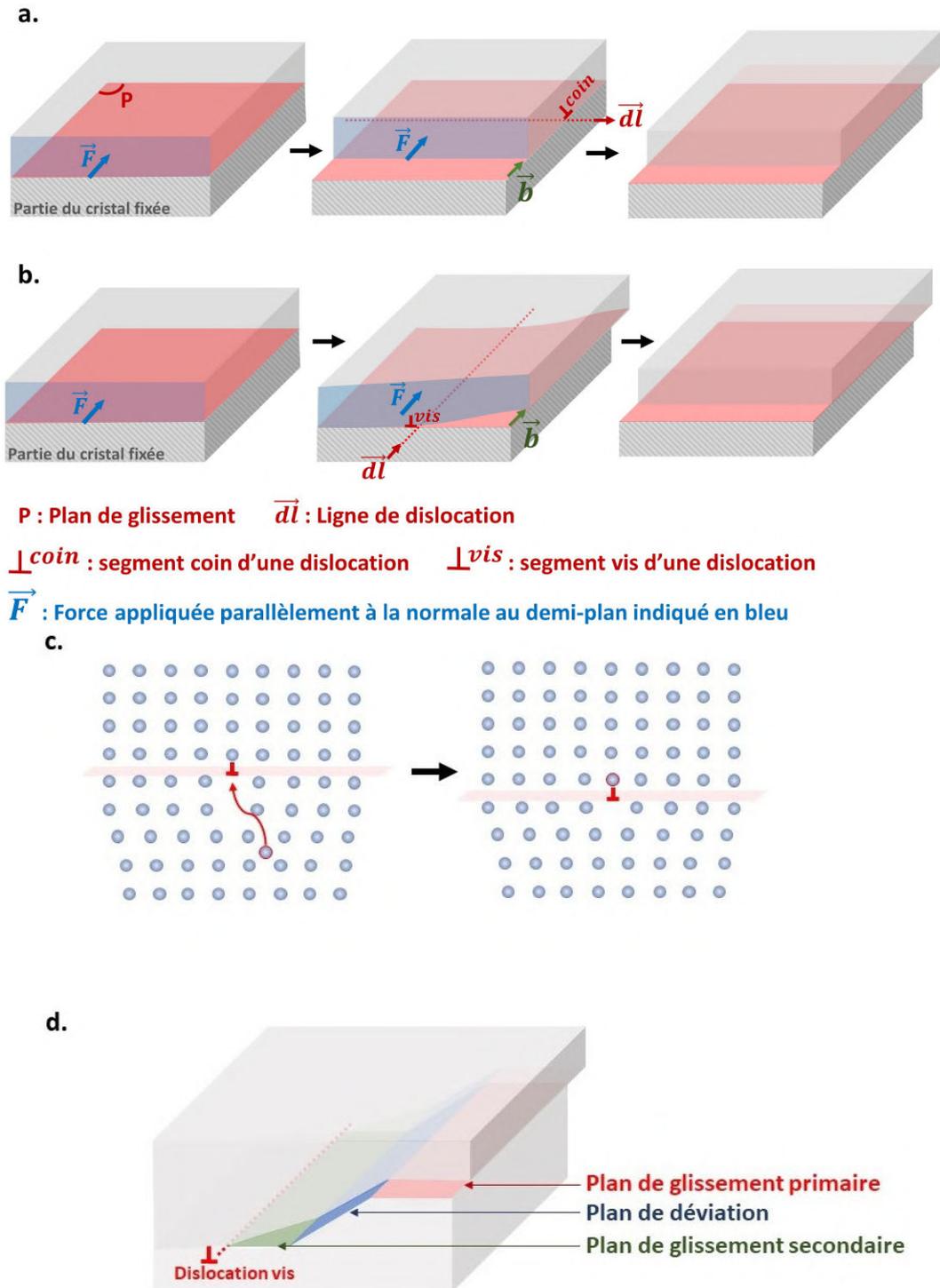


FIGURE I.6 – Mécanismes de propagation : (a) glissement d'une dislocation coin. (b) glissement d'une dislocation vis. (c) Montée d'une dislocation coin par ajout d'une colonne atomique au demi-plan supplémentaire. (d) Glissement dévié d'un segment vis de dislocation.

Un second mécanisme possible est la montée<sup>41</sup> : dans ce cas la dislocation se déplace perpendiculairement à son plan. Contrairement au glissement, qui est un mécanisme conservatif se produisant sans transport de matière, la montée de dislocations requiert la diffusion d'atomes ou de lacunes et constitue un mécanisme thermiquement activé (cf. Fig. I.6.c). Notons que les segments vis d'une dislocation ne sont pas sujets à des mouvements de montée. Dans certains cas, afin d'éviter les obstacles, les segments vis de dislocation peuvent changer de plan de glissement (cf. Fig. I.6.d), on parle alors de glissement dévié qui est aussi un phénomène activé thermiquement<sup>42,43</sup>.

### 2.2.2 Systèmes de glissement

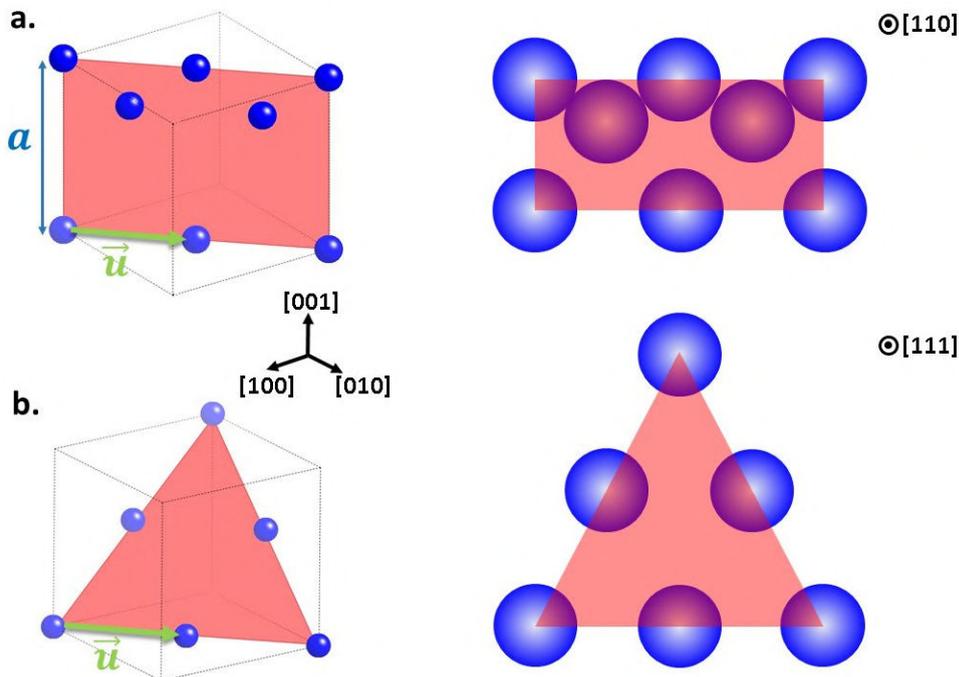


FIGURE I.7 – Compacités des plans atomiques dans une structure cubique **diamant** : les plans atomiques  $\{110\}$  (a) présente une compacité de 42%, tandis que les plans  $\{111\}$  (b) ont une compacité de 34%.  $\vec{u}$  représente le vecteur de translation élémentaire ( $\vec{u} = 1/2 \langle 110 \rangle$ ).

Le glissement des dislocations s'effectue dans des conditions bien particulières qui dépendent de la symétrie cristalline du matériau. En effet, le glissement s'effectue préférentiellement dans certaines familles de plans cristallographiques (généralement les plans atomiques les plus denses) et induit un cisaillement selon une direction particulière (direction du vecteur de Burgers). Ainsi, une dislocation de

vecteur de Burgers  $[uvw]$  qui glisse dans un plan  $(hkl)$  définit un système de glissement  $[uvw](hkl)$ .

Dans la structure cubique diamant du silicium les familles de plans atomiques  $\{111\}$  et  $\{110\}$  sont les plus denses (cf. Fig. I.7). Dans ces plans, le vecteur de translation élémentaire est égale à  $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ . Par conséquent, six systèmes de glissement de type  $\langle 110 \rangle \{110\}$  et douze systèmes de glissement de type  $\langle 110 \rangle \{111\}$  sont définis (cf. Tab. I.2).

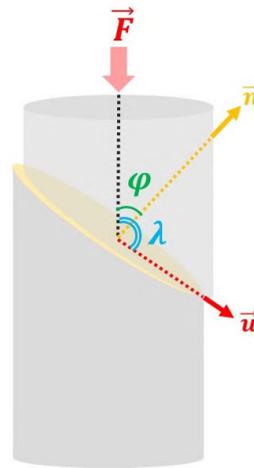


FIGURE I.8 – Calcul du facteur de Schmid : le facteur de Schmid d'un plan de glissement de normale  $\vec{n}$  activé sous l'action de la force  $\vec{F}$  est égale à  $\cos \phi \sin \lambda$ .

Afin d'activer un système de glissement, une contrainte de cisaillement est nécessaire. On considère le cristal illustré dans La figure I.8 qui est déformé en compression sous l'action d'une Force  $\vec{F}$  appliquée suivant l'axe du cylindre. La contrainte de compression parallèle à la force  $\vec{F}$  est égale à  $\sigma = \frac{\|\vec{F}\|}{A}$ ,  $A$  étant l'aire de la section transversale. La force  $\vec{F}$  a donc une composante suivant la direction du glissement égale à  $F \cos \lambda$ , où  $\lambda$  est l'angle entre  $\vec{F}$  et la direction  $\vec{u}$  du glissement. Cette force agit dans le plan de glissement qui a une surface égale à  $\frac{A}{\cos \phi}$ , où  $\phi$  est l'angle entre la force  $\vec{F}$  et la normale  $\vec{n}$  du plan de glissement. Ainsi, la contrainte de cisaillement  $\tau$ , appliquée dans le plan de glissement dans une direction  $\vec{u}$  donnée, est :

$$\tau = \frac{F}{A} \cos \phi \cos \lambda \quad (\text{I.16})$$

Le facteur de Schmid désigne le scalaire  $\cos \phi \cos \lambda$ . Sa valeur est comprise entre 0 et 0,5. L'activation d'un système de glissement est d'autant plus aisée que le

facteur de Schmid est grand.

Les valeurs du facteur de Schmid sont données dans le tableau I.2 pour l'activation de différents systèmes de glissement dans la structure cubique du silicium en prenant comme axes de sollicitation les directions cristallographiques  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  respectivement.

Systèmes de glissement		Facteur de Schmid			
		Axe de sollicitation			
Plan de glissement	Direction de glissement	[001]	[110]	[111]	[123]
(0 1 1)	[0 -1 1]	0,5	0,25	0	0,179
(1 0 1)	[-1 0 1]	0,5	0,25	0	0,286
(1 1 0)	[-1 1 0]	0	0	0	0,107
(0 -1 1)	[0 1 1]	0,5	0,25	0	0,179
(-1 0 1)	[1 0 1]	0,5	0,25	0	0,286
(-1 1 0)	[1 1 0]	0	0	0	0,107
(1 1 1)	[0 -1 1]	0,408	0	0	0,117
	[1 0 1]	0,408	0	0,272	0,467
	[1 1 0]	0	0	0,272	0,350
(1 1 1)	[0 -1 1]	0,408	0,408	0	0,175
	[-1 0 1]	0,408	0,408	0	0,350
	[-1 1 0]	0	0	0	0,175
(1 -1 1)	[0 1 1]	0,408	0,408	0,272	0
	[1 0 1]	0,408	0,408	0,272	0
	[-1 1 0]	0	0	0	0
(1 -1 1)	[0 1 1]	0,408	0	0,272	0,292
	[1 0 -1]	0,408	0	0	0,117
	[1 1 0]	0	0	0,272	0,175

**TABLE I.2** – Systèmes de glissement pour une structure diamant pour la famille de plans  $\{110\}$  et  $\{111\}$  ainsi que le facteur de Schmid correspondant pour les axes de sollicitation  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 123 \rangle$ . On remarque que pour un cristal orienté selon  $\langle 110 \rangle$ , la déformation suivant cet axe permet d'activer préférentiellement seulement 2 des 4 plans  $\{111\}$ .

### 2.2.3 Caractères des dislocations

Dans les structures diamant ou CFC, les dislocations adoptent la forme de longs segments alignés suivant les directions denses  $\langle 110 \rangle$ . Le paysage énergétique vu par les dislocations dépend du potentiel interatomique et prend la forme de vallées orientées suivant  $\langle 110 \rangle$  séparées par des sommets. On les appelle vallées de Peierls<sup>44</sup>. Cette configuration, qui est la plus avantageuse énergiquement, a été confirmée par l'observation de boucles hexagonales dans les plans  $\{111\}$  (cf. Fig. I.9), constituée de trois segments de dislocations parfaite, vis et mixtes à  $\pm 60^\circ$  du caractère vis<sup>45</sup>.

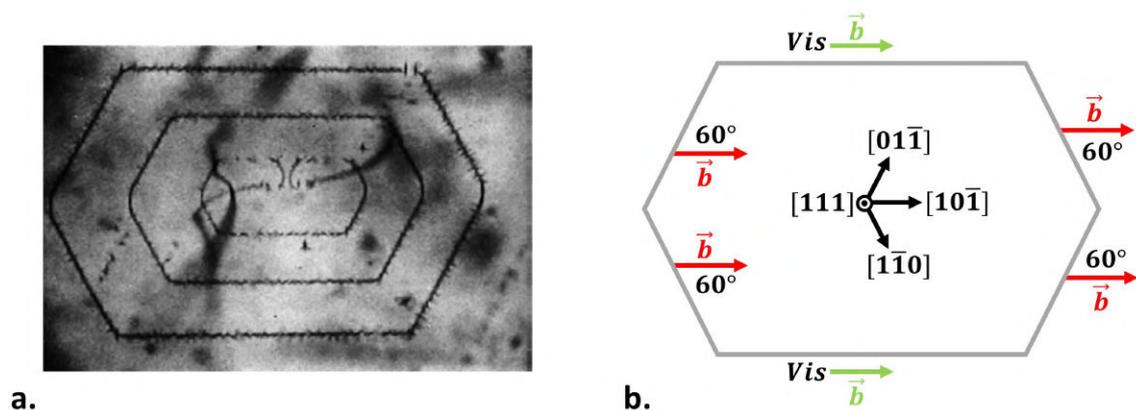


FIGURE I.9 – Boucle de dislocation dans le silicium : a) Source de Franck-Read donnant naissance à des boucle de dislocation dans le silicium<sup>45</sup>. b) représentation schématique d'une boucle de dislocation hexagonale dans un plan de glissement (111) où les deux caractères vis et  $60^\circ$  sont identifiés.

Pour que l'énergie d'une dislocation soit minimale, le désordre introduit par le cisaillement de vecteur  $\vec{b}$  doit être le plus faible possible le long du plan de glissement. Pour cela il suffit que le vecteur  $\vec{b}$  soit égal à un vecteur élémentaire du réseau cristallin dans le plan de cisaillement. Les dislocations ainsi obtenues sont appelées parfaites car la structure cristalline dans le sillage d'une dislocation demeure inchangée. Le vecteur de Burgers des dislocations parfaites, dans le cas du silicium, est égal à  $1/2 \langle 110 \rangle$  dans les plans de glissement  $\{111\}$  (*Shuffle-set* ou *Glide-set*) (cf. Fig. I.10).

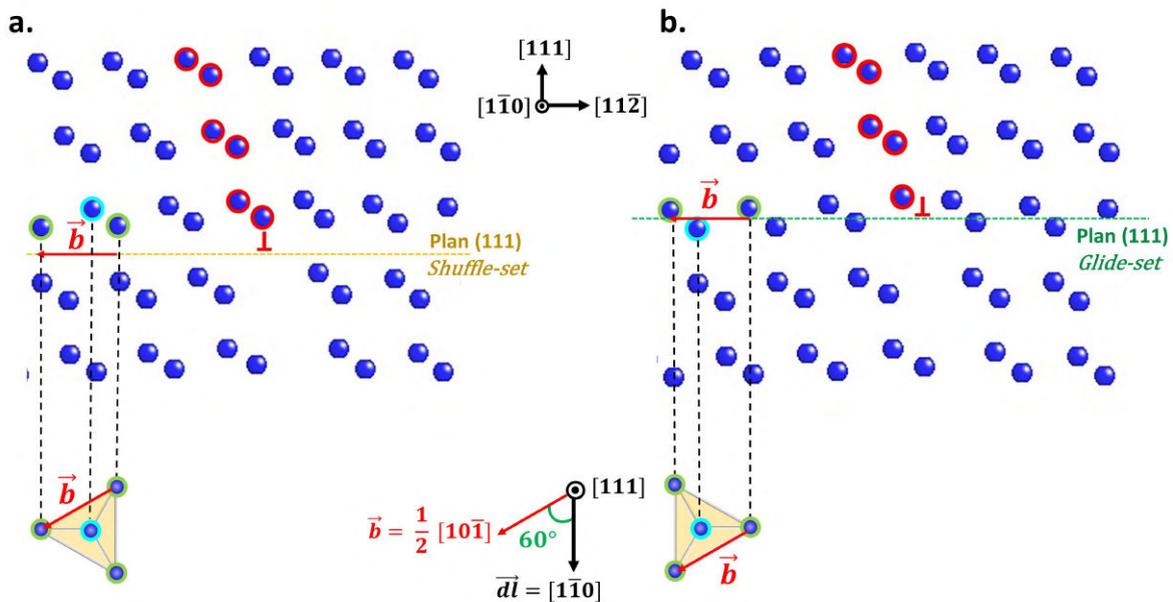


FIGURE I.10 – Dislocations parfaites dans le silicium : a) dans un plan (111) *Shuffle-set*, b) dans un plan (111) *Glide-set*. Le demi-plan supplémentaire est représenté par les colonnes atomiques entourées en rouge. Le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  de la dislocation parfaite  $60^\circ$  dans le *Shuffle-set* ainsi que dans le *Glide-set* est égale à  $1/2[10\bar{1}]$ .

### Dissociation des dislocations :

Une dislocation parfaite peut se dissocier en deux dislocations partielles, dont chaque vecteur de Burgers est différent d'un vecteur de translation du réseau cristallin. Sachant que l'énergie d'une dislocation est proportionnelle à  $b^2$ , la dissociation a lieu lorsque le critère de Frank est satisfait :

$$b^2 > b_1^2 + b_2^2 \quad (\text{I.17})$$

Avec  $b_1$  et  $b_2$  les normes des vecteurs de Burgers des dislocations partielles après dissociation.

Dans le cas du silicium, les dislocations parfaites peuvent se dissocier suivant la réaction dans le plan (111) (I.18) :

$$\frac{1}{2}[10\bar{1}] = \frac{1}{6}[11\bar{2}] + \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}] \quad (\text{I.18})$$

Une dislocation à caractère vis se dissocie donc en deux dislocations partielles de  $30^\circ$ , tandis que la dislocation parfaite  $60^\circ$  se dissocie en deux dislocations partielles, l'une à  $30^\circ$  et l'autre à  $90^\circ$ . Comme le vecteur de Burgers de ces dislocations partielles produites lors de la dissociation n'est pas un vecteur de translation de la

maille élémentaire, un défaut d'empilement est créé par le passage de la première dislocation partielle (partielle de tête) et est effacé par le passage de la seconde (partielle de queue).

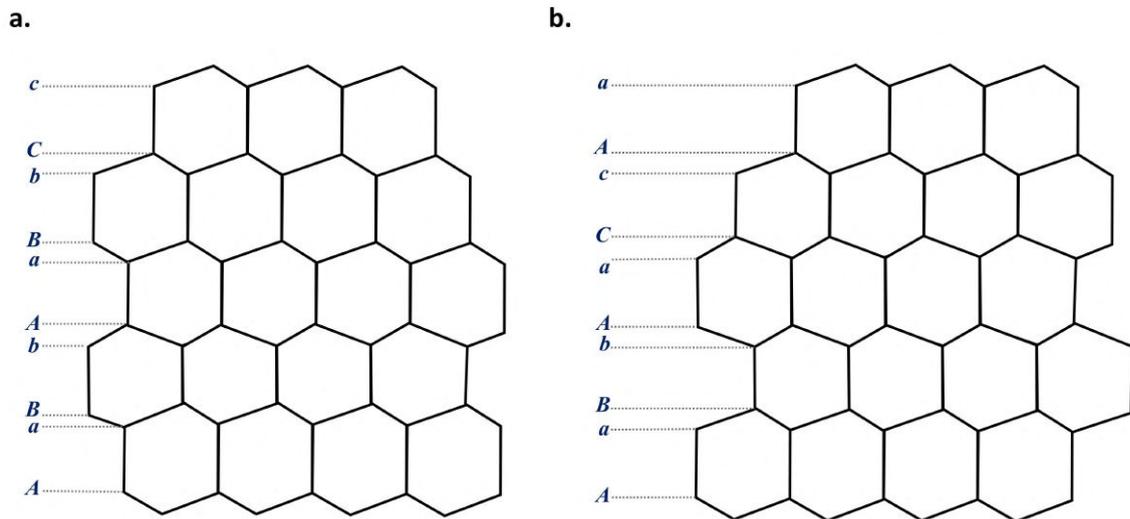


FIGURE I.11 – Défaut d'empilement dans une structure cubique diamant : a) défaut d'empilement intrinsèque formé par la suppression de la double couche atomique  $Cc$ , b) défaut d'empilement extrinsèque formé par l'ajout de double couche atomique  $Aa$ .

Le défaut d'empilement, qui est un défaut plan (2D) peut être intrinsèque ou extrinsèque : intrinsèque correspond au retrait d'une bicouche atomique et se traduit par une séquence d'empilement du type  $\dots AaBbCc/Aa * Bb/AaBbCc\dots$  (cf. Fig. I.11.a) ; extrinsèque correspond à l'ajout d'une bicouche et se traduit par une séquence d'empilement du type  $\dots AaBbCc/AaBb * Aa * Cc/AaBbCc\dots$  (cf. Fig. I.11.b).

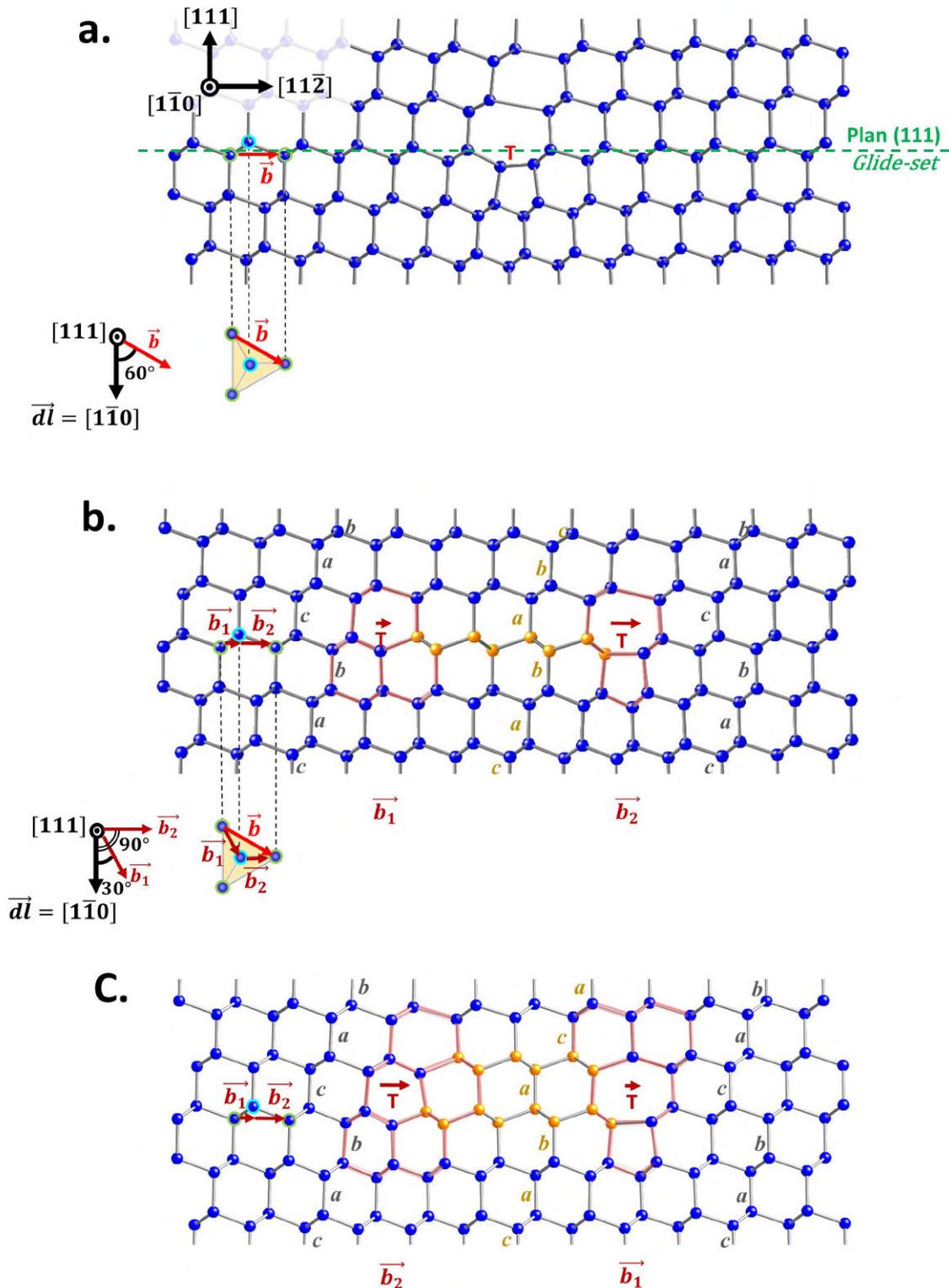


FIGURE I.12 – Dissociation d'une dislocation parfaite dans le *glide-set* : (a) dislocation parfaite non dissociée, (b) dislocation dissociée avec formation d'un défaut d'empilement intrinsèque borné par deux dislocations partielles de Shockley de caractère  $30^\circ$  et  $90^\circ$  (c) dislocation dissociée avec formation d'un défaut d'empilement extrinsèque borné par deux dislocations partielles de caractère  $30^\circ$  et  $90^\circ$ .

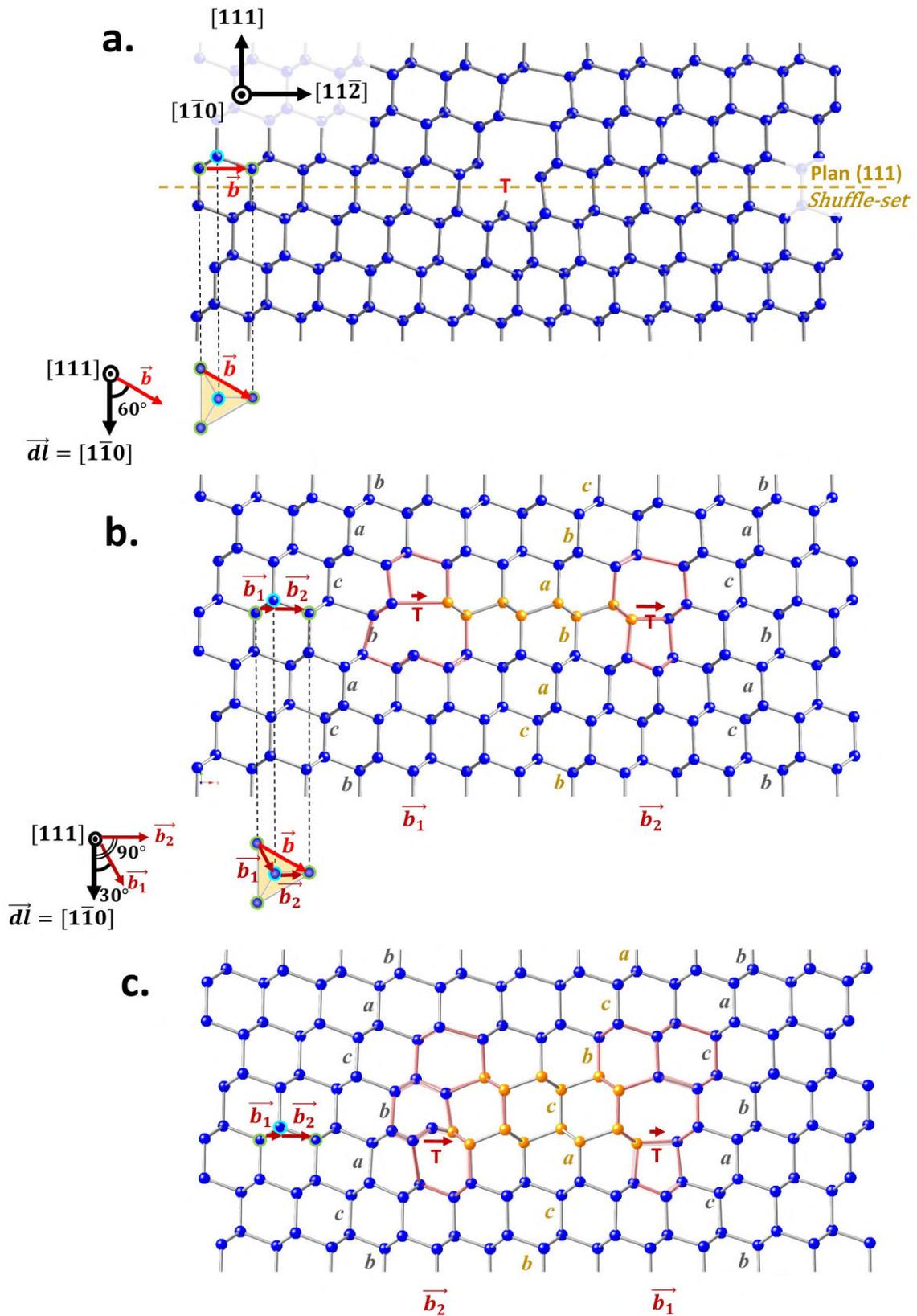


FIGURE I.13 – Dissociation d’une dislocation parfaite dans le *Shuffle-set* : (a) dislocation parfaite non dissociée, (b) dislocation dissociée avec formation d’un défaut d’empilement intrinsèque, (c) dislocation dissociée avec formation d’un défaut d’empilement extrinsèque.

La dissociation des dislocations parfaites  $60^\circ$  dans les plans  $\{111\}$ , peut être envisagée dans les deux configurations *Glide-set* et *Shuffle-set*. Néanmoins, des différences se présentent entre ces deux cas de dissociation<sup>27,46</sup>.

En effet, la dissociation dans le plan de type *Glide-set* conduit à la formation d'un défaut d'empilement de faible énergie, les distorsions des liaisons atomiques produites lors de cette dissociation restent confinées dans le cœur des deux dislocations partielles appelées dans ce cas "dislocations partielles de Shockley" (cf. Fig. I.12). Par contre, dans le cas d'une dissociation dans un plan de type *Shuffle-set*, un défaut d'empilement de haute énergie est formé entraînant une forte distorsion des liaisons atomiques (cf. Fig. I.13). Le défaut d'empilement est délimité dans ce cas par deux dislocations partielles dont l'une est glissile (dislocation partielle de Shockley) et l'autre supposée sessile (*i.e.* immobile). En effet, le mouvement de cette dernière nécessite un réarrangement atomique local appelé *shuffling*<sup>27</sup> (cf. Fig. I.13).

La propagation conjointe de plusieurs dislocations partielles sur des plans  $\{111\}$  adjacents mène à la formation d'une macle. La partie du cristal maclé est l'image du cristal parfait dans un miroir et donc la macle formée est séparée de la partie parfaite du cristal par un plan de défauts appelé *joint de macle* (cf. Fig. I.14).

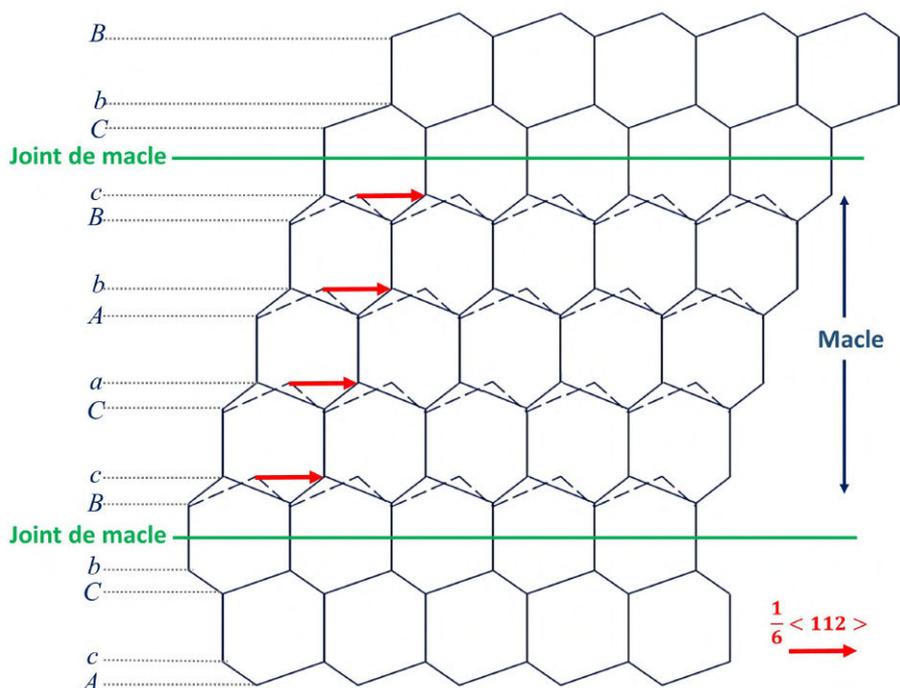


FIGURE I.14 – Formation d'une macle par cisaillement de quatre plans adjacents  $(111)$ -*Glide-set* : la structure du cristal avant le passage des dislocations partielles est représentée par les pointillés.

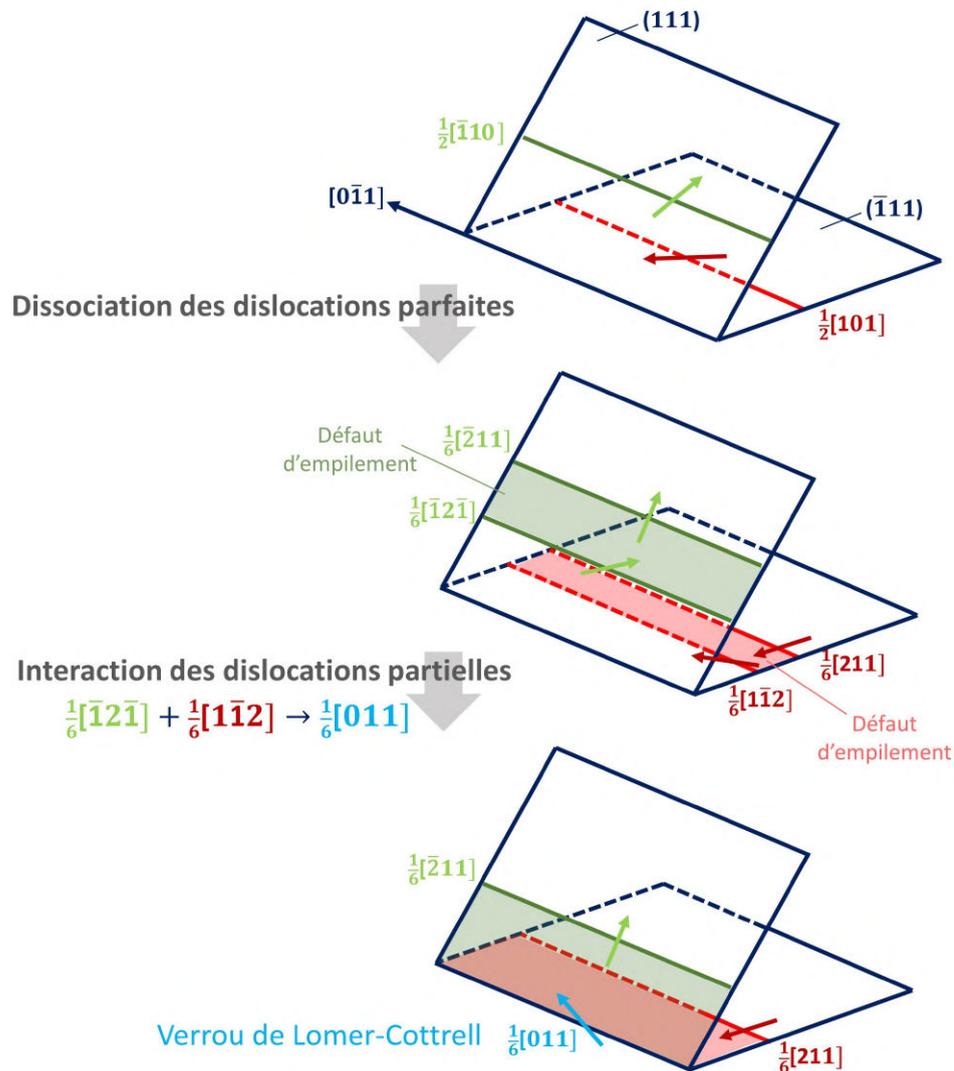


FIGURE I.15 – Formation d'un verrou de Lomer-Cottrell

La propagation de dislocations parfaites dans différents plans sécants peut mener à la formation de nouveaux types de dislocations, ces dernières pouvant être glissiles ou sessiles (formation de verrou). En effet, deux dislocations parfaites de  $60^\circ$  appartenant à deux familles de plans  $\{111\}$  différents, peuvent interagir pour donner naissance à une dislocation sessile. Ce type de dislocation est connu sous le nom de verrou de Lomer<sup>47,48</sup> leur interaction pouvant être écrite comme suit :

$$\frac{1}{2}[\bar{1}10] + \frac{1}{2}[101] = \frac{1}{2}[011] \quad (\text{I.19})$$

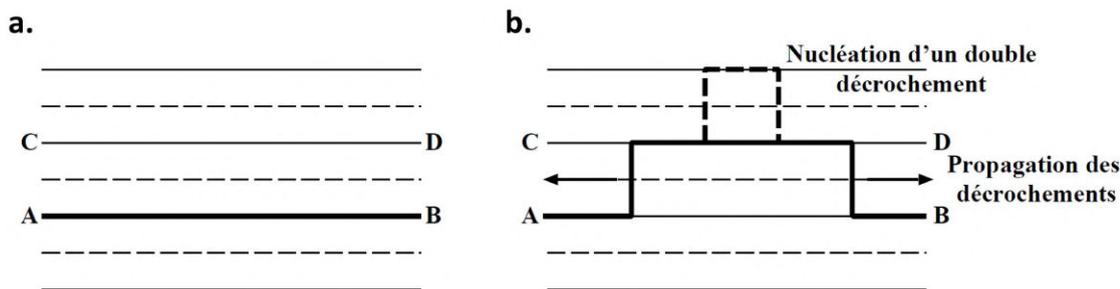
Lorsque les deux dislocations parfaites sont dissociées, leur interaction peut donner naissance à un verrou de Lomer-Cottrell (cf. Fig. I.15)<sup>49-51</sup>, par la recombinaison de deux dislocations partielles de Shockley :

$$\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{1}{6}[1\bar{1}2] = \frac{1}{6}[011] \quad (\text{I.20})$$

De même que précédemment, la ligne et le vecteur de Burgers du verrou de Lomer-Cottrell définissent alors un plan de glissement qui n'est pas un plan dense de type  $\{111\}$ , le segment formé étant dans ce cas sessile.

#### 2.2.4 Mobilité des dislocations

Sous l'effet des sollicitations mécaniques ou thermiques, les dislocations glissiles peuvent se déplacer, leur déplacement étant d'autant plus difficile que les vallées de Peierls sont profondes. Pour de faibles niveaux de contraintes, l'apport de l'énergie thermique facilite la mobilité des dislocations par nucléation et propagation de doubles décrochements (cf. Fig. I.16)<sup>27,52-54</sup>.



**FIGURE I.16 – Représentation schématique de la nucléation et de la propagation d'un double décrochement : a) position initiale de la dislocation en AB b) nucléation et propagation d'un double décrochement pour faire passer la dislocation de la position AB à CD. Les lignes continues représentent les vallées de Peierls et les lignes en pointillé représentent les cols entre vallées.**

L'énergie de formation et la propagation d'un double décrochement sont étroitement liées à la structure de cœur des dislocations. De nombreuses études ont été menées pour déterminer les énergies et les reconstructions du cœur pour les différents types de dislocations<sup>55-61</sup>. Dans le cas des dislocations parfaites non dissociées, différents cas de figures peuvent se présenter selon le caractère de la dislocation. Pour une dislocation vis, deux configurations de cœur stables sont représentées dans la figure I.17.a. Selon Guérolé et al.<sup>59</sup> le cœur C2 est plus stable que le cœur A, cependant seul le cœur A est mobile à basse température. À plus haute température, le cœur A qui est localisé dans le *shuffle-set*, se transforme en cœur C<sub>2</sub> localisé dans le *glide-set* par l'intermédiaire de C<sub>1</sub>.

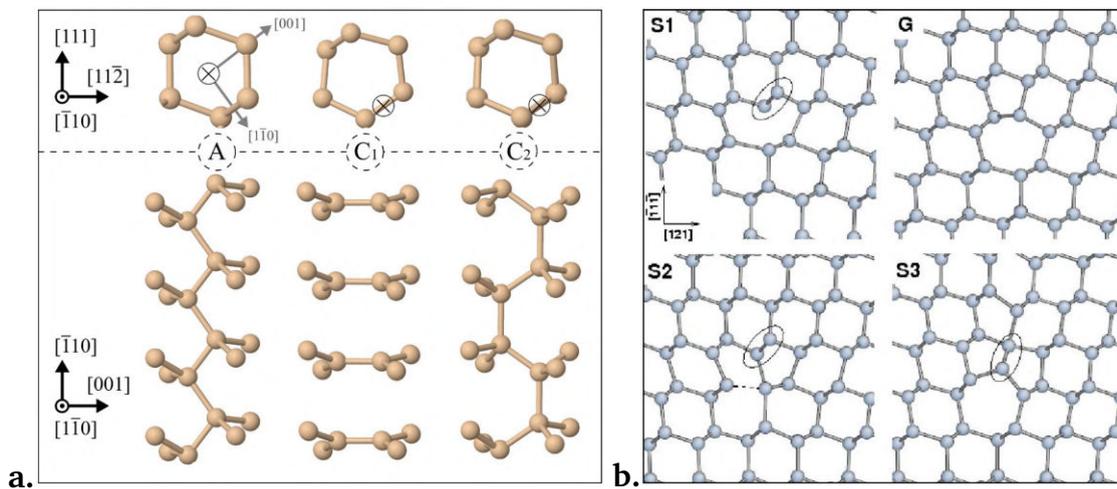
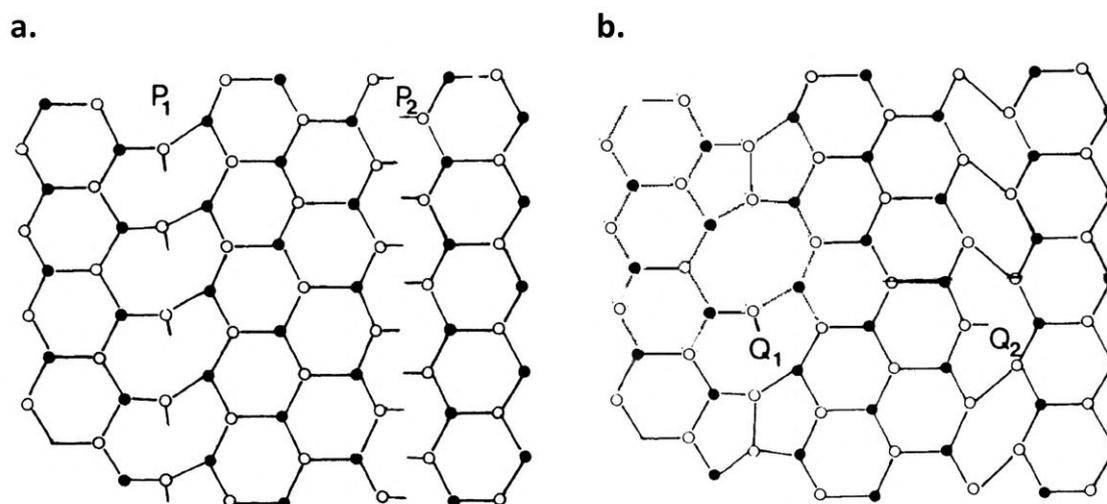


FIGURE I.17 – Structures de cœur des dislocations parfaites : a) à caractère vis, la configuration A est pour une dislocation dans le *shuffle-set* et C<sub>2</sub>, par l'intermédiaire de C<sub>1</sub>, est pour une dislocation dans le *glide-set*. b) à caractère 60°, la configuration G est pour une dislocation dans le *glide-set* tandis que la configuration S<sub>3</sub>, qui passe par la configuration S<sub>1</sub> puis S<sub>2</sub>, est pour une dislocation dans le *shuffle-set*<sup>59,60</sup>.

Dans le cas d'une dislocation parfaite non dissociée de caractère 60°, les calculs atomistiques réalisés par Pizzagalli et *al.*<sup>60</sup> montrent la présence de quatre structures de cœur (cf. Fig. I.17.b). Seules les structures de cœurs G et S<sub>3</sub> sont stables. Cependant, elles ne sont pas mobiles. Pour cette raison, les auteurs supposent que la configuration S<sub>1</sub> est une configuration de transition qui existe lorsque la dislocation est mobile. Une fois que les contraintes ne sont plus suffisantes, le cœur S<sub>1</sub> se transforme en un cœur stable avec un court passage par la configuration S<sub>2</sub>.

Les structures de cœur des dislocations à caractère 30° et 90° ont été étudiées en détail par George et Rabier<sup>61</sup>. La figure I.18 présente des structures de cœur avant et après reconstruction de deux dislocations partielles de Shockley, issues d'une dissociation d'une dislocation parfaite 60°. La relaxation des structures de cœur non reconstruits implique des réarrangements de liaisons, ces derniers pouvant se faire de différentes manières. Pour la dislocation à caractère 30°, la reconstruction complète conduit à la possibilité unique d'un noyau à double période (cf. Fig. I.18.b). Par contre pour une dislocation à caractère 90°, deux possibilités sont envisagées. Une reconstruction à simple période proposée par Hirsch<sup>62</sup> et Jones<sup>63</sup> et une reconstruction à double période proposée par Bennetto et *al.*<sup>64</sup>, cette dernière est favorisée selon les calculs atomistiques<sup>65</sup>.



**FIGURE I.18 – Structures de cœur des dislocations partielles 30° et 90° :** a) structures de cœur non reconstruites de deux dislocations partielles de Shockley 30°(P<sub>1</sub>) et 90° (P<sub>2</sub>). b) structures de cœur après reconstruction. Q<sub>1</sub> et Q<sub>2</sub> sont des défauts (soliton) qui sont susceptibles de se former lors de la reconstruction<sup>61</sup>.

## 3 Silicium : Plasticité à l'état massif

### 3.1 Comportement mécanique

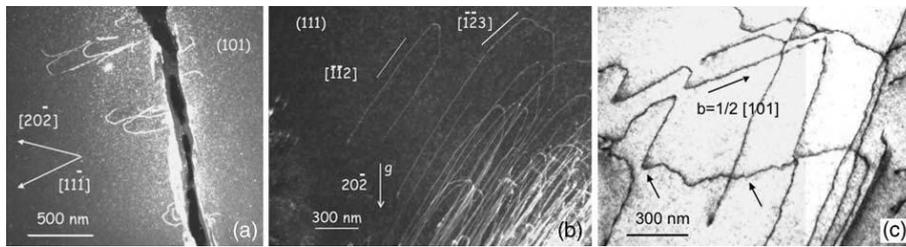
L'étude du comportement mécanique d'un matériau s'effectue généralement par la sollicitation de ce dernier par des forces externes. Sous l'action des contraintes extérieures, l'énergie élastique emmagasinée dans le matériau augmente. Selon la manière dont cette énergie est relaxée, deux comportements mécaniques sont distingués : lorsque la relaxation s'effectue par l'intermédiaire des fissures, le comportement du matériau est dit fragile. Ces fissures se propagent généralement dans les matériaux cristallins suivant les plans atomiques les plus denses conduisant au clivage du matériau. La rupture, dans ce cas, est très rapide et la relaxation des contraintes par réarrangements atomiques est négligeable. À l'inverse, un comportement ductile peut être observé lorsque les contraintes emmagasinées sont relaxées, en partie ou en totalité, par l'intermédiaire de la nucléation, multiplication et propagation de dislocations.

La plupart des matériaux semiconducteurs présentent un comportement fragile à basse température et ductile à haute température. La transition entre ces deux comportements est relativement étroite (quelques kelvin<sup>66,67</sup>). Toutefois, la température à laquelle se produit cette transition dépend des conditions de déformation, à savoir la géométrie de l'échantillon, l'orientation cristallographique, les défauts préexistants, la vitesse de déformation imposée, ainsi que le mode de chargement (mode force ou déplacement contrôlé<sup>68,69</sup>).

Dans le cas du silicium massif, deux régimes de déformation sont distingués selon le niveau de contrainte appliquée et la température de déformation : le régime de basses températures/hauts contraintes et le régime de hautes températures/basses contraintes.

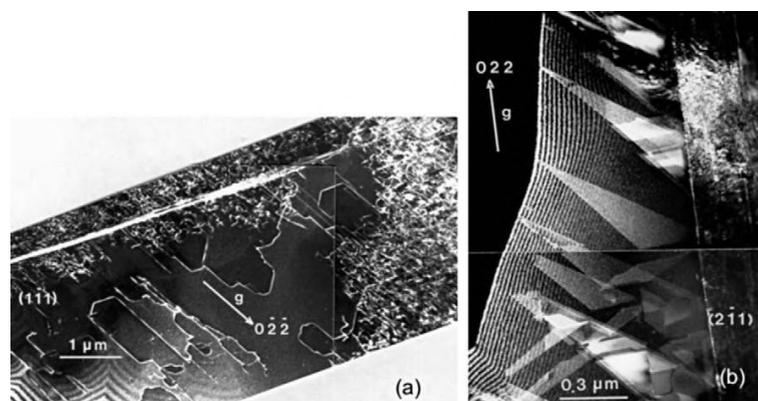
#### a) Régime basse température :

À température ambiante, le silicium a un comportement fragile qui peut-être dû à la propagation des têtes des fissures préexistantes<sup>70-72</sup>. Afin d'étudier sa plasticité dans ce régime de température, une pression de confinement peut être appliquée afin d'éviter l'ouverture et la propagation des fissures. Une pression hydrostatique élevée doit être appliquée, mais qui ne doit pas dépasser 12 GPa afin d'éviter la transformation en phase Si-III du silicium sous compression<sup>73,74</sup>.



**FIGURE I.19** – Microstructures de déformation contenant des dislocations parfaites (pression de confinement 5 GPa). (a) Température de déformation  $T = 293^{\circ}\text{C}$ , image réalisée en faisceau faible (WB), les dislocations nucléées en bord de fissures sont de type  $1/2[10\bar{1}\{1\bar{1}1]$ . (b) Dislocations alignées le long de différentes vallées de Peierls :  $\langle 112 \rangle / 30$ ,  $\langle 123 \rangle / 41$  et  $\langle 110 \rangle$  vis. (c) Température de déformation  $T = 150^{\circ}\text{C}$ , les dislocations observées présentent des points d'encrage indiqués par les flèches<sup>75,76</sup>.

Les microstructures observées dans ce régime de déformation indiquent que les dislocations ne sont pas dissociées pour des pressions de confinement atteignant 5 GPa et des températures inférieures à  $300^{\circ}\text{C}$  (cf. Fig. I.19). Plusieurs dislocations avec différents caractères ont été identifiées :  $30^{\circ}$ , vis,  $60^{\circ}$  et  $41^{\circ}$ <sup>75,77-79</sup>. La présence de ces dislocations dans une configuration *Shuffle* ou *Glide*, n'a pas été fermement établie bien que différents auteurs supposent qu'elles soient de type *Shuffle*<sup>80-83</sup>. Cependant, quand la pression de confinement appliquée est moins importante ( $< 2\text{GPa}$ ) les microstructures observées révèlent la présence de dislocations dissociées<sup>84,85</sup> qui, en fonction de l'axe de sollicitation, peuvent dans certains cas conduire à un mouvement de dislocations partielles décorréliées (cf. Fig. I.20).



**FIGURE I.20** – Microstructures de dislocations dans le silicium déformé sous pression de confinement ( $< 2\text{GPa}$ ). (a) compression suivant un axe de déformation parallèle à une orientation cristallographique  $\langle 111 \rangle$  sous pression de confinement de 700 MPa (D'après Demenet<sup>85</sup>). (b) compression suivant un axe de déformation parallèle à une orientation cristallographique  $\langle 100 \rangle$  sous pression de confinement de 1,5 GPa (D'après Castaing et al.<sup>84</sup>).

### b) Régime haute température :

À plus haute température, le silicium peut être amené à se déformer plastiquement. Au delà de  $0,6 T_F$  ( $T_F = 1414^\circ\text{C}$  désigne la température de fusion<sup>34</sup>), la déformation plastique dans ce régime (haute température/basse contrainte) fait intervenir la dissociation des dislocations parfaites dans le *Glide-set* donnant naissance à deux dislocations partielles de Shockley séparées par un défaut d'empilement. La distance de dissociation d'une dislocation ( $\Delta$ ) est inversement proportionnelle à l'énergie de défaut d'empilement ( $\gamma$ ) à l'équilibre en l'absence de contrainte (interne ou externe). Cependant, lorsque les dislocations se déplacent sous l'action d'une contrainte externe,  $\Delta$  peut s'écarter de la valeur d'équilibre.

De nombreuses observations en microscopie électronique en transmission (TEM) ont été effectuées par différentes équipes, l'une des premières études réalisées étant celle de Ray et Cockayne<sup>86,87</sup>. En utilisant la technique du faisceau faible<sup>88</sup> sur des échantillons de silicium déformés à haute température ( $850^\circ\text{C}$  et  $1200^\circ\text{C}$ ), des dislocations parfaites dissociées ont été observées (cf. Fig.I.21). La dissociation de ces dislocations donne naissance à un défaut d'empilement intrinsèque d'énergie égale à  $\gamma = 51 \pm 15 \text{ mJ} \cdot \text{m}^{-2}$  calculée à l'aide de la théorie de l'élasticité anisotrope<sup>27</sup>. Les nœuds des dislocations observés sont toujours étendus avec la présence de défauts d'empilements intrinsèques et extrinsèques alternativement, l'énergie du défaut d'empilement extrinsèque étant du même ordre que le défaut intrinsèque<sup>46</sup>.

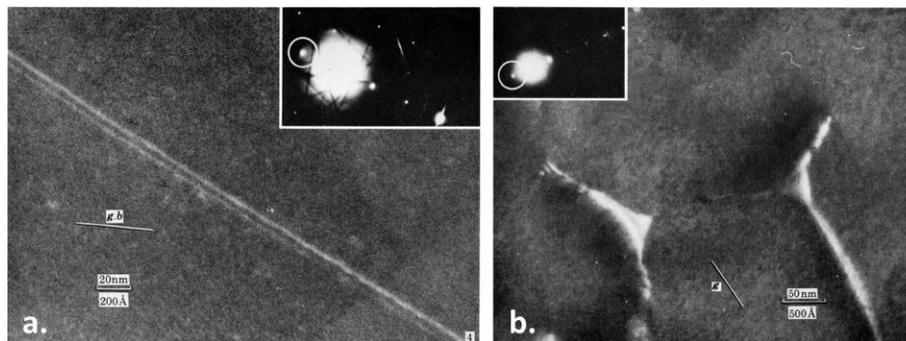
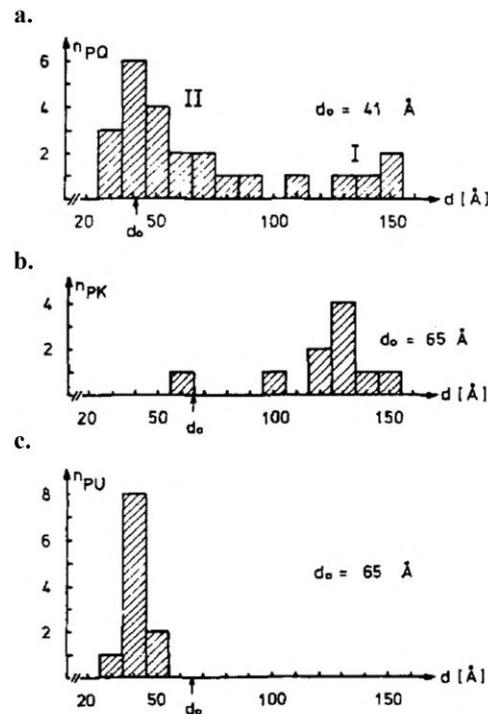


FIGURE I.21 – Microstructures de dislocations dans le silicium déformé à haute température entre  $850^\circ\text{C}$  et  $1200^\circ\text{C}$  : a) Image TEM en faisceau faible d'une dislocation dissociée. b) Défauts d'empilements intrinsèques et extrinsèques imagés à proximité d'un nœud de dislocation. Les encarts dans (a) et (b) montrent les conditions de diffraction utilisées pour former les images. (D'après Ray et al.<sup>87</sup>)

Plus tard, l'étude de Gomez et al<sup>89,90</sup> sur la dissociation des segments vis des dislocations dans Si, Ge et GaAs, a montré que la largeur de dissociation variait en fonction de la nature du défaut d'empilement formé<sup>91</sup>. En effet, une largeur de

dissociation plus importante du segment vis a été observée par rapport à la valeur calculée théoriquement<sup>27</sup>.



**FIGURE I.22 – Distance de dissociation dans le silicium contraint à  $T=420^\circ\text{C}$  :** **a)** cas de dissociation de dislocations vis (PQ). **b)** dislocations  $60^\circ$  dissociées ayant une dislocation partielle de tête de type  $90^\circ$  (PK). **c)** dislocations  $60^\circ$  dissociées ayant une dislocation partielle de tête de type  $30^\circ$  (PU).  $n$  désigne le nombre de dislocations observées en fonction de leur distance de dissociation  $d$  ( $d_0$  représente la distance de dissociation dans le cas de silicium non contraint calculée par Ray et Cockayne<sup>87)</sup><sup>92</sup>.

L'effet de la contrainte sur la distance de dissociation des dislocations a été étudié par Wessel et Alexander<sup>92</sup>, dans leur étude menée sur des échantillons de silicium orientés  $\langle 123 \rangle$  et déformés en deux étapes : en premier lieu, une sollicitation mécanique en compression à  $750^\circ\text{C}$  puis à  $420^\circ\text{C}$  à basse contrainte afin d'introduire une densité de dislocations de  $10^7 \text{ cm}^{-2}$ , puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante en maintenant la contrainte. Les dislocations observées dans ces conditions de déformation sont dissociées avec un défaut d'empilement intrinsèque. Dans le cas des dislocations vis, la distance de dissociation s'est élargie sous contrainte, tandis qu'elle augmente pour les dislocation  $60^\circ$  dont la dislocation partielle de tête est de type  $30^\circ$ . En revanche, la majorité des dislocations  $60^\circ$  dont la dislocation partielle de tête est de type  $90^\circ$  présente une distance de dissociation inchangée ou légèrement plus grande. (cf. Fig.I.22). Selon les auteurs, la mobilité des dislocations partielles dépend à la fois, de leur type ( $30^\circ$  ou  $90^\circ$ ) et

de leur direction de propagation (propagation dans le cristal parfait : dislocation de tête "leading" ou dans le cristal fauté : dislocation de queue "trailing"). En effet, cette différence de mobilité des dislocations partielles en lien avec la direction de propagation a été observée par d'autres équipes<sup>93-95</sup>.

Le recuit à des températures assez élevées des échantillons déformés sous fortes contraintes a pour effet de ramener la distance de dissociation des dislocations à sa valeur d'équilibre<sup>96,97</sup>. La figure I.23 extraite des travaux de Aristov et *al.* présente la dépendance de la largeur de dissociation des dislocations ( $\Delta$ ) au caractère des dislocations représenté par l'angle  $\alpha$ . Les valeurs de  $\Delta$  pour l'échantillon déformé en compression à 680°C diffèrent significativement des résultats obtenus pour le même échantillon recuit à 790°C lorsque  $\alpha \approx 55^\circ$  (cf. Fig. I.23.a).

Au niveau et à proximité du segment vis des dislocations la largeur de dissociation est importante comparé au segment coin. Selon les auteurs, cela est dû à des différences dans les structures de cœur des dislocations partielles ainsi qu'aux interactions de ces dislocations avec les impuretés et les défauts ponctuels<sup>62</sup>.

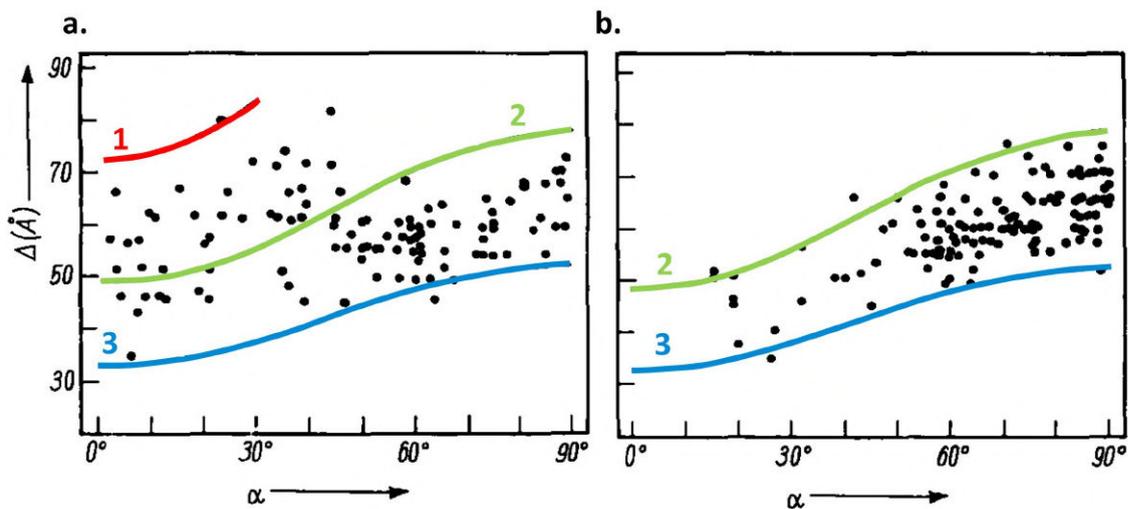
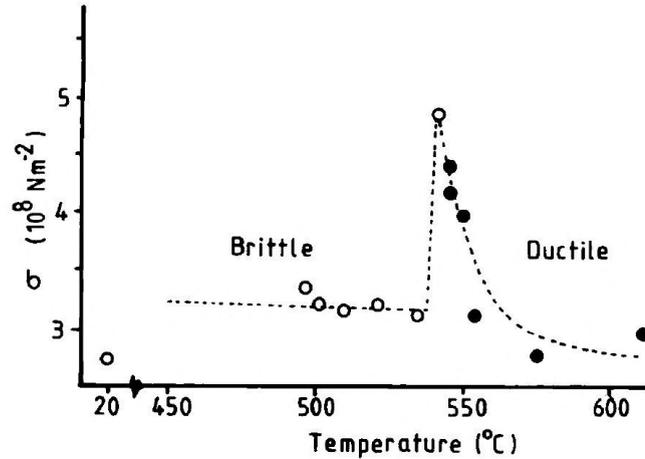


FIGURE I.23 – Effet d'un recuit thermique sur la distance de dissociation des dislocations dans le silicium : les largeurs de dissociation ( $\Delta$ ) sont mesurées en fonction du caractère des dislocations ( $\alpha$ ) pour : a) déformation à 680°C sans recuit et b) avec recuit à 790°C pendant 15 min. Les courbes 1, 2 et 3 présentent les valeurs théoriques de  $\Delta$  pour  $\gamma_1 = 30 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ,  $\gamma_2 = 48 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$  et  $\gamma_3 = 72 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ , respectivement<sup>96</sup>.

### 3.2 Transition fragile-ductile en température

Dans le cas du silicium massif, la transition entre les régimes fragile et ductile (BDT, *Brittle to Ductile Transition*) est très abrupte ( $\Delta T < 5^\circ\text{C}$ ), à pression atmo-

sphérique. La température de transition est comprise entre 550°C et 800°C selon les conditions de sollicitation.



Failure stress against temperature for intrinsic silicon; ○, brittle cleavage; ●, ductile failure.

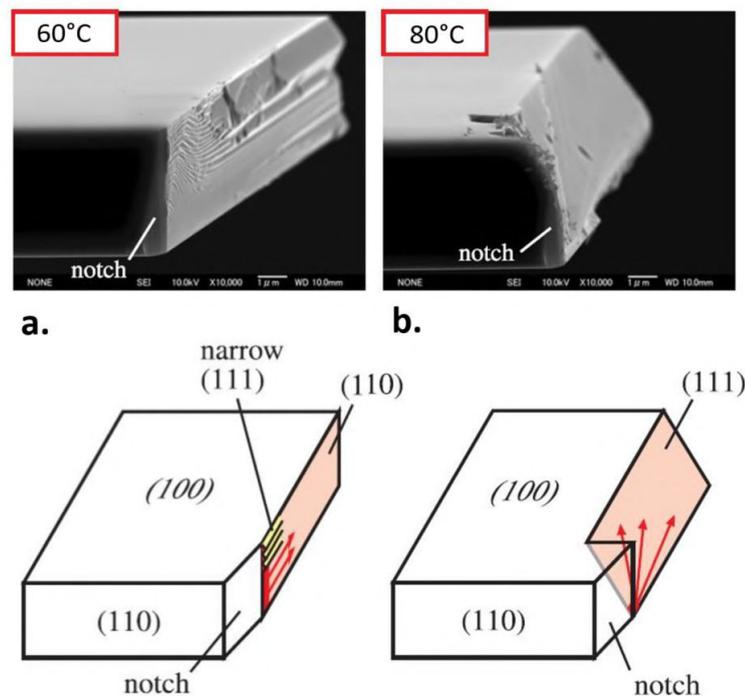
**FIGURE I.24 – Contrainte de rupture en fonction de la température pour le silicium intrinsèque :** lorsque la température est en dessous de la température de transition  $T_{BDT}$  la fracture est fragile et la contrainte de rupture est indépendante de la température. D'après Hirsch et al. <sup>66</sup>.

De nombreuses études ont été consacrées à cette transition fragile-ductile, notamment celles de St. John <sup>98</sup>, Brede et Haasen <sup>99</sup>, Hirsch et al. <sup>66,100,101</sup>, George et Michot <sup>102</sup>, Hsia et Argon <sup>103</sup>, Pirouz et al. <sup>104</sup>. Les observations ont souligné que le silicium présente une transition fragile-ductile particulièrement nette (cf. Fig. I.24). Cette transition se manifeste par une augmentation soudaine de la contrainte à la rupture et de la ténacité. Les études en microscopie électronique des échantillons fracturés ont montré qu'il n'y a guère d'activité de dislocations à la pointe des fissures en dessous de la température de transition fragile-ductile ( $T_{BDT}$ ). Une fois la température de transition dépassée, une énorme quantité de dislocations est nucléée, notamment à partir des têtes de fissures pré-existantes. Ces dislocations permettent de relaxer les contraintes qui se concentrent au niveau des fronts de fissure. Ce mécanisme est appelé "*dislocation shielding*" ou émoussement <sup>105-107</sup>. Il est également important de noter que si le silicium est pré-déformé pour introduire des dislocations, il présente une transition moins abrupte. La température de transition  $T_{BDT}$  dépend de la vitesse de déformation ou plus précisément du taux de l'intensité de contrainte appliquée  $\dot{K}$  <sup>98,108</sup> qui peut être exprimé par :

$$\ln(\dot{K}) = A \exp\left(\frac{-U_{BDT}}{kT_{BDT}}\right) \quad (\text{I.21})$$

où  $A$  est une constante,  $k$  est la constante de Boltzmann et  $U_{BDT}$  est l'énergie d'activation égale à 2,2 eV dans le cas de silicium intrinsèque et 1,7 eV dans le cas du silicium de type N<sup>109,110</sup>.

Nakao et al.<sup>111</sup> ont mené une étude consacrée à l'effet de la température sur la ténacité des films minces de silicium et sur la transition entre les modes de fissuration. Pour cela, des essais de traction ont été effectués sur des films minces contenant des entailles sur une seule face, les essais étant effectués depuis la température ambiante jusqu'à 500°C. La valeur de la ténacité moyenne à la rupture mesurée reste la même entre la température ambiante et jusqu'à 60°C, puis cette valeur double brusquement à partir d'une température égale ou supérieure à 70°C. Un changement dans le mode de fissuration a également été observé à 70°C. En effet, la propagation des fissures s'effectue dans des plans  $\{110\}$  pour une température inférieure à 60°C et à partir de 70°C les fissures se propagent dans des plans  $\{111\}$  (cf. Fig. I.25). De plus, les observations TEM montrent la propagation des segments de dislocations pour des températures supérieures à 80°C. Ces dernières influencent la direction de propagation des fissures.



**FIGURE I.25 – Morphologie de fissuration du silicium :** a) À 60°C, la propagation de la fissure s'effectue le long du plan (110) b) À 80°C, la propagation de la fissure s'effectue le long du plan (111)<sup>111</sup>.

Selon l'étude de Roberts et al., deux types de dislocations sont nucléées en front de fissures : les dislocations inhibant la propagation de fissure (*shielding disloc-*

tions), ces dislocations se propagent depuis le front de fissure et interagissent avec le champ de contrainte afin de réduire son intensité; les dislocations favorisant la propagation de la fissure (*anti-shielding dislocations*), celle-ci interagissent avec le champ de contrainte de la fissure de manière à augmenter son intensité. Ces deux types de dislocations sont soit préexistantes, soit nucléées depuis le front de fissures<sup>112,113</sup> de manière homogène ou hétérogène<sup>114,115</sup>.

Le rôle des dislocations dans la fissuration est particulièrement important pour la transition fragile-ductile contrôlée par la température. En fait, la  $T_{BDT}$  peut être abaissée et un comportement ductile peut être observé lorsque le taux d'émoussement de fissures augmente<sup>116</sup>. Les études de Michot et al<sup>117,118</sup> montrent que le taux d'émoussement des fissures dépend du taux de nucléation et de la mobilité des dislocations. Le taux de nucléation dépend de la nature de la fissure. Si la fissure a un aspect lisse et homogène, la nucléation des dislocations est homogène et le nombre de sources de dislocations est limité comparé à une fissure qui comporte des aspérités (marches). Sur cette dernière, le nombre de sources de nucléation est plus important et par conséquent la probabilité de nucléer des dislocations est élevée. Dans ce cas, la  $T_{BDT}$  est plus basse. Le rôle de la mobilité des dislocations a le même rôle que le nombre de sources. En effet, si les dislocations qui participent à l'émoussement de la fissure (*shielding dislocations*) se propagent rapidement, l'énergie élastique emmagasinée est relaxée plus rapidement afin d'accommoder les contraintes. Dans ce cas, la  $T_{BDT}$  est translatée vers des températures plus basses.

En résumé, la nucléation et la propagation des dislocations permettent de libérer l'énergie élastique stockée; cette dernière entre en concurrence avec la quantité d'énergie qui s'accumule dans le système et dépend de la vitesse de déformation. Effectivement, une vitesse de déformation élevée augmente rapidement la contrainte au niveau des fissures, conduisant à leur ouverture, et favorise donc la fragilité. Afin de compenser l'augmentation de cette énergie, des températures élevées sont nécessaires pour favoriser la nucléation et la propagation des dislocations et la  $T_{BDT}$  est translatée vers des températures élevées. L'équilibre entre la vitesse de nucléation et la mobilité des dislocations d'une part et le taux de déformation d'autre part conditionne les mécanismes de relaxation plastique dominants ainsi que le comportement mécanique global et la  $T_{BDT}$  du matériau.

## 4 Silicium aux petites échelles

### 4.1 Propriétés mécaniques des nano-objets

Avec le développement des techniques expérimentales, de nombreuses équipes de recherche se sont intéressées à l'étude des propriétés mécaniques des nano-objets. Différents tests mécaniques ont été effectués (flexion, traction, compression) expérimentalement et par le biais de calculs numériques. Le choix du test à réaliser, est généralement déterminé par le rapport longueur/diamètre pouvant être obtenu pour le nano-objet d'étude. En effet, pour des rapports longueur/diamètre élevés, comme les nanofils, des tests de traction ou de flexion sont plus aisés à réaliser expérimentalement <sup>119-126</sup>. Au contraire, la compression nécessite un rapport longueur/diamètre assez faible <sup>127-131</sup>, qui permet d'assurer une bonne stabilité mécanique (absence de flambage) et une plus grande précision dans la détermination des constantes mécaniques.

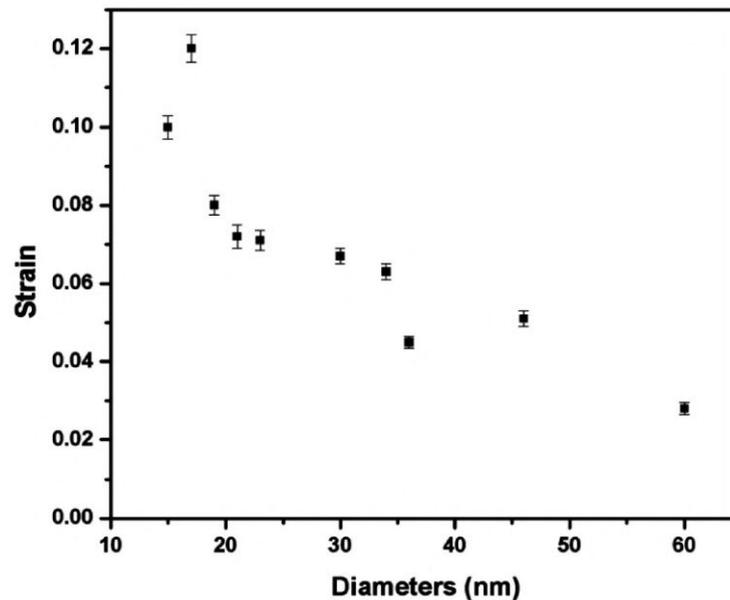


FIGURE I.26 – Déformation à la rupture en fonction du diamètre du nanofil de silicium : pour les nanofils de diamètre inférieur à 20 nm, une déformation à la rupture importante est observée pour une limite à la rupture égale à 12 GPa <sup>119</sup>.

L'investigation des propriétés mécaniques à l'échelle nanométrique, a révélé une différence notable entre le comportement des nano-objets et celui du matériau à l'état massif. En effet, la limite d'élasticité  $\sigma_e$  mesurée dans le cas des ces objets, est nettement plus élevée que celle mesurée pour le matériau massif et dans certains cas cette valeur peut atteindre la limite d'élasticité théorique. Les essais de traction réalisés par Kizuka et *al.* <sup>132</sup> sur des nanofils de silicium déformés

avec des taux d'élongation de  $10\% \pm 2\%$ , ont mis en évidence une limite d'élasticité égale à  $5,0 \pm 0,2$  GPa. De même, pour les piliers sub-micrométrique déformés en compression par Östlund et *al.*<sup>129</sup>, la limite d'élasticité mesurée est de 5,3 GPa. Ces valeurs mesurées sont supérieures de deux ordres de grandeur à la valeur de la limite d'élasticité du cristal massif.

S'agissant de la limite à la rupture  $\sigma_r$ , qui est estimée lorsque la mesure de  $\sigma_e$  est difficile (vitesse de déformation trop élevée, régime fragile, ...),  $\sigma_r$  présente une augmentation avec la réduction de la taille des nano-objets. En effet, l'étude de Hoffmann et *al.* sur les nanofils de silicium sollicités en flexion présente une contrainte limite à la rupture égale à 12 GPa, cette valeur est la même obtenue par l'équipe de Zhu<sup>119</sup> pour des nanofils de silicium sollicités en tension avec des diamètres de moins de 20 nm (cf. Fig. I.26).

L'amélioration des propriétés mécaniques due à l'augmentation de  $\sigma_e$  et  $\sigma_r$  ainsi qu'une amélioration de la ténacité<sup>133-138</sup> dans les objets de très petites dimensions, peut être attribuée au fait que le nombre de défauts dans le volume est fortement réduit. De plus, lorsque la taille diminue, le rapport surface/volume augmente. Ainsi, la surface libre devient la source dominante de nucléation de dislocations nécessaires pour amorcer la plasticité.

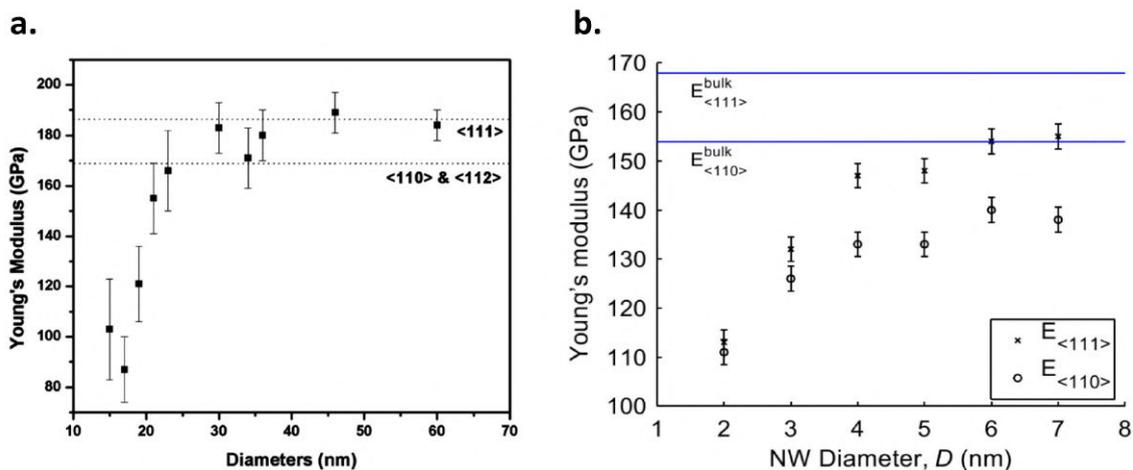


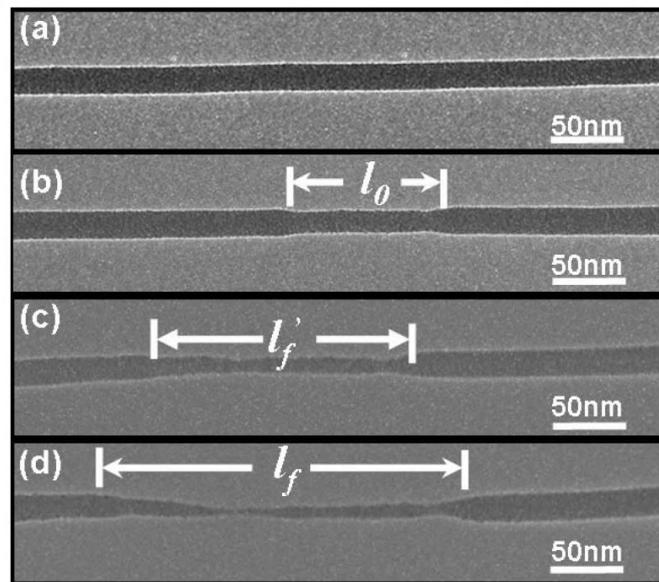
FIGURE I.27 – Mesure du module de Young en fonction du diamètre des nanofils de silicium : a) Mesures expérimentales extraites de<sup>119</sup> et b) Résultats obtenus par simulation<sup>139</sup>. Le Module de Young  $E$  diminue avec la diminution du diamètre des nanofils.

Un autre effet de la réduction des dimensions des objets est la réduction du module de Young  $E$  (cf. Fig. I.27). En effet, les résultats obtenus expérimentalement<sup>119,132,140-143</sup> et par le biais des simulations atomistiques<sup>139,144-146</sup> montrent une décroissance abrupte du module de Young au dessous d'une certaine dimension. Dans le cas des nanofils étudiés par Zhu et *al.*<sup>119</sup> le module de Young passe

d'une valeur comprise entre 170 et 185 GPa pour les nanofils de diamètre supérieur à 30 nm à presque la moitié pour les nanofils entre 10 à 20 nm. L'une des explications apportées pour cette chute abrupte du module de Young est la forte influence que peut avoir l'état de surface (rugosité, nature de la reconstruction des surfaces, épaisseur de la couche d'oxyde natif, . . .). Ceci à été confirmé par les calculs *ab initio* de Leu et *al.* <sup>147</sup>.

## 4.2 Transition fragile-ductile en taille

Comme évoqué dans la section précédente, le silicium massif présente une transition entre les régimes fragile et ductile en fonction de la température. Dans le cas des nano-objets, des études ont également montré l'existence d'une transition fragile/ductile, mais cette fois-ci en fonction de la taille à la température ambiante. Cette transition fut suggérée tout d'abord par Gerberich et *al.* dans une étude consacrée à la dureté des nanosphères de silicium <sup>148,149</sup>, puis par Han et *al.* <sup>120</sup> avec l'observation d'une réduction du diamètre des nanofils jusqu'à quatre fois le diamètre initiale avant la rupture lors des essais de traction *in-situ* en TEM (*cf.* Fig. I.28).



**FIGURE I.28 – Déformation en traction de nanofils de silicium à température ambiante** : les flèches sur les images TEM (a-d) montrent la longueur du nanofil au cours d'un test de traction *in-situ*. Le diamètre du nanofil est initialement de 26 nm (a) et diminue pour atteindre une valeur de à 6,1 nm <sup>120</sup>.

Depuis lors, de nombreuses études se sont succédées afin d'identifier les mécanismes à l'origine de ce changement de comportement, en réalisant différents tests

mécaniques (traction, compression, flexion) sur plusieurs types de nano-objets tels que les nanofils<sup>150,151</sup>, les nanopiliers<sup>152,153</sup>, les nanosphères<sup>154,155</sup> ou les nanocubes<sup>156</sup>. Les résultats de ces études présentent des divergences, notamment en ce qui concerne la taille critique à laquelle la transition fragile/ductile est supposée avoir lieu ainsi que les mécanismes responsables du comportement mécanique global. La comparaison des études réalisées, employant différentes méthodes et approches, suggère que la transition fragile/ductile aux petites échelles soit influencée par différents paramètres expérimentaux (mode et axe de sollicitation, vitesse de déformation, température, ...). Dans la suite, nous présentons quelques résultats issus de ces études.

### **Mode de déformation : traction**

Les essais de traction réalisés sur des objets de très petites dimensions sont peu nombreux à cause de la complexité du montage expérimental<sup>157-160</sup>. Toutefois certaines équipes ont réussi à déformer des nanofils en traction pour différents matériaux semiconducteurs<sup>161-164</sup>. Dans le cas du silicium les premiers essais de traction ont été réalisés par Han et *al.*<sup>120</sup> sur des nanofils de diamètres allant de 15 à 70 nm. La déformation a été effectuée suivant une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$  avec une vitesse de déformation très faible ( $10^{-5} \cdot \text{s}^{-1}$ ). Les observations TEM révèlent une très large déformation des nanofils avant rupture. Cette grande déformation a été accommodée par la nucléation d'une grande densité de dislocations. L'interaction de ces dernières a mené à une structure cristalline désordonnée puis amorphe, ce qui a entraîné l'apparition d'une zone de striction (*cf.* Fig. I.29.a) puis finalement la rupture. Par contre dans l'étude de Tang et *al.*<sup>165</sup> réalisée sur des nanofils de diamètres allant de 9 à 40 nm avec un axe de déformation orienté parallèlement à une direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$ , un comportement fragile a été observé, en effet les nanofils se déforment élastiquement jusqu'à la production d'une rupture brutale, ceci a été observé pour tous les diamètres testés (*cf.* Fig. I.29.b).

Les résultats obtenus pour les nanofils sollicités en traction suivant un axe parallèle à  $\langle 111 \rangle$  ont été confirmés par des simulations de dynamique moléculaire<sup>166</sup>. Effectivement, Liu et *al.* présentent dans leur étude une analyse détaillée sur le comportement mécanique des nanofils sollicités en traction suivant différentes orientations cristallographiques (*cf.* Fig. I.29.c). Les nanofils d'axe  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  présentent un comportement ductile régi par la nucléation des dislocations à partir des surfaces latérales et par amorphisation suivi de rupture ductile. Par contre les nanofils d'axe  $\langle 111 \rangle$  présentent une rupture fragile suivant le plan (111) perpendiculaire à l'axe de sollicitation.

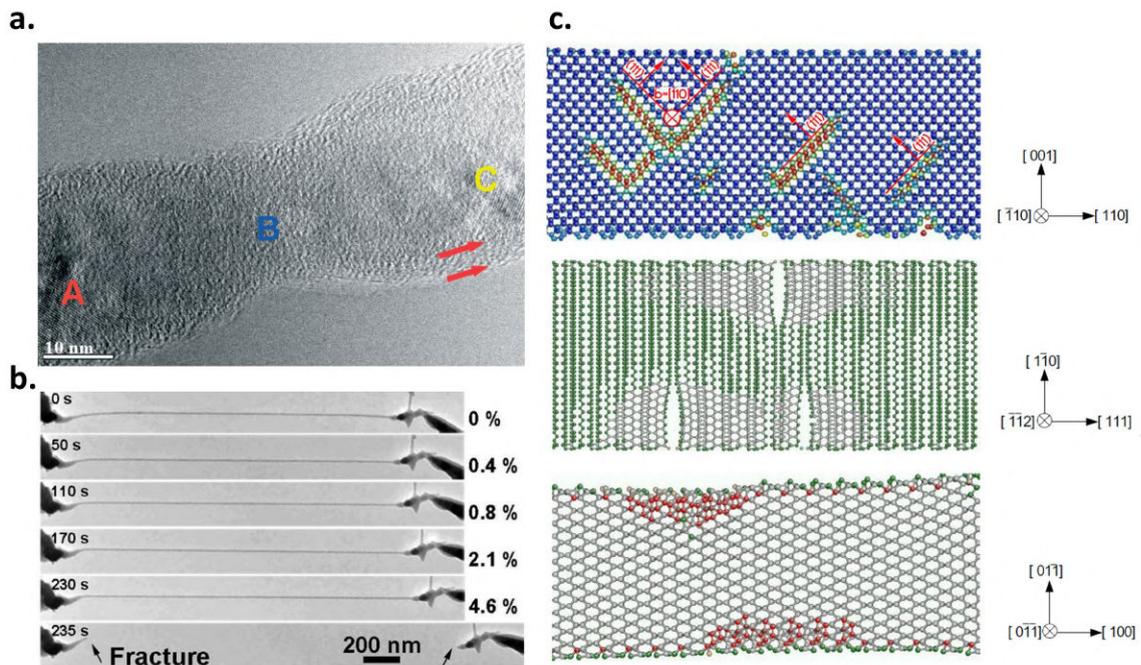
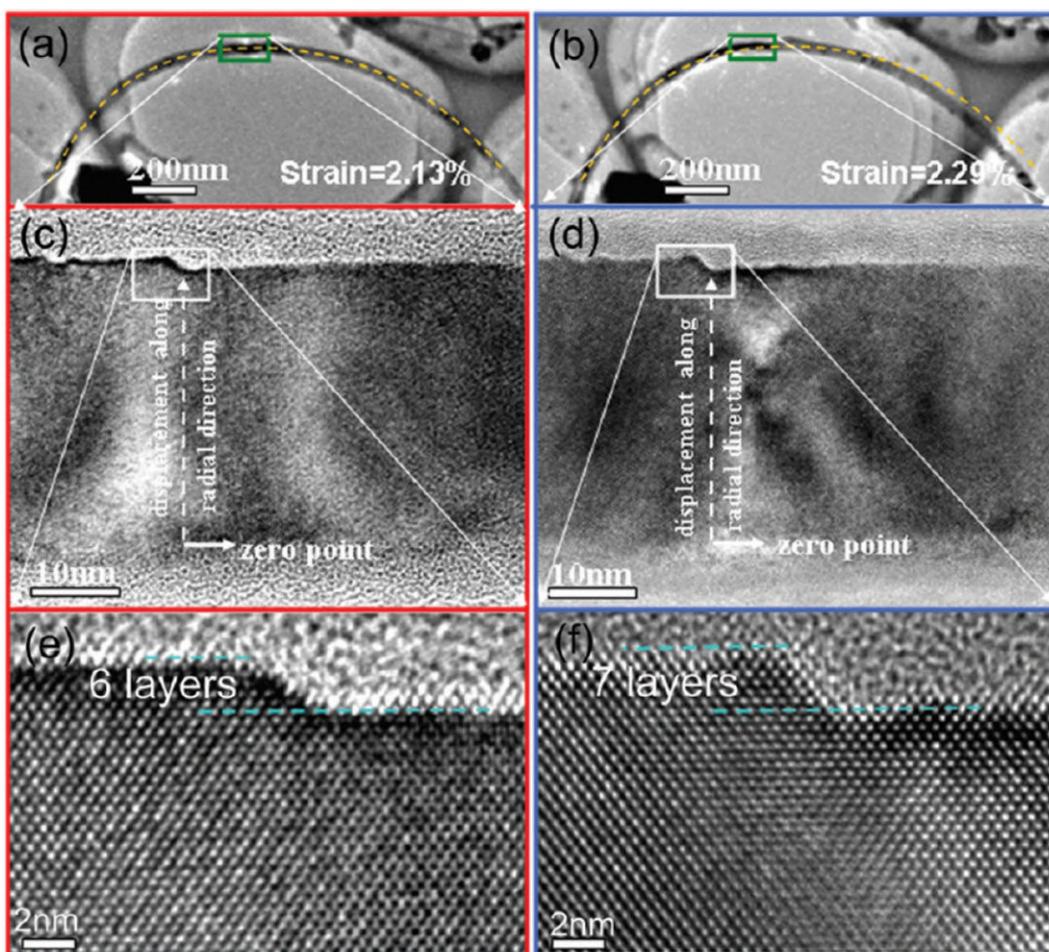


FIGURE I.29 – Effet de l'orientation cristallographique sur le comportement mécanique de nanofils sollicités en traction : a) nanofil présentant une zone de striction après une forte déformation plastique (axe de sollicitation  $\langle 110 \rangle$ )<sup>120</sup>. b) fracture fragile de nanofil sollicité suivant  $\langle 111 \rangle$  après une déformation élastique uniforme<sup>165</sup>. c) Résultats de simulation en dynamique moléculaire pour des essais de traction de nanofils ayant trois axes de sollicitation différents ( $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ )<sup>166</sup>.

### Mode de déformation : flexion

Le comportement mécaniques des nanofils change lorsqu'on passe d'une sollicitation en traction à une sollicitation en flexion, en effet les nanofils d'axe parallèle à  $\langle 111 \rangle$  étudiés par Tang et *al.*<sup>165</sup> présentant un comportement fragile en traction, se déforment d'une manière ductile en flexion avec une déformation plastique considérable (jusqu'à 20%). La nucléation de fissure débute après 20% de déformation depuis la surface latérale qui subit la traction. De même pour les nanofils ayant un axe parallèle à  $\langle 110 \rangle$ <sup>121,150,167</sup>, une très large déformation plastique a été observée (jusqu'à 14%) ainsi qu'une asymétrie dans la réponse mécanique conduisant à une microstructure<sup>121</sup>.

Les premières observations réalisées en HRTEM sur les nanofils déformés en flexion révèlent la présence de marches à la surface latérale des nanofils (*cf.* Fig. I.30) suite à la propagation de dislocations parfaites.



**FIGURE I.30 – Formation de marche nanométrique à la surface latérale de nanofil sollicité en flexion<sup>121</sup>** : a) et b) présentent les images TEM du nanofil à faible grossissement à 2,13% et à 2,29% de déformation, respectivement. c) et d) Images agrandies prises dans les régions encadrées en vert de (a) et (b), respectivement. e) et f) Images HRTEM montrent la formation d'une marche qui augmente de six couches atomiques à sept.

Wang et al<sup>150,167</sup> ont soulignés la présence de différents types de dislocations en fonction du taux de déformation plastique subie par le nanofil (cf. Fig. I.31). Les dislocations parfaites sont majoritaires au début de la déformation puis des verrous de Lomer commencent à se former suite aux interactions des dislocations parfaites. Lorsque le taux de déformation dépasse un certain seuil ( $\approx 6\%$ ) des dislocations partielles  $90^\circ$  sont nucléées à partir de la surface latérale sollicitée en tension. De plus des zones qui présentent un désordre cristallin commencent à apparaître à des forts taux déformation.

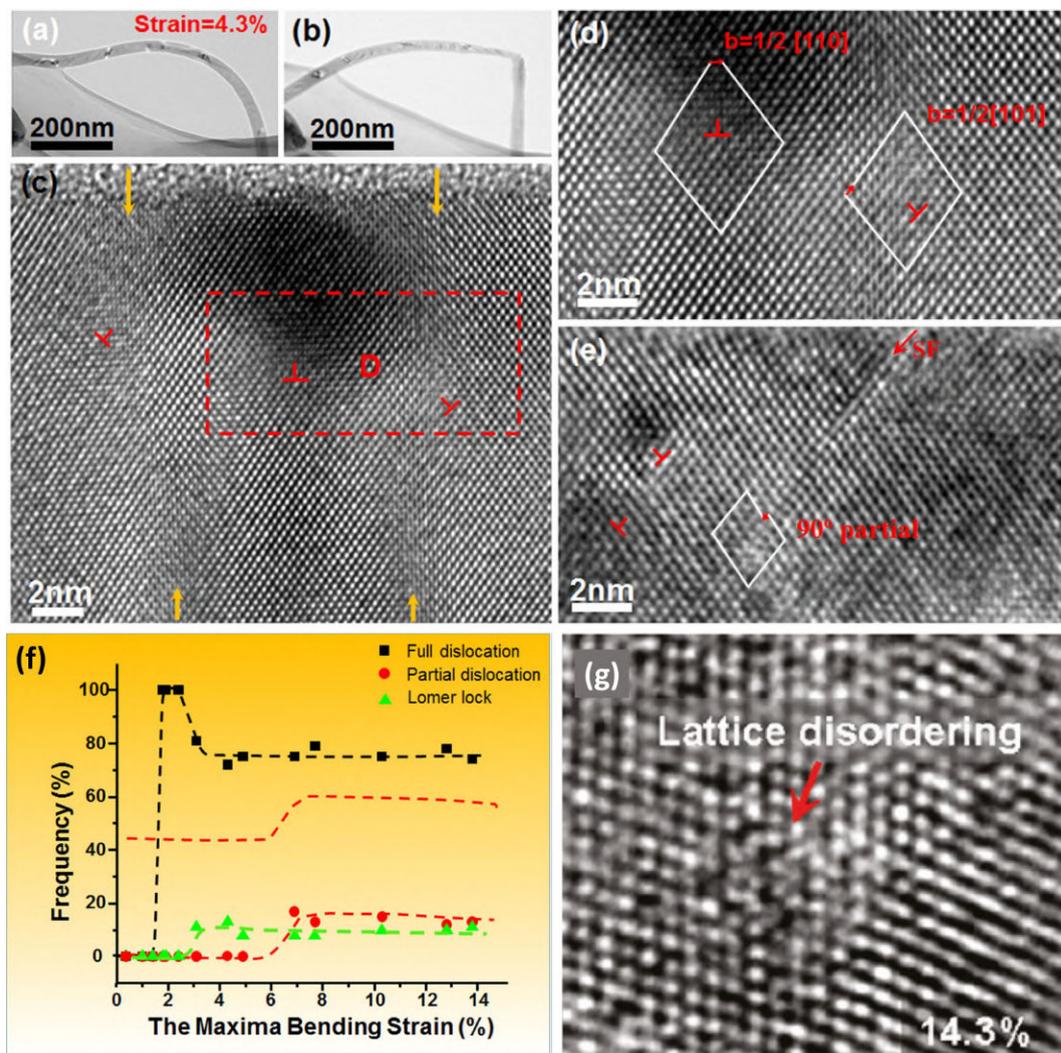
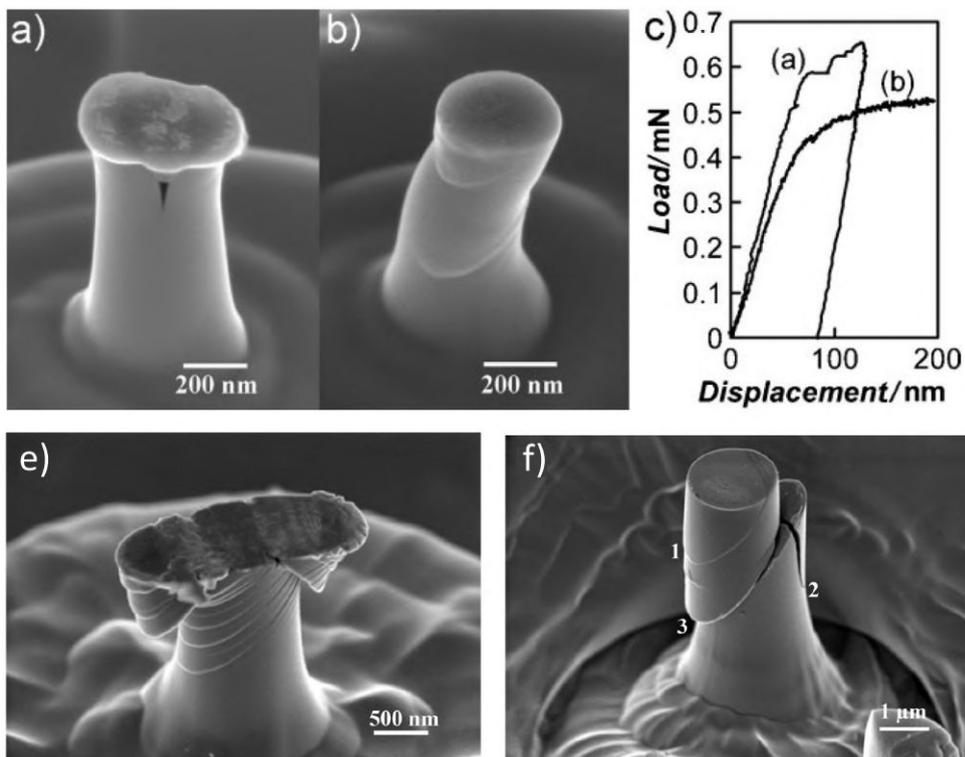


FIGURE I.31 – Nature des défauts produits lors de la sollicitation d'un nanofil en flexion : a) image TEM d'un nanofil déformé à 4,3%. b) image TEM du nanofil obtenue après la fracture. c) image HRTEM obtenue à partir du nanofil en (a), et d) est l'agrandissement du cadre rouge en (c) où une dislocation parfaite  $60^\circ$  et un verrou de Lomer sont observés. e) image HRTEM obtenue près de la zone fracturée (voir (b)) dans laquelle une dislocation partielle est introduite à partir de la surface en traction.

### Mode de déformation : compression

Les premiers tests de compression de silicium à température ambiante ont été réalisés par Östlund et al. <sup>129</sup>. Durant cette étude, les nanopiliers d'axe  $\langle 100 \rangle$  ayant un diamètre inférieur au diamètre critique ( $\approx 300$  nm) présentent un comportement ductile, tandis qu'un comportement fragile est observé pour les diamètres supérieurs à ce diamètre critique (cf. Fig. I.32.a-c).



**FIGURE I.32 – Compression de piliers de silicium :** a) et b) images SEM en haute résolution de piliers de silicium déformés en compression par Östlund et al. <sup>129</sup> ; le diamètre des piliers est de 400 et 310 nm respectivement. c) courbes de déformation pour les deux piliers(a) et (b). e) et f) images SEM en haute résolution de piliers de silicium déformés en compression par Rabier et al. <sup>138</sup> ; le diamètre des piliers est de 880 nm et  $2\mu\text{m}$  respectivement.

Le diamètre critique pour lequel une transition fragile/ductile a lieu est lié à plusieurs paramètres, à savoir la température, la direction cristallographique de la compression et la vitesse de déformation. Effectivement lors des tests de compression réalisés par Rabier et al. sur des piliers orientés  $\langle 123 \rangle$  ce qui permet l'activation d'une seule famille de plans  $\{111\}$ . Un comportement ductile a été observé à  $200^\circ\text{C}$  pour les piliers ayant un diamètre de 880 nm. De nombreuses marches à la surface latérale du pilier ont été observées (cf. Fig. I.32.e), tandis que le pilier de  $2\mu\text{m}$  déformé à la même température, présente un comportement plutôt fragile, combinant la formation de fissures et des traces de glissement à la surface latérale(cf. Fig. I.32.f).

L'activité des dislocations est à l'origine de ces deux comportements mécaniques différents, ductile et fragile. Les tests réalisés par Kort et al. <sup>168</sup> montrent qu'à l'intersection de deux familles de plans  $\{111\}$ , activées lors de la nucléation et propagation de dislocations, une fissure se forme (cf. Fig. I.33.a). Cette fissure semble être apparue à partir de l'interaction entre les dislocations et sa propagation peut être décrite par l'ouverture d'une fissure en mode I (cf. Fig. I.33.b).

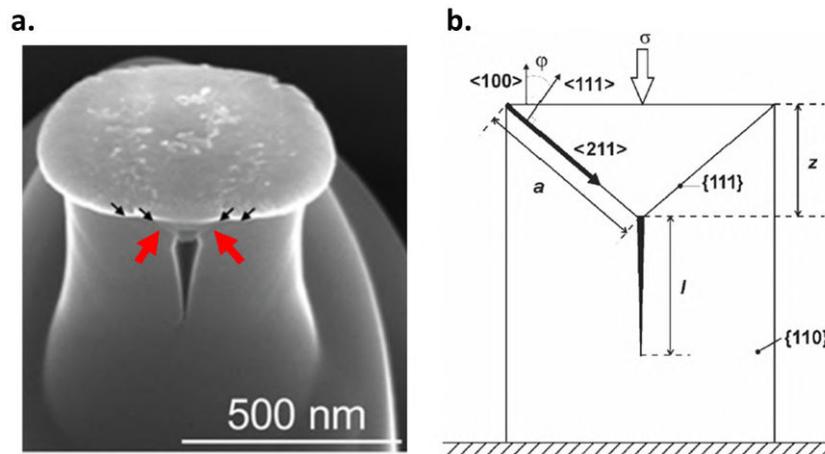


FIGURE I.33 – Mécanisme de formation de fissure durant un test de compression : a) Image MEB haute résolution d'un nanopilier déformé en compression présentant une fissure à l'intersection des deux plans de glissement  $\{111\}$  indiqués par les flèches<sup>168</sup>. b) Schéma du modèle d'ouverture d'une fissure en mode I à l'intersection de deux plans de glissements  $\{111\}$  proposé par Östlund et al.<sup>169</sup>.

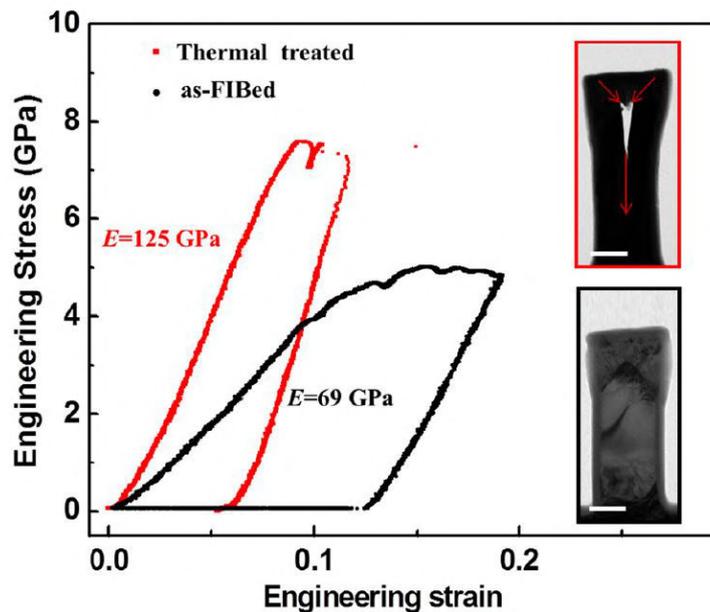


FIGURE I.34 – Courbes de déformation de piliers usinés par FIB<sup>152</sup> : La courbe en rouge présente le comportement d'un pilier traité thermiquement et la courbe en noire présente le comportement d'un pilier sans traitement. Les encarts encadrés en rouge et en noir contiennent les images obtenues en TEM des deux piliers après déformation. Echelle 100 nm.

L'effet de l'état de surface des nanopiliers préparés par FIB sur leurs comportements mécaniques a été étudié par Wang et al.<sup>152</sup>. L'étude a été réalisée pour des piliers de diamètre compris entre 85 et 650 nm avec un rapport d'aspect (hau-

teur / diamètre)  $\approx 3-4$ , les piliers sont enrobés d'une couche d'amorphe formant une coquille de  $\approx 25$  nm produite lors de l'usinage FIB, l'épaisseur de cette coquille est indépendante du diamètre du pilier usiné. La compression de ces piliers a été effectuée suivant l'axe du pilier parallèle à une direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$ . La déformation a été effectuée dans un mode déplacement contrôlé avec une vitesse de déplacement égale à  $5 \text{ nm.s}^{-1}$ . Les résultats montrent que lorsque la couche d'amorphe, qui enrobe les piliers usinés par FIB, est cristallisée lors d'un traitement thermique, les piliers de Si se comportent à nouveau d'une manière fragile avec un module de Young et une résistance à la rupture comparables à celle du Si cristallin massif. La figure I.34 présente deux courbes de déformation pour deux piliers usinés par FIB. L'un a subi un traitement thermique (courbe en rouge) et présente un comportement fragile avec ouverture d'une fissure verticale, et l'autre sans traitement thermique (courbe en noir) présente un comportement ductile.

Les tests de compression *in-situ* réalisés en TEM, présentent quelques différences dans la nature des défauts et mécanismes responsables de la déformation plastique observée en compression. En effet, dans le cas d'une déformation en compression suivant une direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  des défauts d'empilement produit par le passage de dislocations partielles ont été observés<sup>156</sup>. L'étude de Wang et al.<sup>170</sup> a mis en évidence une transition d'une structure cristalline de nanopiliers de silicium vers une structure amorphe lors du test de compression suivant une direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$ . Cette transition a eu lieu par le biais de l'accumulation de défauts étendus à fort taux de déformation. En revanche, lors des essais de compression réalisés par He et al.<sup>171</sup> suivant une direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$ , l'amorphisation de la structure cristalline n'a pas été produite directement. Un passage par une structure hexagonale diamant (Si-IV) intermédiaire a été observé. L'accumulation des dislocations dans cette nouvelle phase conduit à l'amorphisation de la structure. Il est à noter que l'amorphisation observée forme des bandes parallèles à des plans  $\{115\}$ . De plus dans le cas des nanopiliers ayant un axe  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  aucune observation de dislocations partielles ou de défaut d'empilement n'a été rapporté. Seules des dislocations parfaites ont été observées.

# Chapitre II

## Procédures expérimentales

---

*Ce chapitre a pour objectif de présenter les procédures expérimentales que nous avons utilisées dans le cadre de cette étude. La première et deuxième partie concernent la préparation des nanopiliers de silicium par la technique de gravure plasma puis leur déformation par nano-compression. La troisième partie est consacrée à la préparation des échantillons pour l'étude post mortem en utilisant la technique d'usinage par faisceau d'ions focalisé (FIB). Les avantages et difficultés rencontrés en utilisant cette technique sont discutés. La dernière partie, est quant à elle consacrée aux différentes techniques de microscopie utilisées pour la caractérisation des défauts étendus produits lors de la compression des nanopiliers, que sont la microscopie électronique en transmission conventionnelle et haute résolution (TEM, HRTEM). Le principe de fonctionnement de ces techniques est présenté et les outils utilisés pour les analyses du contraste HRTEM sont explicités (JEMS : Java Electron Microscopy Software, GPA : Geometric Phase Analysis).*

---

### 1 Élaboration des nanopiliers de silicium

#### 1.1 Substrats

Pour notre étude, des nanopiliers de géométrie cylindrique, d'un diamètre de 100 nm et d'une hauteur d'environ 300 nm ont été préparés par le procédé de gravure plasma au sein du laboratoire LPN à Marcoussis par Anne Talneau, en utilisant différents substrats. La première série d'échantillons a été réalisée sur un wafer SOI (*Silicon-On-Insulator*) qui a la particularité d'être issue du collage de deux substrats d'orientations différentes (cf. Fig. II.1). La couche de 340 nm de Si orientée  $\langle 110 \rangle$ , dans laquelle les nanopiliers ont été gravés, est séparée d'un substrat de Si orienté  $\langle 100 \rangle$  par une couche de SiO<sub>2</sub> d'épaisseur 2  $\mu\text{m}$ .

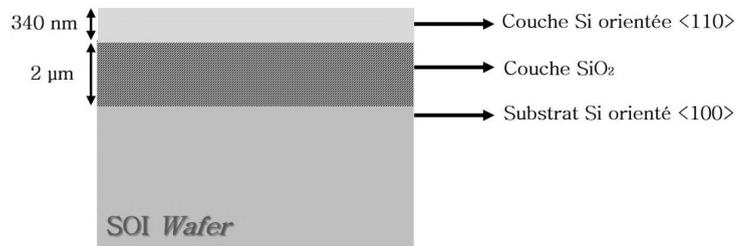


FIGURE II.1 – Schéma du substrat SOI destiné à la gravure des nanopiliers

Le choix de ce type de substrat, comprenant deux couches d'orientations cristallographiques distinctes, est rendu nécessaire par les analyses par diffraction de rayons X effectuées dans le cadre du projet ANR "BiDuL". Cette configuration de substrat permet en effet de séparer facilement le signal des nanopiliers de celui du substrat.

Une série de huit échantillons à été réalisée sur cette plaquette (*cf.* Tab. II.1) selon l'épaisseur de la couche résiduelle épargnée lors de la gravure. Les piliers gravés ont une hauteur comprise entre 285 nm et 340 nm.

Série d'échantillons C-Mars		
Échantillon	Épaisseur de la couche résiduelle	hauteur des piliers
C-Mars1	Échantillon de calibration	
C-Mars2	0 nm	340 nm
C_Mars3	5-10 nm	330-335 nm
C-Mars4	10-15 nm	325-330 nm
C-Mars5	25-30 nm	310-315 nm
C-Mars6	30-35 nm	305-310 nm
C-Mars7	45-50 nm	290-295 nm
C-Mars8	50-55 nm	285-290 nm

TABLE II.1 – Série d'échantillons C-Mars préparée sur le substrat SOI. La hauteur des piliers obtenus varie de 285 nm à 340 nm.

La deuxième série d'échantillons a été réalisée sur des *wafers* de silicium massif présentant trois orientations cristallographiques  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . La majeure partie de cette étude a été menée sur les piliers ayant un axe parallèle à une orientation  $\langle 110 \rangle$ . Ce choix d'orientation correspond à une configuration dite de glissement double, qui ne permet que l'activation de deux plans de glissement de la famille  $\{111\}$  qui ont un facteur de Schmid égal à 0,408 (*cf.* Tab. I.2). L'activation de seulement deux familles de plans  $\{111\}$  permet d'étudier les

mécanismes élémentaires de la déformation plastique, à savoir la nucléation et la propagation de défauts ainsi que leurs interactions, ce qui n'est pas possible si une seule famille de plan  $\{111\}$  est activée (cas de déformation de piliers suivant  $\langle 123 \rangle$ <sup>138</sup>). Une fois l'étude de l'interaction de défauts effectuée dans le cas de l'activation de seulement deux familles de plans  $\{111\}$ , une série d'expériences à été menée sur les autres orientations  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  pour lesquelles respectivement trois et quatre familles de plans  $\{111\}$  sont susceptibles d'être activées et donnant donc lieu à des interactions plus nombreuses entre systèmes de glissement.

## 1.2 Gravure plasma

La gravure plasma est une technique qui permet l'usinage d'objets, de différentes dimensions et géométries, à partir de motifs préalablement définis par une étape de lithographie. La figure II.2 montre les différentes étapes de lithographie et de gravure. La première étape consiste à déposer une résine photosensible sur le substrat à graver puis insoler la résine à travers un masque avec une longueur d'onde caractéristique ( $\lambda = 193 \text{ nm}$ )<sup>172</sup>. Selon que le type de résine utilisée<sup>173</sup> la partie exposée aux UV est enlevée ou conservée lors du développement de la résine, reproduisant ainsi le motif du masque lithographique (cf. Fig.II.2.a-d). La résine utilisée est choisie telle que sa réactivité avec le plasma  $\text{SF}_6$  soit largement inférieure à celle du matériau à graver, on parle alors de la sélectivité ( $S$ ) qui est le rapport entre la vitesse de gravure verticale du matériau et la vitesse de gravure verticale de la résine. Plus la sélectivité est importante ( $S \gg 1$ ), plus le masque choisi est fin. La seconde étape consiste à faire interagir le plasma avec les zones non protégées afin de reproduire le motif. Après la gravure sur une profondeur déterminée, les résidus de la résine sont supprimés à l'aide d'un autre plasma ( $\text{O}_2$ ). (cf. Fig.II.2.e-f).

Afin de reproduire fidèlement les dimensions des motifs lors de la gravure, plusieurs paramètres sont à prendre en compte tels que la sélectivité introduite précédemment et le degré d'anisotropie  $A$  qui représente la tendance du procédé à graver selon la direction verticale. Il est calculé par la formule suivante :

$$A = 1 - \frac{v_{gl}}{v_{gv}} \quad (\text{II.1})$$

Deux cas extrêmes peuvent alors être distingués (cf. Fig.II.3) :

- $A = 0$  : La vitesse de gravure latérale ( $v_{gl}$ ) est équivalente à la vitesse de gravure verticale ( $v_{gv}$ ), la gravure est dite isotrope.

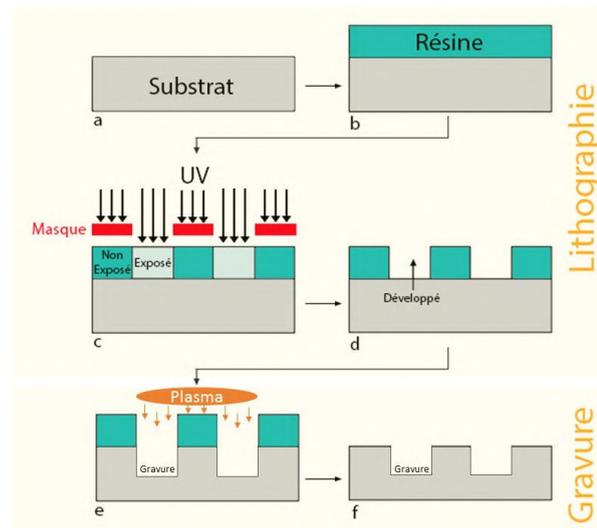


FIGURE II.2 – Les différentes étapes de lithographie et de gravure plasma

- $A = 1$  : La vitesse de gravure latérale ( $v_{gl}$ ) est nulle, dans ce cas on obtient une gravure parfaitement anisotrope.

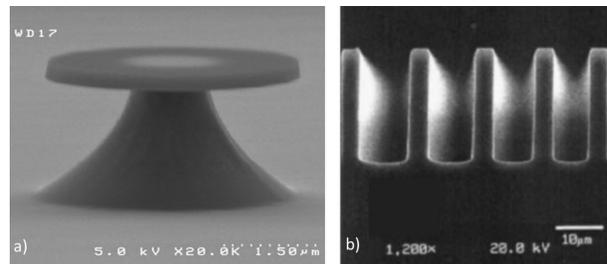
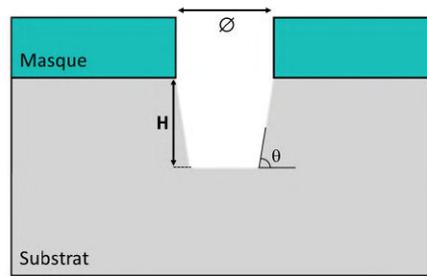
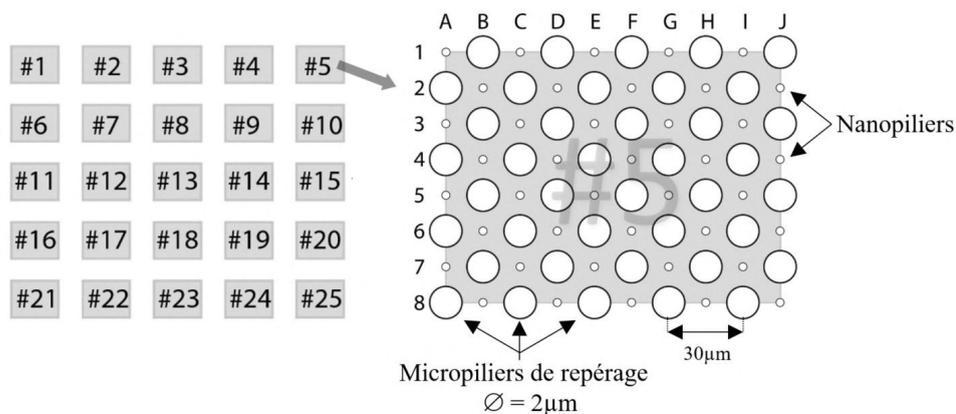


FIGURE II.3 – Différents profils de gravure : a) gravure isotrope b) gravure anisotrope.

Afin d'obtenir un degré d'anisotropie qui tend vers 1, il faut diminuer la vitesse de gravure latérale, en favorisant l'effet de protection des flancs par une couche de passivation déposée par le plasma, par rapport à l'effet de la gravure chimique de ces flancs par les éléments neutres du plasma<sup>174</sup>.

L'angle d'inclinaison des flancs ( $\theta$ ) (cf. Fig.II.4) observée sur les profils de gravure permet la caractérisation du procédé de gravure. En effet, pour un angle égale à  $\theta = 90^\circ$  le procédé est quasiment anisotrope ( $A \approx 1$ ).

Le dernier paramètre à prendre en compte lors de la gravure est le facteur d'aspect qui est défini comme le rapport entre la profondeur gravée ( $H$ ) du motif et l'ouverture ( $\varnothing$ ) du motif (cf. Fig.II.4). Ce paramètre a une influence considérable sur la vitesse de gravure<sup>175,176</sup>.

FIGURE II.4 – Profil de gravure avec un angle  $\theta < 90^\circ$ .

**FIGURE II.5 – Schéma du motif utilisé pour la gravure plasma des nanopiliers :** chaque lot contient vingt cinq *patterns* (#1,...,#25) et chaque *pattern* est composé de huit lignes et dix colonnes de piliers. Les piliers de repérage ont un diamètre de  $2\ \mu\text{m}$  et sont espacés de  $30\ \mu\text{m}$ . Les nanopiliers d'intérêt sont repérés par le numéro du *pattern*, la lettre de colonne et le numéro de ligne (exemple : #5-C5).

La figure II.5 représente le motif utilisé pour la gravure des nanopiliers pour notre étude. Pour la première série d'échantillons C-Mars, préparés sur le *wafer* SOI, deux lots composés de 25 *patterns* ont été gravés pour chaque échantillon. Suivant la colonne du *pattern*, les diamètres des nanopiliers sont alternativement de 100 nm et 400 nm. Ces deux diamètres encadrent la valeur attendue du diamètre correspondant à la transition fragile-ductile. Sur cette série d'échantillons, seuls les piliers de 100 nm de diamètre ont été étudiés car ils présentent un bon rapport d'aspect  $< 3$  qui permet d'éviter le flambage. En revanche, les piliers de 400 nm présentaient un rapport d'aspect plus petit ( $H/\varnothing \sim 0,7$ ) dû au fait que l'épaisseur du SOI est fixée (cf. Fig. II.1), leur géométrie s'apparentant ainsi à des disques.

La seconde série d'échantillons préparée sur des *wafers* de silicium massif  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  comprend un lot de 25 *patterns* par échantillon. Pour chaque

orientation cristallographique, deux échantillons ont été préparés : l'un ne contenant que des nanopiliers de 100 nm de diamètre et l'autre ne contenant que des nanopiliers de 400 nm de diamètre pour avoir le même rapport d'aspect.

## 2 Nano-compression des nanopiliers de silicium

### 2.1 Dispositif expérimental

La déformation des nanopiliers a été réalisée en compression à l'institut Pprime à Poitiers, par Christophe Tromas et Loïc Crouzier, en utilisant un nano-indenteur U-NHT (*Ultra Nano-Hardness Tester*). Ce dispositif est doté de deux structures symétriques comprenant deux axes verticaux mobiles : le premier axe est solidaire de la pointe de l'indenteur, tandis que le deuxième axe permet d'établir un contact avec la surface de l'échantillon de façon à déterminer une référence. Chaque axe dispose de son propre actuateur piézoélectrique (cf. Fig.II.6) permettant d'effectuer des déplacements nanométriques. La force appliquée à l'échantillon peut être déduite des déplacements imposés à la pointe de l'indenteur et la référence à travers les ressorts de raideur  $K_1$  et  $K_2$ . Les forces appliquées sur l'échantillon par l'indenteur et le contact de référence sont mesurées respectivement par les capteurs capacitifs  $C_1$  et  $C_3$ . Le déplacement relatif de l'indenteur par rapport à la référence est quant à lui mesuré à l'aide du capteur  $C_2$ . Ce dispositif est conçu pour effectuer des indents dont les profondeurs varient de quelques nanomètres à quelques micromètres en appliquant des forces de l'ordre du microNewton. Dans le cadre de cette étude, ce dispositif a été modifié afin de déformer les nanopiliers en compression uni-axiale. Dans ce but, l'extrémité de l'indenteur a été usiné par FIB de sorte à présenter une surface de contact plane. Pour chaque nano-pilier déformé, la courbe force-déplacement associée a été obtenue. Cette technique a été mise au point par Uchic et al. <sup>177-179</sup>.

### 2.2 Protocole expérimental

La compression des nanopiliers a été effectuée en utilisant le nanoindenteur U-NHT-Anton Paar équipé d'un poinçon plat. Le défaut de parallélisme est estimé à moins de  $0,4^\circ$ , ce qui est très faible. Les tests de compression ont été effectués en mode déplacement contrôlé. Ce mode permet de conserver une déformation à vitesse constante (régime de déformation bien contrôlé). La vitesse de déplacement du nanoindenteur est égale à  $10 \text{ nm} \cdot \text{min}^{-1}$  qui correspond à une vitesse de déformation égale à  $5,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour des échantillons de 300 nm de longueur. Les courbes obtenues à l'aide du logiciel de pilotage du nanoindenteur U-NHT sont des

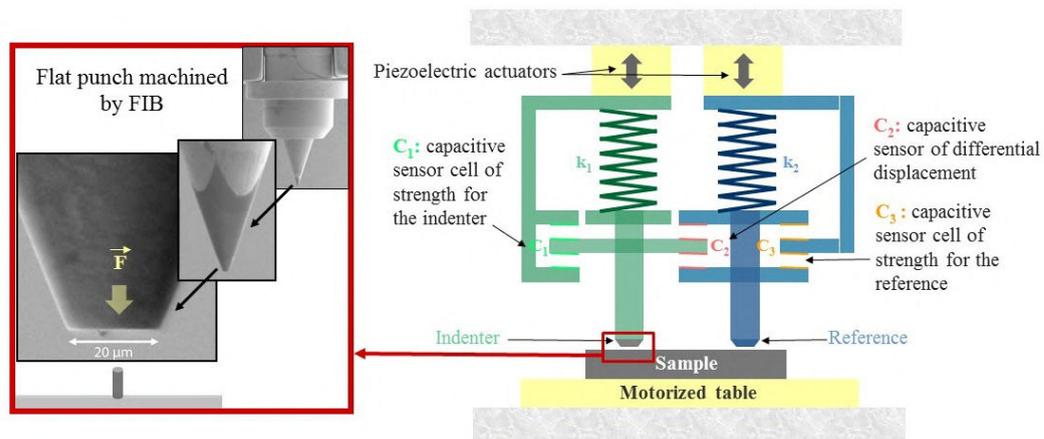


FIGURE II.6 – Schéma de principe du nano-indentateur U-NHT : À gauche : images MEB de l'indenteur. L'extrémité, usinée par FIB, présente une surface plane. À droite : le contrôle du déplacement de l'indenteur et de la force appliquée s'effectue à l'aide de deux couples d'actuateurs piézoélectriques et de capteurs capacitifs.

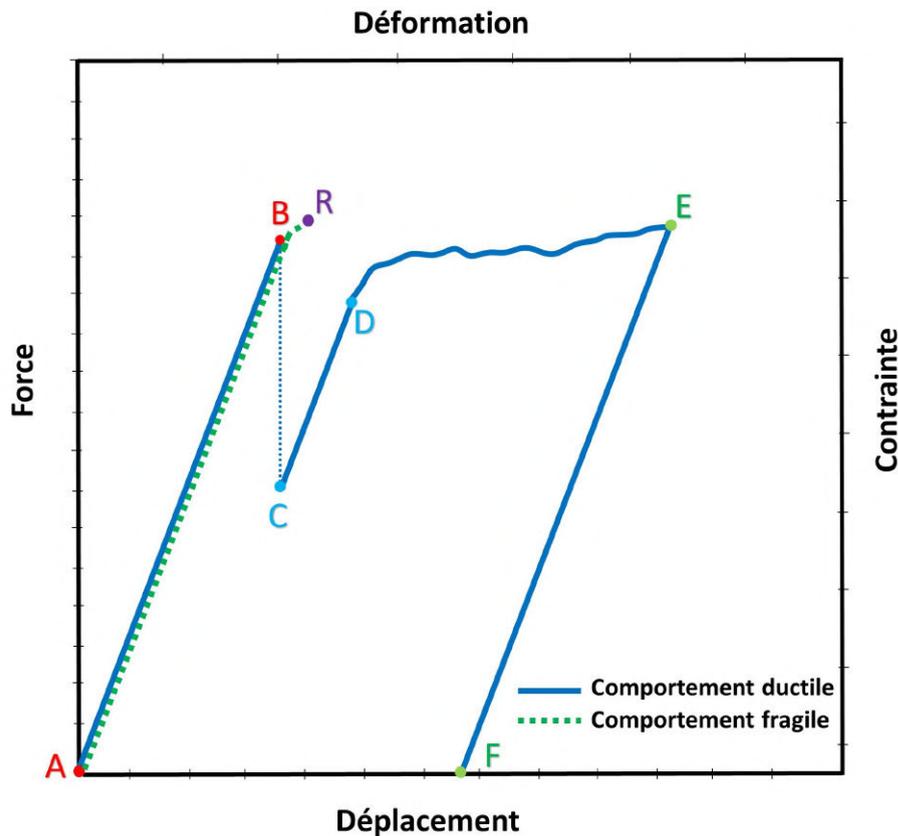
courbes force-déplacement. Afin d'exprimer ces données sous la forme d'un couple contrainte-déformation il suffit de diviser la force par la section du pilier à mi-hauteur, déterminée après déformation par des observations MEB. Dans le cas des piliers usinés sur le SOI, il est nécessaire d'appliquer une correction du déplacement de l'indenteur due à la déformation élastique de la couche  $\text{SiO}_2$  qui soutient le pilier. Cette correction a été faite en s'appuyant sur l'équation de Sneddon<sup>180</sup>, d'où l'expression du déplacement du pilier par rapport à sa base :

$$D = D_{mesure} - \left(\frac{1 - \nu^2}{E}\right) \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{S}}\right) * F \quad (\text{II.2})$$

où  $D_{mesure}$  est le déplacement du poinçon plat,  $E$  et  $\nu$  sont le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du  $\text{SiO}_2$  respectivement,  $S$  est la section du pilier à mi-hauteur et  $F$  est la force appliquée.

La courbe contrainte-déformation est donc obtenue en divisant le déplacement calculé à l'éq. II.2 par la hauteur  $H$  initiale du nanopilier et la force  $F$  par la section  $S$ .

La figure II.7 représente schématiquement les courbes de déformation associées à deux comportements caractéristiques (fragile et ductile) observés lors de la déformation de nanopiliers effectuée en déplacement contrôlé. La courbe en vert, représente un comportement fragile mis en évidence par une rupture brutale au point **R** après le chargement élastique (segment **A-B**). Dans le cas d'un comportement ductile, représenté par la courbe en bleu, une chute de contrainte est observée. Cette chute brutale de contrainte (*load-drop*) correspond à la nu-



**FIGURE II.7 – Représentation schématique des courbes de déformation (mode déplacement contrôlé) :** La courbe en pointillés vert représente un comportement fragile, où après le domaine de chargement élastique initial (A-B) la contrainte limite est atteinte puis une rupture brutale est observée au point R. Dans le cas d'un comportement ductile (courbe en bleu), après le domaine de chargement élastique initial (A-B), une chute de contrainte est observée (B-C) (*load drop*) qui caractérise les premiers stages de déformation plastique associés à la nucléation de dislocations. Un deuxième chargement élastique est observé entre les points (C-D), puis à partir d'une certaine valeur de contrainte la déformation plastique intervient par mouvement et interaction des dislocations jusqu'au point E. Enfin, le déchargement élastique est représenté entre les points (E-F).

cléation homogène de dislocations<sup>181</sup> et donc au premier stage de la déformation plastique. Le *load-drop* peut être observé plusieurs fois lors d'essai de compression, chaque fois que la contrainte nécessaire est atteinte pour nucléer de nouvelles dislocations. Un chargement élastique secondaire est observé (entre le point C et D) lorsque la contrainte nécessaire pour déplacer les dislocations nucléées n'est pas encore atteinte. Une fois cette contrainte atteinte (point D), un régime plastique est observé entre les points D-E durant lequel les dislocations se propagent et interagissent pouvant conduire à un durcissement structural. Le test de compression peut prendre fin à un certain taux de déformation bien avant la rupture de l'échan-

tillon, un déchargement élastique est alors observé sur la courbe de déformation (segment E-F). Dans le cas de la rupture brutale de l'échantillon, la courbe s'arrête au point où une fissure a traversé tout l'échantillon menant à sa rupture. Les courbes de déformation obtenues lors de la déformation des nanopiliers nous ont permis de choisir, en plus de l'imagerie MEB, les piliers à étudier en TEM et en HRTEM.

## 3 Préparation des échantillons pour l'observation TEM

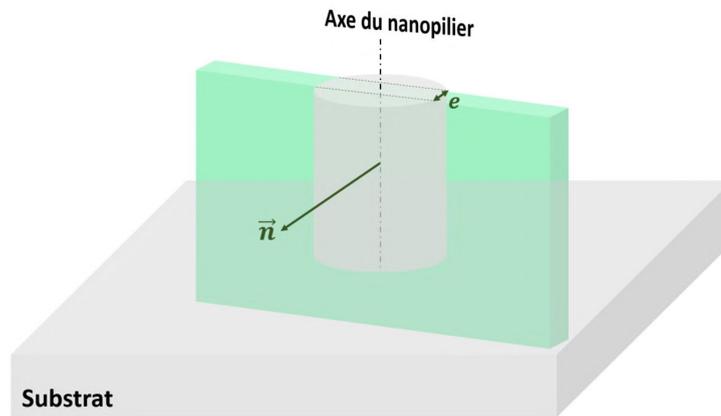
### 3.1 Contraintes de préparation des lames TEM

L'étude *post mortem* des défauts produits lors de la nano-compression des nanopiliers, requiert la préparation de lames TEM parallèles à l'axe du pilier, avec une normale aux surfaces latérales de la lame parallèle à une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ . Cette direction particulière, évoquée dans le premier chapitre (cf. §2.2.3), permet de faciliter l'identification par analyse HRTEM des dislocations dont les vallées de Peierls sont parallèles à cette direction (cf. Fig.II.8). L'épaisseur de la lame TEM dans la zone d'intérêt doit être comprise entre 10 nm et 50 nm afin d'obtenir les meilleures conditions d'imagerie lors de l'analyse HRTEM. Cependant, plus la lame est fine et plus elle est sujette à la torsion et/ou flexion en raison de la relaxation élastique de la lame. Cette déformation de la lame mince est incompatible avec l'observation en imagerie haute résolution de zones étendues. Afin de réduire cet effet indésirable, l'amincissement complet de la lame est réalisé seulement dans une partie limitée entourant la zone d'intérêt. La qualité des images obtenues dépend aussi de l'épaisseur de la couche d'amorphe susceptible d'être formée sur les surfaces latérales de la lame lors de sa préparation.

Le choix de la technique de préparation des lames TEM est crucial, la technique choisie doit permettre de bien identifier les nanopiliers de 100 nm de diamètre, de bien définir l'orientation de la découpe et que cette dernière soit bien centrée sur le nano-pilier. Par ailleurs, il faut éviter l'endommagement par irradiation lors de la préparation et éviter aussi l'introduction involontaire de nouveaux défauts. La technique la plus adaptée est la technique d'usinage de lames par faisceau d'ions focalisé<sup>182,183</sup>. De nombreux tests ont été nécessaires pour arriver à prélever ces nanopiliers, les détails de la procédure sont décrits ci-dessous.

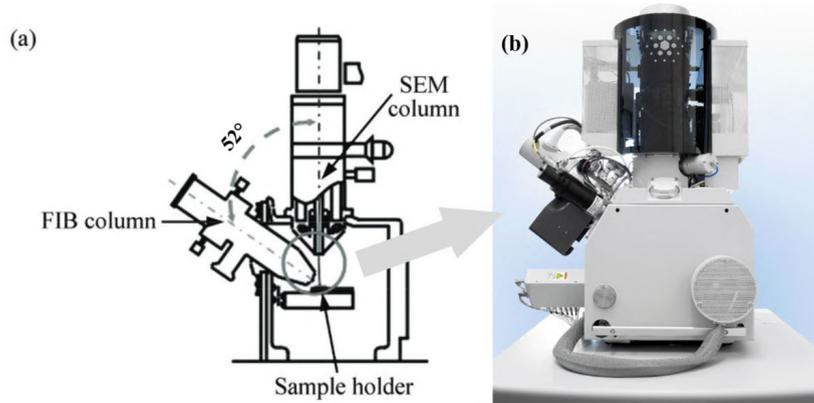
### 3.2 Usinage par faisceau d'ions focalisés (FIB)

La préparation de lames TEM pour notre étude a été effectuée en utilisant un microscope *FIB-Dual Beam FEI Helios NanoLab* équipé de deux colonnes (cf. Fig.



**FIGURE II.8 – Schéma de la découpe de lame TEM dans le cas des nanopiliers :** La lame est représentée en vert sa normale  $\vec{n}$  est perpendiculaire à l'axe du nanopilier et parallèle à une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ . L'épaisseur locale  $e$  de la lame est comprise entre  $[10 - 50 \text{ nm}]$ .

II.9) : une colonne ionique (FIB) et une colonne électronique (MEB), inclinées l'une par rapport à l'autre d'un angle de  $52^\circ$ .



**FIGURE II.9 – Microscope FIB-Dual Beam FEI Helios NanoLab :** (a) Schéma du microscope contenant deux colonnes : une colonne MEB et une colonne FIB inclinée d'un angle de  $52^\circ$ <sup>184</sup> (b) Microscope FIB-Dual Beam FEI Helios 600 utilisé dans le cadre de cette étude.

La colonne électronique sert principalement à imager la surface de l'échantillon selon le principe d'un microscope électronique à balayage<sup>185</sup>, mais également pour procéder au dépôt d'une couche protectrice de platine (voir ci-dessous). Cette colonne a été utilisée pour l'imagerie haute résolution des nanopiliers en utilisant le détecteur d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés *in lens* (TLD). La colonne FIB est équipée d'un canon à ions de Gallium ( $\text{Ga}^+$ ), pour laquelle il est possible de faire varier la tension d'accélération (et donc l'énergie des ions) de 5 kV à 30 kV. Selon le diaphragme utilisé, le courant ionique (donc le flux d'ions) peut

varier de 1 pA à 20 nA. Lorsque les ions de  $\text{Ga}^+$  sont accélérés avec une énergie suffisante, ils peuvent arracher les atomes à la surface de l'échantillon. La combinaison des deux colonnes MEB et FIB permet d'associer l'imagerie MEB et la gravure ionique d'où une précision dans le choix de l'orientation de la lame à préparer et la possibilité d'un amincissement ultrafin bien localisé. Ce microscope est également équipé d'un micromanipulateur interne (Omniprobe) pour la manipulation des échantillons et d'injecteurs de gaz (*Gas Injection System (GIS)*) pour effectuer des dépôts sous flux électronique ou ionique. Pour la préparation des lames TEM, des dépôts de Pt ont été effectués à partir d'un gaz précurseur de Triméthyle (méthylcyclopentadiényl)-platine  $(\text{CH}_3)_3\text{Pt}(\text{CpCH}_3)$ . Lorsque les molécules de ce gaz sont adsorbées à la surface de l'échantillon, un flux d'ions ou d'électrons craque les composants du gaz. Le composant non volatil (Pt) est déposé sur la surface tandis que le composant volatil est évacué par le système de pompage. Ce processus est illustré sur la figure II.10. Le dépôt de Pt sous flux ionique, contamine et endommage la surface par irradiation lors du premier balayage par le faisceau d'ions de la surface sélectionnée. La couche endommagée peut atteindre une épaisseur de 20 nm<sup>186</sup>, qui dans notre cas peut rendre l'analyse impossible (amorphisation de la zone d'intérêt). Afin d'éviter cela un dépôt de Pt sous flux d'électrons est effectué avec une épaisseur de quelques centaines de nanomètres afin de protéger la surface suivi du dépôt de Pt sous flux ionique qui lui est beaucoup plus rapide.

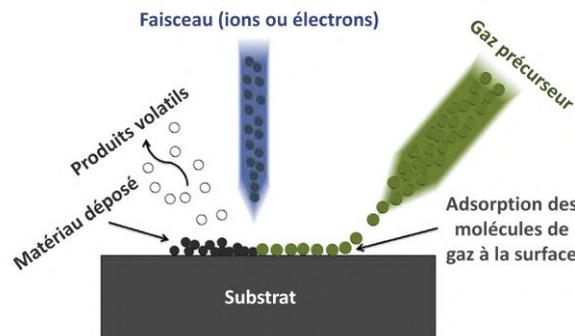
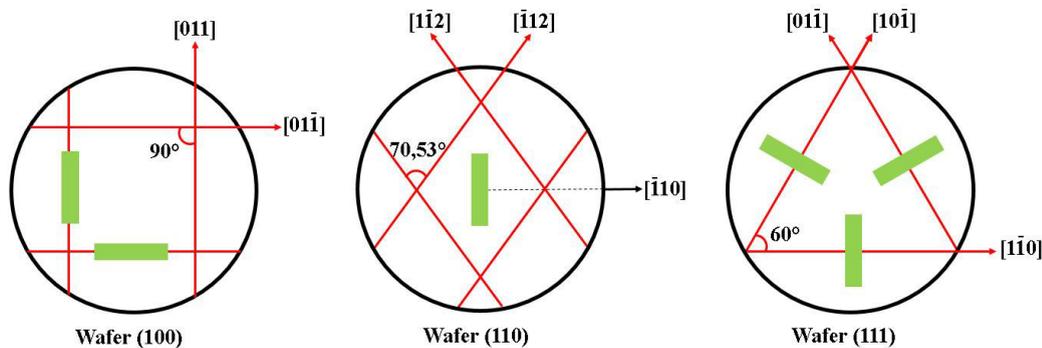


FIGURE II.10 – Principe de dépôt d'un matériau sous faisceau électronique ou ionique.<sup>187</sup>

Les étapes de la préparation des lames TEM sont les suivantes :

- Identification du nanopilier à prélever et de l'orientation de la découpe, en se servant des bords clivés de l'échantillon pour déterminer les orientations cristallographiques (cf. Fig.II.11).

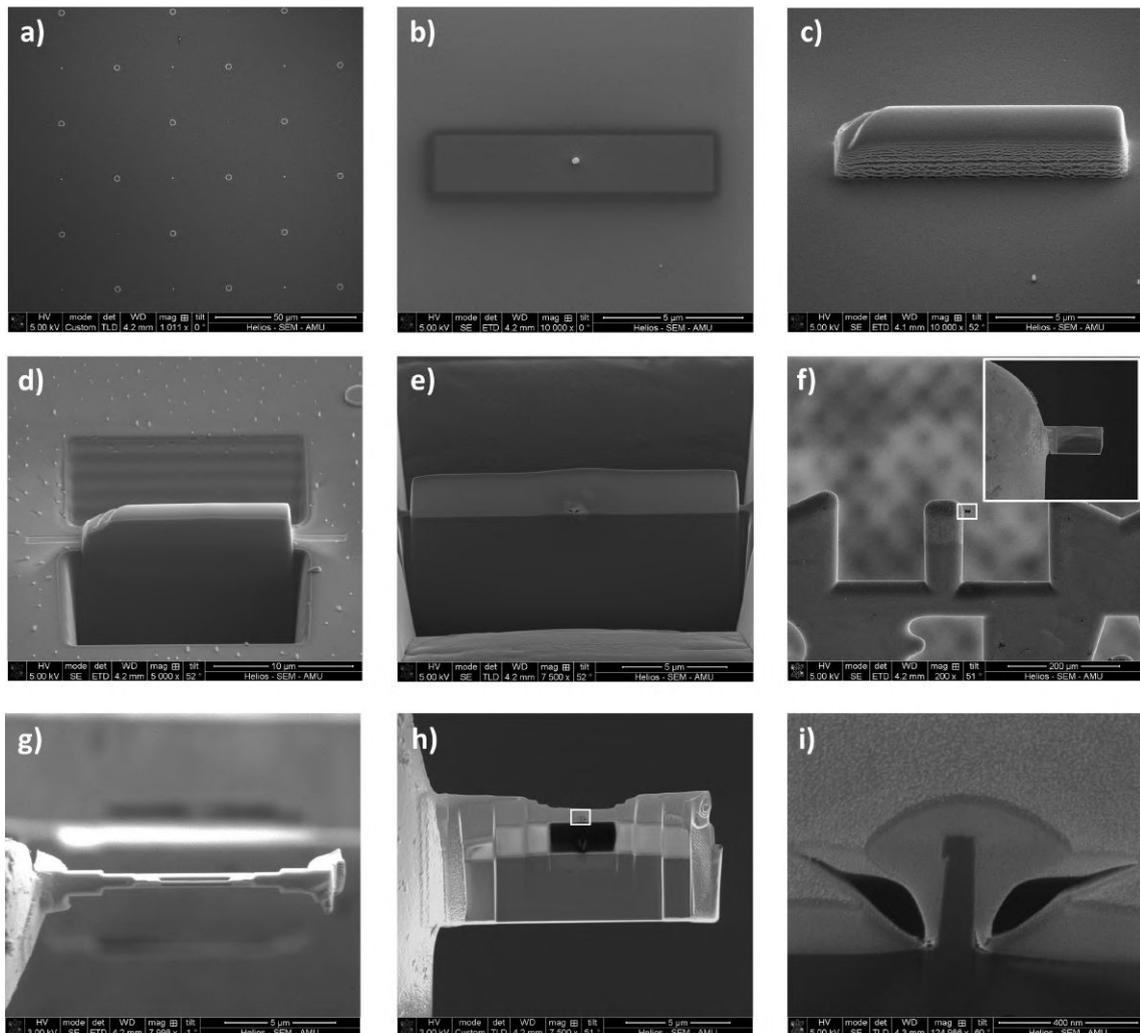
- Délimitation de la zone d'intérêt en s'assurant que le nanopilier est bien centré puis effectuer un premier dépôt de Pt sous flux électronique (tension d'accélération  $V = 3$  kV, Courant  $I = 1,4$  nA) (cf. Fig.II.12.b), ce dépôt permet de protéger le pilier ( $e \approx 200$  nm) sans endommager la surface, puis un deuxième dépôt de Pt sous flux ionique de  $2\mu m$  est effectué à une tension de 30 kV et un courant 0,28 nA (cf. Fig.II.12.c).



**FIGURE II.11 – Directions cristallographiques des lignes de clivage pour les wafers de silicium :** Les rectangles en vert représentent les orientations possibles pour la découpe de lame TEM par rapport au lignes de clivage pour les différents wafers de silicium utilisés.

- Gravure des boites biseautées (cf. Fig.II.12.d) de part et d'autre du dépôt de Pt avec une profondeur  $Z=4\mu m$  ( $V = 30$  kV,  $I = 6,5$  nA ), puis un pré-aminçissement de la lame est effectué, en réduisant le courant pas à pas ( $I= 0.28$  nA, ..., 28 pA) jusqu'à l'apparition d'un trou qui représente la zone ombré par le pilier lors du premier dépôt de Pt sous flux électronique (cf. Fig.II.12.e).
- Procédure de prélèvement de la lame par la méthode "lift-out"<sup>188</sup> et collage à une grille de TEM de cuivre en demi-lune Omniprobe (cf. Fig.II.12.f).
- Aminçissement final localisé de la lame avec l'outil "Cleaning Cross Section" en commençant avec un courant modéré ( $I = 93$  pA ) pour le nettoyage de la redéposition de Pt lors du collage de la lame à la grille TEM, puis un courant plus faible est utilisé en inclinant d'avantage la lame ( $I = 28$  pA ). Au fur et à mesure que la section longitudinale du nanopilier commence à apparaitre, l'angle d'inclinaison de la lame est progressivement augmenté tandis que les tension et courant sont réduits (jusqu'aux valeurs suivantes :  $V = 5$  kV et  $I = 16$  pA). La procédure d'aminçissement est arrêtée lorsque le diamètre du pilier est observé entièrement par MEB (cf. Fig.II.12.i).

- Nettoyage final à basse tension en inclinant la lame de  $\pm 7^\circ$  et avec un courant 1 kV,  $I=16$  pA.



**FIGURE II.12 – Méthode de préparation des lames TEM par usinage FIB :** a) Identification du nanopilier à découper ; b) dépôt de la couche protectrice de Pt sous flux électronique (bien centrer sur le nanopilier) ; c) dépôt de la couche de Pt sous flux ionique ( $2\mu\text{m}$ ) ; d) gravure de boîtes biseautées de part et d'autre du dépôt de Pt ; e) Pré-affinage de la lame jusqu'à apparition de la zone ombrée lors du dépôt de Pt sous flux électronique ; f) Lame collée sur la grille TEM ; g) et h) lame en fin de préparation amincie localement, observée respectivement en vue de dessus et latérale ; i) Vue en coupe du nanopilier préparé pour l'analyse TEM.

## 4 Analyses par microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (TEM) permet l'étude de la structure cristalline des matériaux ainsi que des défauts qu'elle peut contenir. Au cours des dernières décennies, la microscopie électronique a largement bénéficié de progrès techniques considérables concernant notamment les nouvelles sources d'électrons, les correcteurs d'aberration, les détecteurs numériques, etc. . .Ceux-ci ont notamment permis d'améliorer la résolution spatiale donnant accès à l'étude de la structure locale des échantillons minces à la résolution atomique.

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé un microscope électronique en transmission *FEI Titan 80-300* corrigé des aberrations géométriques en image. Sa limite de résolution spatiale est inférieure à 1 Å. Ce microscope est équipé d'un correcteur d'aberrations géométriques CETCOR qui permet de mesurer les aberrations jusqu'à l'ordre 5 et de les corriger jusqu'à l'ordre 3.

### 4.1 Principe de fonctionnement

La microscopie en transmission est une technique qui s'appuie sur la détection des électrons ayant traversé l'échantillon. Trois types d'électrons sont distingués :

- les électrons transmis n'ayant pas interagi avec l'échantillon.
- les électrons diffusés élastiquement résultant de l'interaction des électrons incidents avec les atomes de l'échantillon. Dans le cas où ce dernier est cristallin, les électrons sont diffractés par les plans réticulaires selon la loi de Bragg (cf. Eq.II.4).
- les électrons diffusés inélastiquement provenant de l'interaction des électrons incidents avec le cortège électronique des atomes de l'échantillon.

Le contraste des images TEM dépend directement du type d'électrons (transmis ou diffusés) utilisés pour former l'image.

Le principe de la microscopie électronique en transmission est semblable à la microscopie optique (cf. Fig.II.13). Néanmoins la longueur d'onde du faisceau d'électrons est très faible en comparaison de celle de la lumière d'où une amélioration considérable de la résolution. En effet, la résolution limite s'écrit selon le critère de Rayleigh :

$$\delta = \frac{0,61\lambda}{n \sin \theta} \quad (\text{II.3})$$

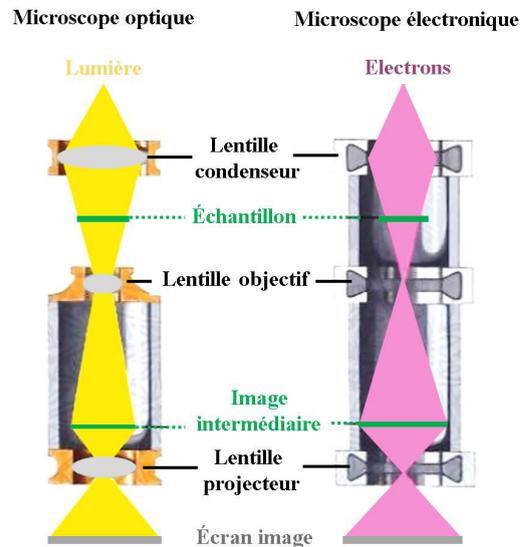


FIGURE II.13 – Comparaison Microscopie optique,TEM (similarités).

où  $\lambda$  est la longueur d'onde associée au faisceau d'électrons,  $\theta$  l'angle d'ouverture de la lentille objectif et  $n$  l'indice du milieu entre objet et objectif. Ainsi, pour un faisceau d'électrons accélérés sous une tension de 200 kV, la longueur d'onde associée à ces électrons relativistes est voisine de 2,5 pm. Mais en pratique, la résolution spatiale réelle des microscopes électroniques en transmission est nettement inférieure à celle, théorique, fixée par le critère de Rayleigh. En effet, la résolution dépend fortement de l'influence des aberrations géométriques de la lentille objectif.

#### Description du TEM :

Un microscope électronique en transmission est composé principalement de 5 parties distinctes (cf. Fig. II.14.b). La première partie est le canon où les électrons sont générés et accélérés par une tension stabilisée (typiquement comprise entre 60 kV et 300 kV) afin d'augmenter considérablement leur vitesse. Il existe différents types de canons selon la technique utilisée pour extraire les électrons : l'émission thermoionique, avec les filaments de tungstène et pointes LaB<sub>6</sub>, l'émission par effet de champ (FEG, pour *Field Emission Gun*)<sup>189</sup>. Le microscope que nous avons utilisé possède une source de type FEG qui présente l'avantage d'avoir une meilleure cohérence et une moindre dispersion énergétique.

La deuxième partie constitue le système d'illumination ou condenseur qui est composé d'un ensemble de lentilles électromagnétiques (C1, C2, mini-lentille condenseur) et de diaphragmes (diaphragme condenseur). Ce système permet de modifier le mode d'éclairage de l'échantillon (faisceau parallèle ou convergent). Le

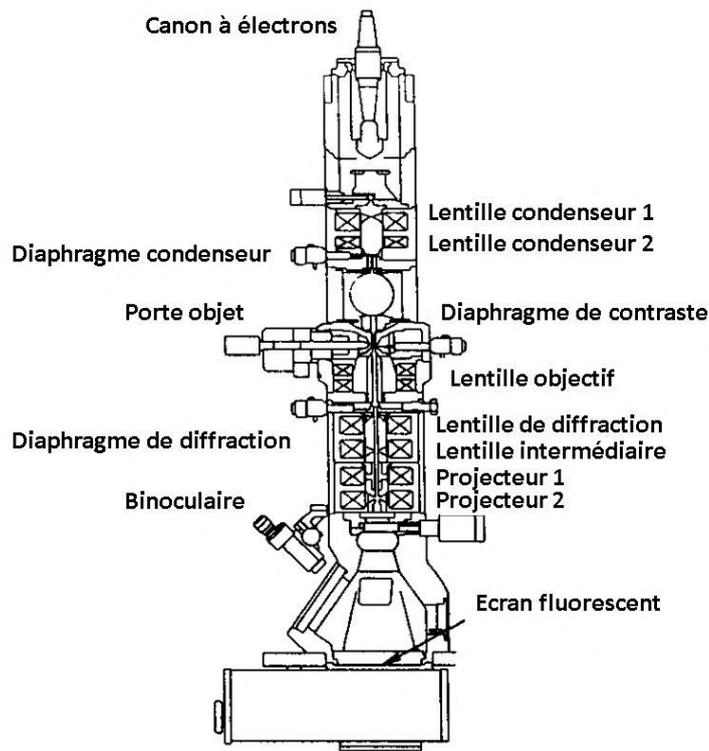


FIGURE II.14 – Représentation schématique d'un microscope TEM.

rôle des lentilles condenseur C1 et C2 est de contrôler la taille de la sonde (*spot size*) et l'angle de convergence  $\theta$  du faisceau sur l'échantillon. Quant au diaphragme condenseur il a pour rôle de réduire l'ouverture angulaire et ainsi permettre d'augmenter la cohérence du faisceau. Afin de modifier l'angle de convergence du faisceau sans avoir à changer de diaphragme condenseur la mini-lentille est utilisée. Dans certains microscopes, comme celui utilisé dans le cadre de cette étude, une troisième lentille condenseur C3 est utilisée afin d'ajuster l'angle de convergence sans modifier l'intensité du faisceau et l'étendue de la zone illuminée.

La troisième partie constitue le système objectif qui est composé de deux lentilles (lentille objectif supérieure et lentille objectif inférieure) et une série de diaphragmes (diaphragmes de contraste ou diaphragme objectif). L'échantillon à étudier est positionné dans le plan focal objet de la lentille objectif inférieure. En variant le courant circulant dans les lentilles, la distance focale du système objectif est modifiée ce qui permet de réaliser des séries focales. Le choix de faisceau d'électrons (transmis ou diffractés) utilisé pour former l'image est fait par le biais des diaphragmes. Ainsi différents modes d'imagerie sont possibles : imagerie en champ clair, imagerie en champ sombre, faisceau faible (*weak beam*), imagerie haute résolution.

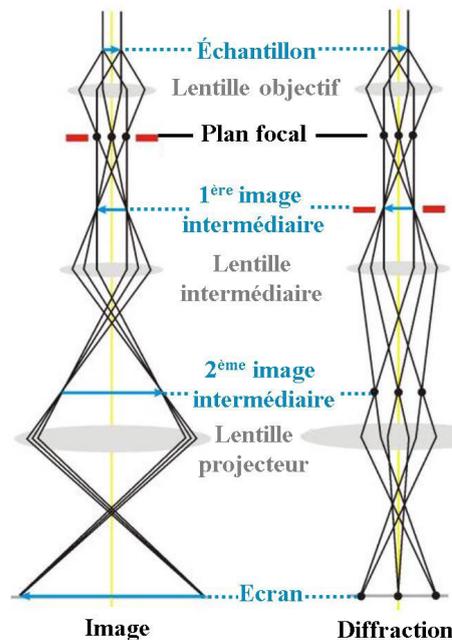


FIGURE II.15 – Schéma du principe de fonctionnement du système de projection : a) mode image, b) mode diffraction.

La quatrième partie constitue le système de projection composé de lentilles intermédiaires et de projection. Le rôle des lentilles intermédiaires est de passer du mode image au mode diffraction, selon que le plan objet de la lentille de projection est confondu avec le plan image ou le plan focal de la lentille objective respectivement. Des diaphragmes de sélection d'aire permettent de limiter l'étude en diffraction à une zone réduite de l'échantillon. C'est le mode SAED (*selected area electron diffraction*).

La cinquième partie constitue le système d'observation qui permet d'agrandir et de projeter l'image ou le diffractogramme obtenu par la lentille de projection. Différents détecteurs peuvent être utilisés (écran fluorescent, caméra CCD, ...).

Au cours de la traversée de l'échantillon, certains électrons ayant interagi avec celui-ci ont perdu de l'énergie, cette information peut être exploitée pour effectuer des analyses chimiques, par spectrométrie de perte d'énergie (EELS). Dans le cas du Titan, un spectromètre à secteur magnétique (GIF) est placé sous l'écran d'observation. En complément, une autre technique spectroscopique exploitant le rayonnement X produit par la désexcitation des atomes excités par l'irradiation électronique permet d'accéder à une information chimique locale : il s'agit de la technique de spectrométrie EDS (pour *Energy Dispersive X ray Spectrometry*).

Dans certains nouveaux microscopes un correcteur des aberrations géométriques est inséré afin d'améliorer la résolution. Le correcteur est situé avant ou après la lentille objective selon la correction souhaitée en TEM ou en STEM (*Scan-*

ning Transmission Electron Microscopy). Le microscope utilisé pour cette étude est équipé d'un correcteur des aberrations géométriques en image (situé avant la lentille objectif et ainsi destiné à l'imagerie HRTEM) permettant de mesurer les aberrations jusqu'à l'ordre 5 et de les corriger jusqu'à l'ordre 3.

### Mode d'imagerie TEM conventionnelle :

Comme il a été précisé plus haut, différents modes d'imagerie en TEM sont possibles selon le faisceau d'électrons sélectionné par le diaphragme de contraste. Suivant la position de ce diaphragme, deux types d'imagerie conventionnelle (c'est-à-dire à des grossissements faibles ou intermédiaires) sont possibles : imagerie en champ clair (*Bright Field*) et en champ sombre (*Dark Field*).

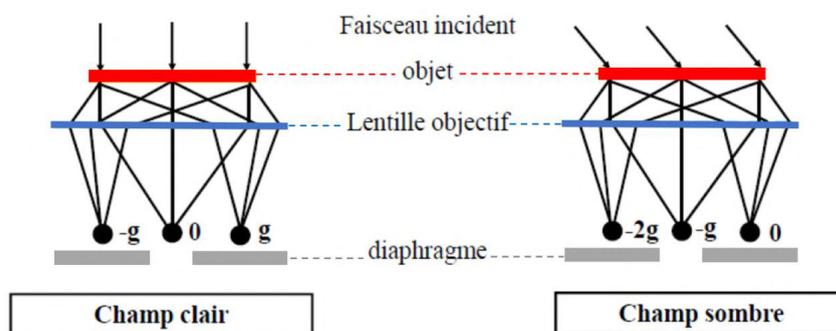
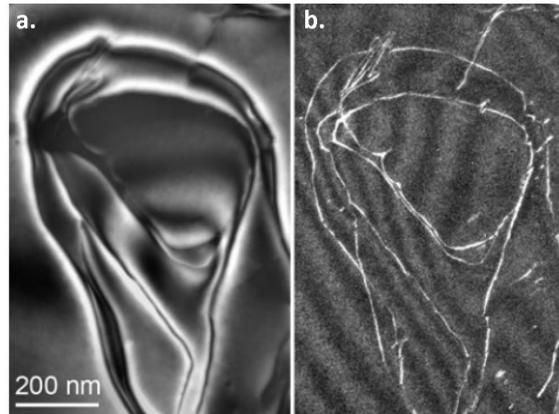


FIGURE II.16 – Modes d'imagerie TEM conventionnelle : a) champ clair b) champ sombre.

L'image en champ clair (BF) est formée par le faisceau d'électrons non diffractés, le diaphragme de contraste est alors placé dans le plan focal de manière à sélectionner uniquement le faisceau transmis en ligne droite par l'échantillon (cf. Fig.II.16.a). Les zones de l'échantillon où le faisceau diffracte fortement apparaissent les plus sombres sur l'image. La présence d'un trou dans l'échantillon se manifeste dans l'image par la présence d'une zone claire, de même en l'absence d'échantillon d'où le nom de champ clair.

Dans le cas de l'imagerie en champ sombre (DF), l'image est formée uniquement par les électrons diffractés à un angle particulier, le diaphragme de contraste dans ce cas est placé dans le plan focal de manière à sélectionner un faisceau diffracté particulier (cf. Fig.II.16.b). Les zones de l'échantillon qui diffractent à des angles différents que le faisceau choisi apparaissent sombre, de même en l'absence d'échantillon d'où le nom de champ sombre. Ce mode d'imagerie permet d'observer les défauts cristallins comme les dislocations par exemple. En effet la présence

d'un défaut de structure étendu s'accompagne généralement d'une déformation du cristal et conduit à une modification locale de l'angle de diffraction.



**FIGURE II.17 – Images de dislocations en champ sombre (a) et en faisceau faible (b).** Les images des défauts en faisceau faible deviennent plus fines contrairement aux images en champ sombre, mais le contraste est faible. figure extraite de Karlik et al. <sup>190</sup>.

Un second mode d'imagerie en champ sombre, qui permet de mieux identifier les défauts cristallins, est connu par le mode d'imagerie en faisceau faible (*Weak Beam*). L'image dans ce mode est obtenue en utilisant une réflexion loin de la position de Bragg. L'intensité diffractée par les plans déformés autour du défaut étudié est alors assez faible et est donc limitée à une zone très réduite au voisinage du coeur du défaut (cf. Fig.II.17). La résolution spatiale est alors grandement améliorée par rapport à la méthode d'imagerie classique en 2-ondes en champ sombre.

### Diffraction d'électrons : la loi de Bragg

Comme nous l'avons évoqué plus tôt, le passage du mode image vers le mode diffraction s'effectue en sélectionnant le plan focal image de la lentille objectif (cf. Fig.II.15). Ceci est obtenu en faisant varier le courant dans les lentilles intermédiaires, une figure de diffraction semblable aux diagrammes de diffraction obtenus avec des rayons X est obtenue. Le diagramme de diffraction présente des taches dans le cas d'un échantillon monocristallin et des anneaux dans le cas de polycristal ou d'un amorphe. Afin d'effectuer une microdiffraction sur une zone restreinte de l'échantillon, un diaphragme de sélection d'aire est placé dans le plan image de l'objectif. Son rôle est de ne laisser passer que les rayons provenant de la zone sélectionnée de l'échantillon.

L'obtention du diagramme de diffraction est conditionnée par la loi de Bragg :

un ensemble de plans cristallographiques  $(hkl)$  de distances réticulaires  $d_{hkl}$  donne lieu à une interférence constructive, si ces plans satisfont la relation suivante :

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (\text{II.4})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau incident. La diffraction du faisceau se fait selon un angle  $2\theta$  par rapport au faisceau incident. Ceci peut être représenté aussi par la construction d'Ewald (cf. Fig.II.18) : les vecteur  $\vec{g}_{hkl}$  de norme  $|g_{hkl}| = 1/d_{hkl}$ , de l'espace réciproque, engendrent un réseau de points (nœuds) distribués régulièrement. L'ensemble de nœuds engendrés forme le réseau réciproque. Une diffraction à lieu lorsque la sphère de rayon  $1/\lambda$  centrée sur l'échantillon intersecte un nœud du réseau réciproque. En appliquant la construction d'Ewald pour un échantillon mince, un relâchement des conditions de Bragg est observé. En effet, les nœuds du réseau réciproque sont étirés suivant la direction de plus faible épaisseur dans l'espace direct. Ainsi, l'intensité autour des nœuds du réseau réciproque s'exprime sous la forme d'une fonction  $\text{sinc}$  dont le maximum d'intensité est situé au centre des nœuds. Ceci permet l'observation d'une diffraction pour des plans qui ne sont pas en conditions exactes de Bragg.

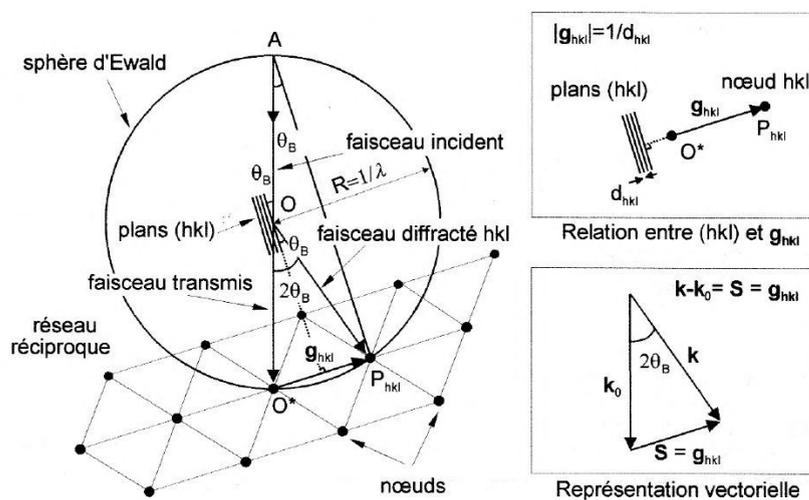


FIGURE II.18 – Construction d'Ewald : la loi de Bragg est vérifiée lorsqu'un nœud du réseau réciproque est situé sur la sphère<sup>191</sup>.

## 4.2 Imagerie haute résolution corrigée

L'imagerie en haute résolution permet une étude à l'échelle nanométrique de l'échantillon. L'image dans ce cas est formée par l'interférence des faisceaux diffractés avec le faisceau transmis, Ainsi l'image obtenue n'est autre qu'une figure d'interférences. Le contraste observé est corrélé au potentiel projeté de l'échan-

tillon mais dépend également fortement de la défocalisation et de l'épaisseur de l'objet. Ainsi, la simulation numérique des images haute résolution s'avère très souvent nécessaire pour l'interprétation de l'image obtenue (cf. §4.3). L'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon peut être décrite en termes de modulation d'amplitude et de phase. Dans ce qui suit nous nous limiterons au cas d'un échantillon mince. Dans ce cas précis, la variation de l'intensité est liée au déphasage de l'onde électromagnétique ( $\varphi_r$ ) portée par les électrons qui traversent l'échantillon, ce dernier est considéré comme un "objet de phase" dans l'approximation WPOA (*Weak-Phase-Object Approximation*)<sup>192</sup>. L'application de l'approximation WPOA nous permet de décrire la fonction d'onde à la surface de sortie ( $\psi_s(r)$ ) de l'échantillon comme suit :

$$\psi_s(r) \simeq 1 + i\varphi_r = 1 + i\sigma V(r)t \quad (\text{II.5})$$

où  $V(r)$  est le potentiel électrostatique projeté de l'échantillon,  $t$  son épaisseur, et  $\sigma$  une constante d'interaction qui dépend de la longueur d'onde et de la tension d'accélération des électrons.

L'intensité  $I(r)$  de l'image dans ce cas est exprimée comme le produit de convolution du potentiel atomique de l'échantillon avec la réponse impulsionnelle  $s(r)$  du microscope :

$$I(r) = 1 + 2\sigma V(r)t * s(r) \quad (\text{II.6})$$

où  $s(r)$  est la transformée de Fourier inverse de la fonction de transfert de contraste de phase (*Phase Contrast Transfert Function*)  $S(\vec{g})$  :

$$S(\vec{g}) = A_\delta(\vec{g})A_\alpha(\vec{g}) \sin \chi(\vec{g}) \quad (\text{II.7})$$

où  $A_\delta$  et  $A_\alpha$  sont les fonctions enveloppes qui incluent la cohérence temporelle partielle et la cohérence spatiale partielle.  $\chi(\vec{g})$  est le déphasage géométrique induit par les aberrations géométriques, il peut être exprimé en fonction du vecteur de diffraction exprimé sous sa forme complexe  $\omega = \theta \exp(i\varphi)$  et de son conjugué  $\bar{\omega}$ <sup>193</sup> :

$$\begin{aligned} \chi(\omega) = \frac{2\pi}{\lambda} \Re \{ & \frac{1}{2}\omega\bar{\omega}C_1 + \frac{1}{2}\bar{\omega}^2A_1 + \omega^2\bar{\omega}B_2 + \frac{1}{3}\bar{\omega}^3A_2 + \frac{1}{4}(\omega\bar{\omega})^2C_3 + \omega^3\bar{\omega}S_3 \\ & + \frac{1}{4}\bar{\omega}^4A_3 + \omega^3\bar{\omega}^2B_4 + \omega^4\bar{\omega}D_4 + \frac{1}{5}\bar{\omega}^5A_4 + \frac{1}{6}(\omega\bar{\omega})^3C_5 + \frac{1}{6}\bar{\omega}^6A_5 + \dots \} \end{aligned} \quad (\text{II.8})$$

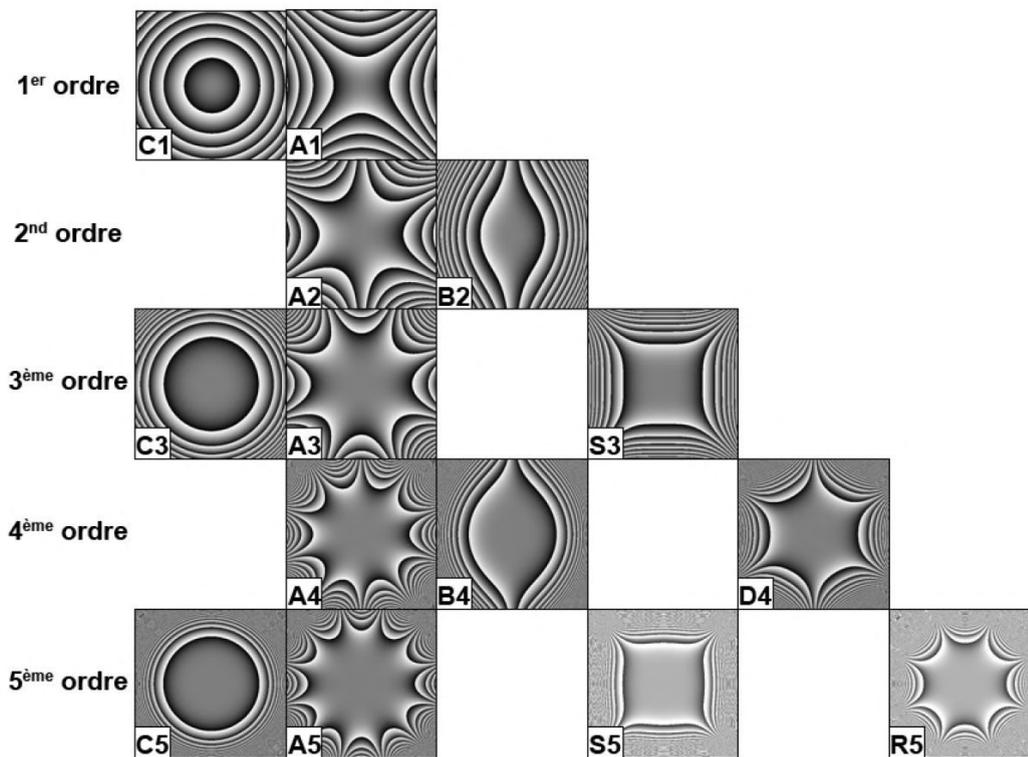


FIGURE II.19 – Cartographies de déphasage dû aux aberrations géométriques<sup>194</sup>.

La figure II.19 représente l'impact des aberrations géométrique sur le déphasage  $\varphi$  jusqu'à l'ordre 5. La mesure expérimentale de cette cartographie de déphasage permet de déterminer la contribution des principales aberrations et la manière de les corriger. Deux types d'aberrations sont identifiés : les aberrations de symétrie circulaire CSA (*Circular-Symetrical Aberrations*) représentées par les coefficient  $C_i$  dans l'équation II.8), s'expriment à l'aide de constantes d'amplitude et peuvent partiellement se compenser mutuellement. Les autres aberrations sont des aberrations dépendant de l'azimuth ADA (*Azimuthal Dependant Aberrations*). Ces aberrations présentent des symétrie différentes et contrairement aux aberrations CSA celles-ci ne peuvent se compenser aisément par sommation de leurs contributions respectives. Pour cette raison, la correction de ces aberrations s'effectue individuellement de sorte à réduire leur influence au minimum.

Le microscope utilisé dans le cadre de cette étude est équipé d'un correcteur des aberrations CETCOR qui permet de corriger ces aberrations jusqu'à l'ordre 3. Celui-ci est placé entre la lentille objectif et le système de projection, permettant de considérablement améliorer les performances de l'instrument en mode d'imagerie HRTEM.

L'optimisation de la fonction de transfert peut s'effectuer par différentes méthodes<sup>195-197</sup>, la méthode utilisée dans cette étude est la méthode des moindres

carrés (LSO, Least-Squares Optimization)<sup>198</sup> qui permet l'acquisition d'un bon contraste tout en réduisant la délocalisation<sup>199</sup>.

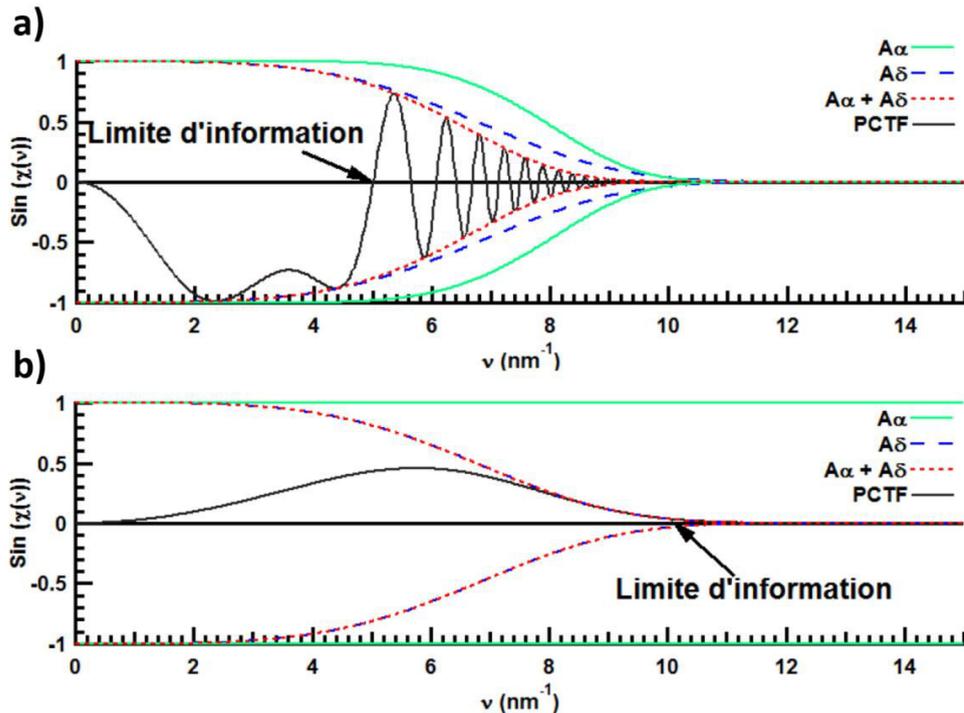


FIGURE II.20 – Fonctions de transfert du FEI Titan 80-300 : a) sans correction des aberrations ( $U=300$  kV,  $C_3=1,2$  mm,  $C_c=1,7$  mm) à la défocalisation de Scherzer 58 nm ; b) Avec correction ( $U=300$  kV,  $C_5=6,8$  mm,  $C_c=1,7$  mm,  $C_3=-7,5$   $\mu\text{m}$ ) et  $C_1=4$  nm.),  $C_3$  et  $C_1$  ont été optimisés en utilisant la méthode LSO<sup>194</sup>.

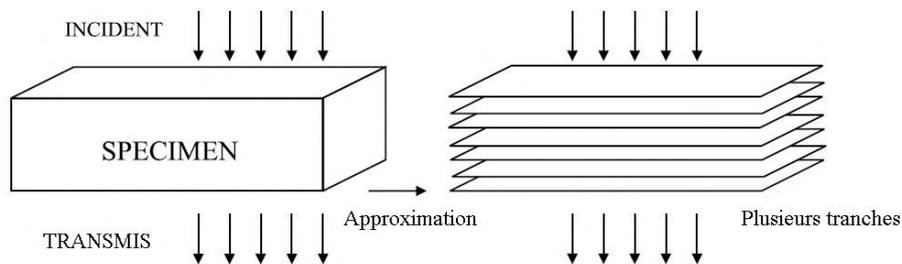
### 4.3 Simulation du contraste HRTEM

Généralement, l'interprétation quantitative des images obtenues en haute résolution nécessite d'effectuer des simulations de contraste HRTEM. Les images expérimentales présentent des *maxima* et *minima* de l'intensité qui sont périodiques dans le cas des matériaux cristallins, par contre il n'est pas trivial de relier de façon intuitive la distribution des points blancs ou noirs de l'image expérimentale à la position exacte des colonnes atomiques que l'on cherche à identifier. Il faut donc être prudent lors de l'interprétation des images HRTEM car il ne suffit pas d'observer un système périodique de colonnes ou de plans pour en déduire qu'il s'agit d'atomes ou de plans atomiques. Il est essentiel de connaître les paramètres de l'expérience : épaisseur, composition et orientation de l'échantillon d'une part, alignement, focalisation, aberrations de la lentille d'autre part. La détermination de la structure atomique d'une structure cristalline parfaite ou d'un défaut cristallin, se fait en comparant les images expérimentales à des images simulées à partir

d'un modèle atomique.

Les électrons interagissent fortement avec les échantillons qui ont une épaisseur de quelques centaines angströms. Dans la plupart des cas, les électrons subissent une diffusion multiple en traversant l'échantillon. Il existe deux moyens principaux pour calculer une image de microscopie électronique à transmission : la méthode des ondes de Bloch<sup>200</sup> adaptée aux structures périodiques et aux échantillons de très petites dimensions, cette approche ne sera pas discutée ici ; la méthode des multicoups (ou *multislices*) est une approche adaptée pour les structures plus complexes comportant un grand nombre d'atomes, et donc à la simulation d'objets épais. Dans ce cas, le calcul s'effectue en divisant la structure atomique en plusieurs fines tranches. Cette méthode a été décrite tout d'abord par Cowley and Modie<sup>201</sup>, puis développée par Goodman et Moodie<sup>202</sup>. La transformée de Fourier rapide (FFT ou *Fast Fourier Transform*) a d'abord été ajoutée par Ishzuka et Uyeda<sup>203</sup> et Bursill et Wilson<sup>204</sup> et améliore grandement l'efficacité de calcul (réduit le temps CPU) de la méthode *multislices*. Cette méthode basée sur FFT est présentée dans Kirkland<sup>205</sup> et sera discutée brièvement ci-dessous.

### Calcul en "multislices" :



**FIGURE II.21 – Approche *multislices* pour la simulation d'image HRTEM :** L'échantillon à gauche est découpé en plusieurs fines tranches (à droite). L'onde incidente au dessus de l'échantillon, est transmise à travers l'échantillon. Chaque tranche de l'échantillon est assez mince pour considérer que lors de sa traversée, l'onde incidente ne subit qu'un simple déphasage entre deux tranches.

La méthode *multislices* factorise la fonction d'onde électronique en une partie qui varie avec la longueur d'onde et une seconde partie, variant lentement et échantillonnée dans l'espace réel. La fonction d'onde d'électrons  $\psi_f$  voyageant dans la direction  $z$  positive est :

$$\psi_f = \psi \exp(2\pi iz/\lambda) \quad (\text{II.9})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde des électrons et  $\psi$  la partie variant lentement. Celle-ci

est déterminée en utilisant l'équation de Schrödinger. L'échantillonnage de la partie à variation lente peut être espacé de plusieurs longueurs d'onde. Cette approximation est justifiée car les électrons incidents possèdent une énergie relativement élevée qui ne varie pas significativement lors de la traversée de l'objet. De plus, les électrons rétrodiffusés sont négligés pour le calcul. La seconde approximation dans la méthode *multislices* est le découpage de l'échantillon comme le montre la figure II.21. L'onde plane incidente pénètre dans l'échantillon par la face d'entrée (face supérieure sur la figure II.21), se propage à travers l'échantillon, puis ressort par la face de sortie. L'échantillon est divisé en plusieurs tranches, chacune suffisamment mince pour considérer que sa traversée ne produit qu'un simple déphasage de l'onde. Le faisceau d'électrons se propage entre les tranches sous la forme d'une onde dont l'amplitude est décrite par la théorie de la diffraction de Fresnel. L'onde se propage ensuite sur une distance  $\Delta z$  à la tranche suivante.

Avec quelques manipulations mathématiques de la fonction d'onde des électrons  $\psi$  dans l'équation de Schrödinger et en négligeant les termes les plus faibles, on obtient ce qui suit pour l'équation en "*multislices*" :

$$\psi(x, y, z + \Delta z) = p(x, y, \Delta z) * [t(x, y, z)\psi(x, y, z)] + \mathcal{O}(\Delta z^2) \quad (\text{II.10})$$

où  $\Delta z$  est une fine tranche de l'échantillon dans la direction du faisceau. La fonction de transmission pour la partie de l'échantillon entre  $z$  et  $z + \Delta z$  s'écrit :

$$t(x, y, z) = \exp[i\sigma \int_z^{z+\Delta z} V(x, y, z') dz'] \quad (\text{II.11})$$

où  $\sigma = 2\pi m_e \lambda / h^2$  est le paramètre d'interaction et  $V(x, y, z)$  est le potentiel électrostatique associé aux atomes à l'intérieur du spécimen (calculé à partir de l'équation relativiste de Hartree-Fock pour les atomes isolés<sup>206,207</sup>). La fonction de propagation  $p(x, y, z)$  et sa transformée de Fourier s'écrivent :

$$P(k, \Delta z) = \exp(-i\pi \lambda k^2 \Delta z) \quad (\text{II.12})$$

$$p(x, y, \Delta z) = TF^{-1}[P(k, \Delta z)] = \frac{1}{i\lambda \Delta z} \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda \Delta z}(x^2 + y^2)\right] \quad (\text{II.13})$$

Si chaque tranche de l'échantillon est notée avec un indice  $n$  tel que  $z = n\Delta z$ , alors l'équation en "*multislices* devient :

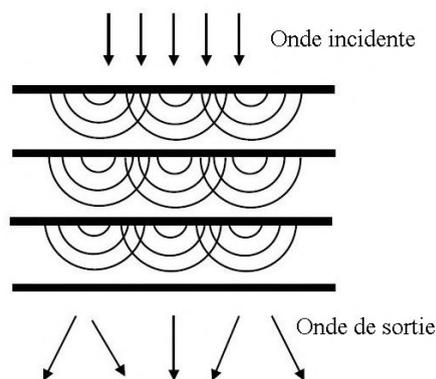
$$\psi_{n+1}(x, y) = p_n(x, y, \Delta z_n) * [t_n(x, y)\psi_n(x, y)] + \mathcal{O}(\Delta z^2) \quad (\text{II.14})$$

La forme de l'équation II.14 requiert un calcul très long, cependant cette forme est bien adaptée pour l'utilisation de la transformée de Fourier rapide (FFT), qui

est un algorithme numérique très efficace permettant de considérablement réduire le temps de calcul. En utilisant la FFT, l'équation II.14 devient :

$$\psi_{n+1}(x, y) = FFT^{-1}P_n(k_x, k_y, \Delta z_n)FFT[t_n(x, y)\psi_n(x, y)] + \mathcal{O}(\Delta z^2) \quad (\text{II.15})$$

La méthode "*multislice*" se réduit donc à une succession d'opérations de transmission et de propagation avec une transformée de Fourier rapide entre chaque tranche, qui est résumée dans la figure II.22.



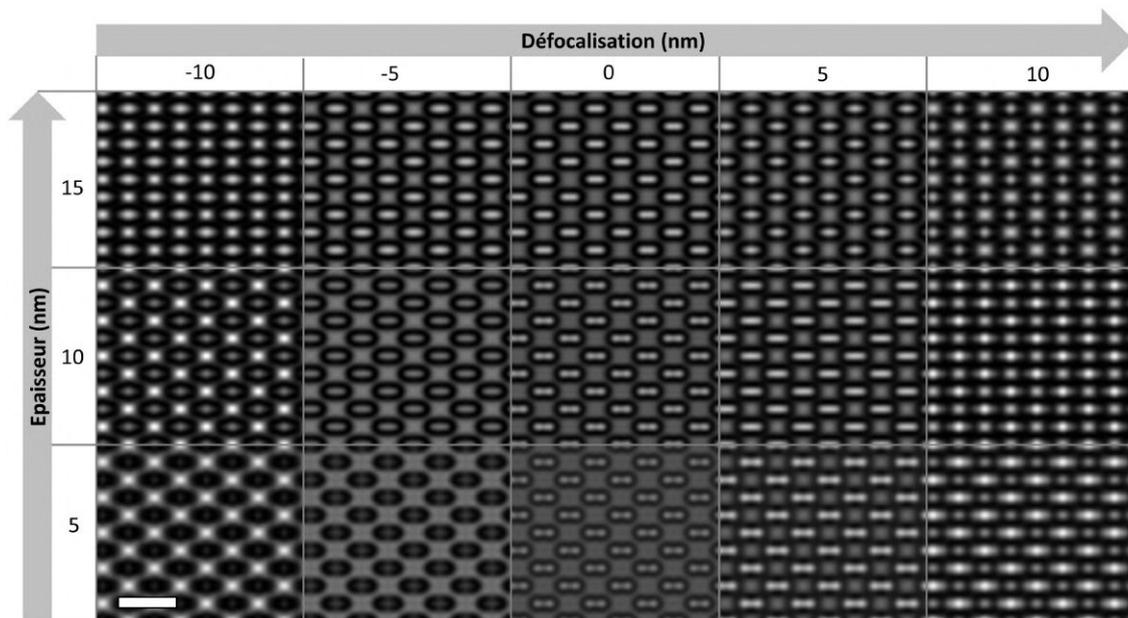
**FIGURE II.22 – Principe du calcul "*multislices*" :** La méthode "*multislices*" transmet successivement l'onde à travers chaque tranche et la propage ensuite à la tranche suivante. L'onde incidente est une onde plane.

Il existe plusieurs programmes pour la simulation du contraste HRTEM qui utilise la méthode de calcul "*multislices*". L'un des plus puissants et qui intègre dans son calcul plusieurs paramètres est JEMS (*Java electron microscopy software*) développé par Stadelmann<sup>208</sup>. Afin d'utiliser ce programme il est nécessaire d'introduire, un fichier qui contient tous les paramètres de la structure atomique pour laquelle nous voulons simuler des images HRTEM, ainsi que plusieurs paramètres utilisés durant l'imagerie expérimentale.

### Procédure d'analyse HRTEM :

La construction de structures modèles est une étape cruciale pour la simulation du contraste HRTEM. Dans cette étude, les structures atomiques modèles ont été calculées en appliquant les équations de l'élasticité isotrope<sup>27</sup> à un cristal parfait. Ensuite ces structures ont été relaxées à l'aide d'un calcul atomistique réalisé par dynamique moléculaire à l'aide des potentiels semi-empiriques SWm (*Modified Stillinger Weber*) optimisés<sup>209</sup>.

L'épaisseur de ces structures a été déterminée en estimant l'épaisseur pour chaque échantillon expérimental étudié. Ceci a été effectué en comparant une série focale (série d'images prises avec des pas de défocalisations déterminés) expérimentale avec une série simulée pour différentes épaisseurs (cf. Fig.II.23)



**FIGURE II.23 – Simulation JEMS du contraste HRTEM pour du silicium <110> :** Ces figures d'interférences ont été calculées pour une tension d'accélération de 200 kV avec un  $C_s = -10 \mu\text{m}$ , L'épaisseur croit de bas en haut de 5 nm à 10 nm et la défocalisation croit de gauche vers la droite de -10 nm à 10 nm avec un pas de 5 nm. La barre d'échelle est de 0,5 nm.

Une fois l'épaisseur de l'échantillon déterminée expérimentalement, les structures modèles calculées sont découpées en utilisant le logiciel ovito<sup>TM</sup> 210, afin d'avoir la même épaisseur que l'échantillon. Le fichier généré est ensuite converti en fichier .txt pour pouvoir l'utiliser sous JEMS. Enfin, les images simulées sont confrontées aux images expérimentales afin d'identifier la structure atomique de l'échantillon. La figure II.24 résume ces étapes.

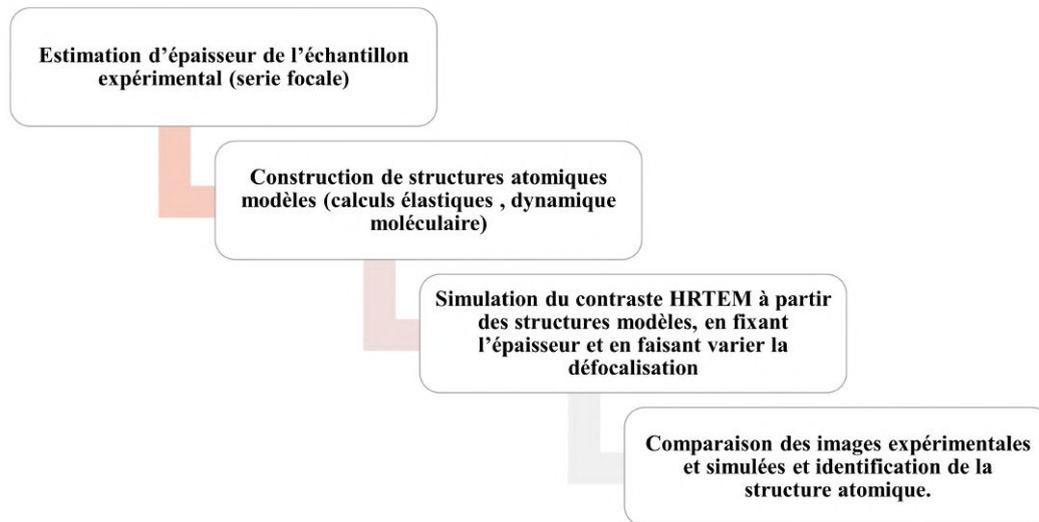


FIGURE II.24 – Procédure d'analyse des images HRTEM

#### 4.4 Analyse de phase géométrique (GPA)

Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'image HRTEM obtenue d'un échantillon orienté en axe de zone est constituée d'un réseau de franges, ce réseau peut être assimilé à une projection de la structure cristalline à 3 dimensions dans un plan. Par conséquent, seules les déformations dans le plan perpendiculaire à l'axe de zone sont visibles sur les images HRTEM.

Il existe principalement trois méthodes permettant l'analyse de déformations à partir des images obtenues par HRTEM. Ces méthodes requièrent que les colonnes atomiques ne soient pas (ou peu) courbées, et qu'il n'y ait pas d'inversion du contraste HRTEM dans la zone analysée (liée à une variation d'épaisseur par exemple).

La première méthode est le repérage des *maxima* ou "*peak finding*", qui repose, comme son nom l'indique, sur l'identification de *maxima* locaux dans l'image haute résolution<sup>211-214</sup>. Le champ de déformation est calculé à partir de l'image dans l'espace direct. La deuxième méthode est l'analyse de diffractogramme<sup>215</sup>, qui consiste à mesurer la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  à partir de la position du maximum d'intensité dans la transformée de Fourier (TF) locale, puis de calculer la déformation en considérant une zone de référence (non déformée). La déformation locale des plans  $hkl$  est alors égale à  $\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{hkl}^{ref}}{d_{hkl}^{ref}}$ .

La troisième méthode est l'analyse de phase géométrique GPA (*Geometrical Phase Analysis*), qui repose aussi sur des calculs dans l'espace de Fourier<sup>216,217</sup>, mais contrairement à l'analyse de diffractogramme qui est une analyse locale de

déformation, cette technique permet d'obtenir une cartographie de déformation de toute l'image HRTEM, le calcul s'effectuant en utilisant deux ou plusieurs réflexions dans l'espace de Fourier. L'un des avantages de la méthode GPA réside dans le fait que les cartographies de déformation obtenues sont moins sensibles aux aberrations que la méthode du "peak finding" car le calcul s'effectue dans l'espace de Fourier. Dans ce qui suit, nous détaillerons la méthode GPA car c'est la technique que nous avons utilisée pour l'analyse des déplacements et des déformations.

### Calcul de phases et déplacements :

À partir de la théorie des phases géométriques de Hÿtch et al.<sup>216</sup> l'image HRTEM peut être décomposée en série de Fourier. L'intensité d'une image  $I(\vec{r})$  peut s'écrire sous la forme :

$$I(\vec{r}) = \sum_g I_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II.16})$$

Lorsque nous considérons un réseau réel, la composante  $I_g$  pour chaque famille de plan n'est pas parfaitement régulière d'une zone à une autre, elle peut donc être décrite en fonction de la position dans l'espace direct  $\vec{r}$ . L'expression II.16 devient :

$$I(\vec{r}) = \sum_g A_g(\vec{r}) \exp[i\varphi_g(\vec{r})] \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II.17})$$

La distribution fréquentielle d'une image en HRTEM est obtenue en calculant la transformée de Fourier (TF) : l'image obtenue après calcul de la transformée de Fourier représente la distribution des  $I_g$ . Le spectre obtenu est très proche du diffractogramme observée dans le plan focal de la lentille, décrit lui aussi par une transformée de Fourier de la structure cristalline selon la théorie de la diffraction de Fraunhofer. Différentes opérations peuvent être effectuées sur le spectre obtenu, permettant d'extraire diverses informations. Par exemple, en utilisant un masque fréquentiel, il est possible d'isoler une famille de plans  $hkl$  en centrant un masque sur le vecteur de fréquence spatial  $\vec{g}_{hkl}$  dans la TF de l'image puis en appliquant la transformée de Fourier inverse (TF<sup>-1</sup>). L'image filtrée résultante ne contient que la distribution d'intensité de la famille de plans diffractants  $hkl$ . En effet, Le masque fréquentiel agit comme un filtre passe-bas dans l'espace réciproque et limite ainsi la résolution spatiale du traitement à  $\frac{1}{R_m}$ ,  $R_m$  étant le rayon du masque utilisé. Ce dernier définit la résolution spatiale dans l'espace direct.

La distribution d'intensité de la famille de plans  $hkl$  diffractants isolée peut être

exprimée comme suit :

$$B_g(\vec{r}) = I_g(\vec{r}) \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) + I_{-g}(\vec{r}) \exp(-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II.18})$$

Sachant que  $I_g(\vec{r}) = I_{-g}(\vec{r})$  (symétrie hermitienne), l'expression II.18 devient :

$$B_g(\vec{r}) = A_g(\vec{r}) \exp(i\varphi_g(\vec{r})) \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) + A_g(\vec{r}) \exp(-i\varphi_g(\vec{r})) \exp(-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}) \quad (\text{II.19})$$

Ainsi :

$$B_g(\vec{r}) = 2A_g(\vec{r}) \cos(2\pi \vec{g} \cdot \vec{r} + \varphi_g(\vec{r})) \quad (\text{II.20})$$

Cette équation (II.20) décrit l'intensité des plans diffractant considérés, la composante  $A_g$  représente l'amplitude des franges dans la TF<sup>-1</sup> et  $\varphi_g$  leur positions.

En considérant un déplacement  $\vec{u}$  des plans atomiques ( $hkl$ ) dans le réseau cristallin parfait, la position des rangées atomiques est telle que  $\vec{r} \rightarrow \vec{r} - \vec{u}$ . Dans ce cas  $B_g(\vec{r})$  est égale à :

$$B_g(\vec{r}) = 2A_g(\vec{r}) \cos(2\pi \vec{g} \cdot (\vec{r} - \vec{u}))$$

$$B_g(\vec{r}) = 2A_g(\vec{r}) \cos(2\pi \vec{g} \cdot \vec{r} - 2\pi \vec{g} \cdot \vec{u}) \quad (\text{II.21})$$

De l'expression II.21, la relation entre le déphasage  $\varphi_g(\vec{r})$ , appelée phase géométrique et le déplacement  $\vec{u}$  est :

$$\varphi_g(\vec{r}) = -2\pi \vec{g} \cdot \vec{u}(\vec{r}) \quad (\text{II.22})$$

Ainsi, la cartographie de déplacement  $\vec{u}$ , qui permet d'exprimer tout type de déplacement, peut être obtenue en combinant deux fréquences spatiales  $\vec{g}$  et en définissant une zone de référence dans l'image de phase géométrique<sup>216</sup> :

$$\vec{u}(\vec{r}) = -\frac{1}{2\pi} [\varphi_{g1}(\vec{r}) \vec{a}_1 + \varphi_{g2}(\vec{r}) \vec{a}_2] \quad (\text{II.23})$$

avec  $\vec{a}_1$  et  $\vec{a}_2$  vecteurs de base du réseau direct tels que  $\vec{a}_i \cdot \vec{g}_i = \delta_{ig}$  ( $\delta_{ig}$  symbole de Kronecker).

### Calcul de déformations :

L'analyse GPA permet de déterminer la déformation en calculant les composantes du tenseur des déformations  $\varepsilon_{ij}$  qui s'expriment à partir de la dérivée des déplacements :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{ij} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \\ w_{ij} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \\ D_{ij} &= \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_i} + \frac{\partial u_j}{\partial x_j} \right)\end{aligned}\tag{II.24}$$

où  $\varepsilon_{ij}$  représente la déformation axiale si  $i = j$  et le cisaillement si  $i \neq j$ ,  $w_{ij}$  représente les rotations dans le plan, et  $D_{ij}$  représente la dilatation de la maille.

Les déformations sont calculées avec une précision qui dépend essentiellement de la précision sur la mesure des déplacements locaux, la précision sur les déplacements est de l'ordre du picomètre<sup>218</sup> ce qui laisse espérer une précision sur la déformation pouvant atteindre 0,2%.



# Chapitre III

## Résultats

---

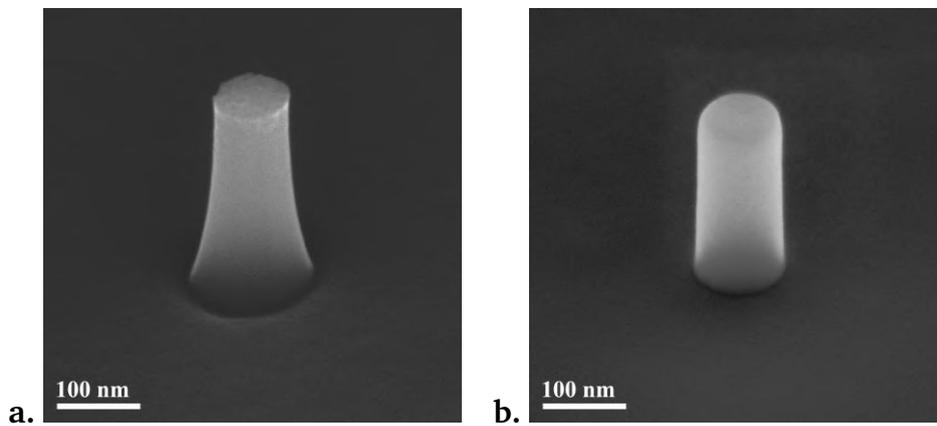
*Ce chapitre a pour objectif de présenter l'analyse des résultats expérimentaux que nous avons obtenus durant cette étude. Dans une première partie, la caractérisation des nanopiliers de silicium préparés par la technique de gravure plasma est présentée. Dans une deuxième partie le comportement mécanique ainsi que la morphologie des nanopiliers déformés en compression sont détaillés. La dernière partie est consacrée à l'étude post mortem des nanopiliers en utilisant différentes techniques de microscopie (TEM, HRTEM) pour la caractérisation des défauts étendus produits lors de la compression des nanopiliers. La nature de ces défauts ainsi que leurs nucléation et interactions sont analysées.*

---

### 1 Caractérisation microstructurale des nanopiliers non-déformés

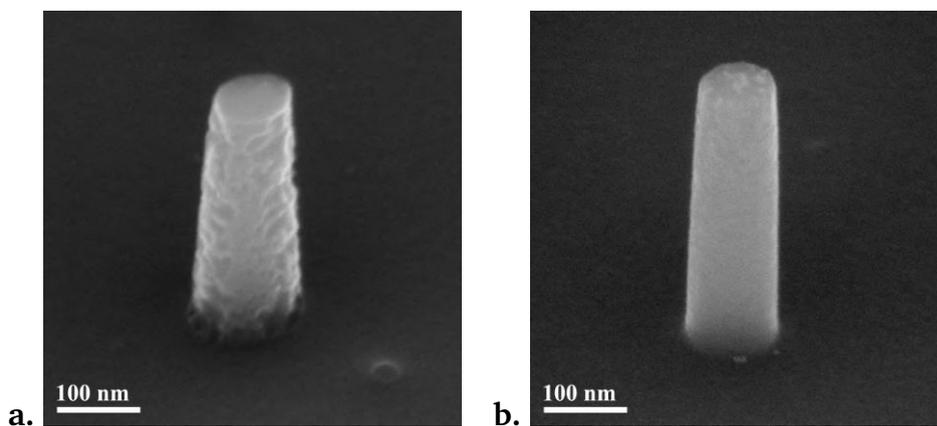
#### 1.1 Morphologie des nanopiliers non déformés

La forme géométrique et l'aspect des surfaces des nanopiliers peut impacter leur comportement mécanique. Afin de les examiner et de vérifier leurs dimensions et leur qualité cristalline avant les tests de compression, les nanopiliers préparés par le procédé de gravure plasma ont été caractérisés en microscopie électronique à balayage et en transmission. Les nanopiliers de la première série d'échantillons présentent une forme de cône tronqué, et sont caractérisés par la présence d'un sillon de gravure à la base des nanopiliers (*over etching* cf. Fig III.1.a) responsable d'une faible adhésion des nanopiliers sur le substrat. Un ajustement des paramètres de gravure a été nécessaire afin d'obtenir une forme quasi-cylindrique. La figure III.1.b montre un exemple de nanopilier obtenu après optimisation du procédé de gravure plasma.



**FIGURE III.1 – Géométrie des nanopiliers de 100 nm :** a) Avant optimisation des paramètres de gravure, les nanopiliers présentent une forme conique. Un sillon de gravure (*over etching*) est visible à la base des nanopiliers. b) Après optimisation, les nanopiliers présentent une forme quasi-cylindrique.

Il convient de noter que pour les deux séries d'échantillons préparés sur les *wafers* de silicium massif orientés  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , l'aspect de l'état de surface est moins uniforme que pour la série d'échantillons CMars ou pour les échantillons de l'orientation cristallographique  $\langle 100 \rangle$  (cf. Fig. III.2.b). Cela est probablement dû à une moins grande pureté des produits chimiques utilisés comme agents révélateur pour enlever le masque.

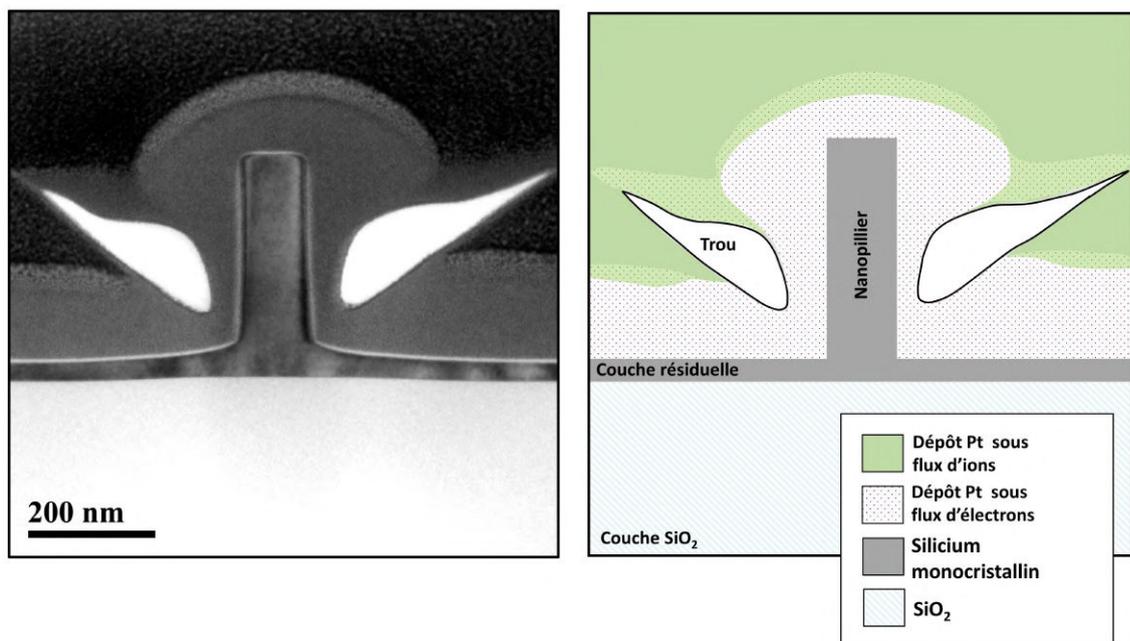


**FIGURE III.2 – État de surface des nanopiliers de 100 nm préparés par gravure plasma :** a) Image SEM haute résolution d'un nanowire d'axe  $\langle 111 \rangle$  présentant des aspérités sur les surfaces latérales. b) Image SEM haute résolution d'un nanowire d'axe  $\langle 100 \rangle$ . Un aspect uniforme des surfaces latérales est observé.

## 1.2 microstructure des nanopiliers non déformés

Des observations TEM d'un nanowire non-déformé témoin ont été effectuées pour chaque série d'échantillons préparée par gravure plasma afin de s'assurer de l'état

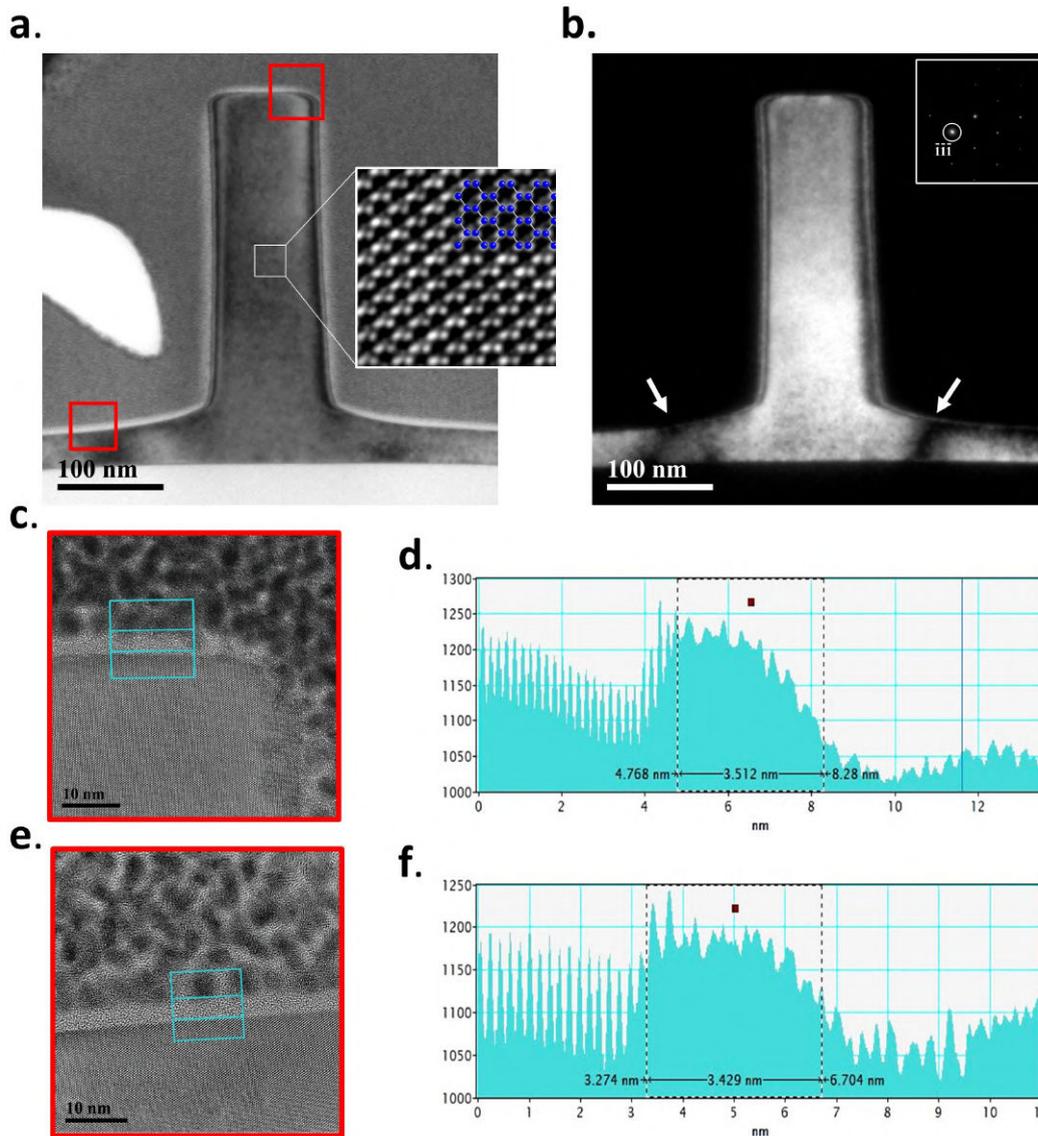
de leurs structures cristallines. La figure III.3 montre un exemple du contraste observé en TEM d'un nanopilier de la série *CMars*. L'image a été réalisée en champ clair où nous pouvons distinguer le nanopilier au milieu, la couche de  $\text{SiO}_2$  du *wafers* SOI en dessous, la couche résiduelle du silicium à la base du nanopilier, puis les deux couches de platine déposées sous flux électronique et ionique lors de la préparation de la lame par usinage FIB. De part et d'autre du nanopilier, deux trous sont visibles. Ces derniers se sont formés lors du dépôt de la couche de platine à cause de l'ombrage de ces zones par le pilier. On note que dans le cas des nanopiliers préparés sur des *wafers* de silicium massif, la couche de  $\text{SiO}_2$  et la couche résiduelle sont remplacées par le substrat de silicium.



**FIGURE III.3 – Coupe transversale du nanopilier préparée par FIB : a) Image TEM en champ clair d'un nanopilier non déformé de la série *CMars*. b) Représentation schématique des différentes couches observées.**

Le contraste observé en champ clair et champ sombre lors des analyses TEM des nanopiliers non déformés, permet de mettre en évidence l'absence de tout défaut étendu dans les nanopiliers. La figure III.4 présente un exemple d'images TEM réalisées sur un pilier de la série *CMars* où un contraste uniforme est observé le long du nanopilier. On note aussi des variations de contraste localisées dans la couche résiduelle de part et d'autre du nanopilier dans l'image en champ sombre (*cf.* FigIII.4.b). Ces variations sont dues à des déformations élastiques locales. Conjointement aux images TEM conventionnelles, des observations en imagerie haute résolution (HRTEM) ont été réalisées. Celles-ci révèlent l'absence d'amorphisation des surfaces latérales du nanopilier lors de la préparation des nanopi-

liers par le procédé de gravure plasma. Néanmoins, une couche d'oxyde natif dont l'épaisseur est environ 3,5 nm est observée.



**FIGURE III.4 – Analyses TEM d'un nanopilier non déformé de la série CMars :**  
**a)** Image TEM en champ clair présentant un contraste uniforme le long du nanopilier. L'observation à haute résolution d'une zone du nanopilier permet de distinguer la structure atomique du silicium projetée suivant une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ . **b)** Image TEM en champ sombre du nanopilier. Les variations de contraste localisées dans la couche résiduelle (flèches blanches) témoignent de la présence d'une légère déformation élastique locale. **(c)** et **(e)** Images à plus fort grandissement des deux zones encadrées en rouge dans **(a)**. Les profils d'intensité **(d)** et **(f)** réalisés à l'extrémité du nanopilier **(c)** et à la surface de la couche résiduelle **(e)**, permettent de mettre en évidence la présence d'une fine couche d'oxyde de silicium natif située sous le dépôt de platine électronique et dont l'épaisseur est estimée à environ 3,5 nm.

## 2 Morphologie et comportement mécanique des nanopiliers déformés

### 2.1 Axe de compression $\langle 110 \rangle$

Comme évoqué précédemment, la majeure partie de notre étude a été consacrée aux nanopiliers ayant un axe parallèle à une orientation cristallographique  $\langle 110 \rangle$ . Les tests de compression ont été réalisés sur les nanopiliers de la série *C-Mars* préparés sur le *wafer* SOI (cf. section 1.1 ) ainsi que sur les nanopiliers de la série 3 préparés sur un *wafer* de silicium massif (cf. Fig. III.5).

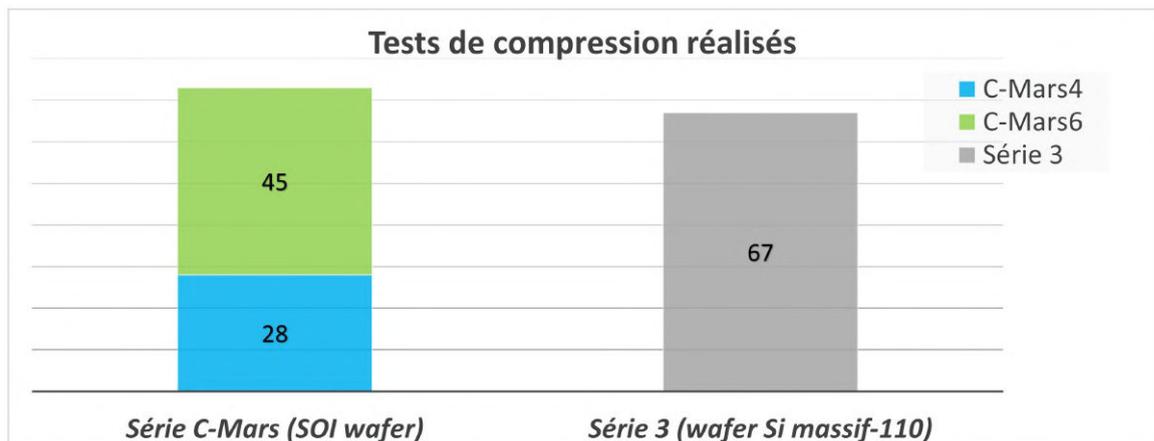
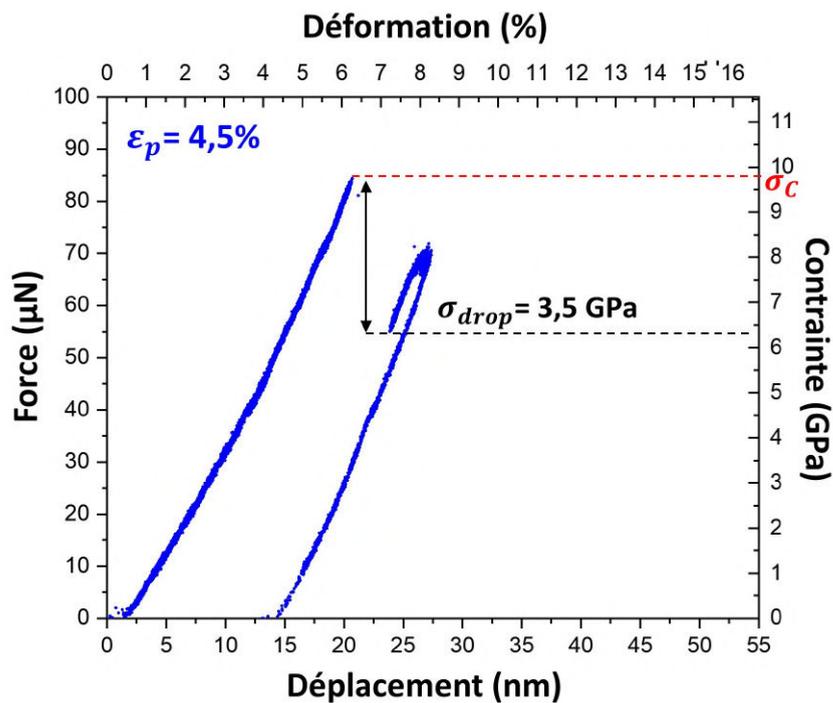


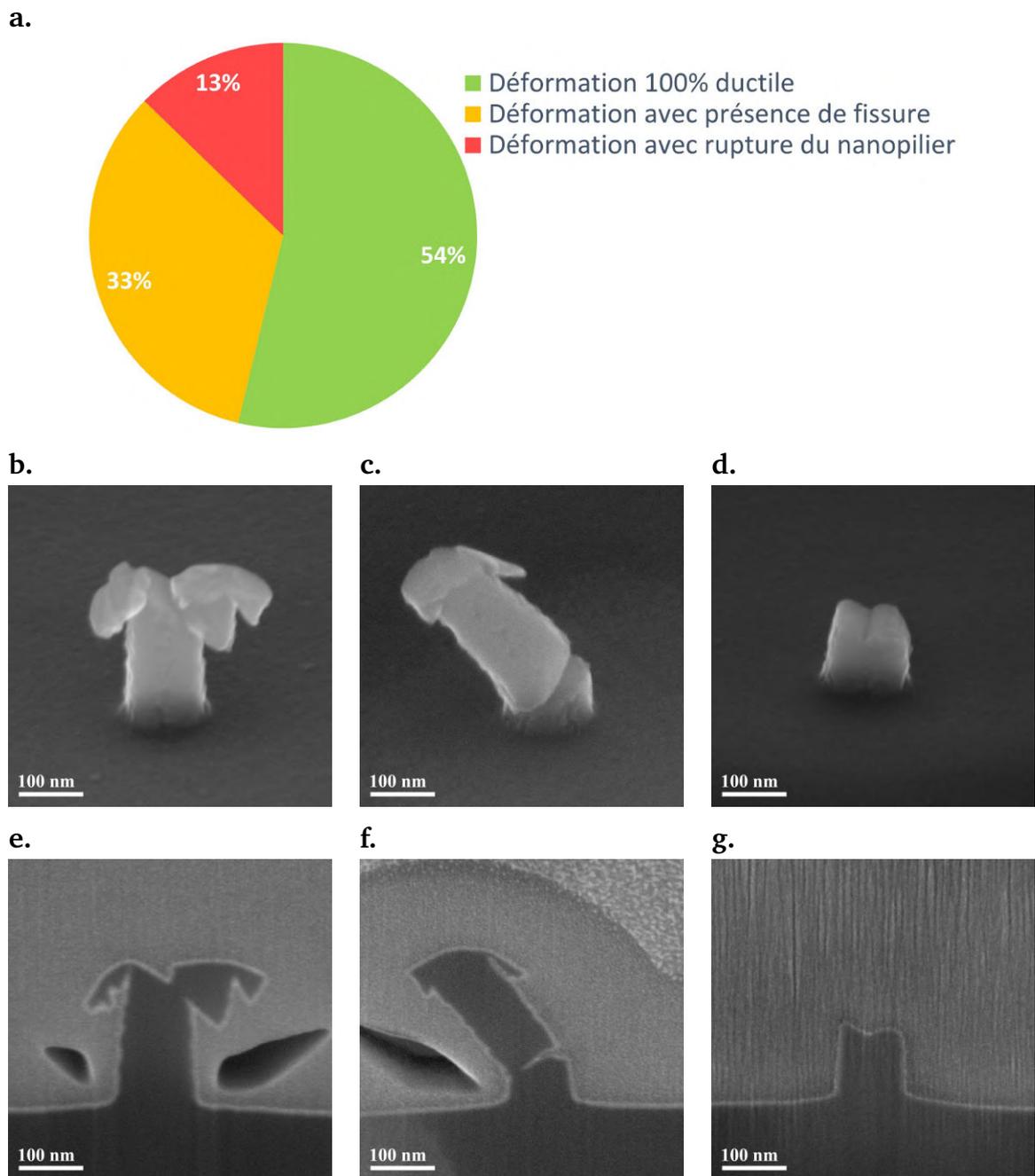
FIGURE III.5 – Nombre de tests de compression réalisés sur les nanopiliers d'axe  $\langle 110 \rangle$  : Les nanopiliers de la série *C-Mars4* ont été déformés à de faibles taux de déformation ( $< 6\%$ ) tandis que les nanopiliers de la série *C-Mars6* et de la série 3 ont été plus fortement déformés ( $> 6\%$ ).

Les nanopiliers de la série *C-Mars4* ont été comprimés à des taux de déformation inférieurs à 6%. À ces taux, les observations en microscopie électronique à balayage (SEM) ne permettent pas de déceler les événements caractéristiques d'une déformation plastique. Cependant, sur la courbe de déformation de ces piliers (cf. Fig. III.6 ), une chute de contrainte brutale est observée juste après le domaine de chargement élastique initial. L'amplitude de cette chute de contrainte varie fortement d'un échantillon à un autre, s'échelonnant de moins de 1 GPa à 8 GPa. Cette brusque diminution de contrainte est la signature de l'initiation de

la déformation plastique par nucléation de défauts étendus. À la suite de cette chute de contrainte, un deuxième chargement élastique prend place jusqu'à atteindre une valeur critique permettant le mouvement des défauts nucléés. Enfin, la suite de l'essai consiste en un faible domaine de déformation plastique puis un déchargement parfaitement élastique.

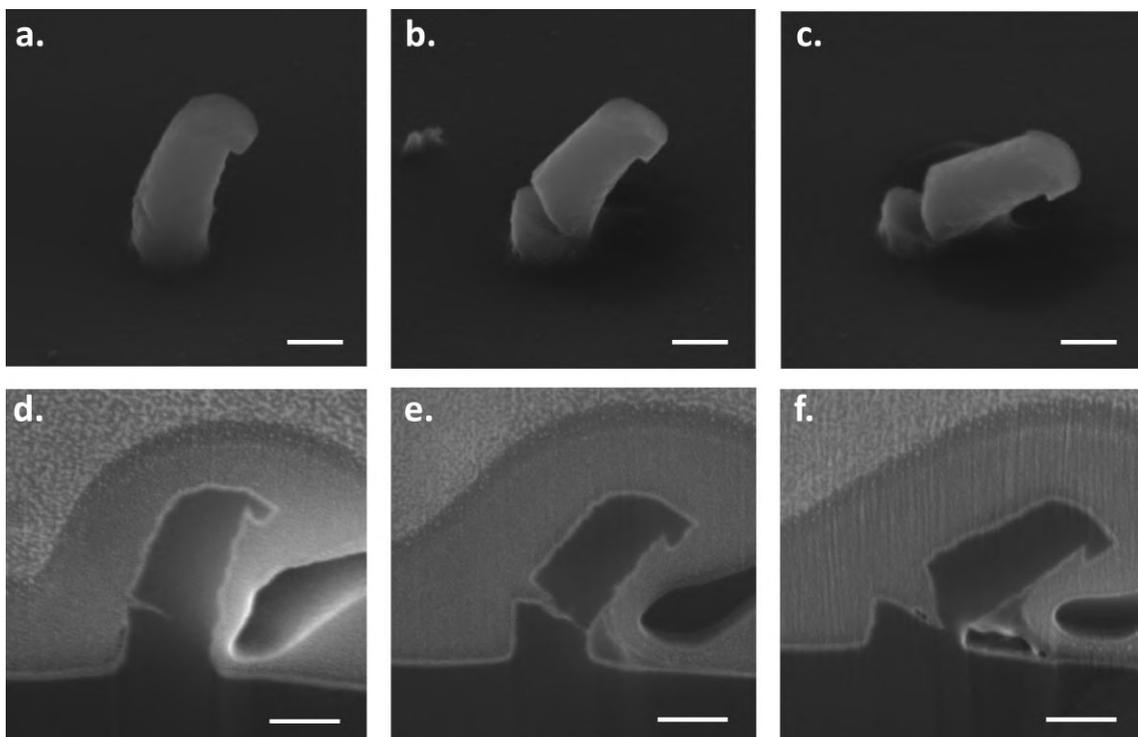


**FIGURE III.6 – Courbe de déformation d'un nanopilier de la série C-Mars4 :** Les nanopiliers de la série C-Mars4 ont été déformés à de faibles taux de déformation (<6%). Sur cette courbe, une chute de contrainte de 3,5 GPa est observée juste après le domaine de chargement élastique ( $\sigma_c = 9,8$  GPa).



**FIGURE III.7 – Nanopiliers fortement déformés** : différents comportements sont observés. La majorité des nanopiliers déformés présente un comportement parfaitement ductile (54%), tandis qu'une minorité présente un comportement fragile avec la présence de fissures conduisant à une rupture partielle (33%) ou totale (13%) du nanopilier. Chaque cas de figure est illustré par une image MEB avec une vue de côté (**b-d**) et une vue de coupe parallèle à l'axe du nanopilier (**e-g**).

Dans le cas des nanopiliers fortement déformés, différents cas de figures se présentent (*cf.* Fig.III.7). La majorité des nanopiliers déformés présente un comportement parfaitement ductile qui se traduit, d'une part par l'observation de fort cisaillement à la tête des nanopiliers déformés sur les images réalisées en MEB (*cf.* Fig.III.7. b et .e), et d'autre part par la présence d'une chute de contrainte visible sur les courbes de déformation, suivie d'un stade de déformation plastique (*cf.* Fig.III.9.a). La déformation plastique dans ce cas peut atteindre 20%. Le second cas est minoritaire et se caractérise, à la fois par la présence d'une déformation plastique localisée à la tête des nanopiliers, ainsi que par la présence de fissuration généralement située en bas du nanopilier, qui conduit à la rupture soit partielle (*cf.* Fig.III.7.c, Fig.III.7.f et Fig.III.8) soit totale du nanopilier (*cf.* Fig.III.7.d et g). Dans ce cas de figure, la courbe de déformation s'arrête brusquement dès que la fissure traverse le pilier (*cf.* Fig.III.9.b).



**FIGURE III.8 – Nanopiliers d'axe  $\langle 110 \rangle$  fortement déformés présentant des fissures :** Images MEB de nanopiliers inclinés par rapport à leur axe initiale présentant une rupture partielle produite par la propagation de fissures à leur base. (a-c) vue latérale et (d-f) vue de coupe parallèle à l'axe du nanopilier. échelle 100 nm.

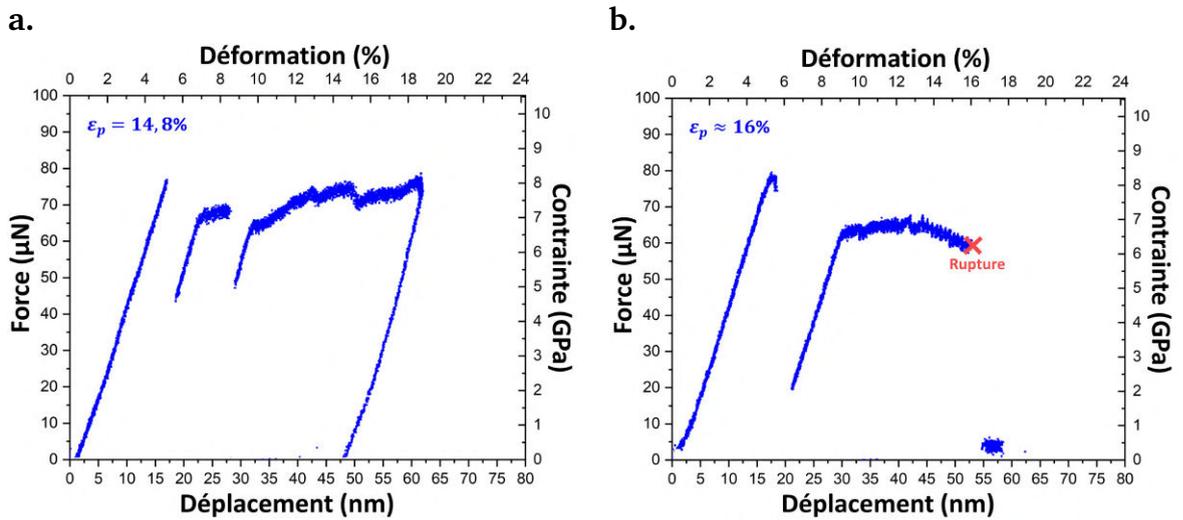


FIGURE III.9 – Courbes de déformation de nanopiliers fortement déformés : a) Comportement parfaitement plastique exhibant plusieurs chutes de contrainte suivies d'un domaine où alternent rechargement élastique et déformation plastique. Le déchargement élastique à la fin de l'essai de compression est parfaitement linéaire et parallèle au chargement élastique initial. b) Comportement plastique avec rupture du nanopilier avant la fin de l'essai de compression.

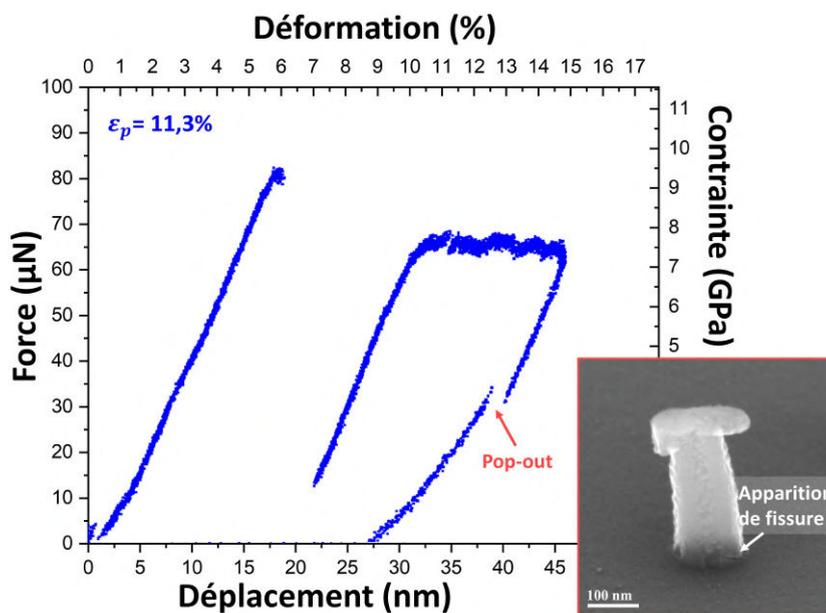
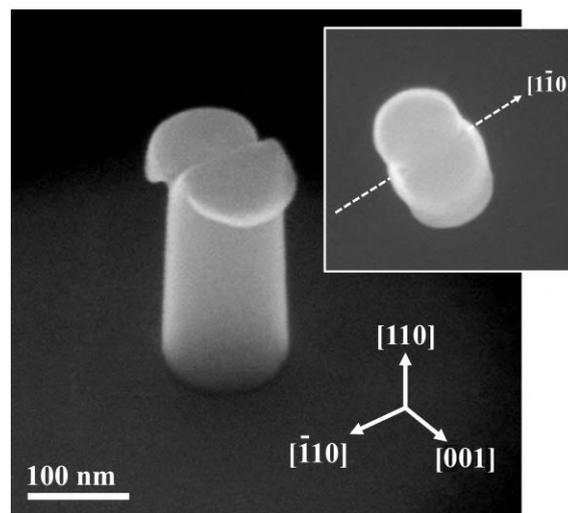


FIGURE III.10 – Courbe de déformation d'un nanopilier présentant un *pop-out* à la décharge : Sur cette courbe, un comportement ductile du nanopilier au début du test de compression est constaté. En effet, un fort cisaillement de la tête du nanopilier est observé sur l'image MEB associée à la courbe de déformation. Par contre, une anomalie est observée à la décharge (*Pop-out*). Ceci peut être lié à un début de fissuration à la base du nanopilier.

Dans certains cas, un évènement (*pop-out*) caractérisé par un saut visible sur la courbe de déformation, intervient lors du déchargement élastique (cf. Fig.III.10). Ce type d'évènement est généralement associé à une transformation de phases ayant lieu lors de la décharge de l'échantillon<sup>219</sup>. Cependant, les images MEB des nanopiliers présentant ce type de comportement, montrent une légère inclinaison des nanopiliers par rapport à leur axe ainsi que la présence d'un début de fissuration à la base de ces derniers et les analyses post mortem ne révèlent pas la présence d'une autre phase que la phase cubique diamant. Cela indique donc que le *pop-out* observé est associé à la fissuration de l'échantillon.

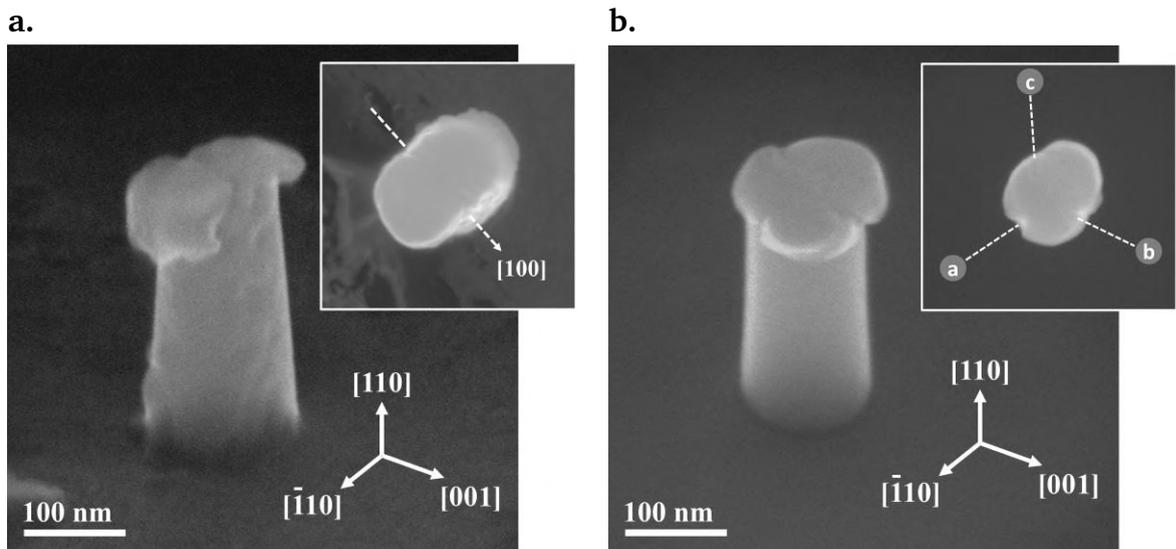


**FIGURE III.11 – Faciès de déformation majoritaire :** La trace du cisaillement observée sur la face supérieure du nanopilier est parallèle à une direction  $\langle 110 \rangle$  suggérant l'activation des deux systèmes de glissement  $\{111\}$  symétriques par rapport à l'axe de compression.

L'observation *post mortem* par SEM de nanopiliers déformés permet de distinguer la présence de plusieurs faciès caractéristiques :

- Dans la majorité des cas, l'extrémité des nanopiliers présente une ou deux parties cisailées selon des plans inclinés dont la trace sur la face supérieure des nanopiliers est parallèle à une direction  $\langle 110 \rangle$  (cf. Fig.III.11). Le cisaillement observé est compatible avec l'activation de systèmes de glissement dans les plans  $\{111\}$  classiques.
- De façon minoritaire, certains nanopiliers déformés présentent une trace de cisaillement sur la face supérieure des nanopiliers parallèle à une direction  $\langle 100 \rangle$  (cf. Fig.III.12.a) ou présentent un faciès en forme de trèfle (cf.

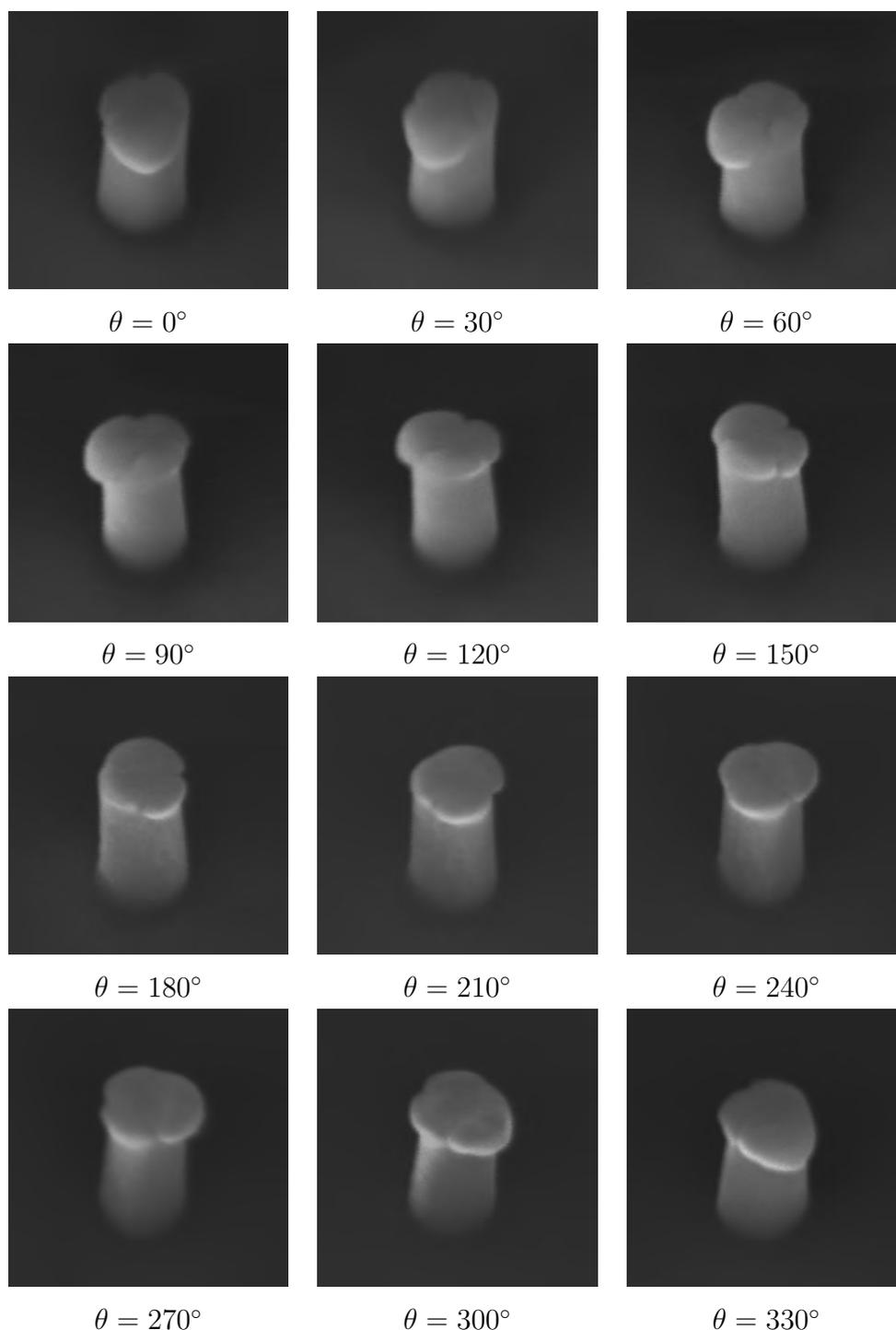
Fig.III.12.b). Notons que ce dernier faciès n'est observé qu'aux taux de déformation supérieurs à 10%. Compte tenu de l'orientation cristallographique des nanopiliers, ceci suggère que la déformation ne s'effectue pas exclusivement par cisaillement dans des plans  $\{111\}$  car seuls deux plans  $\{111\}$  symétriques par rapport à un plan vertical (*i.e.* en zone autour d'une direction  $\langle 110 \rangle$  perpendiculaire à l'axe des nanopiliers) ont un facteur de Schmid non nul.



**FIGURE III.12 – Faciès de déformation minoritaire :** **a)** La trace du cisaillement observée sur la face supérieure du nanopilier est parallèle à une direction  $\langle 100 \rangle$  suggérant l'activation des de systèmes de glissement  $\{100\}$ . **b)** Faciès en forme de trèfle. Seule la trace (a) observée sur la face supérieure du nanopilier est compatible avec un glissement dans les plans classiques  $\{111\}$ . L'analyse stéréographique réalisée sur ce type de faciès (*cf.* III.13) suggère l'activation d'autres plans de glissement, les traces (b) et (c) étant parallèles à  $\langle 112 \rangle$  et  $\langle 113 \rangle$  respectivement.

L'analyse stéréographique réalisée sur l'un des nanopiliers présentant un faciès en forme de trèfle (*cf.* Fig.III.13) suggère l'activation de différents systèmes de glissement :

- d'une part dans un plan de type  $\{111\}$  compte tenu qu'une seule trace observée sur la face supérieure du nanopilier est parallèle à une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$  ;
- d'autre part, dans des plans de type  $\{113\}$ .



**FIGURE III.13 – Analyse stéréographique du nanopilier ayant un faciès de type « trèfle » :** Les images ont été obtenues pour différents angles  $\theta$  de rotation du nanopilier autour de son axe, avec un pas de  $30^\circ$ . L'inclinaison  $\phi$  du nanopilier par rapport au faisceau d'électrons est de  $40^\circ$ . Cette analyse a permis de déterminer les directions cristallographiques des traces de cisaillement observées sur la face supérieure du nanopilier (cf. III.12.b).

## 2.2 Axes de compression $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$

Cette deuxième partie de l'analyse permet d'examiner l'impact de l'orientation cristallographique de l'axe de sollicitation sur le comportement mécanique des nanopiliers. En effet, de nombreux nanopiliers des séries 2 et 3 ayant des axes parallèles respectivement à  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  ont été déformés dans les mêmes conditions de sollicitation que les nanopiliers d'axe  $\langle 110 \rangle$ .

L'analyse des courbes de déformation des nanopiliers d'axe  $\langle 111 \rangle$  conjointement à l'analyse en microscopie électronique à balayage (SEM) permet de souligner un comportement similaire à celui des nanopiliers d'axe  $\langle 110 \rangle$ . En effet, les courbes de déformation de ces derniers (cf. Fig.III.14) sont similaires aux courbes présentées précédemment, pour lesquelles une chute de contrainte est systématiquement observée juste après le domaine de chargement élastique. En revanche, dans le cas des nanopiliers d'axe  $\langle 100 \rangle$  le domaine de déformation plastique succède au chargement élastique sans chute de contrainte (cf. Fig.III.15). Pour l'ensemble des échantillons déformés de la série 2, aucune chute de contrainte n'a été décelée après le chargement élastique initial.

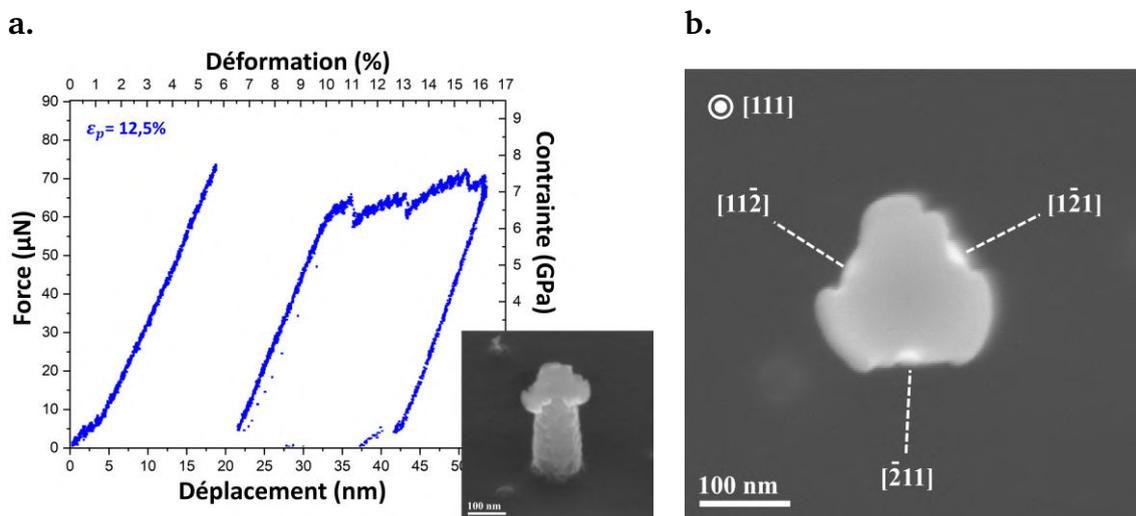
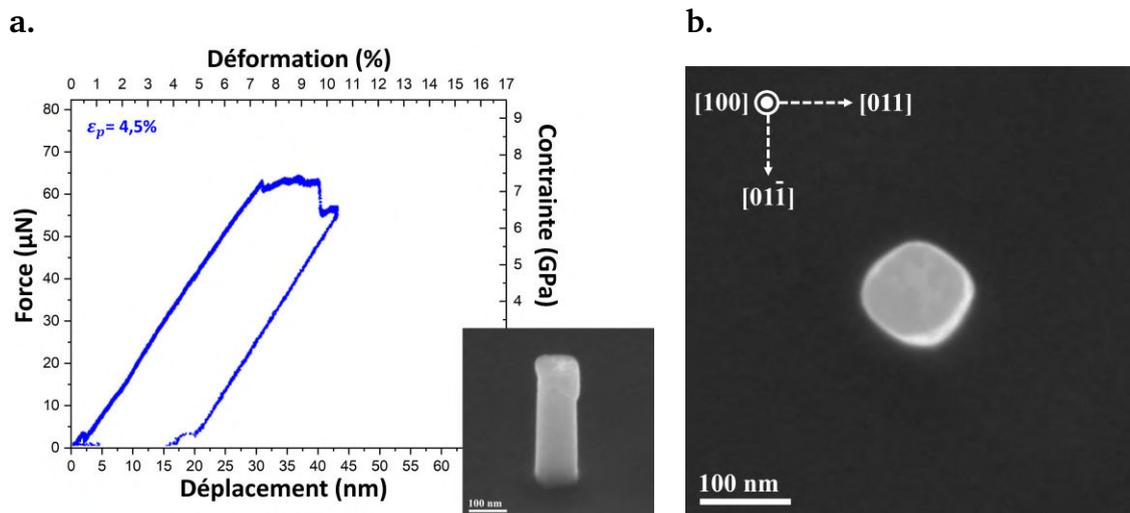


FIGURE III.14 – Compression de nanopiliers d'axe  $\langle 111 \rangle$  : a) Courbe de déformation d'un nanopilier montrant un comportement parfaitement ductile, avec présence d'une chute de contrainte d'environ 6,7 GPa associée au premier stade de la déformation plastique. Celui-ci est suivi d'un second chargement élastique et d'un second domaine de déformation plastique. Ce nanopilier a été déformé jusqu'à 12,5%. L'image MEB associée à la courbe montre une vue de côté du nanopilier où une forte déformation plastique est localisée à la tête du nanopilier. b) Image MEB du nanopilier vu de dessus. Les traces de cisaillement visibles ici suggèrent l'activation de trois systèmes de glissement  $\{111\}$  équivalents.

La déformation des nanopiliers d'axe  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  est généralement localisée dans la partie supérieure des nanopiliers. Dans le cas des nanopiliers d'axe  $\langle 111 \rangle$ , les trois plans équivalents  $\{111\}$ , dont le facteur de Schmid vaut 0,272, sont systématiquement activés (cf. Fig.III.14.b). Dans le cas des nanopiliers d'axe  $\langle 100 \rangle$ , pour lesquels quatre plans équivalents  $\{111\}$  d'un facteur de Schmid de 0,408 sont susceptibles d'être activés, les traces de cisaillement sont difficilement décelables. En effet, sur l'exemple d'image MEB de ces nanopilier présenté dans la figure III.15.b du nanopilier déformé vue de haut, aucune trace n'est observée. En revanche, la forme de la section du nanopilier initialement circulaire, est à présent elliptique.



**FIGURE III.15 – Compression de nanopiliers d'axe  $\langle 100 \rangle$  :** a) Courbe de déformation d'un nanopilier montrant un comportement parfaitement ductile : le domaine de déformation plastique débute juste après le chargement élastique. L'image MEB associée à la courbe montre une vue de côté du nanopilier à la fin du test de compression. b) Image MEB du nanopilier vu de dessus. Aucune trace de cisaillement n'est décelée à la surface supérieure du nanopilier. En revanche, la section du nanopilier n'est plus circulaire mais elliptique.

Le dernier point à souligner concerne la valeur du module de Young et de la limite d'élasticité mesurées dans le cas des différentes orientations testées. Nous remarquons que la valeur du module de Young varie en fonction de l'orientation de l'axe de déformation témoignant de l'anisotropie du silicium. En revanche, les valeurs obtenues, dans le cadre de cette étude, sont plus faibles que les valeurs mesurées dans le cas du silicium massif (cf. Fig. III.16).

De même la valeur de la limite d'élasticité mesurée diffère selon l'orientation de l'axe de sollicitation (cf. Fig. III.17). La valeur la plus importante est obtenue pour les nanopiliers ayant un axe parallèle à une direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$

(jusqu'à 8 %). Tandis que la valeur la moins importante est obtenue pour les nanopiliers ayant un axe parallèle à une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$  (inférieure à 6,3 %).

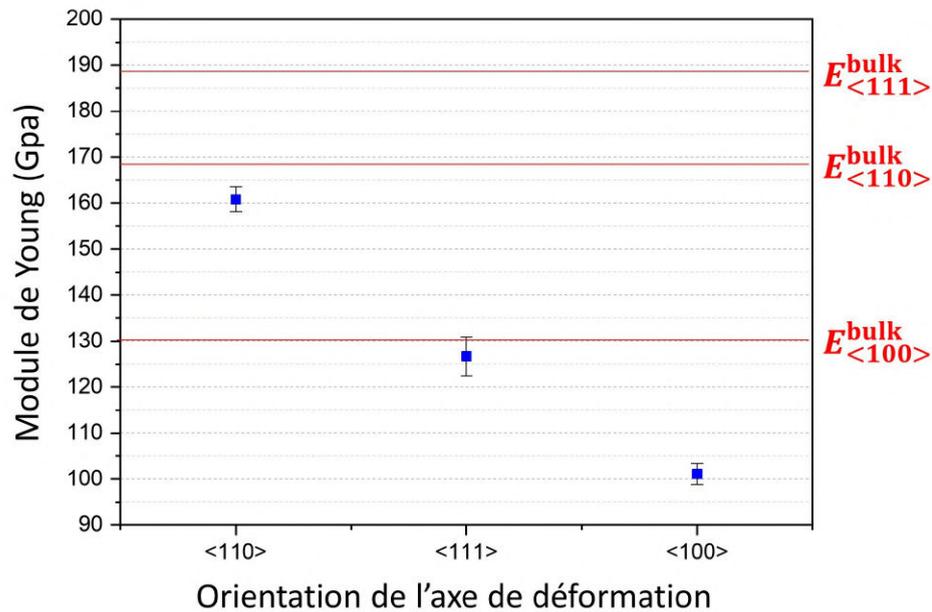


FIGURE III.16 – Modules de Young mesurés pour les nanopiliers d'axe de compression  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ .

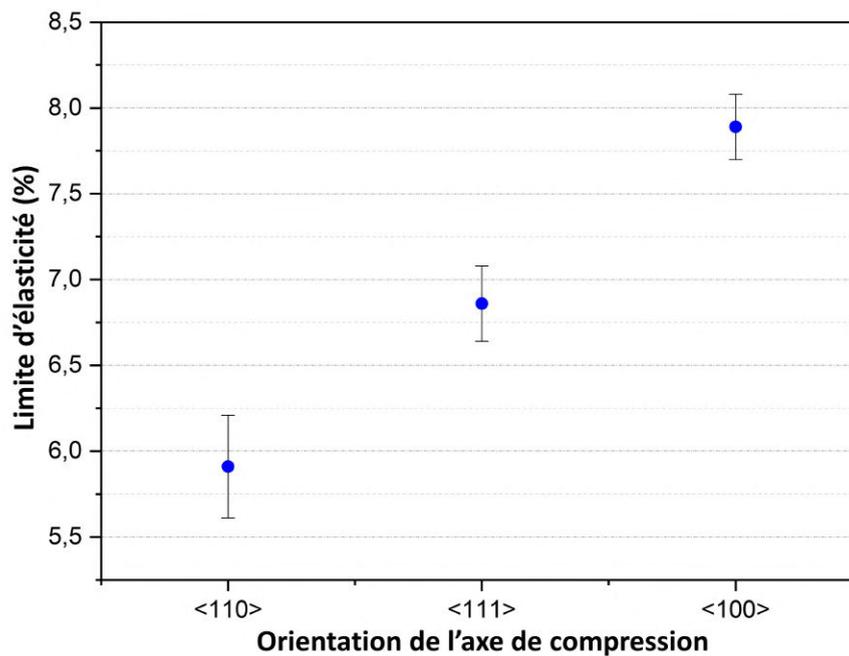


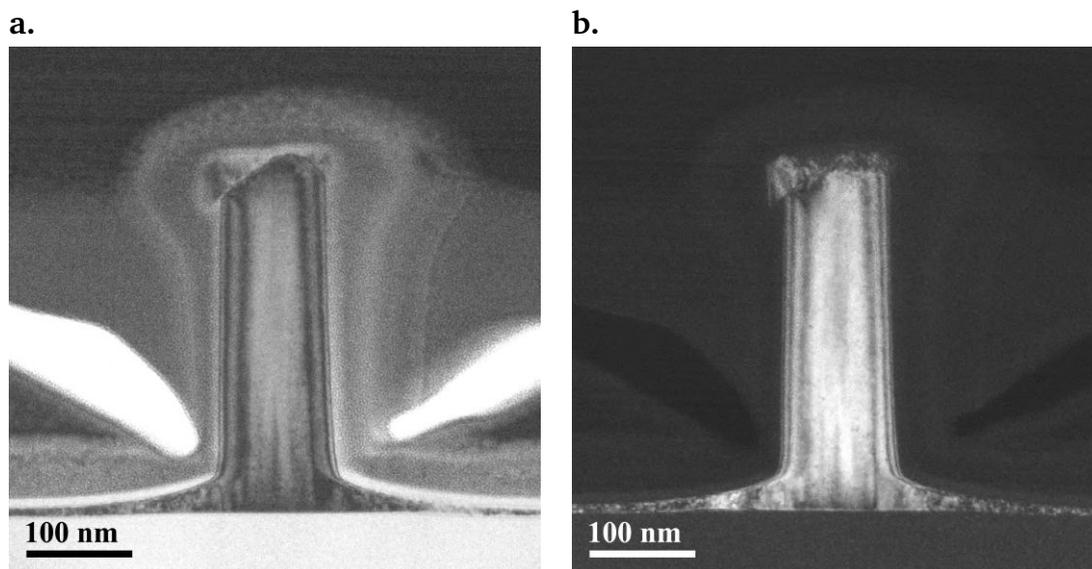
FIGURE III.17 – Limites d'élasticité mesurées pour les nanopiliers d'axe de compression  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ .

### 3 Analyses par microscopie électronique en transmission

#### 3.1 Axe de compression $\langle 110 \rangle$

##### 3.1.1 Observations TEM des nanopiliers faiblement déformés

Les images réalisées en TEM conventionnel sur les nanopiliers faiblement déformés permettent de confirmer que la déformation est essentiellement localisée dans la partie supérieure du nanopilier. En effet, la trace d'un fort cisaillement est observée en champ clair et en champ sombre à la tête du nanopilier (cf. figure III.18).



**FIGURE III.18 – Images TEM d'un nanopilier faiblement déformé :** ces images sont obtenues en champ clair (a) et en champ sombre (b). La déformation est exclusivement localisée dans la partie haute du nanopilier, où un cisaillement important est observé.

Dans la majorité des cas, les deux familles de plans de glissement  $\{111\}$  équivalents sont activées simultanément (cf. Fig.III.19). Il est à noter que dans de très rares cas, des défauts peuvent être nucléés à la base du nanopilier, à partir de la surface latérale. Dans la figure III.20 est présenté un exemple de nanopilier déformé plastiquement de 5,2% dans lequel des défauts étendus sont clairement visibles (cf. image en champ sombre réalisée à la base du nanopilier).

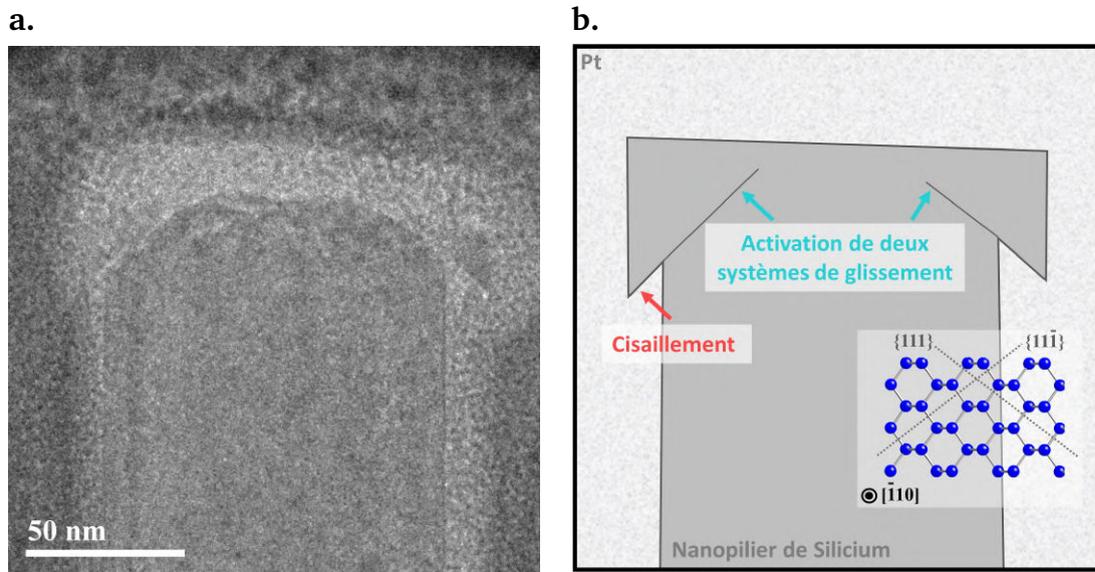


FIGURE III.19 – Partie haute d'un nanopilier faiblement déformé : a) Image TEM brute où la déformation est localisée. b) Représentation schématique de la zone observée en TEM. L'activation de deux systèmes de glissement équivalents est observée. Le cisaillement produit mène à la formation de marches sur les surfaces latérales.

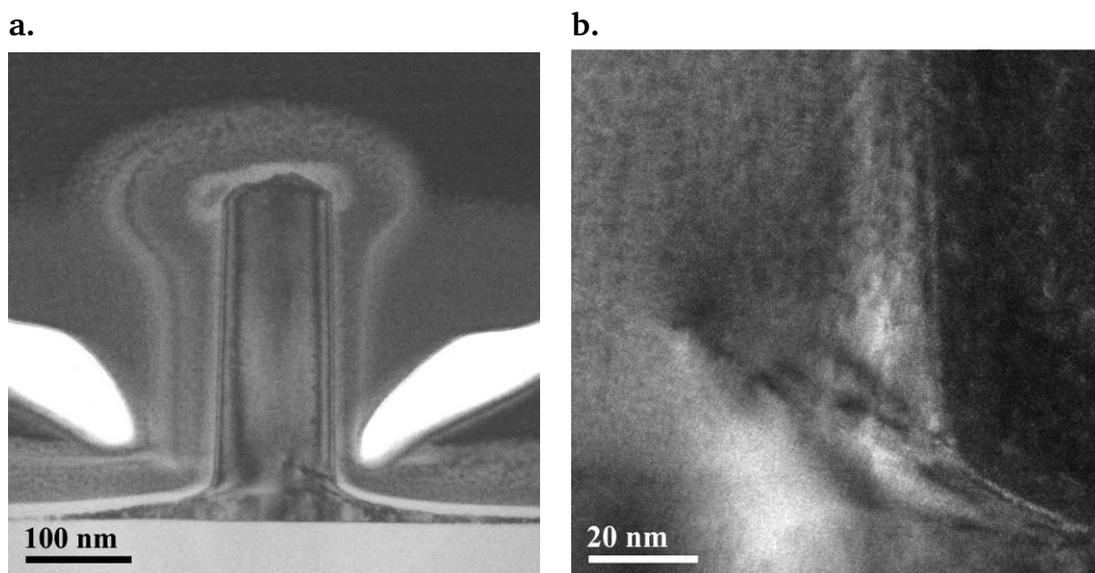
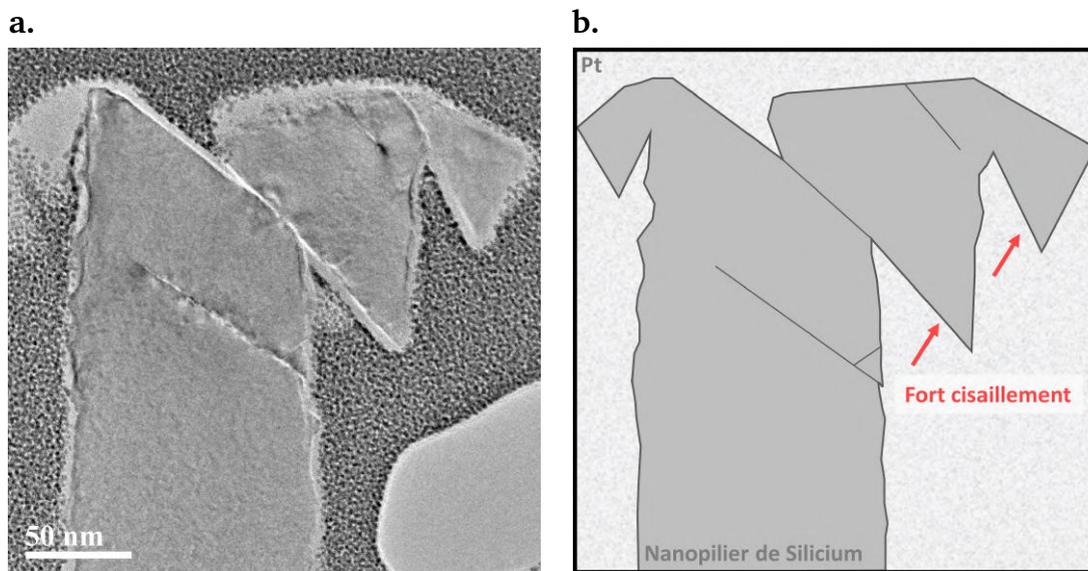


FIGURE III.20 – Propagation de défauts en bas d'un nanopilier faiblement déformé : images TEM en champ clair (a) du nanopilier et en champ sombre (b) de sa partie inférieure. Dans de très rares cas, des défauts étendus ont été observés à la base du nanopilier.

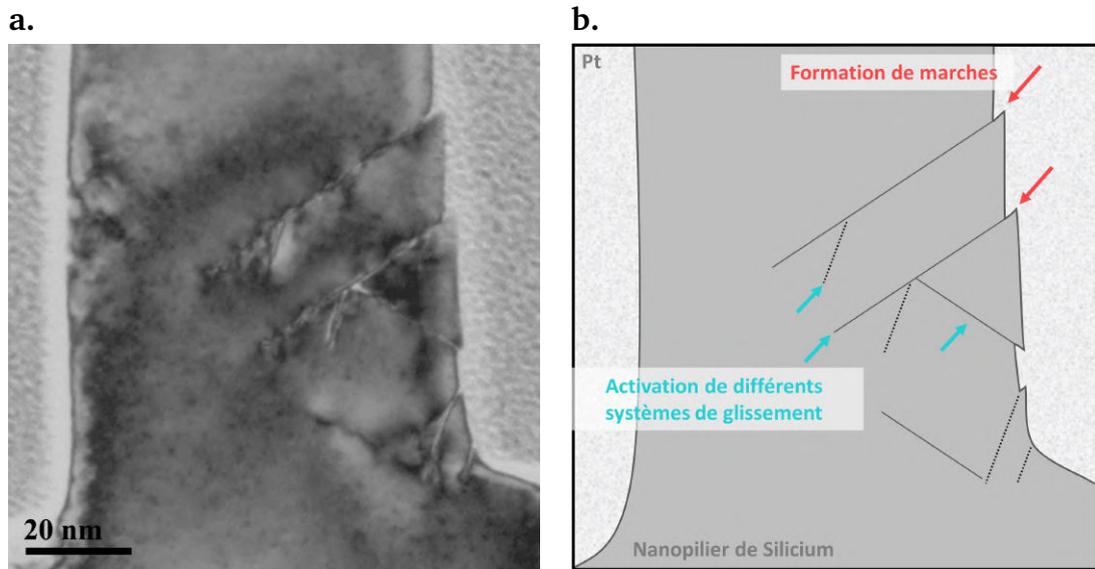
### 3.1.2 Observations TEM des nanopiliers fortement déformés

Dans le cas des nanopiliers déformés avec un fort taux de déformation ( $>6\%$ ), des cisaillements importants atteignant parfois une cinquantaine de nanomètres, sont généralement observés dans la partie supérieure des nanopiliers (cf. Fig.III.21).

De plus, contrairement aux nanopiliers faiblement déformés, ces nanopiliers présentent parfois une déformation significative dans leur partie centrale et à leur base. Les traces observées révèlent alors une microstructure plus complexe, caractérisée par la propagation de défauts dans différents systèmes cristallographiques. La figure III.22 donne un exemple d'un tel nanopilier, déformé plastiquement de 13%.



**FIGURE III.21 – Nanopilier fortement déformé :** a) Image TEM brute du nanopilier. b) Représentation schématique de la zone observée en TEM. Un très fort cisaillement est observé dans différents plans de glissement.



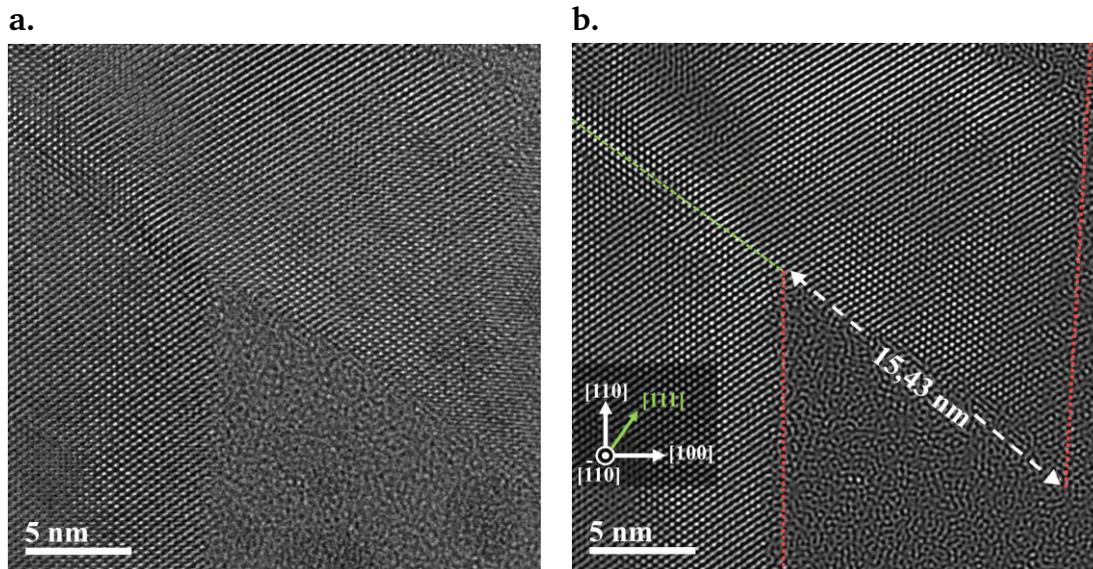
**FIGURE III.22 – Partie inférieure d’un nanopilier fortement déformé :** a) Image TEM en champ clair. b) Représentation schématique de la zone observée en TEM. L’activation de différents systèmes est visible. La propagation de défauts étendus dans les plans de glissement de type  $\{111\}$  conduit à la formation de marches à la surface latérale du nanopilier.

### 3.1.3 Analyses HRTEM des évènements de déformation plastique

L’analyse TEM réalisée à haute résolution des nanopiliers déformés a révélé une grande diversité de défauts. Lors du premier stade de la déformation, une forte densité de dislocations est nucléée. La propagation de ces dernières conduit à la formation de marches nanométriques sur les surfaces latérales des nanopiliers. À plus fort taux de déformation, une plus grande densité de défauts sont stockés dans le volume. Dans la suite, nous présentons les résultats marquant cette grande diversité en illustrant chaque cas par un exemple d’observation HRTEM.

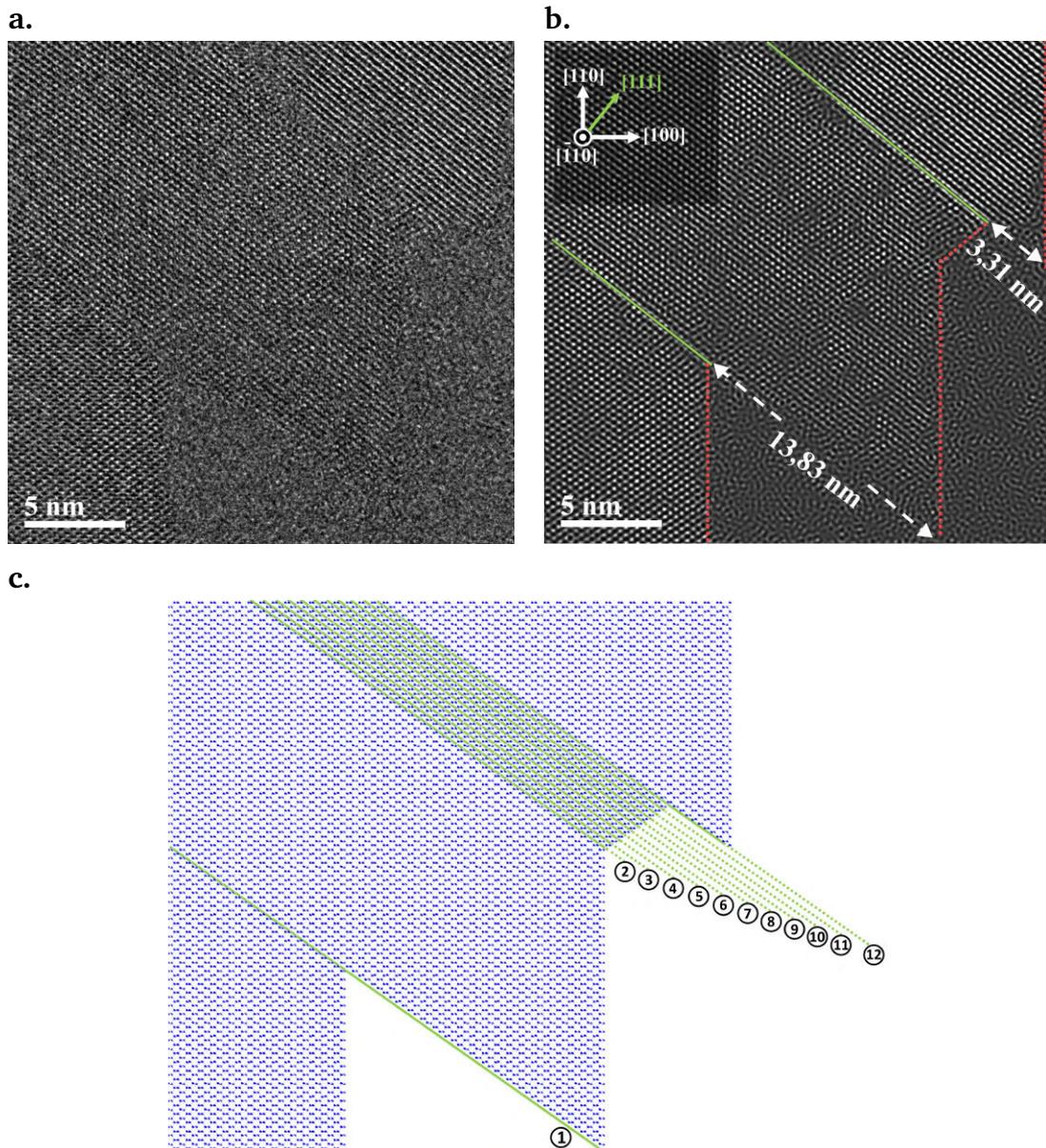
#### A) Formation de marches nanométrique :

Dans la grande majorité des cas, la forme de la marche produite par la propagation des dislocations correspond à l’exemple présenté dans la figure III.23. Dans cet exemple, le cisaillement est produit dans un plan classique  $\{111\}$ . L’absence de défaut d’empilement dans le sillage des dislocations conduisant à la formation de la marche, suggère la propagation de dislocations parfaites. Ici, la forme aigüe et la hauteur de la marche (15,43 nm) sont compatibles avec la propagation de 47 dislocations parfaites dans le même plan de glissement.



**FIGURE III.23 – Formation de marches en surface :** Images HRTEM brute (a) et filtrée (b) obtenues dans la partie supérieure d'un nanopilier. Une marche de 15,43 nm de hauteur est observée. Le cisaillement conduisant à la formation de cette marche s'est effectué dans un plan de glissement de type  $\{111\}$ . Le cisaillement observé correspond au passage de 47 dislocations parfaites dans le même plan.

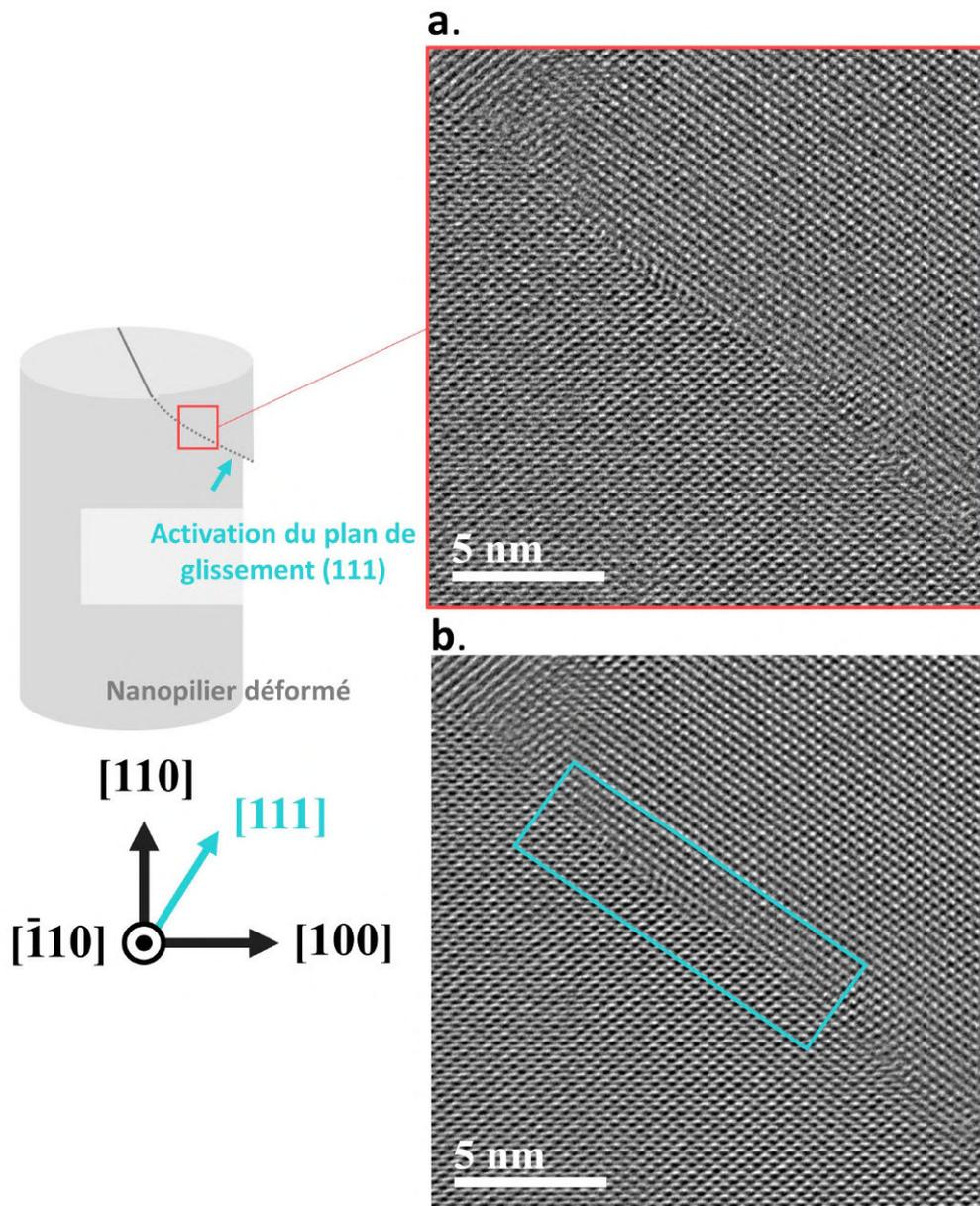
Un deuxième exemple de marche est présenté dans la figure III.24. Dans ce cas, deux marches nanométriques sont observées sur le même côté de la surface latérale. La première marche de 13,83 nm ressemble à la marche présentée dans la figure précédente où le glissement des dislocations parfaites a eu lieu dans un même plan atomique  $\{111\}$ . La seconde marche, ayant une hauteur moins importante (3,31 nm), présente une forme différente. La structure atomique correspondante (cf. Fig. III.24.c) suggère la propagation de 20 dislocations parfaites ayant eu lieu dans des plans  $\{111\}$  adjacents. Dans les plans  $\{111\}$  numérotés 2 à 11, une seule dislocation parfaite s'est propagée. En revanche, dans le plan numéroté 12, environ 10 dislocations parfaites ont glissé dans ce même plan conduisant à la forme aigüe observée à l'extrémité de la marche.



**FIGURE III.24 – Formation de marches en surface :** Images HRTEM brute (a) et filtrée (b) obtenues dans la partie supérieure d'un nanopilier. c) Représentation de la structure atomique correspondante observée en HRTEM. Dans ce cas de figure, deux marches se sont formées. La première marche de 13,83 nm de hauteur est obtenue par un cisaillement dans un seul plan de type  $\{111\}$ . Le cisaillement observé correspond au passage d'environ 42 dislocations parfaites dans ce plan (1). La forme de la seconde marche correspond au passage de dislocations parfaites dans plusieurs plans  $\{111\}$  voisins. Le nombre de dislocations nécessaires pour former cette marche est de 20 dislocations, dont 10 ayant glissé dans le seul plan numéroté (12).

### B) Dislocations dissociées :

Dans certain cas, les dislocations conduisant à la formation des marches nanométriques présentées dans le paragraphe précédant sont stockées dans le volume du matériau. L'analyse des images HRTEM dans les zones où le cisaillement a eu lieu, a permis de révéler la présence de dislocations dissociées.



**FIGURE III.25 – Dislocation dissociée :** Images HRTEM brute (a) et filtrée (b). La zone observée correspond à une zone cisailée parallèlement à un plan  $\{111\}$  conduisant à la formation d'une marche nanométrique sur la surface latérale du nanopilier. Une dislocation parfaite dissociée est observée dans la zone encadrée (b). L'analyse de cette dislocation est présentée dans la figure III.26. Le nanopilier à été déformé plastiquement de 6,5%.

La figure III.25 présente un exemple d'image HRTEM d'une dislocation dissociée observée dans la partie supérieure du nanopilier déformé. La zone contenant la dislocation est encadrée dans l'image HRTEM filtrée (cf. Fig. III.25.c). L'analyse de cette zone est présentée dans la figure III.26. En utilisant l'analyse GPA, nous avons comparé les cartographies de déformation extraites des images expérimentales, avec des cartographies extraites d'images HRTEM simulées obtenues à partir de structures atomiques calculées contenant différents types de dislocations.

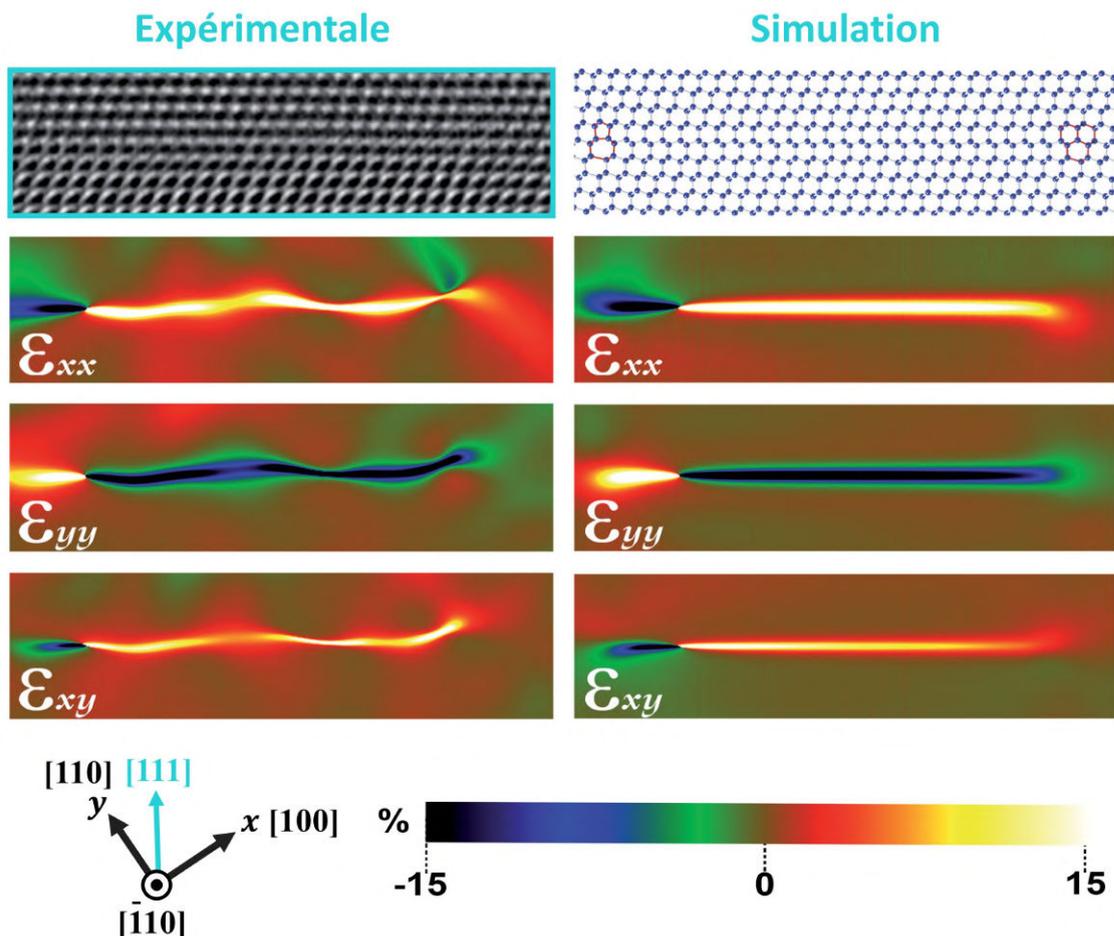


FIGURE III.26 – Analyse GPA d'une dislocation dissociée : À gauche, l'image HRTEM de la dislocation avec les cartographies GPA correspondantes. À droite, la structure atomique calculée élastiquement et relaxée avec les calculs atomistiques réalisés par dynamique moléculaire. Les cartographies GPA obtenues pour cette structure ont été calculées à partir de l'image HRTEM simulée avec JEMS. L'excellent accord entre les cartographies GPA expérimentales et simulées montre que la dislocation observée est dissociée en deux dislocations partielles  $30^\circ$  et  $90^\circ$  avec une distance de dissociation de 8 nm.

L'excellent accord entre les cartographies expérimentale et calculée des composantes  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et  $\varepsilon_{xy}$  du tenseur de déformation, permet d'identifier sans am-

biguité la position des dislocations partielles  $30^\circ$  et  $90^\circ$ . Le défaut d'empilement séparant ces deux dislocations partielles est mis en évidence dans les cartographies de déformation par la présence d'un artefact, qui apparaît comme une ligne de déformation étalée entre les deux cœurs de dislocations partielles. Toutefois, la forme de cet artefact dépend du choix du masque utilisé lors de l'analyse GPA ainsi que de la défocalisation utilisée pour l'acquisition des images HRTEM. En examinant la distance de dissociation des dislocations dissociées, nous remarquons que cette distance dépend fortement de la microstructure avoisinante. Dans le cas de l'exemple présenté dans la figure III.26 de la dislocation dissociée, la distance de dissociation mesurée atteint 8 nm.

Il est à noter qu'en considérant la direction de propagation de cette dislocation dissociée (dislocation partielle de tête  $30^\circ$ ), nous remarquons que la nucléation a eu lieu à partir de la surface supérieure, en contact avec le poinçon du dispositif de compression.

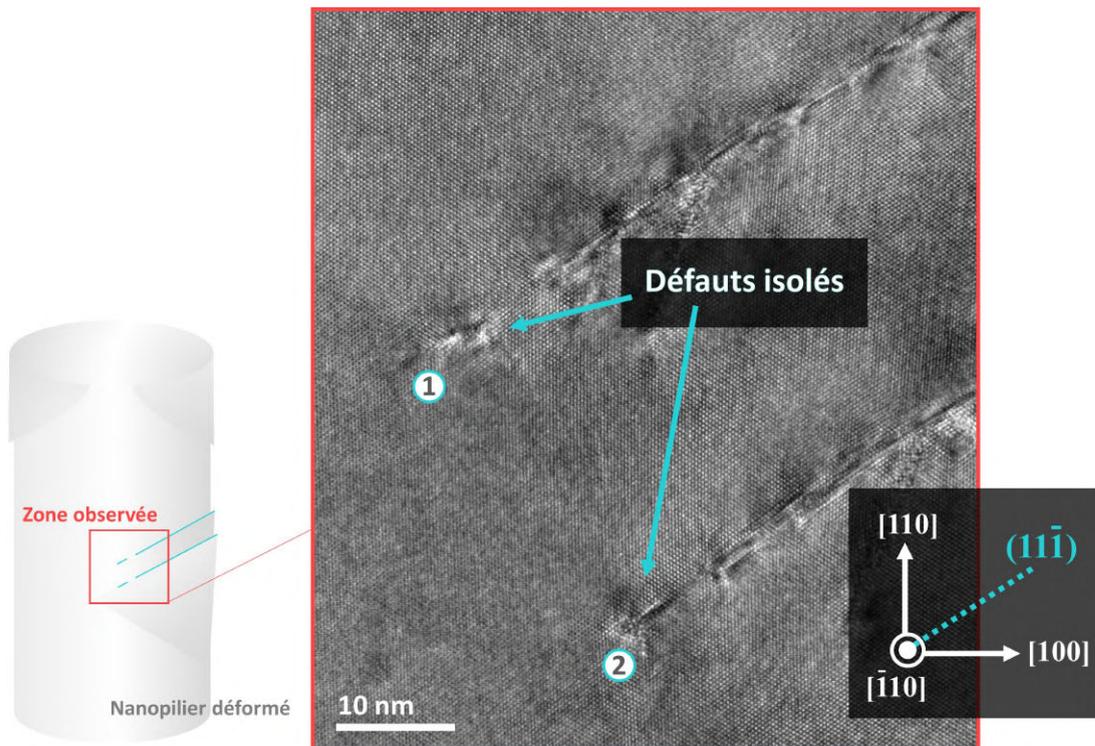
Le dernier point à souligner concerne le type de plan de glissement (*glide-set* ou *shuffle-set*) des dislocations dissociées. Les deux configurations ont été simulées avec JEMS à partir des structures atomiques calculées contenant une dislocation dissociée soit dans le *glide set*, soit dans le *shuffle set*. Les cartographies GPA correspondantes ne permettent pas de déceler une différence entre les deux configurations, c'est pourquoi seul le résultat correspondant à l'une des configurations est présenté dans la figure III.26, en l'occurrence la configuration *glide-set*.

### C) Empilement de dislocations dissociées :

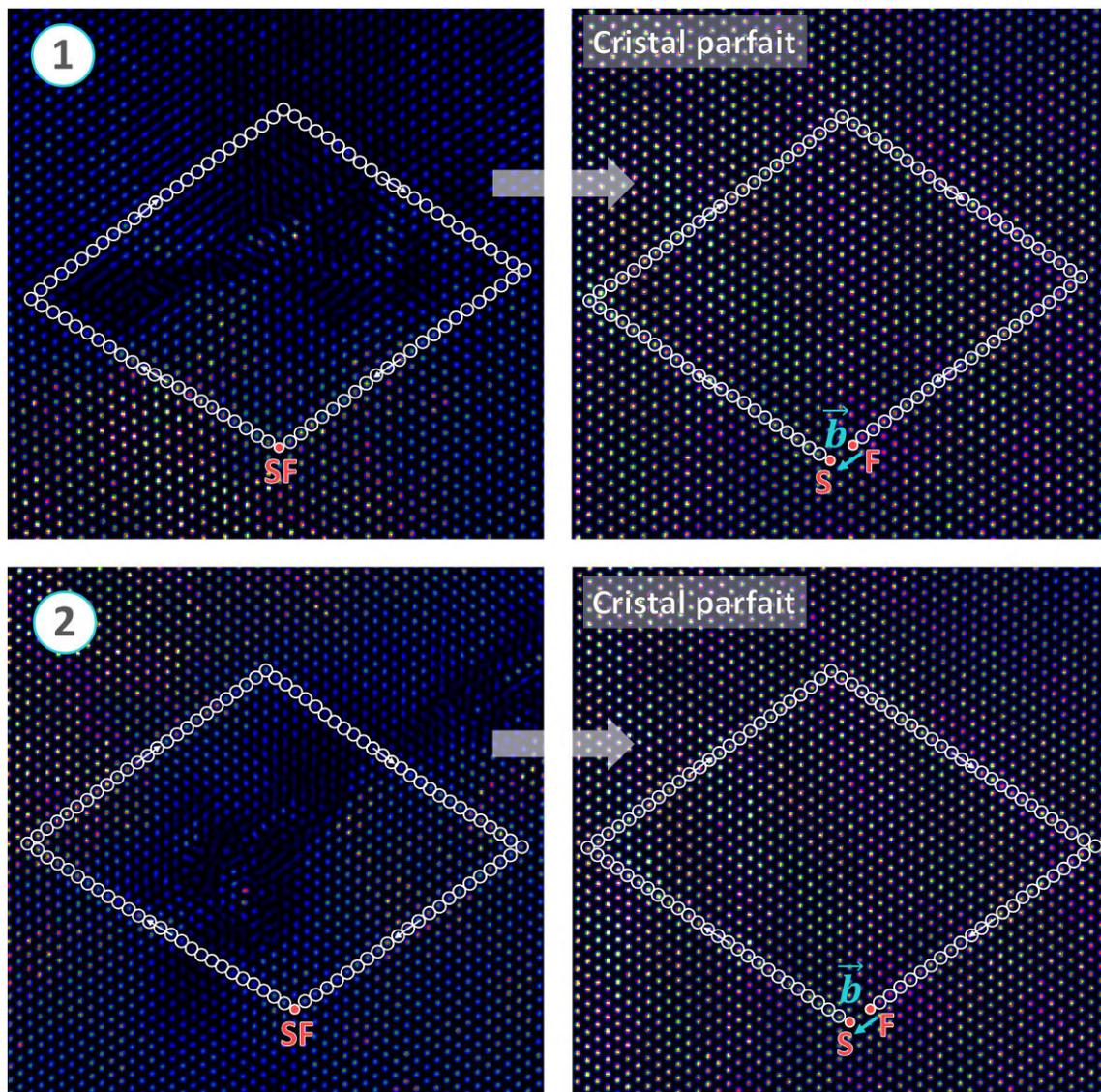
Dans le cas des nanopiliers fortement déformés, des traces de cisaillement ont également été observées dans la partie centrale des nanopiliers. Les traces observées en HRTEM présentent un contraste oscillant (cf. Fig III.27 et Fig III.29). La caractérisation des défauts étendus donnant lieu à ces traces est très compliquée compte tenu de la forte déformation des lames TEM dans la zone d'intérêt. Néanmoins, des défauts isolés ont été observés à l'extrémité de certaines traces (cf. Fig. III.27).

La figure III.28 présente la caractérisation des défauts (1) et (2) visibles à l'extrémité des traces de cisaillement présentés dans la figure III.27. Un circuit de Burgers a été réalisé autour de chaque défaut, puis ces derniers ont été reportés dans le cristal parfait. Le défaut de fermeture obtenu dans les deux cas est contenu dans un plan  $\{111\}$  et sa valeur est égal à deux fois la valeur du vecteur de Burgers d'une dislocation parfaite. Cette observation suggère la présence d'une paire de dislocations de même vecteur de Burgers très proches, et glissant

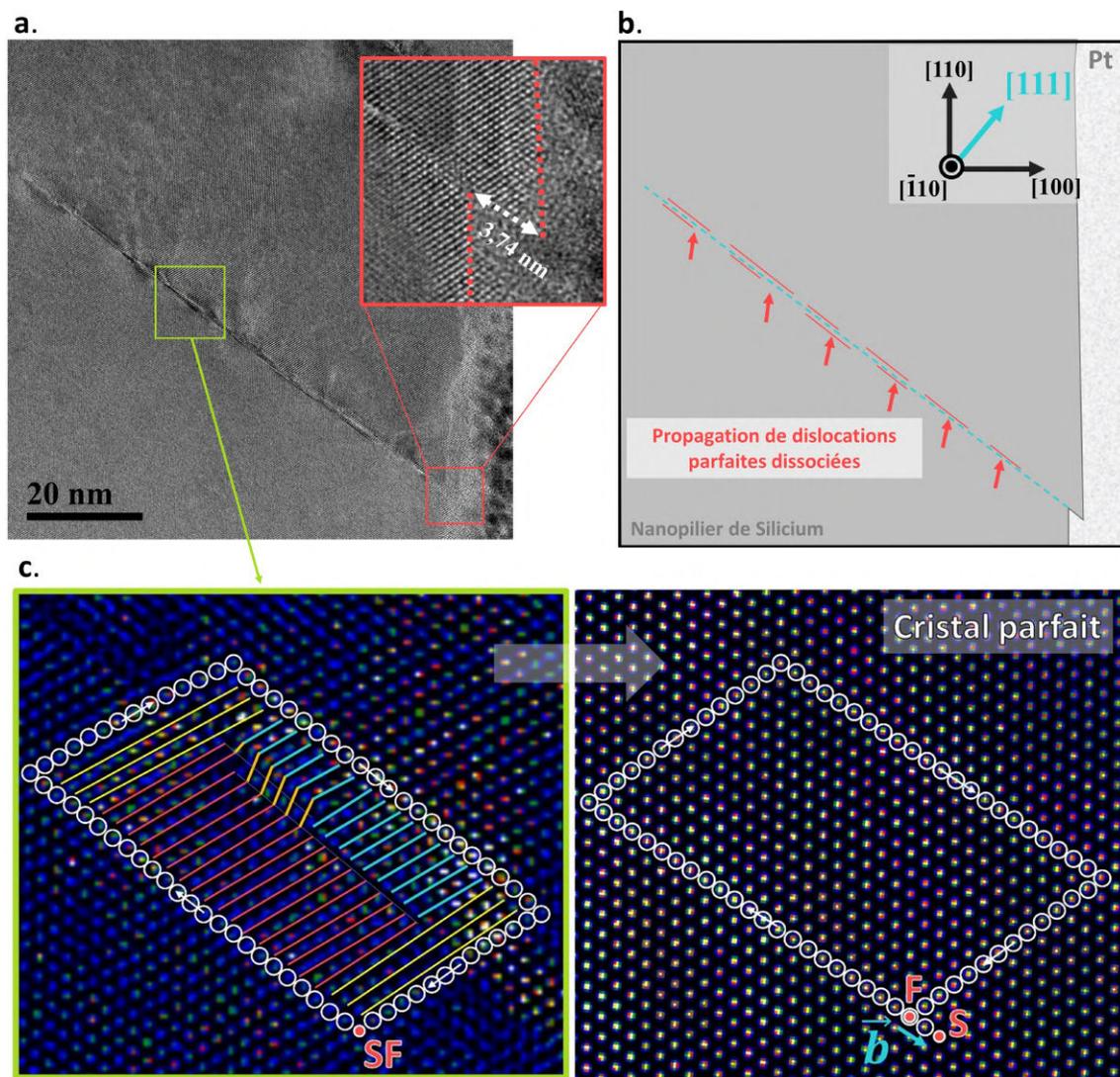
dans des plans voisins. L'analyse détaillée des défauts constituant la trace présentée dans la figure III.29 révèle en fait la présence de deux dislocations dissociées dans des plans  $\{111\}$  adjacents. La possible structure atomique de ces dernières est présentée dans la figure III.30.



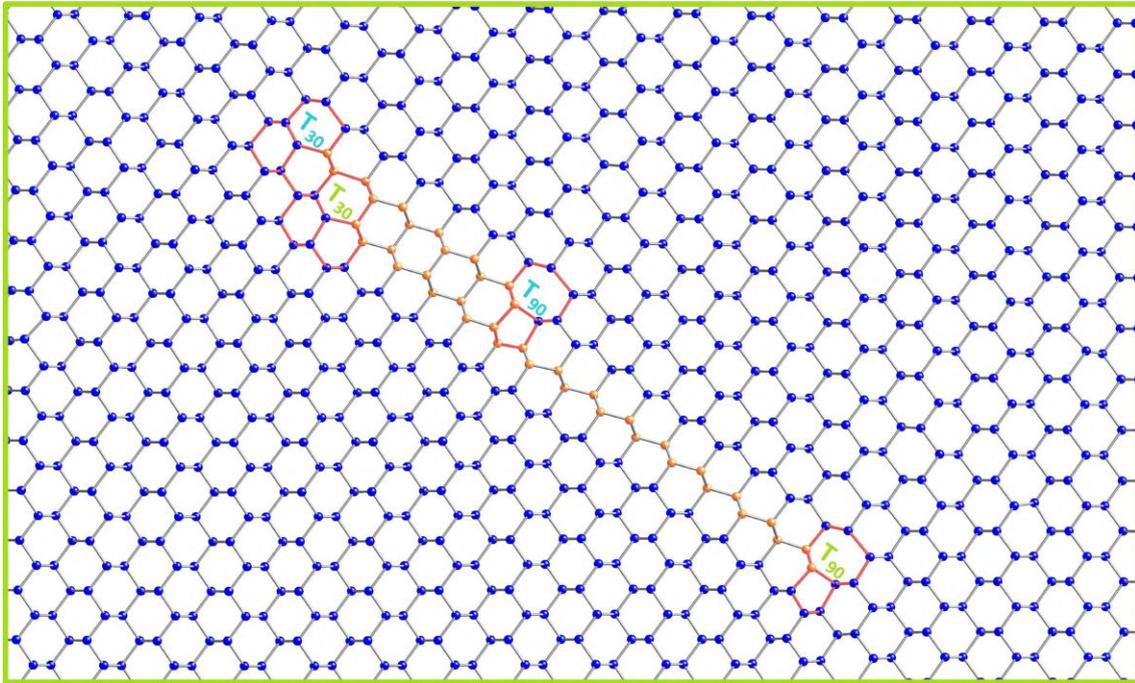
**FIGURE III.27 – Défauts isolés à l'extrémité des traces de cisaillement :** Image HRTEM brute obtenue dans la partie centrale d'un nanopilier déformé ( $\epsilon_{pl} = 13\%$ ). Des traces de cisaillements contenues dans deux plans de glissement de type  $\{111\}$  ont été observées. À l'extrémité de ces traces, des défauts étendus isolés sont visibles. L'analyse de ces défauts est présentée dans la figure III.28.



**FIGURE III.28 – Défauts isolés à l'extrémité des traces de cisaillement :** Circuits de Burgers réalisés autour des défauts observés dans la figure III.27, à l'extrémité des traces (1) et (2). Après report des circuits de Burgers dans un cristal parfait, le défaut de fermeture indique dans les deux cas une valeur de vecteur de Burgers égale au double du vecteur de Burgers d'une dislocation parfaite contenue dans un plan  $\{111\}$ . Ces images sont filtrées avec un filtre radial et présentées avec une échelle de couleurs afin de faciliter la distinction des pics d'intensité pour la construction des circuits de Burgers.



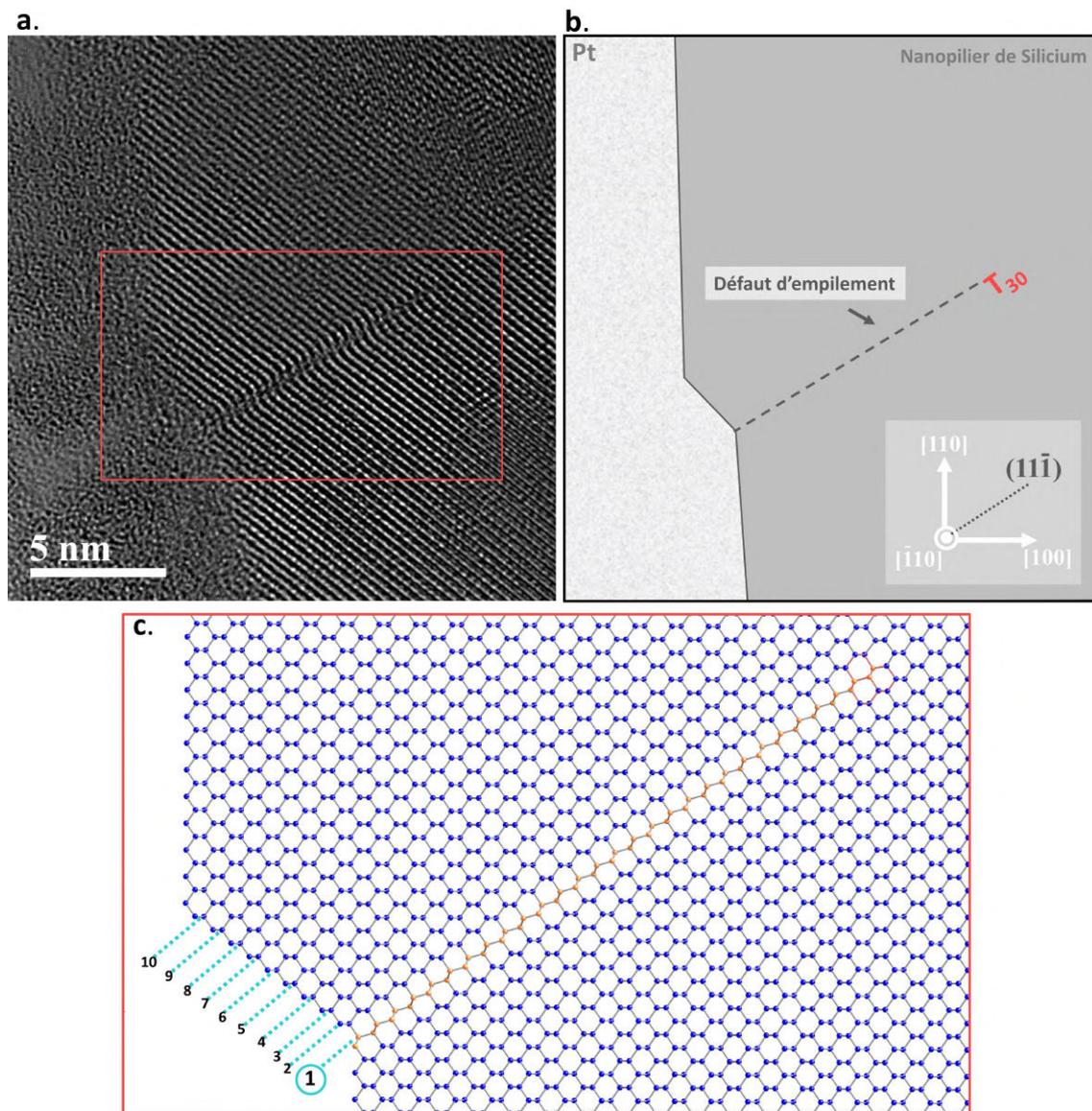
**FIGURE III.29 – Formation de marche nanométrique et trace de cisaillement :**  
**a)** Image HRTEM brute d'une zone localisée dans la partie centrale du nanopilier. La trace de cisaillement aboutit sur une marche nanométrique d'environ 3,74 nm.  
**b)** Représentation schématique de la zone observée. **c)** Circuit de Burgers réalisé dans la partie encadrée en vert dans (a).



**FIGURE III.30 – Structure atomique d’une zone cisillée :** Structure atomique correspondante à la zone analysée en III.29.c. L’observation de cette trace produite dans les plans de cisaillements suggère la propagation de dislocations parfaites ou dissociées dans des plans  $\{111\}$  adjacents.

#### D) Dislocations partielles et formation de nanomacle :

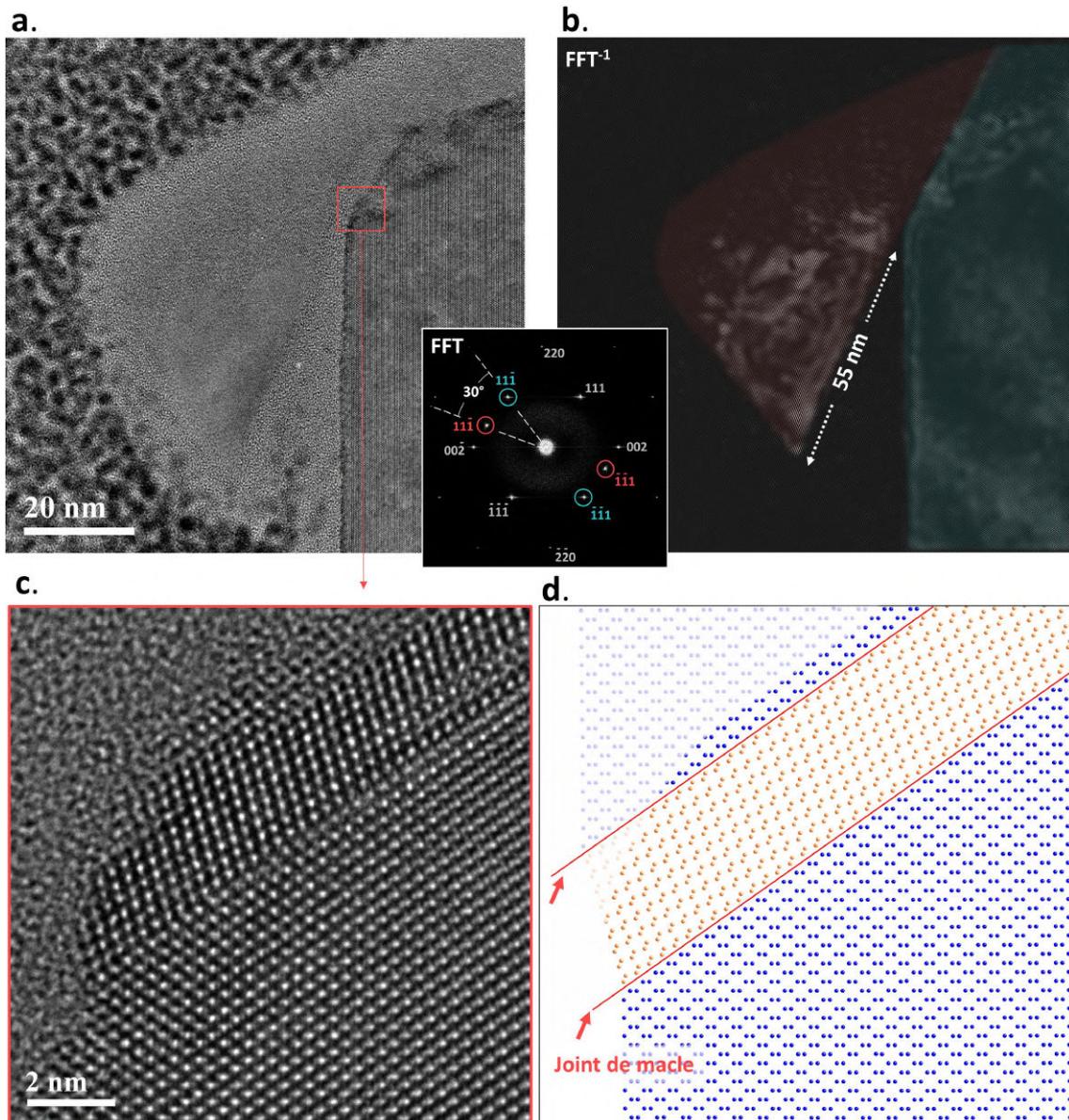
Dans certains cas minoritaires, quelques dislocations partielles ont également été observées. L’identification du passage de dislocations partielles est plus aisé que dans le cas de dislocations parfaites, car elles laissent dans leur sillage un défaut d’empilement qui peut être facilement identifié. Dans la figure III.31 est présenté un exemple de dislocation partielle isolée. Le défaut d’empilement produit lors du passage d’une dislocation partielle de caractère  $30^\circ$  est clairement visible sur l’image HRTEM (*cf.* Fig. III.31.a). Il est à noter que sur cette image, la forme de la marche observée permet de déduire que d’autres dislocations parfaites ou dissociées ont glissé dans des plans adjacents, numérotés de 2 à 10 sur la structure atomique correspondante (*cf.* III.31.c).



**FIGURE III.31 – Propagation de dislocations partielles de Shockley :** a) Image HRTEM brute dans laquelle un défaut d'empilement est visible. b) Représentation schématique de la zone observée en (a). c) Structure atomique correspondant à la zone encadrée en (a), où une dislocation partielle de Shockley de caractère  $30^\circ$  est présente. Le défaut d'empilement produit par le passage de cette dislocation dans le plan  $(11\bar{1})$  numéroté (1) atteint la surface latérale du nanopilier. La forme de la marche observée suggère que des dislocations parfaites ou dissociées se sont propagées dans les plans  $(11\bar{1})$  adjacents numérotés de (2) à (10).

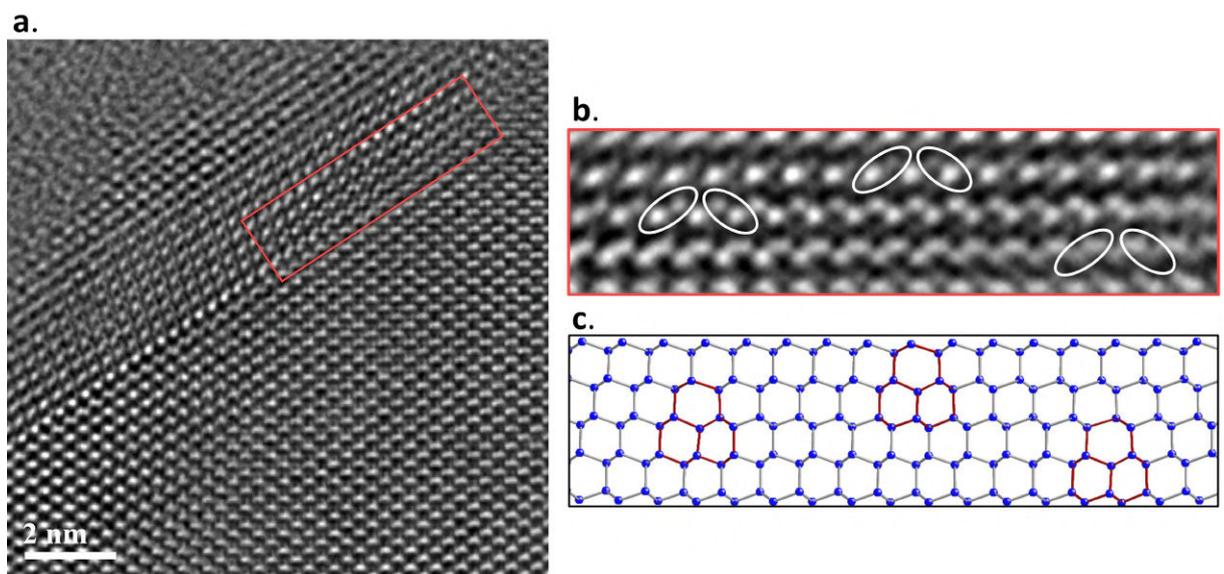
Lorsque les dislocations partielles de tête se propagent dans des plans  $\{111\}$  adjacents sans qu'elles soient suivies par les dislocations partielles de queue, une macule commence à se former. L'épaisseur de la macule croît à mesure que le nombre de dislocations partielles de tête augmente. Quelques observations HRTEM ont révélé la présence de telles nanomacles. La figure III.32 présente une nanomacle

observée dans la partie supérieure d'un nanopilier déformé avec un taux de 13% pour lequel un très large cisaillement est constaté ( $\approx 55$  nm). L'épaisseur de cette nanomacle s'étale sur 9 plans atomiques  $\{111\}$ .



**FIGURE III.32 – Propagation de dislocation partielles de Shockley et formation de nanomacles :** a) Image HRTEM brute de la partie supérieure d'un nanopilier où un très fort cisaillement est observé. b) Image filtrée à partir de l'image brute (a) en utilisant un masque pour sélectionner les réflexions  $11\bar{1}$  sur la FFT ; l'image est obtenue en appliquant une FFT inverse à la FFT filtrée. c) Image HRTEM brute de la zone encadrée en (a) où une nanomacle est observée. d) Structure correspondant à la zone observée en (c) montrant une partie du cristal maclé avec les joints de macle repérés par des traits rouges. La largeur de la nanomacle ne permet pas d'expliquer la totalité du cisaillement observé dans (b).

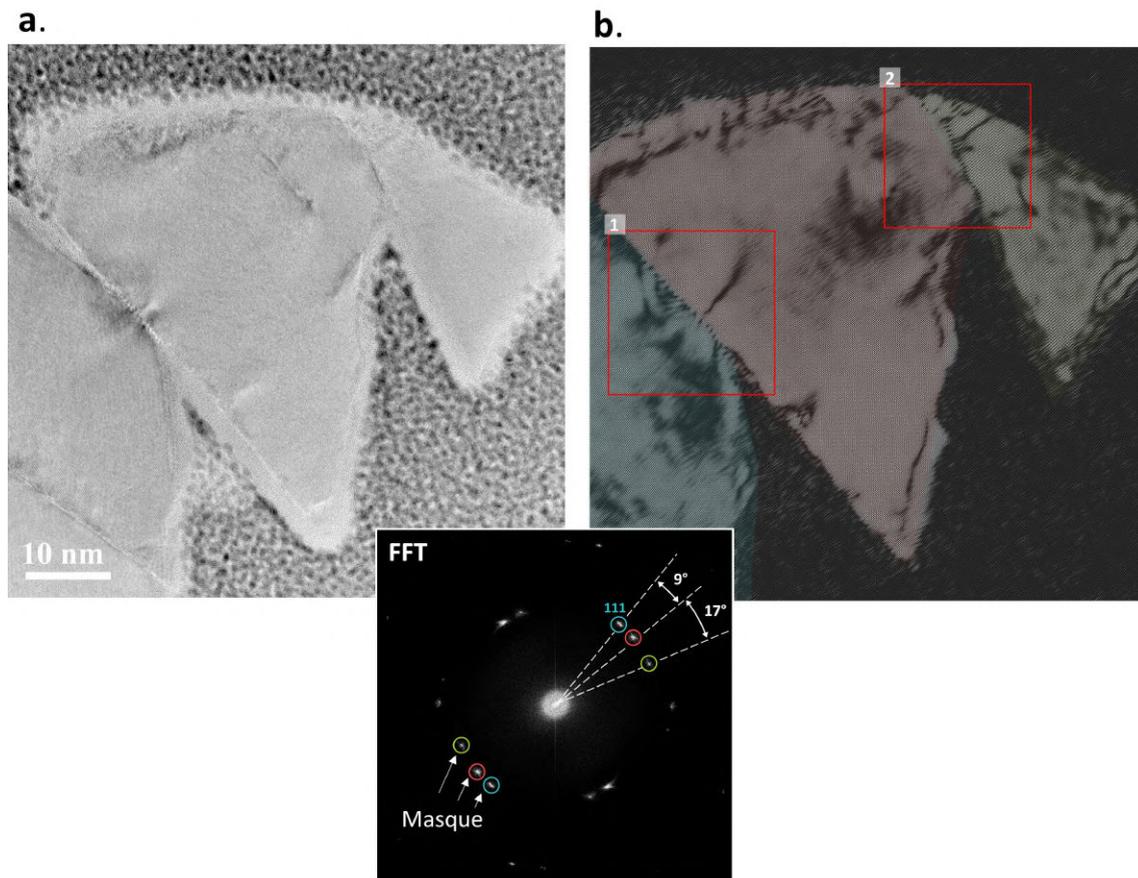
L'analyse de l'extrémité de cette nanomacle (*cf.* Fig. III.33) révèle la présence de dislocations partielles de Shockley dans des plans  $\{111\}$  adjacents. La propagation de ces quelques dislocations partielles permet d'expliquer la formation de la nanomacle observée mais ne peut rendre compte du cisaillement macroscopique important du nanopilier dans cette zone (*cf.* Fig. III.32.a et .b). L'essentiel de la déformation plastique est donc attribué à la propagation de dislocations parfaites ou dissociées, la propagation de dislocations partielles isolées constituant ainsi un mécanisme secondaire.



**FIGURE III.33 – structure atomique d'une nanomacle :** a) Image HRTEM filtrée de l'extrémité de la nanomacle observée sur la figure III.32.c. b) Agrandissement de la zone encadrée en (a). Certains doublets du silicium dans le même plan  $\{111\}$  changent d'orientation témoignant de la présence de dislocations partielles de Shockley (ici de caractère  $30^\circ$ ). c) Structure atomique correspondante montrant la présence des trois dislocations de Shockley dans des plans  $\{111\}$  adjacents.

#### E) Dislocations parfaites non dissociées et formation de joint de flexion :

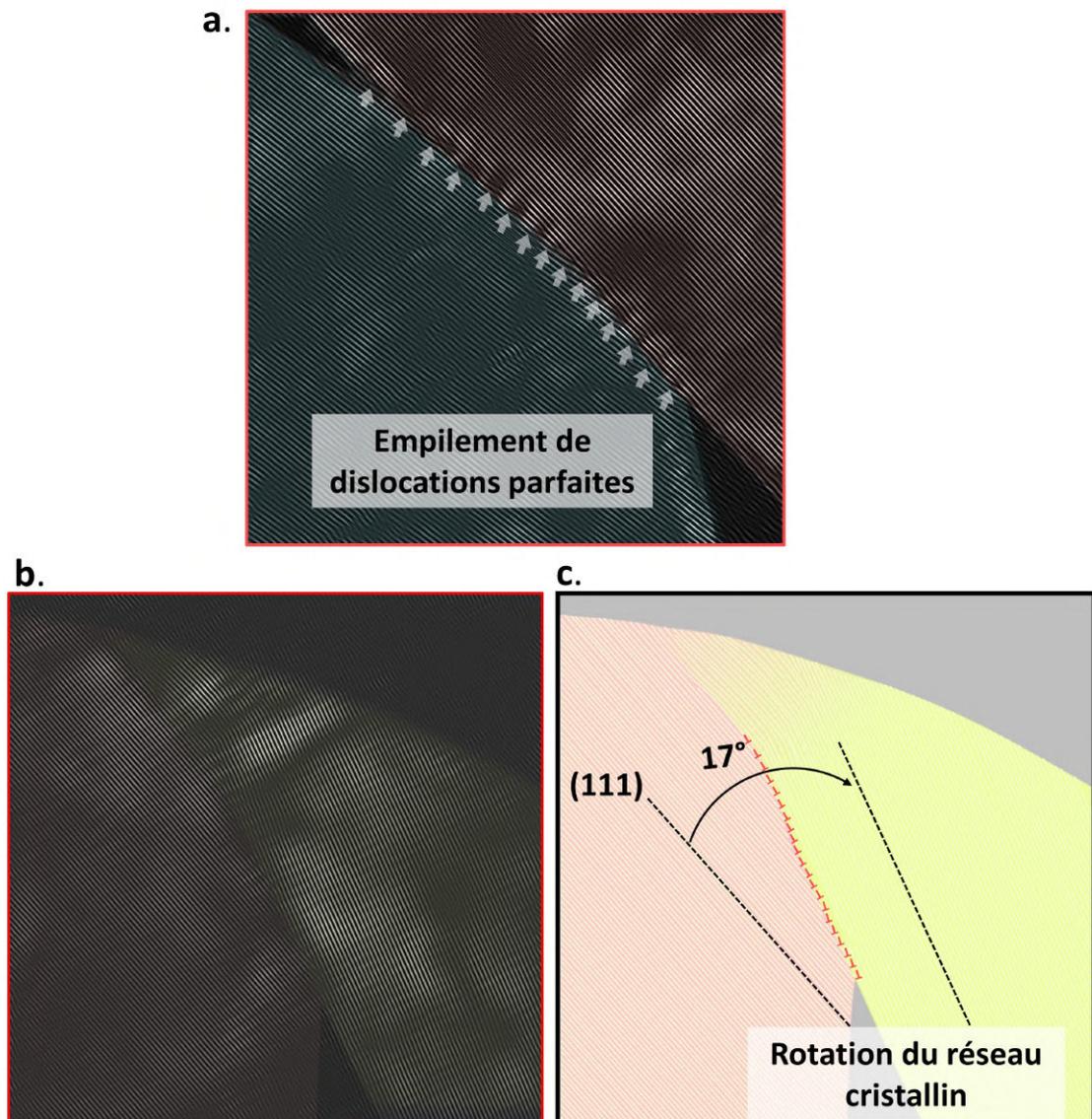
La présence de dislocations parfaites non dissociées a été observée exclusivement dans la partie supérieure des nanopiliers où l'essentiel du cisaillement a eu lieu. Dans ces zones fortement déformées, la partie du cristal cisailée présente généralement une légère rotation par rapport au reste du nanopilier. Cette rotation est accommodée par la formation de sous-joints de flexion créés par des empilements de dislocations parfaites. Leur propagation n'a pas eu lieu dans le plan principal de cisaillement mais dans des systèmes de glissement secondaires qui coupent le plan principal. Ces dislocations parfaites se sont ensuite immobilisées à l'intersection avec le plan de cisaillement principal formant ainsi le joint de flexion.



**FIGURE III.34 – Rotation des parties fortement cisailées :** a) Image HRTEM brute de la tête d'un nanopilier fortement déformé ( $\varepsilon \approx 20\%$ ). Deux parties du cristal ont été fortement cisailées. b) Image filtrée à partir de l'image brute (a) en utilisant un masque pour sélectionner les réflexions  $111$  sur la FFT; l'image est obtenue en appliquant une FFT inverse à la FFT filtrée. On remarque sur la FFT que les plans  $\{111\}$  ont subi une rotation de  $9^\circ$  et de  $17^\circ$ . L'analyse des zones encadrées est présentée dans la figure III.35.

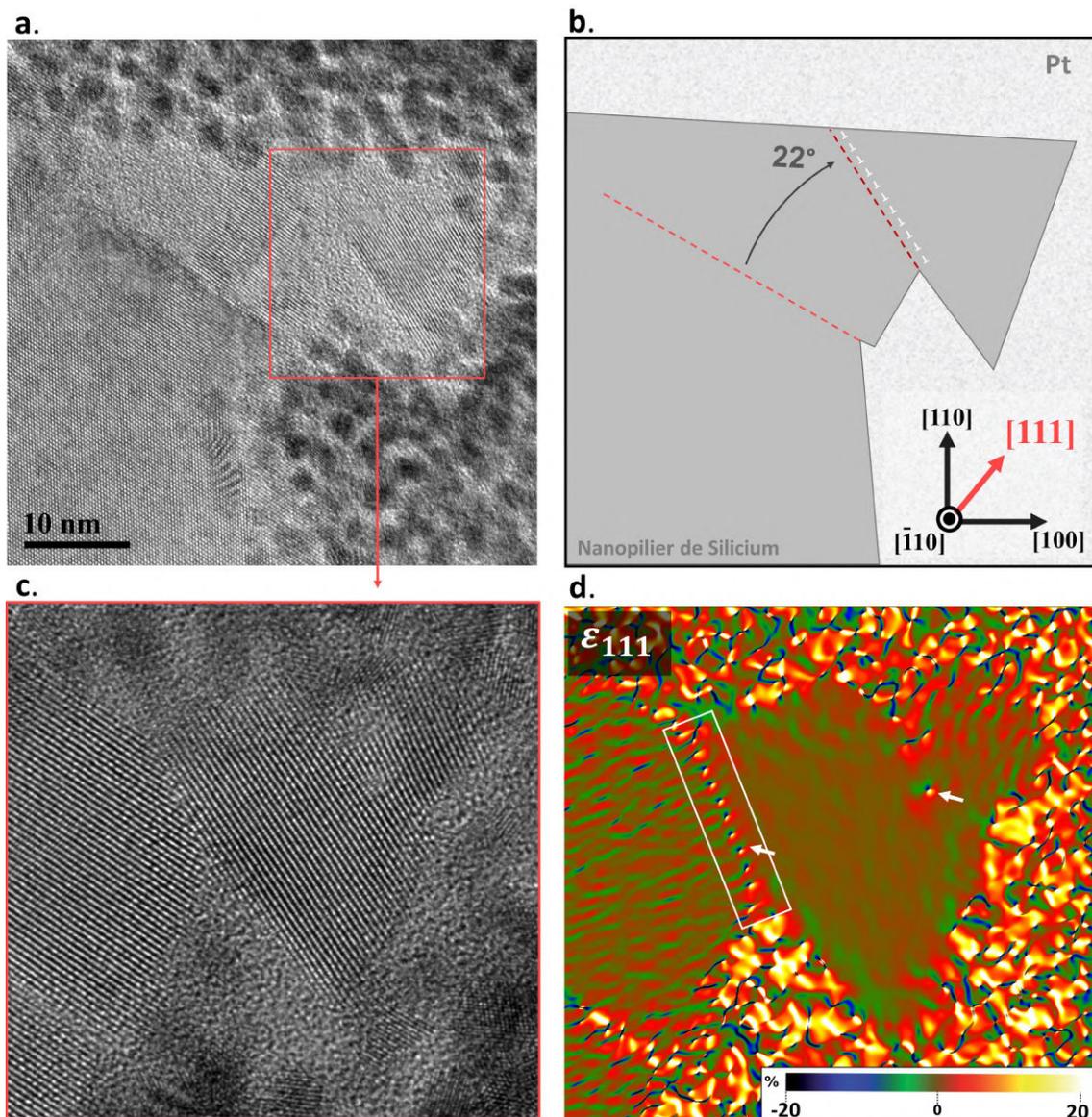
Deux exemples sont illustrés dans la figure III.34 et la figure III.36. Dans le premier exemple, deux forts cisaillements sont observés dans la partie supérieure du nanopilier déformé à un taux  $> 20\%$ . La FFT de l'image HRTEM révèle une rotation des plans  $\{111\}$  de  $9^\circ$  et  $17^\circ$  respectivement. L'agrandissement des zones encadrées (1) et (2) dans l'image filtrée III.34.b est présenté dans la figure III.35.

L'analyse des images filtrées révèle une rotation des plans  $\{111\}$  de part et d'autre des plans de cisaillements. Cette rotation est produite par l'empilement de dislocations parfaites dans le plan de cisaillement principal, formant un sous-joint de flexion.



**FIGURE III.35 – Formation de joints de flexion :** **a)** Agrandissement de la zone (1) encadrée sur la figure III.34.b. Une rotation des plans (111) entre les deux parties cisillées est observée. Cette rotation est produite par l'empilement de dislocations parfaites dans le plan de cisaillement principal, formant un sous-joint de flexion. **b)** Agrandissement de la zone (2) encadrée sur la figure III.34.b; **c)** Représentation schématique de la zone observée en (b). Une rotation des plans (111) de  $17^\circ$  entre les deux parties du cristal cisillé est mesurée.

De même dans le deuxième exemple, deux cisaillement sont observés dans la partie supérieure du nanopilier (cf. Fig III.36.a et .b). Dans le plan où le cisaillement le plus important a eu lieu, un empilement de dislocations parfaites est bien visible, comme en témoigne la présence de lobes de déformation dans la cartographie de déformation obtenue par GPA (cf. III.36.d). L'absence de dissociation est attestée par l'absence de l'artefact caractéristique produit par un défaut d'empilement tel illustré dans la figure III.26.

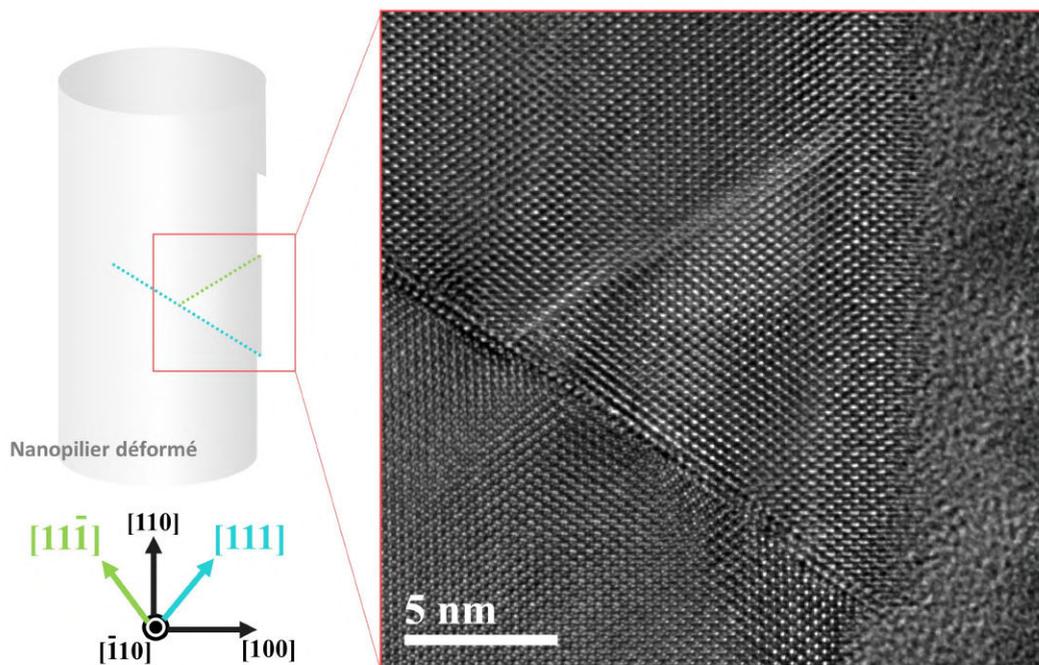


**FIGURE III.36 – Formation de joint de flexion :** **a)** Image HRTEM de la partie supérieure d'un nanopilier. **b)** Représentation schématique de la zone observée en (a). Une rotation des plans {111} de 22° entre les deux parties du cristal cisailé est constatée. **c)** Agrandissement de la zone encadrée en (a). **d)** Cartographie de déformation des plans {111} soulignant la présence de dislocations parfaites.

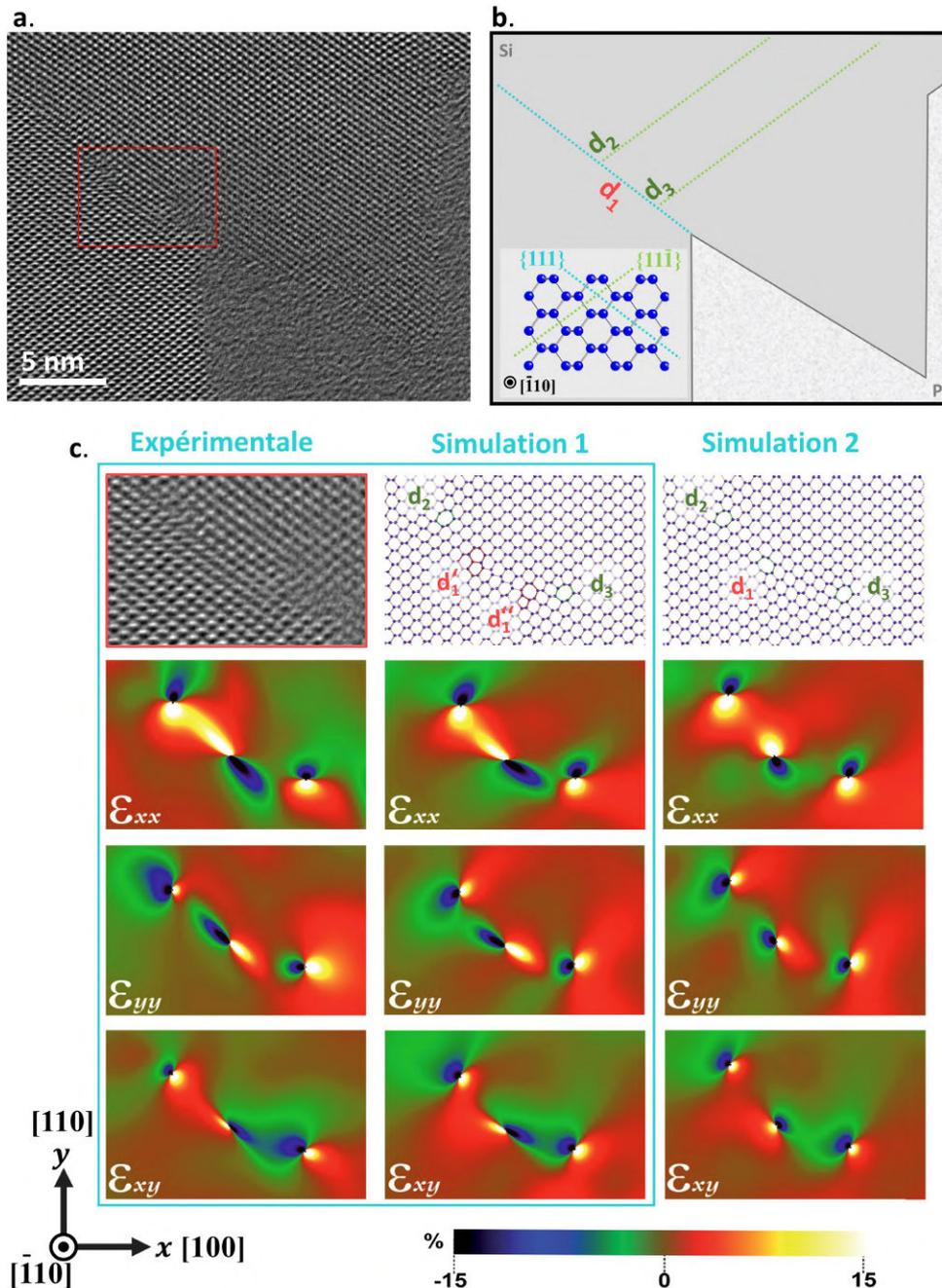
### F) Activation simultanée de plans de glissement $\{111\}$ sécants :

Dans certaines zones déformées, des défauts étendus se sont propagés dans des plans de glissement  $\{111\}$  sécants (cf. Fig. III.37). L'activation simultanée de différents systèmes peut conduire à des interactions entre les défauts se propageant dans différents plans sécants.

La figure III.38 présente un exemple pour lequel les deux plans de glissement  $(111)$  et  $(11\bar{1})$  sont activés. Trois dislocations peuvent être distinguées dans la zone observée. Une première dislocation ( $d_1$ ) est située dans le plan de cisaillement principal. Les deux autres dislocations ( $d_2$  et  $d_3$ ) sont localisées dans des plans sécants au plan de glissement principal. Différentes structures atomiques contenant différentes configurations de dislocations ont été calculées afin d'identifier la nature des dislocations observées. La comparaison entre les cartographies GPA obtenues pour les images expérimentales et simulées par JEMS à partir des différentes structures, montre un parfait accord pour la structure 1 (cf. Fig. III.38.c). Cette dernière contient une dislocation dissociée ( $d'_1$  et  $d''_1$ ) dans le plan cisaillement principal  $(111)$  et deux dislocations parfaites dans les deux plans  $(11\bar{1})$ . La présence de ces dislocations parfaites ( $d_2$  et  $d_3$ ) exactement positionnées dans le plan de cisaillement principal pourrait correspondre au stade de formation d'un joint de flexion décrit plus haut.



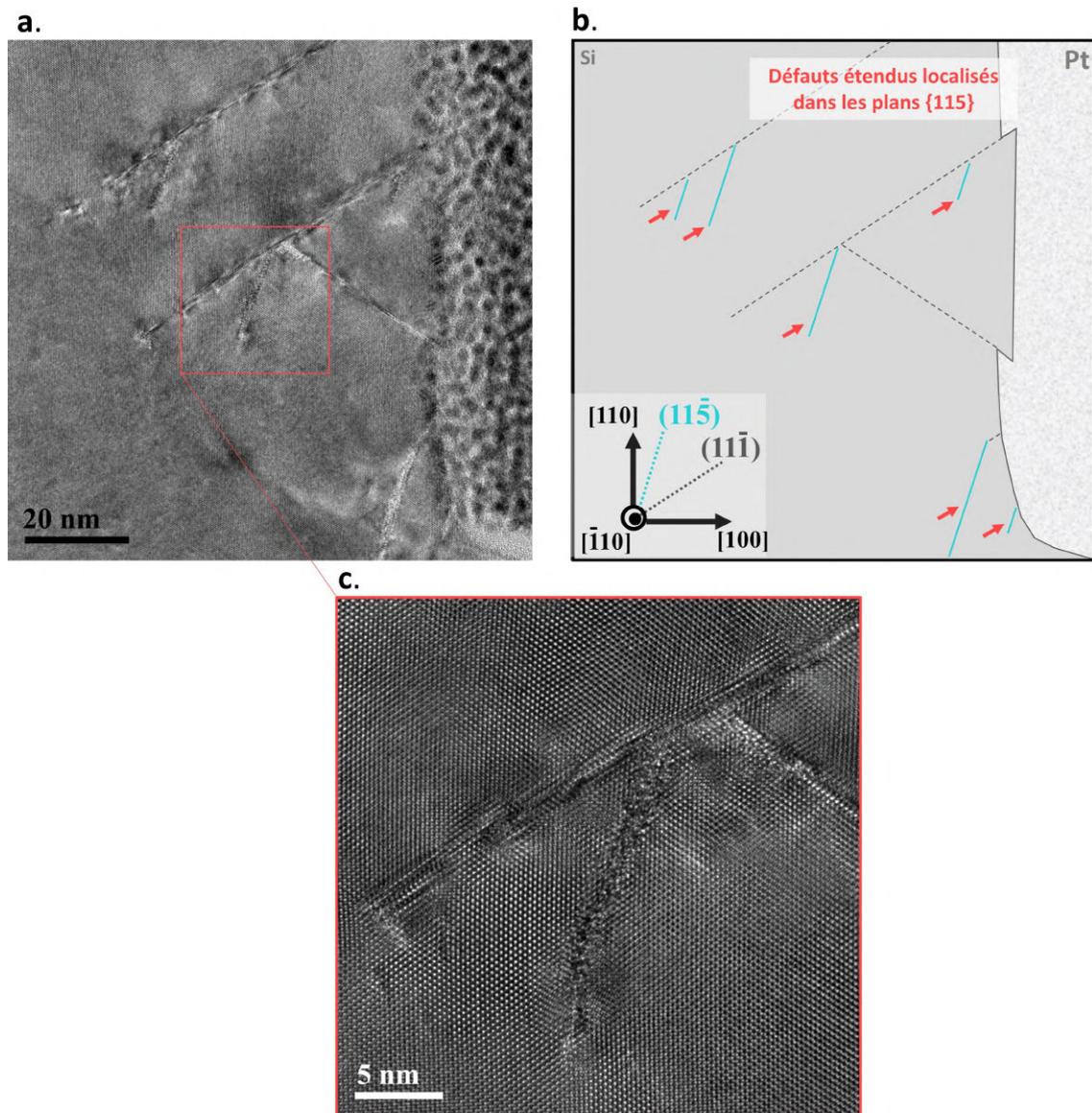
**FIGURE III.37 – Activation des systèmes de glissement  $(111)$  et  $(11\bar{1})$  simultanément :** Image HRTEM brute obtenue dans la partie centrale du nanofilier déformé où l'intersection des traces des deux systèmes de glissement activés est visible.



**FIGURE III.38 – Coexistence de dislocations parfaites et dissociées :** a) Image HRTEM obtenue dans la partie supérieure du nanopilier. b) Représentation schématique de la zone observée en HRTEM. Un fort cisaillement produit par le glissement de dislocations dans le plan de glissement  $(111)$  est observé. c) Analyse GPA de la zone encadrée en (a). La cartographie de déformation expérimentale est comparée à des cartographies calculées pour deux structures atomiques contenant différents types de défauts. La première contient deux dislocations parfaites ( $d_2$  et  $d_3$ ) non dissociées dans le plan de glissement  $(11\bar{1})$  interagissant avec une dislocation parfaite dissociée ( $d'_1$  et  $d''_1$ ) dans le plan de glissement  $(111)$ . La seconde structure contient 3 dislocations parfaites non dissociées, deux ( $d_2$  et  $d_3$ ) dans le plan de glissement  $(11\bar{1})$  et une ( $d_1$ ) dans le plan  $(111)$ . Le meilleur accord entre les cartographies de déformation extraites de l'image expérimentale et des structures calculées est obtenu pour la structure contenant la dislocation dissociée.

### G) Défauts étendus dans les plans {115} :

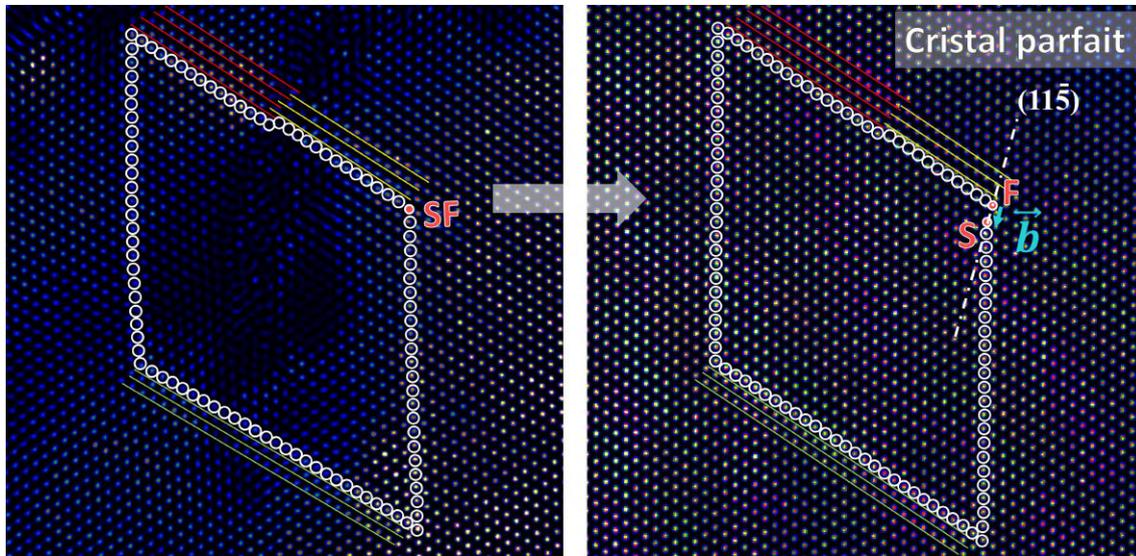
De façon inattendue, des défauts originaux étendus hors des plans {111} ont également été observés dans des nanopiliers fortement déformés ( $> 10\%$ ). Ces derniers apparaissent sous la forme de zones désordonnées formant des traces rugueuses clairement visibles sur les images HRTEM (cf. Fig. III.39.c).



**FIGURE III.39 – Défauts étendus dans les plans {115} :** **a)** image HRTEM obtenue dans la partie centrale d'un nanopilier déformé ( $\varepsilon = 13\%$ ). **b)** représentation schématique de la zone observée en **(a)**. **c)** agrandissement de la zone encadrée en **(a)**, où un désordre structural est parallèle aux plans {115}.

Ces traces sont parallèles à des directions cristallographiques qui pourraient correspondre à la propagation de défauts étendus dans des plans {115}. En effet, l'analyse du circuit de Burgers réalisée autour de l'extrémité de ce type de défaut

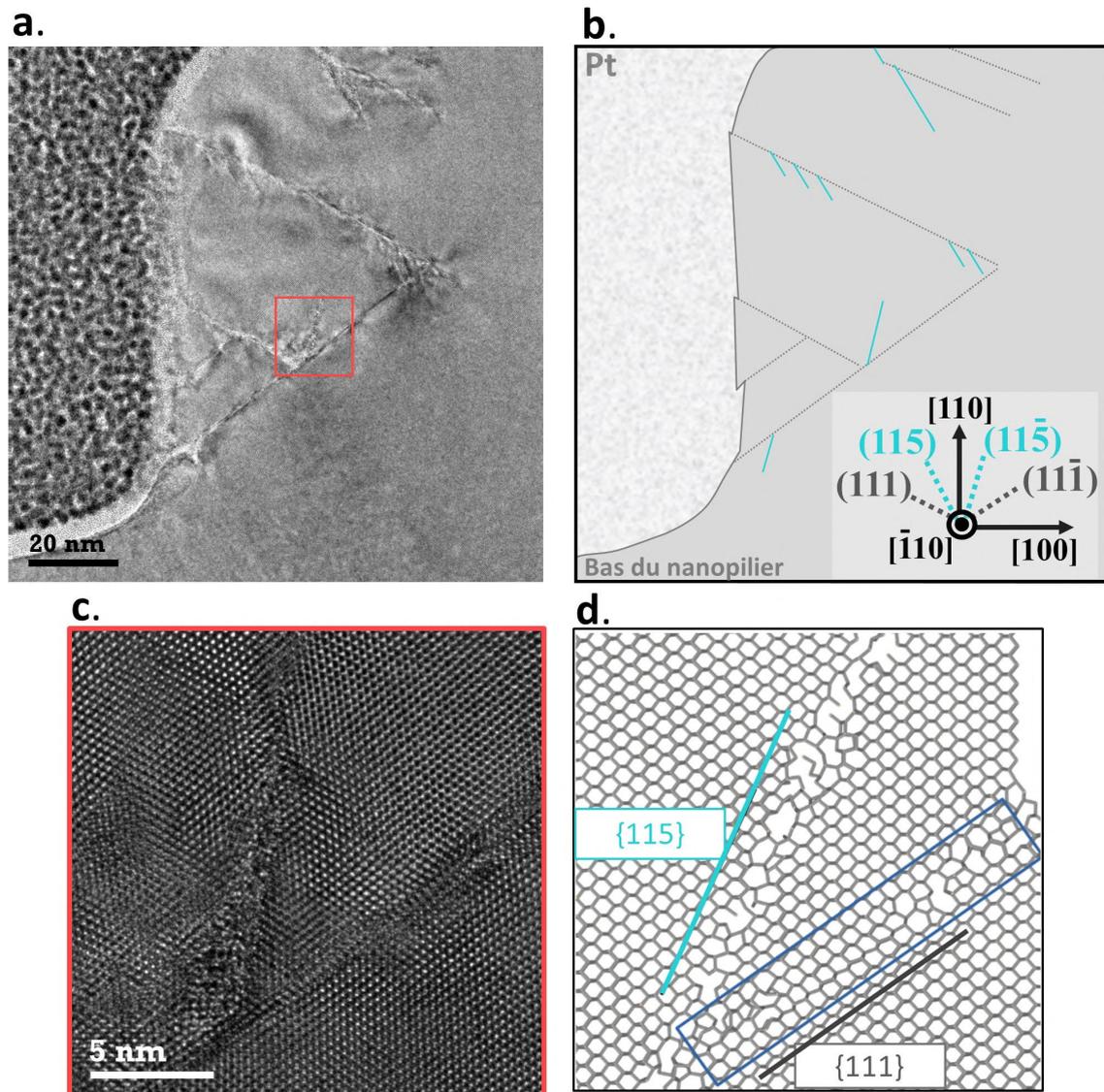
(cf. Fig. III.40) suggère que le défaut de fermeture est bel et bien contenu dans le plan  $(11\bar{5})$ . Un défaut d'alignement des plans dans le sillage de ce défaut a été également constaté.



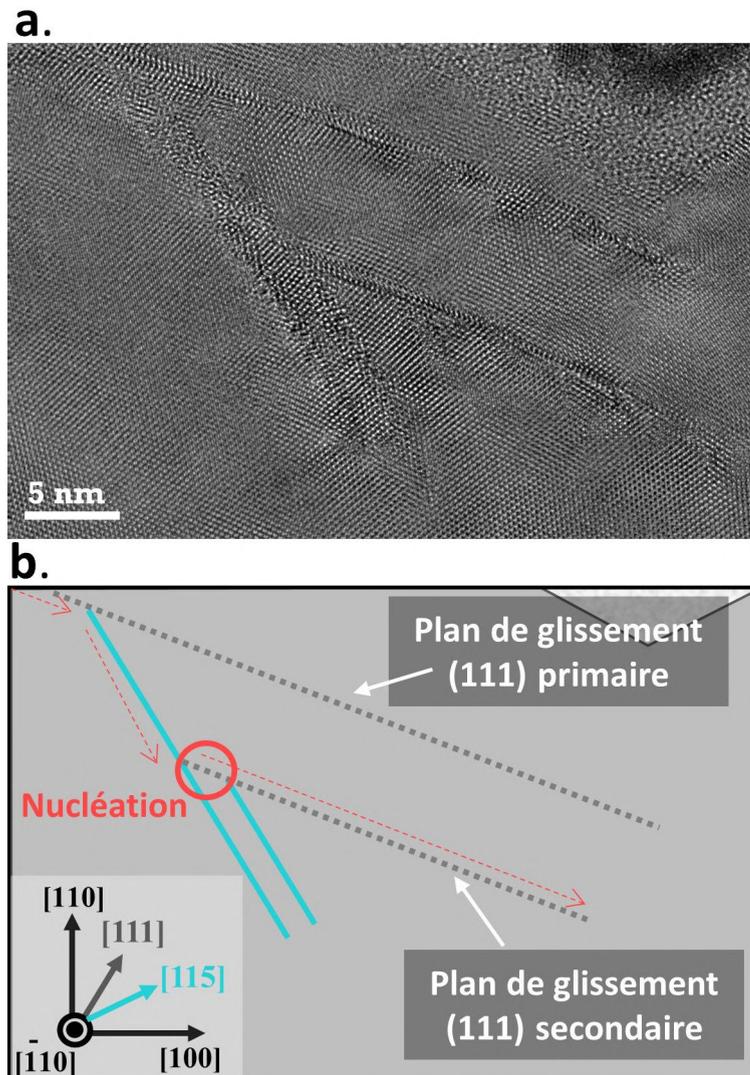
**FIGURE III.40 – Défauts étendus dans les plans  $\{11\bar{5}\}$  :** circuit de Burgers réalisé autour de l'extrémité du défaut présenté sur la figure III.39.c. Le report du circuit de Burgers dans un cristal parfait (à droite) indique que le défaut de fermeture est contenu dans le plan  $(11\bar{5})$ . De plus, un désalignement des plans de part et d'autre de la trace produite par le défaut est constaté.

Il convient de souligner que ces défauts, prennent systématiquement naissance depuis un plan de glissement de type  $\{111\}$  contenant une forte densité de dislocations (cf. Fig. III.41). Des défauts similaires ont également été observés par nos collaborateurs de l'institut Pprime lors de simulations par DM (cf. Fig. III.41.d.).

Il est à noter que ces défauts peuvent également constituer des sources de volume pour la nucléation de dislocations glissant dans des plans  $\{111\}$  secondaires. Dans la figure III.42 un exemple d'image HRTEM présentant l'activation d'un plan de glissement  $\{111\}$  secondaire à partir du défaut « 115 » est visible. Dans ce cas, la nucléation du défaut « 115 » a eu lieu à partir du plan de glissement  $\{111\}$  primaire.



**FIGURE III.41 – Corrélation entre la propagation de défauts étendus dans les plans  $\{111\}$  et  $\{115\}$  :** **a)** Image HRTEM obtenue dans la partie centrale d'un nanopilier fortement déformé. **b)** Représentation schématique des événements de déformation plastique produits dans la zone observée en **(a)**. **c)** Agrandissement de la zone encadrée en **(a)**. **d)** Structure atomique obtenue par les calculs en dynamique moléculaire<sup>220</sup> montrant un désordre structural autour d'un plan de type  $\{115\}$ . Ce défaut est sécant à un plan  $\{111\}$  dans lequel de nombreuses dislocations ont glissé. L'apparition des défauts étendus dans les plans  $\{115\}$  est corrélée à la propagation de dislocations dans les plans  $\{111\}$ .



**FIGURE III.42 – Défauts  $\{115\}$  et activation de glissement secondaire dans les plans  $\{111\}$  :** **a)** Image HRTEM montrant un glissement primaire dans le plan (111) à partir duquel un défaut « 115 » a été généré, puis un second glissement dans le plan  $\{111\}$  est activé à partir de ce défaut « 115 ». **b)** Représentation schématique des événements de déformation plastique observés en (a).

#### H) Formation de cavités dans les zones de déformation :

La présence de cavités a été constatée dans des zones contenant une grande densité de défauts. Dans les images HRTEM présentées dans la figure III.43, deux cavités sont visibles. L'une des cavités (encadrée en orange) est localisée à l'intersection du plan de glissement  $\{111\}$  et le plan de glissement du défaut « 115 ». Ce type de cavités peut à son tour favoriser la nucléation de fissures conduisant à la rupture fragile du nanopilier.

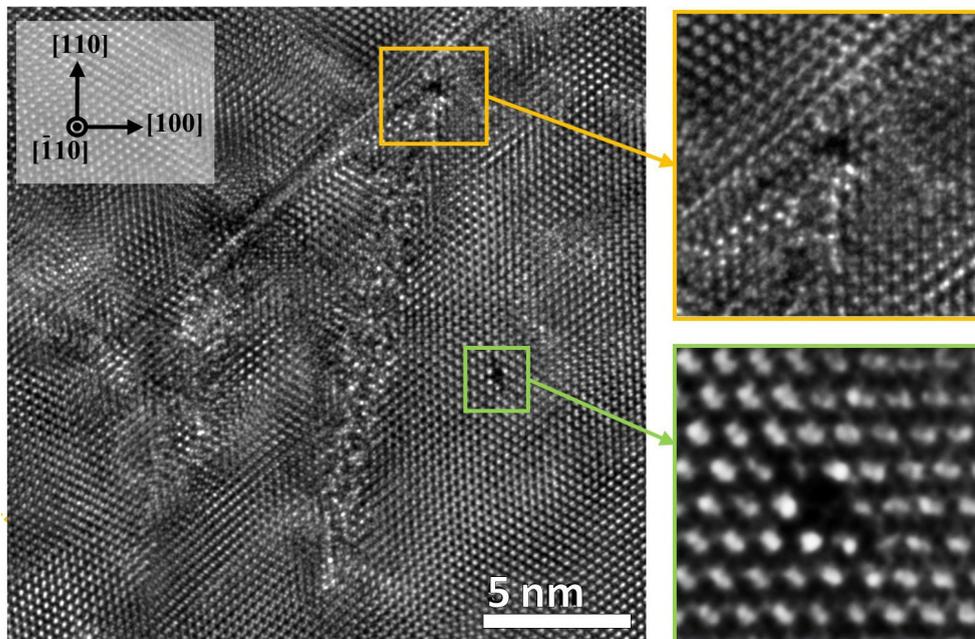
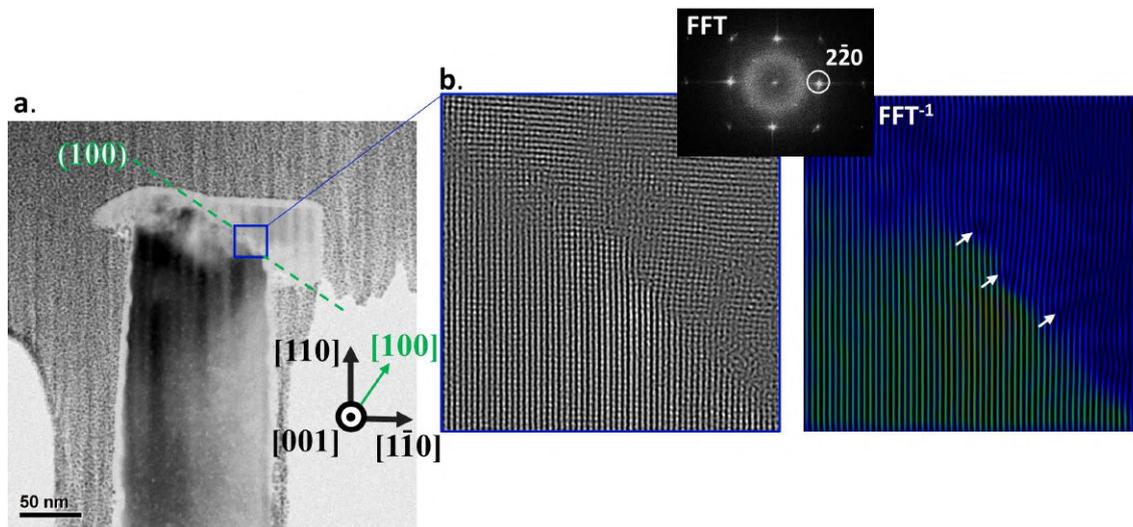


FIGURE III.43 – Formation de cavités dans la zone de déformation : images HRTEM obtenues dans la partie centrale d'un nanopilier déformé ( $\varepsilon = 13\%$ ). Deux cavités sont encadrées sur l'image HRTEM de gauche. À droite : agrandissements correspondants. L'une des cavités (cadre orange) est située à l'intersection d'un plan de glissement classique  $\{111\}$  et d'un défaut « 115 ».

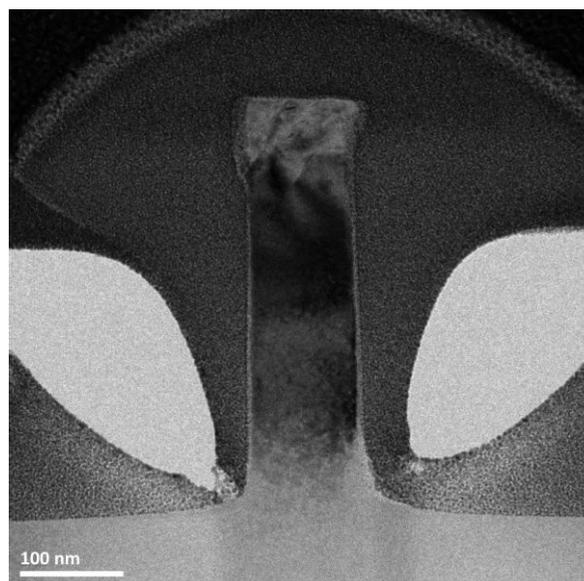
#### I) Activation du système de glissement $\{100\}\langle 110\rangle$ :

Un autre point intéressant et inattendu concernant les défauts observés dans le cas de la déformation des nanopiliers suivant l'axe de compression  $\langle 110\rangle$ , est l'activation du système de glissement  $\{100\}\langle 110\rangle$ . Notons cependant que cette observation est très minoritaire comparativement aux autres observations présentées précédemment. Sur la figure III.44.a est présenté un nanopilier pour lequel un cisaillement important suivant le plan (100) a été constaté. L'observation en HRTEM de la zone où le cisaillement a eu lieu révèle la présence de quelques dislocations parfaites. En effet, la FFT inverse obtenue en sélectionnant la réflexion  $2\bar{2}0$  sur la FFT de l'image HRTEM révèle la présence de trois demi-plans atomiques supplémentaire (cf. Fig. III.44.b).



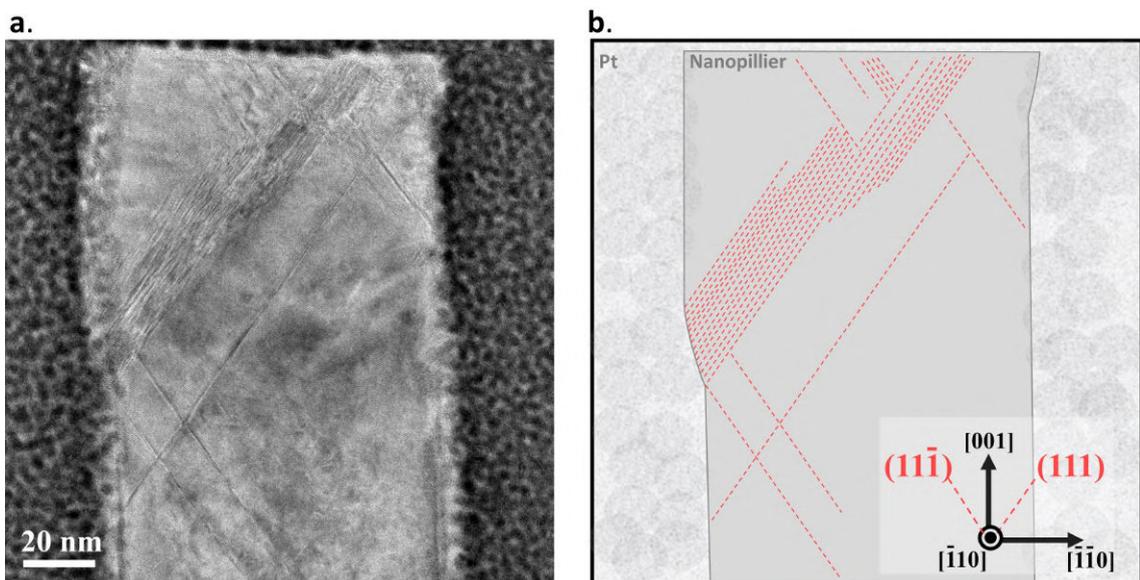
**FIGURE III.44 – Activation du système de glissement  $\{100\}\langle 110\rangle$  :** a) Image TEM de la tête du nanopilier cisailé suivant un plan  $\{100\}$ . b) Analyse HRTEM de la zone encadrée en (a). La FFT inverse obtenue en sélectionnant la réflexion  $2\bar{2}0$  sur la FFT de l'image HRTEM, permet de mettre en évidence la présence de demi-plans atomiques supplémentaires (flèches blanches) témoignant de la présence de dislocations parfaites dans la zone observée.

### 3.2 Axe de compression $\langle 100\rangle$



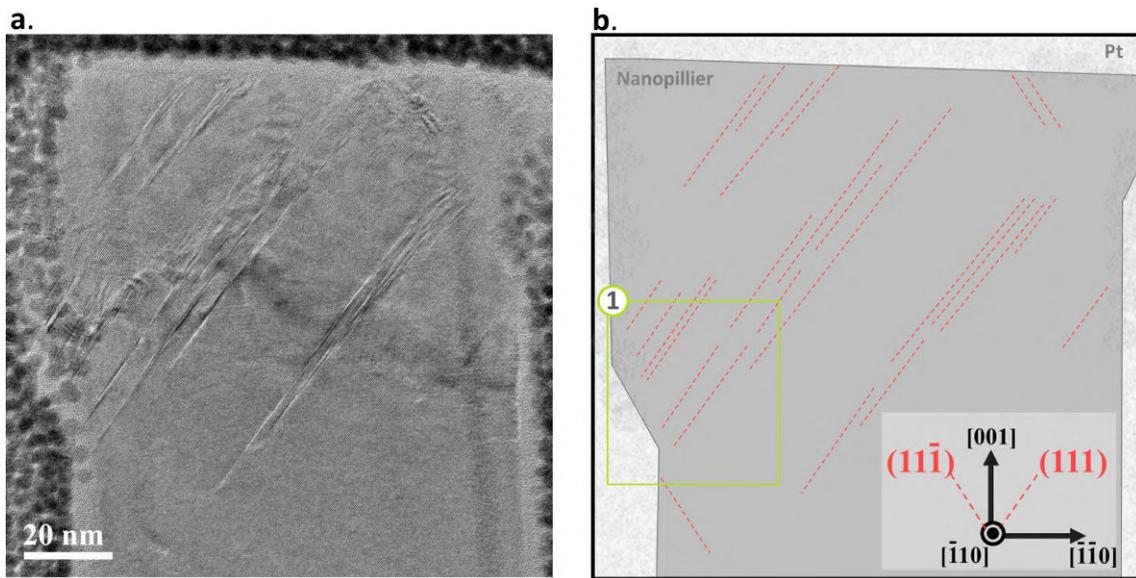
**FIGURE III.45 – Image TEM d'un nanopilier déformé suivant un axe  $\langle 100\rangle$  :** image obtenue en champ clair. La déformation plastique est localisée dans la partie supérieure du nanopilier.

L'analyse TEM des nanopiliers déformés suivant un axe de compression  $\langle 100 \rangle$  présente quelques différences par rapport aux nanopiliers ayant un axe  $\langle 110 \rangle$ . La grande majorité de la déformation produite lors du test de compression est localisée dans la partie supérieure (cf. Fig. III.45). Contrairement aux marches pointues formées lors de la compression des nanopiliers  $\langle 110 \rangle$ , les marches formées dans ce cas sont larges. Les défauts responsables du cisaillement observé ne sont pas localisés dans un même plan  $\{111\}$  mais sur une plus large bande de déformation (cf. Fig. III.46).



**FIGURE III.46 – Propagation de défauts et formation de bandes de déformation :** a) Image TEM de la partie supérieure d'un nanopilier déformé à 5%. b) Représentation schématique de la zone déformée illustrant la grande densité de défauts ayant traversé le nanopilier dans la bande de déformation.

Dans la figure III.47 représentant la partie supérieure déformée d'un nanopilier, une large marche est visible sur la surface latérale gauche du nanopilier. L'analyse de la zone encadrée sur cette figure est présentée dans la figure III.48. Une large macle d'environ 22 nm est observée dans cette région, comme en témoignent les deux transformées de Fourier réalisées depuis les zones (1) et (2) encadrés dans figure III.48.a.

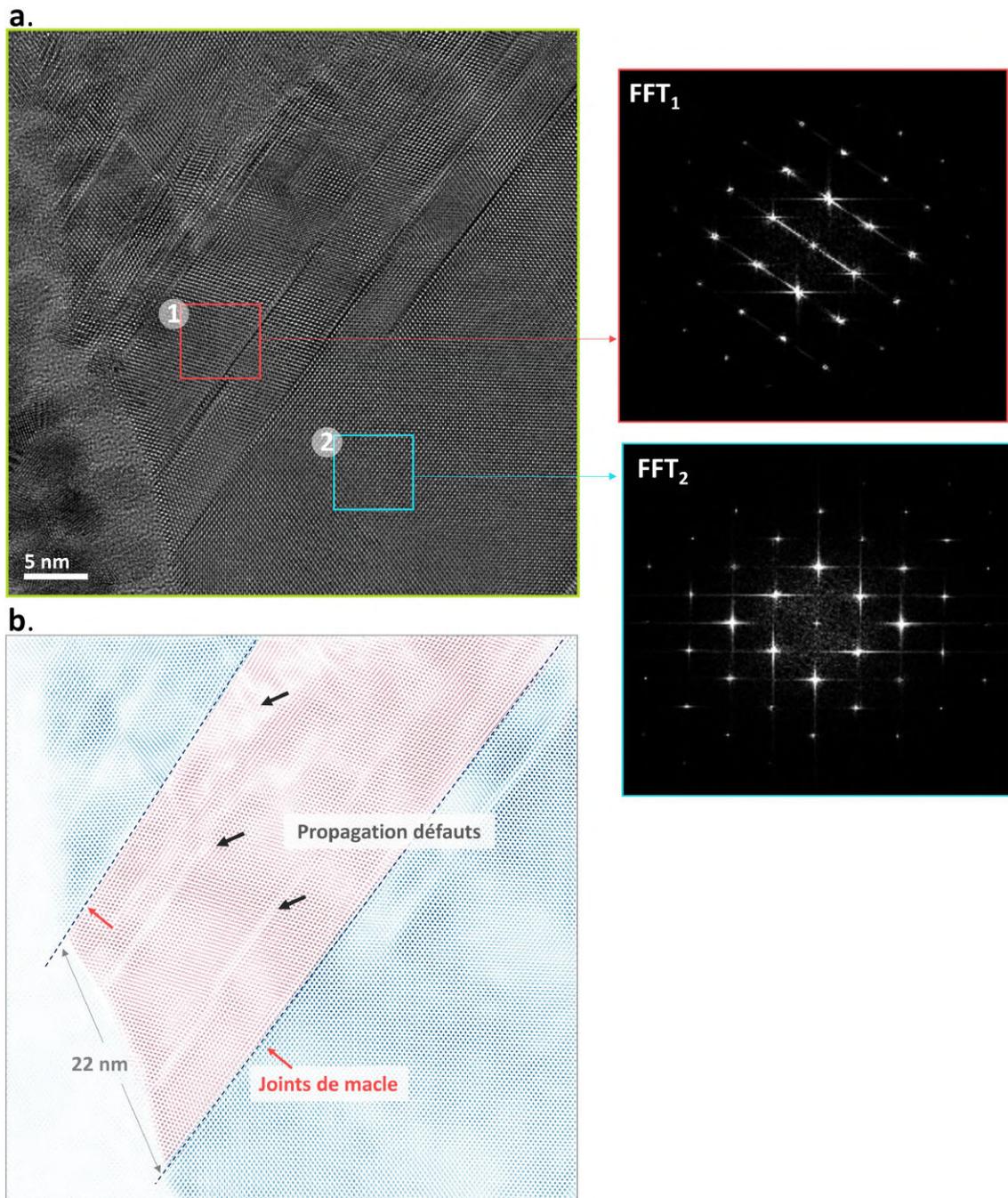


**FIGURE III.47 – Partie supérieure du nanopilier déformé suivant  $\langle 100 \rangle$  :** a) Image TEM. b) Représentation schématique de la zone observée en TEM. De nombreuses traces sont observées soulignant la propagation de défauts étendus dans différents plans de glissement de type  $\{111\}$ .

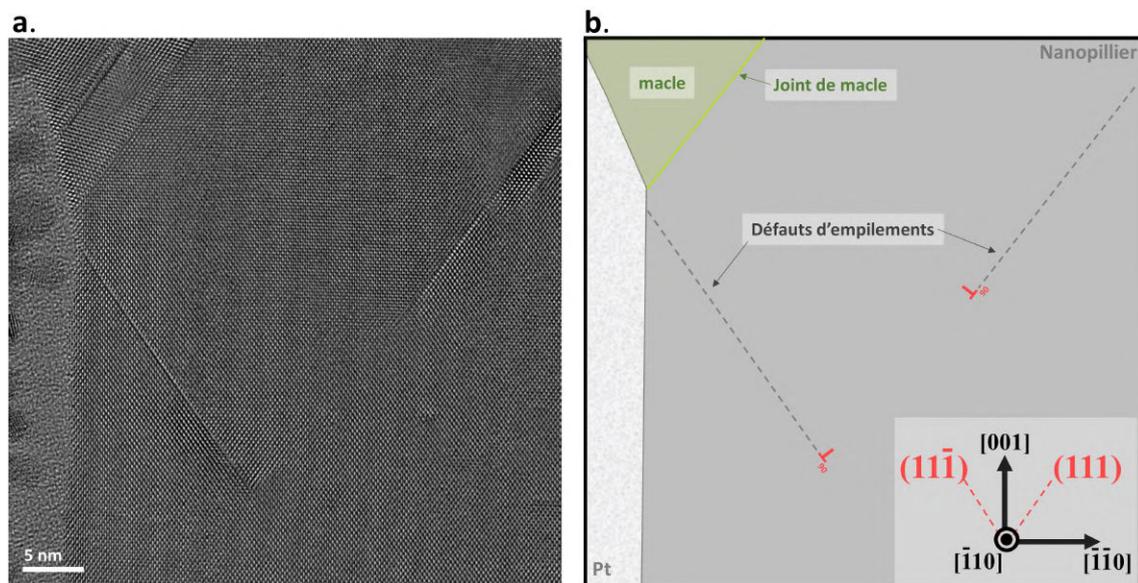
Des défauts étendus glissent également dans la partie du cristal maclé. En effet, dans l'image filtrée présentée dans la figure III.48.b, on observe des oscillations du contraste dans la macle formée. La formation de cette macle a probablement été produite par le passage de nombreuses dislocations partielles de Shockley dans des plans  $\{111\}$  adjacents.

Dans la figure III.49, des dislocations partielles isolées de Shockley de caractère  $90^\circ$  sont visibles. Ces dernières se propagent dans deux plans  $\{111\}$  sécants. D'autres observation montrent la propagation et l'intersection des dislocations partielles (cf. Fig. III.50)

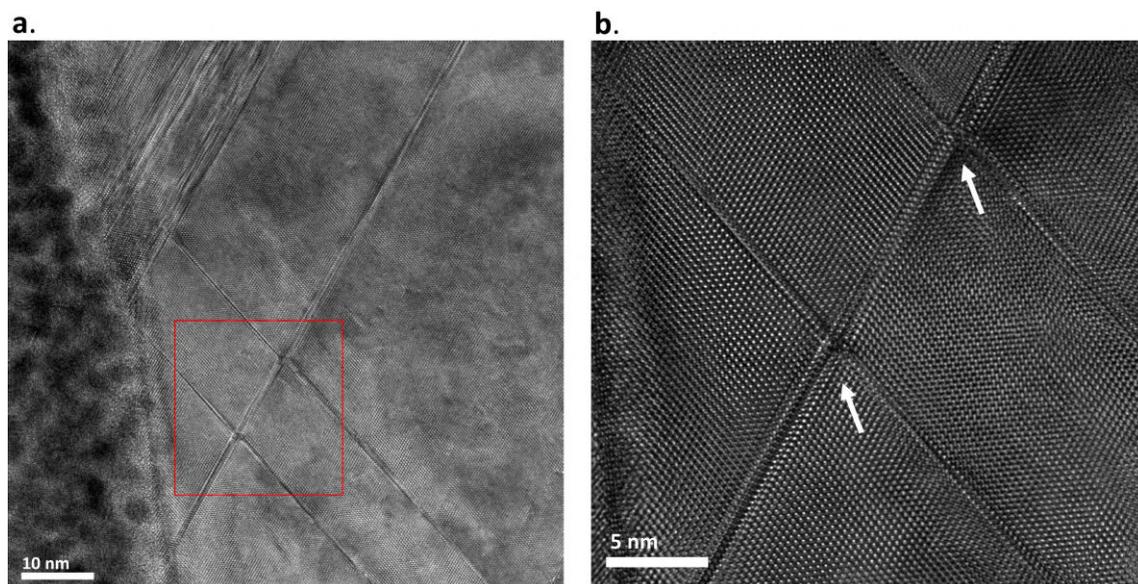
Enfin, dans les zones fortement déformées de ces échantillons, la présence d'une forte densité de défauts localement peut conduire à la courbure des plans atomiques (cf. Fig. III.51.a), cette courbure est causée par le champ de déformation important généré au voisinage de ces défauts. De plus, une forte densité de défauts pourrait induire à un désordre cristallin (cf. Fig. III.51.b), conduisant progressivement à l'amorphisation locale du silicium.



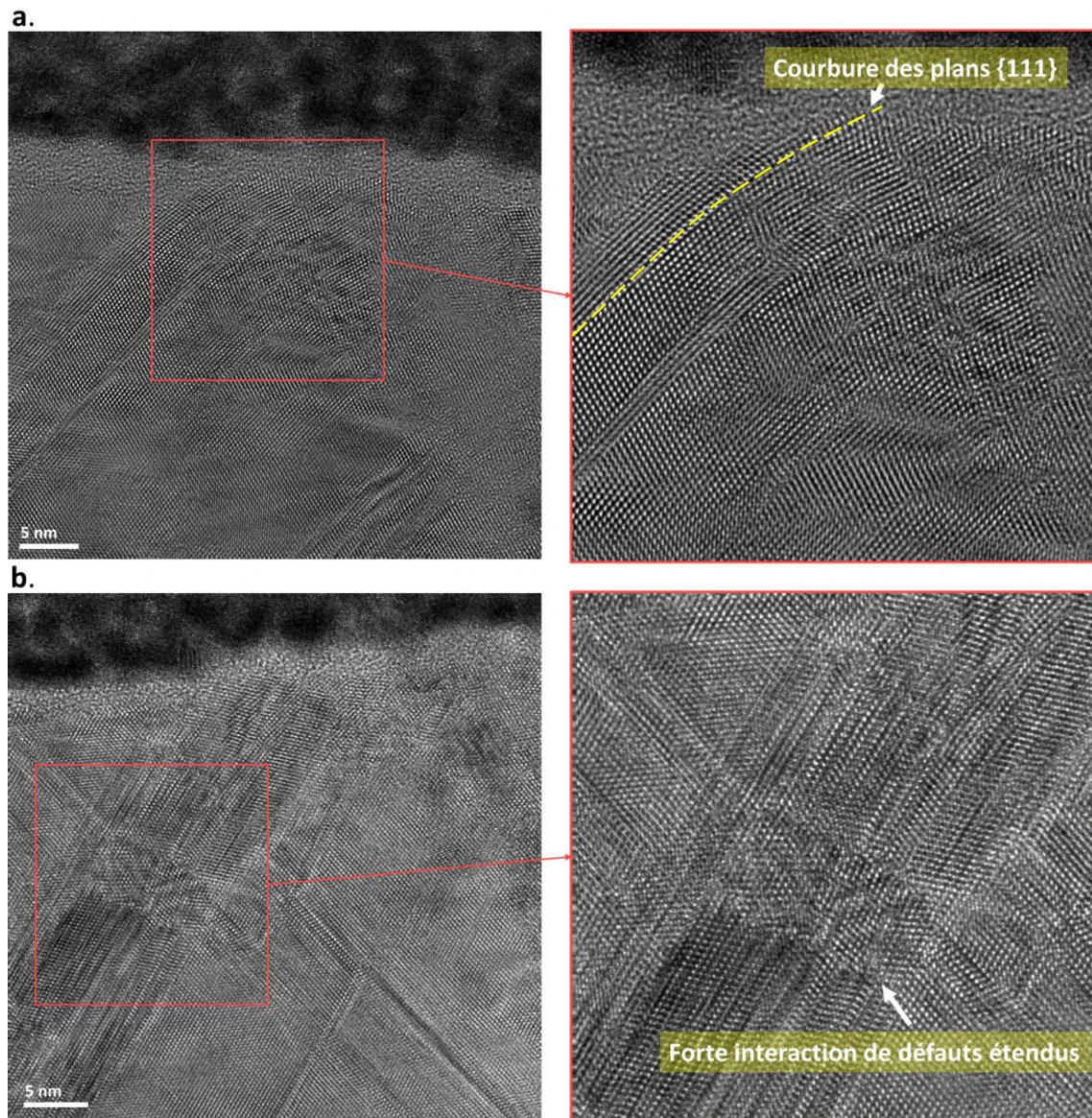
**FIGURE III.48 – Propagation de dislocations partielles et formation de macles :**  
**a)** Image HRTEM de la zone encadrée dans la figure III.47.b. Les deux transformées de Fourier réalisées depuis les zones encadrées en **(a)** révèlent la présence d'une désorientation dans la zone (1) par rapport à la zone (2) produite par la formation de la macle. **b)** Image filtrée de la zone observée en **(a)**. La partie du cristal maculé est mise en évidence par un calque de couleur rouge. Une fois la macle formée, des défauts étendus se propagent dans le cristal maculé (flèches noires).



**FIGURE III.49 – Propagation de dislocations partielles de Shockley de caractère  $90^\circ$  :** a) Image HRTEM de la partie centrale d'un nanopilier déformé. b) Représentation schématique de la zone déformée illustrant la propagation des deux dislocations partielles de Shockley glissant dans les plans sécants  $(111)$  et  $(11\bar{1})$ .



**FIGURE III.50 – Propagation et intersection des dislocations partielles de Shockley :** a) Image HRTEM obtenue dans la partie centrale d'un nanopilier déformé. b) Image HRTEM à plus fort grandissement de la zone encadrée en (a). Les flèches blanches indiquent les points d'intersection des plans dans lesquels les dislocations partielles ont glissé. Les traces observées dans les images HRTEM sont dues à la présence de défauts d'empilements produits dans le sillage des dislocations partielles.



**FIGURE III.51 – Zones de forte déformation plastique :** Images HRTEM obtenues dans la partie supérieure de nanopiliers déformés. **a)** L’agrandissement de la zone encadrée révèle la présence d’une courbure des plans atomiques au voisinage d’une région fortement déformée. **b)** Une forte interaction de défauts étendus à l’intersection des plans de glissement de ces derniers est observée. L’image à plus fort grandissement de la zone encadrée montre une structure désordonnée dans la région d’interaction.

### 3.3 Axe de compression $\langle 111 \rangle$

L’analyse HRTEM des nanopiliers déformés suivant un axe de compression  $\langle 111 \rangle$  s’est révélée compliquée. L’activation simultanée des trois plans de glissement  $\{111\}$  rend les observations difficiles du fait que les trois plans de glissement sont inclinés l’un par rapport à l’autre de  $60^\circ$ . Donc, tel que précisé dans le chapitre

2 (cf. §3.2), l'orientation de la lame TEM par rapport aux différentes parties du nanopilier ayant subi un cisaillement est très important pour l'identification des défauts étendus responsables de la déformation. Afin d'observer deux des trois plans de cisaillement non inclinés dans la lame TEM, nous avons choisi de découper la lame TEM perpendiculairement à une direction cristallographique  $\langle 112 \rangle$  (cf. Fig. III.52). Ensuite, lors des observations en TEM, la lame fut inclinée par rapport à l'axe du nanopilier de  $\pm 30^\circ$ . Cependant, l'inconvénient de cette technique est la présence d'inversions de contraste dus à une variation de l'épaisseur de la lame lorsque celle-ci est inclinée. Toutefois, les observations HRTEM étant très localisées, la variation de l'épaisseur reste réduite.

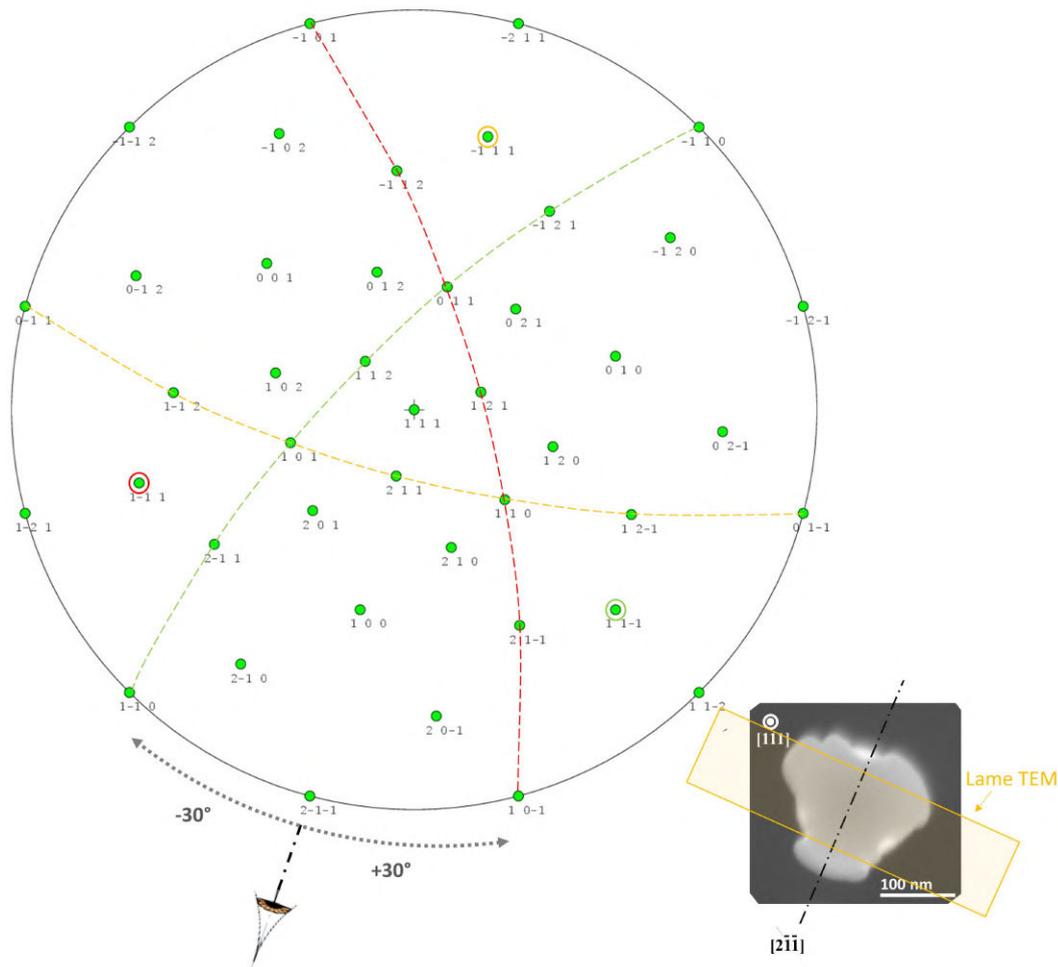
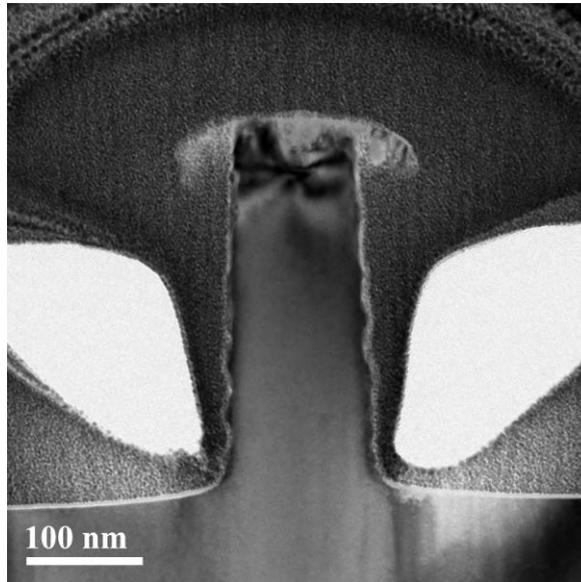


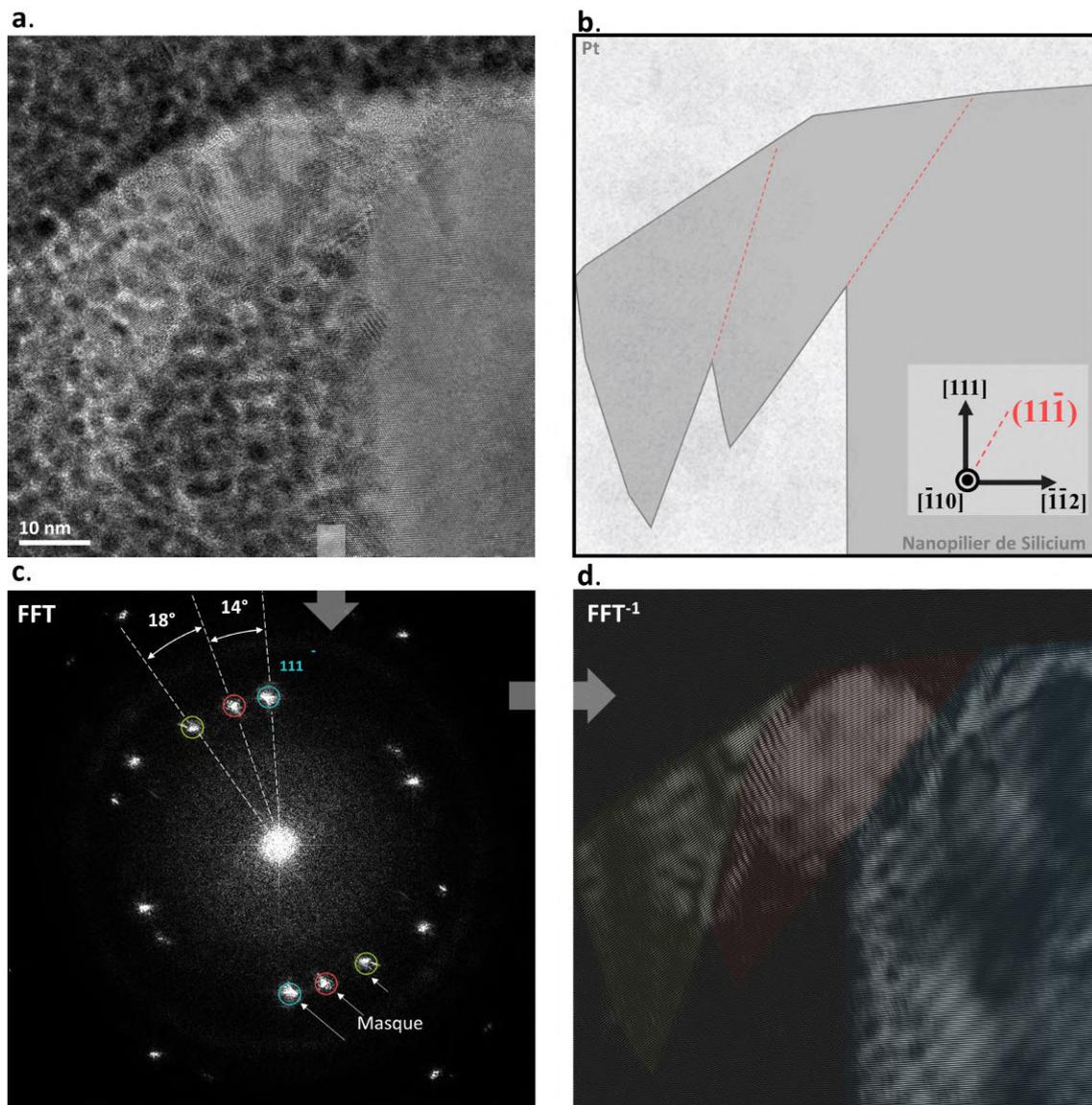
FIGURE III.52 – Découpe de lames TEM dans le cas des nanopiliers  $\langle 111 \rangle$  :

L'image TEM présentée dans la figure III.53 montre un exemple de nanopilier déformé suivant un axe de compression  $\langle 111 \rangle$ . La déformation est localisée exclusivement dans la partie supérieure du nanopilier, où de forts cisaillements sont localisés dans différents plans de glissement.



**FIGURE III.53 – Image TEM d’un nanopilier déformé suivant l’axe de compression [111] :** Cette image en champ clair a été réalisée suivant une direction d’observation  $[2\bar{1}\bar{1}]$ . La déformation plastique est exclusivement localisée dans la partie supérieure du nanopilier. Un fort cisaillement s’est produit dans les trois plans  $\{111\}$  équivalents.

Les observations HRTEM révèle une microstructure qui ressemble à celle observée dans le cas des nanopiliers d’axe  $\langle 110 \rangle$ . En effet, la déformation plastique dans le cas de ces nanopiliers est très localisée et la propagation de défauts étendus est contenue généralement dans un plan de glissement  $\{111\}$  unique, quand celui-ci est activé. La forme pointue des marches produites par le fort cisaillement dans les plans  $\{111\}$  (cf. Fig. III.54.a et.b) est produite probablement par le glissement de dislocations parfaites ou dissociées. Une rotation locale du cristal cisailé est généralement constatée. À titre d’exemple, on remarque sur la FFT de l’image HRTEM (cf. Fig. III.54.c) que les plans  $\{111\}$  ont subi une rotation de  $14^\circ$  et de  $18^\circ$  respectivement lors d’un double cisaillement de la partie supérieure du nanopilier. Néanmoins, la superposition de la couche de platine protectrice rend difficile l’identification des dislocations formant le sous-joint de flexion responsable de la rotation observée.



**FIGURE III.54 – Fort cisaillement de la partie supérieure du nanopilier déformé :** **a)** Image HRTEM brute de la partie cisillée du nanopilier. **b)** Représentation schématique de la zone déformée illustrant les deux marches formées par le cisaillement dans les plans  $\{111\}$ . **c)** FFT de l'image HRTEM. On remarque sur cette FFT que les plans  $\{111\}$  ont subi une rotation de  $14^\circ$  et de  $18^\circ$ . **d)** Image filtrée à partir de l'image brute (a) en utilisant un masque pour sélectionner les réflexions  $111$  sur la FFT. L'image est obtenue en appliquant une FFT inverse à la FFT filtrée.

## 4 Synthèse des résultats

Les principaux résultats présentés dans ce chapitre se résument dans les points suivants :

- Dans les premiers stades de la déformation plastique, les nanopiliers de silicium déformés en compression présentent un **comportement parfaitement ductile** à température ambiante. En revanche, dans certains cas, au-delà d'un certain taux de déformation une transition vers un comportement mixte est constatée. En effet des fissures dans la partie inférieure des nanopiliers ont été observées.
- L'analyse microstructurale des nanopiliers déformés révèle une **grande diversité de dislocations** (parfaites, dissociées, partielles isolées). Certaines observations HRTEM montrent la coexistence de dislocations parfaites et dissociées dans le même échantillon.
- Dans les échantillons fortement déformés ( $>10\%$ ), des **défauts originaux contenus dans des plans  $\{115\}$**  ont été observés. La propagation de ces défauts est corrélée à la propagation de dislocations dans les plans  $\{111\}$ . En effet, la nucléation de ces défauts se fait systématiquement à partir d'un plan de glissement  $\{111\}$  contenant une forte densité de défauts. De plus, le désordre produit par le passage de ces défauts "115" semble à l'origine de l'activation de plans de glissement  $\{111\}$  secondaires dans le volume.
- Dans certains cas, le **système de glissement  $\{100\}\langle 110\rangle$**  a été activé. Des dislocations parfaites de caractère  $90^\circ$ , se propageant dans les plans de glissement  $\{100\}$ , ont été observées en HRTEM pour la première fois.



# Chapitre IV

## Discussion

---

*Ce chapitre a pour objectif de discuter les résultats expérimentaux que nous avons présentés dans le chapitre précédent. Dans une première partie, la discussion portera sur le comportement mécanique observé lors des tests réalisés sur des nanostructures de silicium dans le régime basse température/hautes contraintes, en relation avec les conditions de sollicitation. Dans une deuxième partie, les défauts et les mécanismes élémentaires de la déformation plastique seront détaillés. L'impact des conditions de sollicitation (direction cristallographique de l'axe et mode de déformation) sur la nature des défauts présents dans le régime ductile sera abordé. La dernière partie détaillera la question de la transition fragile-ductile observée aux petites échelles dans le régime basse température/hautes contraintes.*

---

### 1 Comportement mécanique du silicium aux petites échelles

L'ensemble des résultats présentés dans le chapitre précédent, nous permet de conclure que les nanopiliers de silicium sollicités à faible vitesse en compression uniaxiale ont un comportement ductile dans le régime basse température-haute contraintes quel que soit l'axe de sollicitation.

Avant de discuter en détail le comportement du silicium aux petites échelles dans ce régime et les mécanismes élémentaires associés, il est utile de confronter nos résultats aux résultats de la littérature pour lesquels trois différents comportements mécaniques différenciés ont été rapportés :

Le premier est un comportement parfaitement ductile qui correspond à un comportement mécanique dans lequel les dislocations sont responsables en grande partie de la relaxation de l'énergie élastique stockée dans le cristal<sup>156</sup>. Dans ce cas, la structure se déforme par cisaillement suivant des plans de glissement activés, et

la déformation plastique peut atteindre de très grandes valeurs de déformation (> 20%)<sup>121,170</sup> sans apparition de signe d'un comportement fragile (e.g. formation de fissures).

Le deuxième comportement est un comportement parfaitement fragile pour lequel la relaxation des contraintes s'opère exclusivement par l'ouverture d'une cavité et la propagation de fissures. Dans ce cas, la décohésion du cristal conduit à une rupture brutale de la structure<sup>165,221</sup>.

Un troisième comportement est un comportement intermédiaire aux deux précédents pour lequel les mécanismes de nucléation et propagation des fissures et des dislocations sont en concurrence<sup>129,138,152,167,168</sup>. Ce dernier permet de prendre en compte le rôle des dislocations dans la formation et/ou la prohibition des fissures.

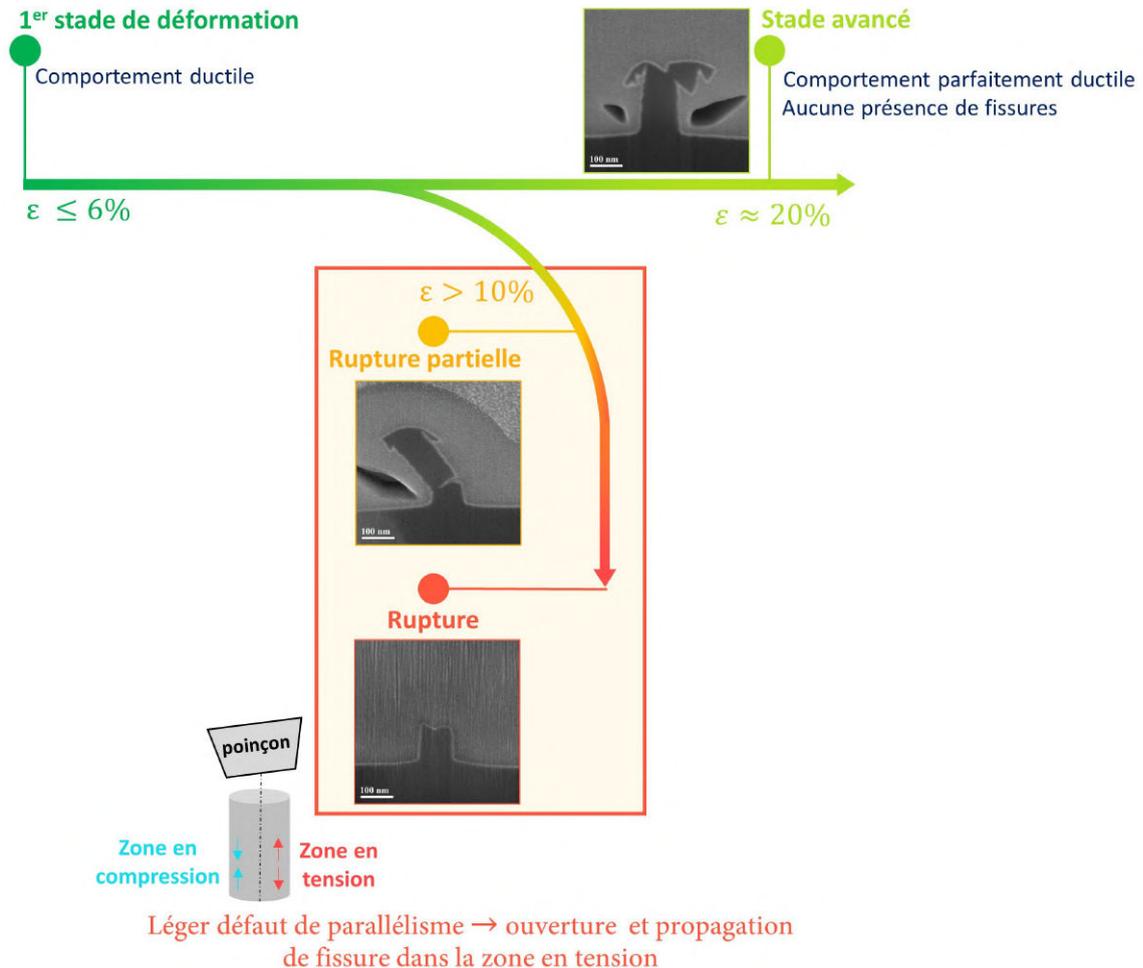
Il est donc possible de caractériser les différents comportements par un critère ad hoc : le taux de ductilité. Celui-ci vaut ainsi 0% lorsque le comportement est totalement fragile (rupture du matériau sans stade de déformation plastique préalable) et 100% lorsque le comportement est parfaitement ductile. Entre ces deux valeurs extrêmes, se situent les différents comportements qualifiés de mixtes ou intermédiaires.

Par ailleurs, afin de caractériser et modéliser le comportement du silicium étudié dans le régime basse température-haute contrainte, il est nécessaire de prendre en compte toutes les conditions de sollicitation (contrôlées ou non-contrôlées) lors de la réalisation des tests mécaniques. En effet, la direction cristallographique de l'axe et le mode déformation ainsi que la vitesse et le taux de déformation sont des paramètres déterminants ayant une influence considérable sur le comportement du matériau.

Dans le cas des tests de compression à faible vitesse de déformation réalisés dans cette étude, les nanostructures de silicium présentent un taux de ductilité de 100% durant le premier stade de la déformation.

En effet, après le franchissement de la limite élastique, un passage dans un domaine plastique est observé. Ce domaine plastique est caractérisé sur les courbes de déformation par une augmentation non linéaire de la déformation en fonction de la contrainte appliquée (ainsi que la présence de chutes de contrainte dans de nombreux cas), qui accompagne la nucléation puis la propagation de dislocations dans le matériau (*cf.* section III.2). Il convient de noter que ce premier stade de déformation a été observé systématiquement, *i.e.* quelle que soit l'orientation cristallographique de l'axe de compression. En outre, ce comportement ductile, également révélé dans d'autres études, ne semble pas dépendre de la forme géométrique de la nanostructure (nanopiliers<sup>129,138,152,168,170,171</sup>, nanocubes<sup>156</sup>, nano-

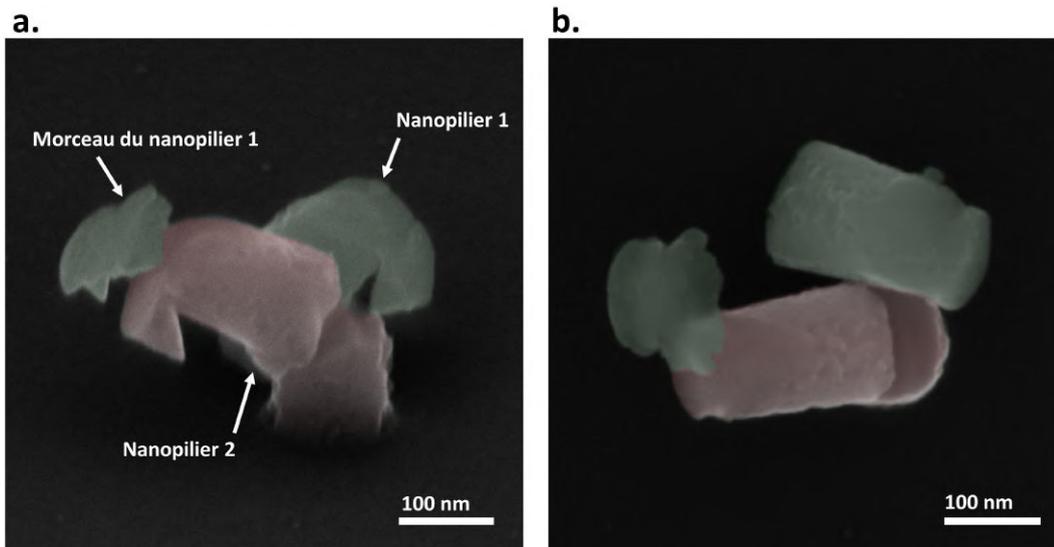
sphères<sup>154,155</sup>), bien qu'il dépende de la taille de l'objet. Cet effet de taille sera discuté dans la partie 3.2 de ce chapitre.



**FIGURE IV.1 – Comportement mécanique global des nanopiliers déformés en compression** : Le premier stade de déformation est toujours ductile. Ensuite, lorsque les conditions de déformation s'éloignent des conditions idéales d'un essai de déformation uniaxiale, on assiste à une transition d'un comportement parfaitement ductile à mixte (formation de fissure).

À l'issue de ce premier stade de déformation, certains éléments montrent qu'une transition entre un comportement ductile et un comportement mixte peut avoir lieu progressivement; ce passage et l'apparition de ce second stade de déformation étant vraisemblablement liés principalement aux conditions de sollicitation :

- par l'augmentation contrôlée de la déformation d'une part (cf. Partie 3.1) ;
- par les imperfections du test de compression telles qu'un léger défaut de parallélisme du poinçon ou une légère adhésion du poinçon à la surface supérieure du nanopilier d'autre part (cf. Fig. IV.2).



**FIGURE IV.2 – Images MEB de deux nanopiliers déformés observés dans la même zone** : Les deux nanopiliers sont identifiés par différentes couleurs sur les images MEB. **(a)** vue latérale et **(b)** vue axiale. Une partie du nanopilier (1) indiqué sur la figure en vert semble être collée à la surface supérieure du nanopilier (2) indiqué en rouge. Le nanopilier (1) semble avoir été transporté par le poinçon à cause d’une légère adhésion du poinçon à la surface supérieure du nanopilier lors de la compression.

Ainsi, à mesure que la déformation croît, deux cas distincts ont été identifiés (cf. Fig.IV.1) :

Dans le premier cas, le comportement du nanopilier demeure parfaitement ductile et la compression peut atteindre de très grandes valeurs de déformation (> 20%) sans apparition de signe d’un comportement mixte (apparition de fissures). Ce comportement associé à une persistance du premier stade de déformation (taux de ductilité de 100%) est supposé correspondre à des conditions de sollicitation proches des conditions idéales d’une déformation parfaitement uniaxiale (parfait alignement du poinçon avec l’axe du nanopilier et parfait parallélisme des faces de contact du poinçon et du nanopilier).

Le second comportement mécanique mis en évidence est caractérisé par l’apparition de fissures et la rupture progressive du nanopilier. Compte-tenu de la morphologie des nanopiliers déformés présentant ce comportement (cf. Fig. III.8), celui-ci est supposé résulter des imperfections du dispositif expérimental (défaut de parallélisme).

En effet, un léger écart par rapport aux conditions idéales de déformation uniaxiale peut conduire à l’activation et à l’interaction de nouveaux systèmes de glissement (cf. Fig. III.22) et modifier sensiblement la nature et la mobilité des défauts contrôlant la déformation plastique (cf. section 2.1). De plus, un défaut de paral-

lélisme peut entraîner une modification du champ de contrainte à l'intérieur du nanopilier conduisant à l'apparition de deux zones internes distinctes, l'une en compression et l'autre en tension. La formation de fissures est alors favorisée dans les zones en tension.

Selon toute évidence, les défauts et les mécanismes à l'origine de chaque comportement mécanique sont liés aux conditions de sollicitation. En effet, une grande diversité de défauts de natures différentes a été observée selon l'axe de sollicitation ( $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 123 \rangle$ ) ou selon le mode de déformation (compression, traction, flexion). Ceci sera discuté en détail plus loin (cf. section 2.1) et permettra de réinterpréter en profondeur les résultats rapportés dans la littérature en soulignant le rôle des mécanismes de nucléation et interactions des dislocations sur le comportement mécanique macroscopique du silicium.

## 2 Défauts et mécanismes de déformation plastique

### 2.1 Nature des défauts mobiles dans le régime ductile

L'analyse HRTEM réalisée sur l'ensemble des nanopiliers déformés a révélé la présence de nombreux défauts étendus présents principalement dans les systèmes de glissement classiques  $\{111\}\langle 110 \rangle$  et  $\{111\}\langle 112 \rangle$ , mais également d'une façon minoritaire, dans d'autres systèmes ( $\{100\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{115\}\langle 411 \rangle$ ).

Dans le cas majoritaire, *i.e.* glissement dans les plans classiques  $\{111\}$ , une grande diversité de défauts a cependant été observée. Notamment, la microstructure de déformation est caractérisée par la présence de dislocations parfaites, dissociées, partielles isolées et par la formation de macles. Ces observations confirment en partie ce qui a été observé préalablement par d'autres équipes. En effet, l'observation de dislocations parfaites dans le cas d'une déformation en compression suivant un axe  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$  a été soulignée par différentes équipes, expérimentalement et par le biais de simulations numériques<sup>171,222</sup>. Des dislocations parfaites ont également été observées lors de tests de flexion de nanofils dans la zone en compression<sup>150,167</sup>.

L'observation des dislocations partielles a aussi été mentionnée par d'autres équipes de recherche<sup>156,171</sup> lors de tests de compression de nanostructures de silicium réalisés suivant l'axe  $\langle 100 \rangle$ . Enfin, des dislocations partielles de Shockley de caractère  $90^\circ$  ont été observées lors de tests de flexion<sup>150,167</sup>, dans la zone en traction.

L'un des éléments majeurs dévoilés par notre étude est l'observation *post mortem* de dislocations dissociées dans les nanopiliers déformés à basse température.

La présence de ces dislocations dans ces conditions de déformation n'a jamais été rapportée auparavant dans le silicium. La mise en évidence sans ambiguïté de ces dislocations (cf. § 3.1.3) change ainsi profondément la vision établie de la plasticité du silicium dans le régime basse température, basée sur la propagation exclusive de dislocations parfaites.

Enfin, il convient de noter que la présence de verrous de Lomer rapportée par Wang *et al.* <sup>150,167</sup> dans des nanofils déformés en flexion, n'a pas été confirmée dans le cadre de notre étude. Cependant, les verrous mentionnés par Wang *et al.* ont vraisemblablement été produits lors d'interactions entre dislocations parfaites nucléées dans des zones voisines, à partir de la surface en compression. À nouveau, la présence ou non de ces défauts semble dépendre des conditions de sollicitation employées pour déformer les nanostructures de silicium. Cela confirme que le mode de déformation a certainement un impact très significatif sur la nature des défauts contrôlant la déformation plastique du silicium aux petites échelles.

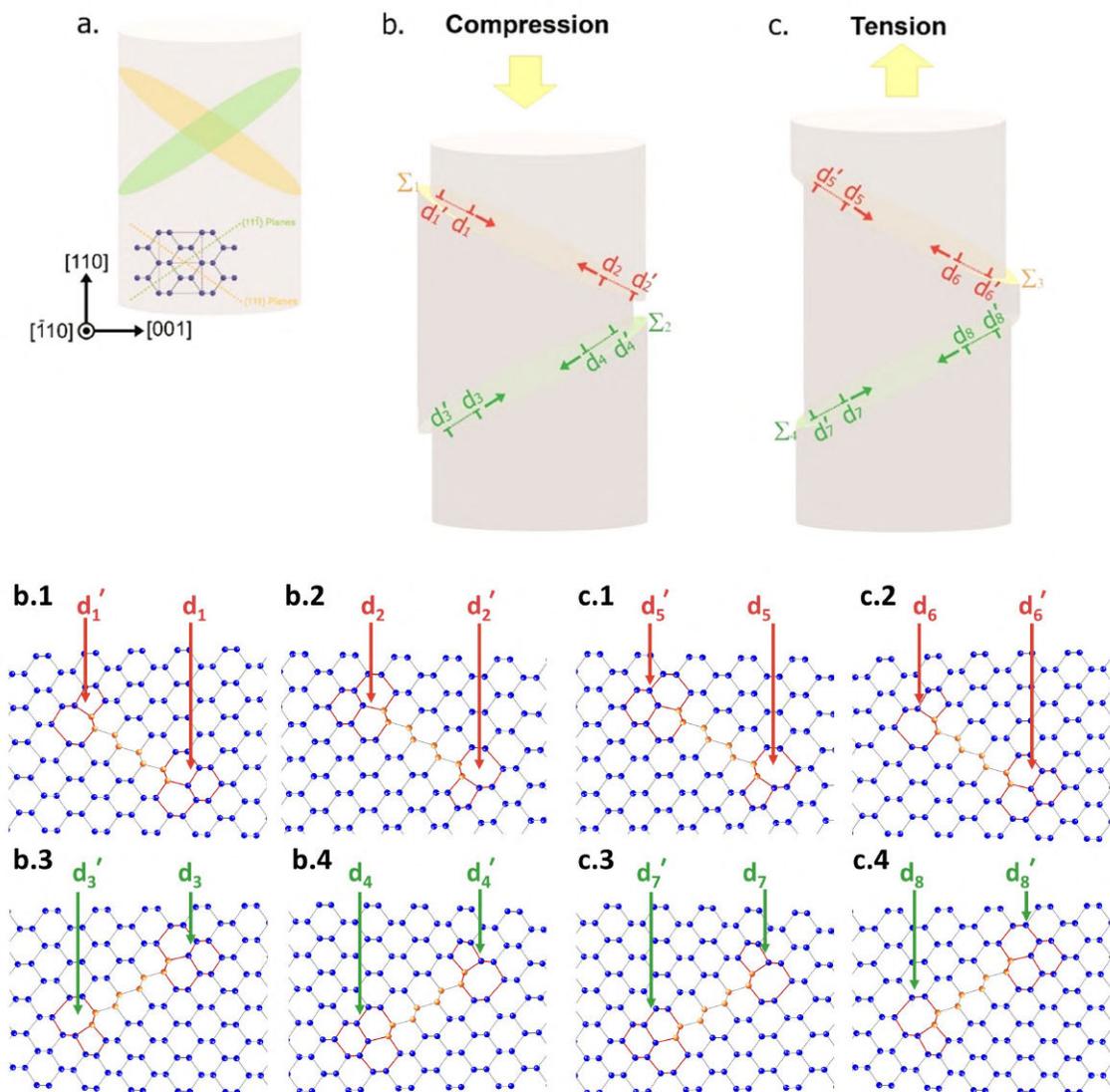
En considérant la présence de tous ces défauts de natures différentes, une question s'impose : quelle est l'origine de la grande diversité de défauts observés ?

L'analyse de chaque type de défaut ainsi que des conditions dans lesquelles chacun a été clairement identifié, permet de nouer un lien étroit entre l'apparition de tel ou tel défaut avec les conditions de sollicitation, principalement le mode et l'axe de sollicitation.

### 2.1.1 Effet du mode de sollicitation

Abstraction faite de certaines conditions de déformation expérimentales (température, vitesse de déformation, *etc...*), il est néanmoins possible de prédire sur la base de considérations géométriques seules, une différence de comportement mécanique du silicium selon le mode de déformation (tension ou compression) lorsqu'il est sollicité selon un axe  $\langle 110 \rangle$ . En effet dans ce cas, la structure des dislocations glissiles dans les plans  $\{111\}$  dépend directement du signe de la contrainte imposée, influençant logiquement la nature des défauts mobiles dans le silicium monocristallin. Cette observation est illustrée dans la figure IV.3.a) qui représente les différents types de dislocations partielles et leurs positions respectives dans les deux plans  $\{111\}$  symétriques par rapport à l'axe de sollicitation pour un nanopillier déformé soit en traction, soit en compression selon un axe  $\langle 110 \rangle$ . Lors d'une sollicitation en compression les dislocations partielles de tête ont un caractère  $30^\circ$  quelle que soit leur direction de propagation (cf. Fig. IV.3.b), tandis que dans le cas d'une sollicitation en traction, les dislocations partielles de tête ont toujours un caractère  $90^\circ$  (cf. Fig. IV.3.c). Ceci peut expliquer en partie la divergence des observations suite à différents tests mécaniques. Mais afin de mieux

comprendre l'origine de ces disparités, il est nécessaire de considérer aussi l'impact du facteur de Schmid qui varie en fonction de la direction cristallographique de l'axe de sollicitation, ainsi que l'énergie nécessaire à la nucléation de chaque type de défaut.



**FIGURE IV.3 – Dislocations dissociées et mode de déformation :** a) Pilier soumis à une contrainte uniaxiale le long de son axe  $[110]$  dans lequel les deux systèmes de glissement susceptibles d'être activés sont représentés. b) En compression, la dislocation partielle de tête présente toujours un caractère  $30^\circ$ , tandis que la dislocation partielle de queue a un caractère  $90^\circ$  (voir b.1-b.4). c) En revanche, lorsque le pilier est déformé en traction, les dislocations partielles de tête et de queue ont respectivement un caractère  $90^\circ$  et  $30^\circ$  (voir c.1-c.4).

### 2.1.2 Effet de la direction cristallographique de l'axe de sollicitation

Nous avons vu que le caractère des dislocations partielles de tête et de queue diffère selon le mode de sollicitation ; cette différence est également observée lorsque l'axe de sollicitation est modifié. En effet, si l'on considère le cas d'une sollicitation en compression, la dislocation partielle de tête a un caractère  $30^\circ$  dans le cas d'une structure ayant un axe parallèle à  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$ , tandis que pour une structure ayant un axe  $\langle 100 \rangle$ , la dislocation partielle de tête présente un caractère  $90^\circ$ .

Axe de compression	Facteur de Schmid		
	Dislocation partielle de tête	Dislocation parfaite	Dislocation partielle de queue
$\langle 110 \rangle$	0,236	0,408	0,471
$\langle 111 \rangle$	0,157	0,272	0,314
$\langle 100 \rangle$	0,471	0,408	0,236

**FIGURE IV.4 – Facteur de Schmid des dislocations parfaites et partielles en fonction de l'axe de compression :** Dans le cas d'une sollicitation suivant l'axe  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$ , le facteur de Schmid d'une dislocation parfaite est plus élevé que celui d'une dislocation partielle de tête. En revanche, dans le cas d'une sollicitation suivant l'axe  $\langle 100 \rangle$ , les dislocations partielles de tête sont favorisées.

En considérant le facteur de Schmid correspondant aux dislocations partielles et parfaites dans le cas d'une sollicitation en compression suivant les trois directions cristallographiques  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ , il est possible de hiérarchiser *a priori* l'activation du glissement de tel ou tel type de dislocation :

- Dans le cas d'une sollicitation en compression suivant  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , le facteur de Schmid de la dislocation partielle de tête est beaucoup plus faible que celui de la dislocation partielle de queue. Cela implique que si la contrainte appliquée est suffisante pour activer la dislocation partielle de tête, elle devrait également être suffisante pour activer la dislocation partielle de queue. Cette situation pourrait favoriser la propagation de dislocations parfaites ou faiblement dissociées. Ceci est en parfait accord avec les observations réalisées dans cette étude sur les nanopiliers d'axe  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  qui présentent les mêmes caractéristiques au niveau macroscopique (courbes de déformation) et à l'échelle atomique (forme des marches en surface, formation de sous-joints de flexion, propagation de dislocations parfaites et dissociées (la coexistence des dislocations parfaites et dissociées sera discutée dans §2.1.3)

- Dans le cas d'une sollicitation en compression suivant  $\langle 100 \rangle$ , la contrainte de cisaillement résolue est beaucoup plus importante pour la dislocation partielle de tête que pour la dislocation partielle de queue ou la dislocation parfaite. Par conséquent, il est raisonnable de considérer que la propagation de dislocation partielles soit favorisée dans les nanostructures d'axe  $\langle 100 \rangle$  déformés en compression tel que rapporté dans des études antérieures<sup>156,171</sup>.

Par ailleurs, la propagation des seules dislocations partielles de tête dans des plans adjacents permet de former des macles de largeur considérable, et ainsi d'obtenir de forts taux de déformation plastique à partir d'un unique site de nucléation en surface. Une fois le nanopilier déformé *via* ce mécanisme, la zone maclée formée constitue alors une région cristalline dont l'orientation cristallographique est différente de celle du cristal initial. Par conséquent, l'axe de sollicitation pour la zone maclée n'est plus parallèle à l'axe  $\langle 100 \rangle$  et la nature des défauts nucléés dans cette région peut être différente de ceux se propageant dans le reste du nanopilier (*cf.* Fig. III.48).

L'effet du mode et de l'axe de sollicitation nous permet aussi d'expliquer les différences observées dans les zones en compression ou en tension lors des tests de flexion de nanofils  $\langle 110 \rangle$  réalisés par Wang *et al.*<sup>167</sup>. En effet, ces auteurs ont observé que les dislocations partielles de tête ont un caractère  $90^\circ$  dans la zone en tension. Par contre, dans la zone en compression, une forte densité de dislocations parfaites a été identifiée, conduisant à la formation de verrous de Lomer.

Naturellement, la seule prise en compte du facteur de Schmid pour chaque type de dislocation n'est pas un critère exclusif pour déterminer quel type de dislocation peut être nucléée dans des conditions de sollicitation données. Néanmoins, l'impact qu'ont le mode et l'axe de sollicitation permet de comprendre la grande diversité des défauts observés lors de la déformation de nanostructures de silicium et de justifier en partie la nature des défauts observés dans les différents cas de figure. Cependant, la coexistence de dislocations parfaites et partielles observée durant l'étude des nanopiliers ayant un axe  $\langle 110 \rangle$  ne peut être expliquée sur la base de ces seules considérations. De ce fait, d'autres éléments tels que l'effet de la contrainte sur la stabilité des cœurs des dislocations doivent être pris en considération.

### 2.1.3 Effet de la contrainte sur la structure de cœur

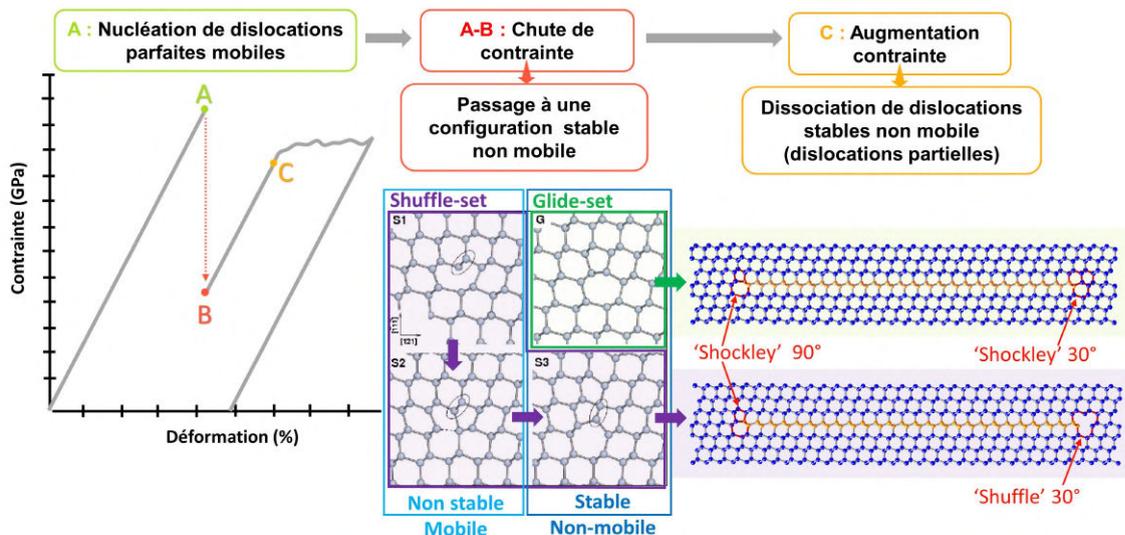
Dans le cas d'une déformation en compression d'un nanopilier de silicium d'axe  $\langle 110 \rangle$ , la déformation est majoritairement accommodée par la propagation de dislocations parfaites  $60^\circ$  et de dislocations dissociées dans des plans  $\{111\}$ . La

présence conjointe de ces deux populations de dislocations est supposée être étroitement liée à la configuration de la structure de cœur des dislocations parfaites (cf. FigIV.5). En effet, lors du premier stade de la déformation, une grande densité de dislocations parfaites est nucléée pour relaxer les contraintes accumulées lors du chargement élastique initial. Suite à la brutale chute de contrainte accompagnant la nucléation puis la propagation des premières dislocations nucléées, les cœurs des dislocations stockées dans le cristal peuvent subir une transformation d'une configuration glissile instable vers une configuration stable mais sessile tel que proposé par Pizzagalli *et al.*<sup>74</sup>) : dans le cas des dislocations glissant dans le *Shuffle-set* le passage d'une configuration de cœur instable S1 vers une configuration stable S3 passe par une courte étape intermédiaire S2. Ce mécanisme de transition de cœur des dislocations mobiles dans le *Shuffle-set* a été observé lors d'essais de compression numériques réalisés sur des nanopiliers de silicium orientés  $\langle 110 \rangle$  par Julien Godet à l'aide de calculs en dynamique moléculaire. Ces calculs montrent que lors de l'augmentation de la contrainte durant le rechargement de l'échantillon, les dislocations parfaites non glissiles (cœurs S3) présents dans les plans de glissement principaux se dissocient.

Cette dissociation produit un couple de dislocations partielles constitué d'une dislocation partielle de Shockley  $90^\circ$  (localisée dans le *glide set*) et d'une dislocation partielle  $30^\circ$  (localisée dans le *shuffle set*), séparées par un défaut d'empilement. La dislocation partielle  $30^\circ$ , baptisée dans la suite « dislocation partielle *Shuffle* », correspond à la dislocation supposée sessile décrite par Hirth<sup>27</sup> dans le mécanisme de dissociation d'une dislocation parfaite dans le *Shuffle set* (cf. Fig. I.13). De façon surprenante, les deux types de dislocation sont mobiles sous contrainte et participent à la déformation plastique du matériau. Par ailleurs, la dislocation partielle *Shuffle* présente la plus grande mobilité, ce qui souligne le rôle probablement largement sous-estimé de ce type de dislocations dans la déformation plastique du silicium à basse température. Ce mécanisme permet donc d'expliquer la présence de dislocations dissociées observées dans des plans de cisaillement fortement activés (comme en témoigne la taille nanométrique des marches visibles en surface sur la figure III.24).

En revanche, l'observation de dislocations non-dissociées dans les mêmes échantillons indique que ce mécanisme n'opère pas dans certains cas. Les dislocations parfaites observées pourraient correspondre à des dislocations parfaites *Shuffle* n'ayant pas quitté l'échantillon lors de l'arrêt de l'essai de compression et qui n'ont donc pas subi les étapes de transition puis dissociation de cœur mentionnées précédemment. Cependant, leur localisation (systématiquement située dans ou très proche d'un plan de cisaillement principal) et leur trajectoire (dans des plans de

glissement sécants au plan de cisaillement principal) particulières suggèrent que l'absence de dissociation soit corrélée à un critère de stabilité.



**FIGURE IV.5 – Processus de nucléation de dislocations parfaites et formation des dislocations dissociées :** Lors du premier stade de déformation, les dislocations parfaites sont nucléées dans une configuration instable mais mobile, puis adoptent une configuration stable lors d'une chute de contrainte (entre le point A-B dans la courbe de déformation modèle). Les structures de cœur présentées ont été obtenues par des calculs en dynamique moléculaire (Pizzagalli et al.<sup>74</sup>). Ensuite, lors du chargement élastique secondaire, les dislocations parfaites se dissocient pour être à nouveau mobiles et accommoder la déformation plastique.

En effet, ces dislocations forment dans un certain nombre de cas des sous-joints de flexion permettant d'accommoder la rotation du cristal généralement observée de part et d'autre du plan de cisaillement principal (cf. Fig. III.34). La structure de sous-joint étant particulièrement stable, ces dislocations ne sont pas remobilisées lors du rechargement de l'échantillon faisant suite à une chute de contrainte provoquée par une avalanche de nucléation de dislocations dans les plans de cisaillement principaux.

Les observations HRTEM réalisées durant cette étude ne nous permettent pas de trancher sur la nature du plan de glissement shuffle ou glide. En effet, les échantillons ayant été déformés à température ambiante et sous des contraintes très élevées, des distorsions importantes des lames minces de microscopie dues à la présence d'une grande densité de défauts dans la zone de déformation limitent fortement la résolution spatiale accessible au cœur des défauts. De plus, l'analyse HRTEM d'échantillons très minces de silicium ( $\approx 10\text{ nm}$ ) sous une tension de 200 kV se heurte à la dégradation rapide des échantillons sous irradiation. Ainsi l'identification de la position du cœur de dislocations parfaites nécessiterait

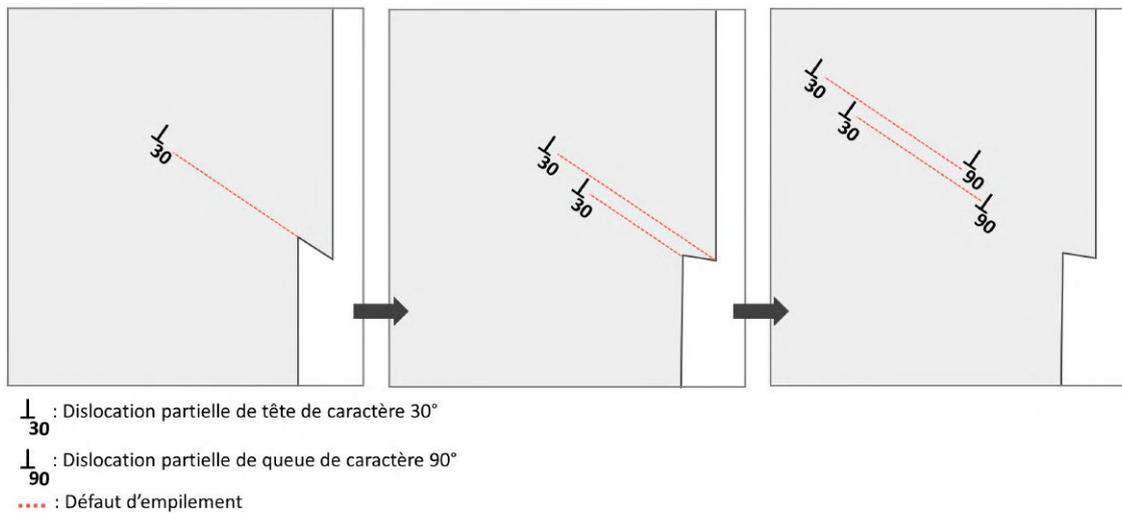
une étude plus approfondie en utilisant des tensions plus faibles (<160 kV) ou d'autres techniques d'imagerie moins sensibles à l'irradiation (e.g. STEM).

#### 2.1.4 Effet des imperfections du protocole expérimental

Dans le cas d'une déformation en compression suivant l'axe  $\langle 110 \rangle$ , la présence de dislocations partielles isolées ou de nanomacles (cf. section 3.1.3.D), constituent des événements minoritaires mais néanmoins caractéristiques dont l'origine peut être diverse. L'observation rare mais répétée de ces défauts est probablement liée aux imperfections des tests de compression (défaut de parallélisme de l'axe de déformation et de l'axe du pilier par exemple) conduisant à une sollicitation non-uniaxiale. De ce fait, le facteur de Schmid peut varier dans certaines zones de l'échantillon, favorisant la nucléation de dislocations partielles de tête de caractère  $30^\circ$  (cf. Fig. III.31). Ainsi, la propagation de dislocations de Shockley sur quelques plans de glissement  $\{111\}$  adjacents donne naissance aux nanomacles observées expérimentalement (cf. Fig. III.33).

De même, la présence de paires de dislocations très proches observées dans certains échantillons (cf. section 3.1.3.C) est attribuée à l'éloignement supposé de conditions de sollicitation parfaitement uniaxiale. En effet, cette configuration originale peut résulter du mécanisme décrit ci-après :

1. une dislocation partielle de Shockley ( $30^\circ$ ) est nucléée depuis la surface latérale du nanopilier ;
2. une seconde dislocation partielle de Shockley est nucléée dans le plan adjacent et forme localement une nanomacle en se propageant ;
3. selon les contraintes locales (liées aux éventuels défauts d'alignement du poinçon par rapport à l'axe du nanopilier) et les rapports des énergies de nucléation des dislocations et des énergies de défaut d'empilement, les dislocations partielles de queue peuvent ensuite être nucléées afin d'effacer les défauts introduits par les dislocations partielles de tête ;
4. La marche créée en surface par le passage des quatre dislocations constitue alors un site préférentiel pour la nucléation de nouvelles dislocations partielles, permettant au mécanisme de se répéter (cf. Fig. IV.6).



**FIGURE IV.6 – Propagation de paires de dislocations dans des plans adjacents**

Ainsi en répétant ce processus sur deux ou trois plans adjacents, une trace ayant un contraste oscillant telle que celle observée sur la figure III.29 peut se former.

D'autres événements minoritaires caractérisés par la propagation de défauts hors des plans de glissement classiques ont également été révélés par cette étude. Dans le cas de la déformation plastique des nanopiliers ayant un axe de sollicitation parallèle à une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ , deux types d'événements originaux méritent d'être discutés plus particulièrement :

Le premier événement est l'observation de défauts étendus contenus dans des plans  $\{115\}$  (cf. section 3.1.3.G). L'origine de ces défauts et les mécanismes conduisant à leur formation seront détaillés dans la section suivante (cf. section 2.2).

Le second événement est l'activation du système de glissement  $\{100\} \langle 110 \rangle$  (cf. section 3.1.3.I). L'observation de dislocations parfaites de caractère  $90^\circ$  glissant dans des plans  $\{100\}$  n'a jamais été rapportée auparavant dans la littérature. Toutefois, dans son étude des possibles structures de dislocations dans le silicium, Hornstra<sup>223</sup> suggérait l'existence de ce type de dislocations. Le facteur de Schmid de cette dislocation est beaucoup plus important que celui des dislocations  $60^\circ$  contenues dans les plans de glissement classiques  $\{111\}$  étant donné que l'angle entre l'axe de sollicitation et le plan de glissement est de  $45^\circ$  (facteur de Schmid maximal). Ainsi, la nucléation de ce type de dislocation devrait être largement favorisée pour nos conditions expérimentales. Ainsi, pourquoi l'observation de ce type de dislocation est-elle très minoritaire ?

La considération du facteur de Schmid est nécessaire mais elle n'est pas suffisante pour identifier complètement les dislocations possible d'être nucléées dans un cristal. En effet, si l'énergie nécessaire à la nucléation de dislocations quel que soit

leur caractère était identique, le facteur de Schmid serait le facteur déterminant pour la nucléation. Or ce n'est pas le cas, car les distorsions que subit le cristal pour la nucléation de dislocations de caractère différents ne sont pas les mêmes. Donc la barrière de potentiel à franchir pour la dislocation parfaite  $90^\circ$  contenue dans un plan  $\{100\}$  pourrait être largement plus importante que celle correspondant à une dislocation parfaite  $60^\circ$  contenue dans un plan de glissement classique  $\{111\}$ .

La présence de dislocations parfaites de caractère  $90^\circ$  glissant dans des plans  $\{100\}$  observées dans le cas de cette étude, pourrait être liée aux imperfections du test de compression qui, dans certains cas, n'est pas parfaitement uniaxiale introduisant ainsi des composantes de cisaillement qui peuvent favoriser l'activation du système  $\langle 110 \rangle \{100\}$  au détriment du système de glissement classique  $\langle 110 \rangle \{111\}$ .

## 2.2 Défauts de transition

Les défauts localisés dans les plans  $\{115\}$  ont systématiquement été observés dans des échantillons déformés avec un taux de déformation relativement élevé ( $>10\%$ ) et pour lesquels différents systèmes de glissement ont été activés. Leur formation intervient donc avec l'augmentation du taux de déformation plastique. Or, à mesure que le taux de déformation plastique croît, les interactions entre dislocations sont favorisées, la multiplication des dislocations s'accompagnant d'une augmentation de la probabilité de recombinaison des différents types de dislocations mobiles, telle que l'interaction de dislocations parfaites  $60^\circ$  glissant dans deux plans  $\{111\}$  sécants donnant naissance à la formation de verrous de Lomer<sup>167</sup>. En considérant la présence simultanée de dislocations parfaites et dissociées glissant dans des plans sécants, différentes interactions peuvent être envisagées.

Le tableau IV.8 dresse une liste des différentes interactions possibles entre dislocations parfaites (dislocation 2 et 4) glissant dans le plan (11-1) et dislocations partielles issues de la dissociation de dislocation parfaites (dislocation 1 et 3) glissant dans le plan (111) (cf. Fig.IV.7).

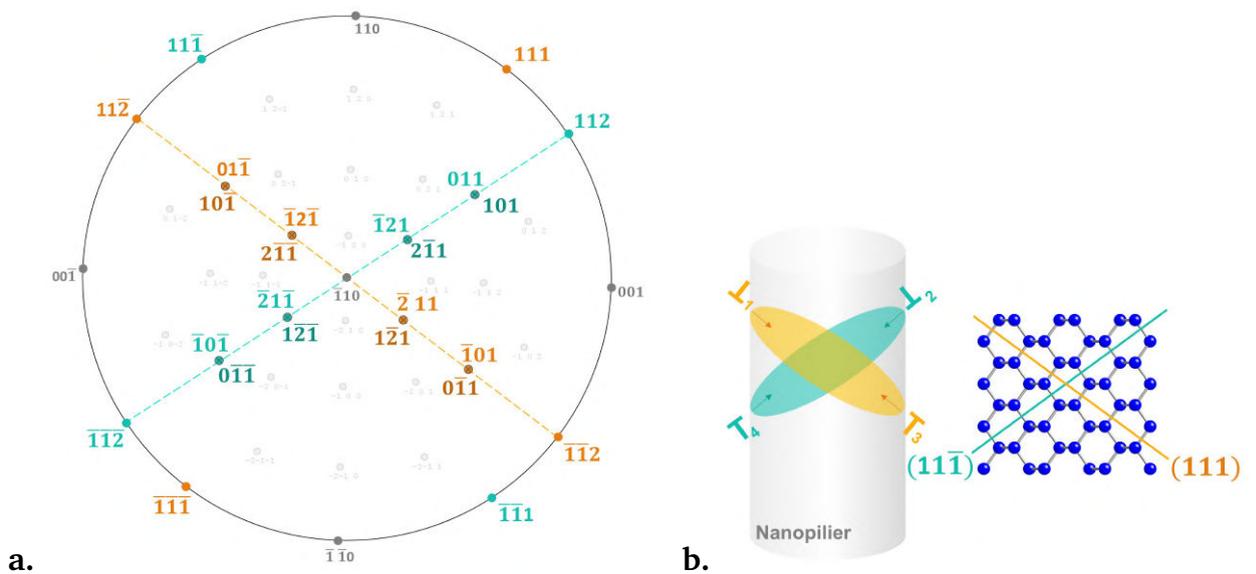


FIGURE IV.7 – Activation de deux plans de glissement équivalents  $\{111\}$  cas d'un pilier  $\langle 110 \rangle$  : a) projection stéréographique du silicium suivant une direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$  ; b) représentation schématique du nanopilier montrant les dislocations 1 et 3 glissant dans le plan  $(111)$  et les dislocations 2 et 4 glissant dans le plan  $(11\bar{1})$ .

Seules quelques recombinaisons peuvent satisfaire le critère de Frank.

En effet deux types d'interactions entre dislocations parfaites et partielle  $30^\circ$  de Shockley sont possibles :

$$- 1/2 \langle 101 \rangle \{11\bar{1}\} + 1/6 \langle \bar{1}2\bar{1} \rangle \{111\} \longrightarrow 1/3 \langle 111 \rangle \{11\bar{2}\}$$

$$- 1/2 \langle 101 \rangle \{11\bar{1}\} + 1/6 \langle \bar{2}11 \rangle \{111\} \longrightarrow 1/6 \langle 114 \rangle \{2\bar{2}\bar{1}\}$$

Et une seule interaction entre dislocations parfaites et partielle  $90^\circ$  de Shockley est possible :

$$- 1/2 \langle 101 \rangle \{11\bar{1}\} + 1/6 \langle 11\bar{2} \rangle \{111\} \longrightarrow 1/6 \langle 411 \rangle \{11\bar{5}\}$$

Plan (11 $\bar{1}$ ) (dislocations parfaites)	Plan (111) (dislocations dissociées)	Interactions (formation de verrous)
$\perp_2 = 1/2 [\bar{1}0\bar{1}]$	$\perp_1 = \perp_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [\bar{1}2\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$ $\perp_1 = \perp'_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [2\bar{1}\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$	$\perp_2 + \perp_{1(30)} = 1/3 [2\bar{1}2]$
		$\perp_2 + \perp'_{1(30)} = 1/6 [\bar{1}\bar{1}\bar{4}]$
	$\perp_3 = \perp_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{2}11] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$ $\perp_3 = \perp'_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [1\bar{2}1] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$	$\perp_2 + \perp_{1(90)} = 1/6 [2\bar{1}5]$
		$\perp_2 + \perp_{3(30)} = 1/6 [5\bar{1}2]$
		$\perp_2 + \perp'_{3(30)} = 1/3 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
		$\perp_2 + \perp_{3(90)} = 1/6 [4\bar{1}\bar{1}]$
$\perp'_2 = 1/2 [0\bar{1}\bar{1}]$	$\perp_1 = \perp_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [\bar{1}2\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$ $\perp_1 = \perp'_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [2\bar{1}\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$	$\perp'_2 + \perp_{1(30)} = 1/6 [\bar{1}\bar{1}\bar{4}]$
		$\perp'_2 + \perp'_{1(30)} = 1/3 [1\bar{2}\bar{2}]$
	$\perp_3 = \perp_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{2}11] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$ $\perp_3 = \perp'_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [1\bar{2}1] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$	$\perp'_2 + \perp_{1(90)} = 1/6 [12\bar{5}]$
		$\perp'_2 + \perp_{3(30)} = 1/3 [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
		$\perp'_2 + \perp'_{3(30)} = 1/6 [15\bar{2}]$
		$\perp'_2 + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{1}4\bar{1}]$
$\perp_4 = 1/2 [011]$	$\perp_1 = \perp_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [\bar{1}2\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$ $\perp_1 = \perp'_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [2\bar{1}\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$	$\perp_4 + \perp_{1(30)} = 1/6 [\bar{1}52]$
		$\perp_4 + \perp'_{1(30)} = 1/3 [111]$
	$\perp_3 = \perp_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{2}11] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$ $\perp_3 = \perp'_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [1\bar{2}1] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$	$\perp_4 + \perp_{1(90)} = 1/6 [141]$
		$\perp_4 + \perp_{3(30)} = 1/3 [\bar{1}22]$
		$\perp_4 + \perp'_{3(30)} = 1/6 [114]$
		$\perp_4 + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{1}25]$
$\perp'_4 = 1/2 [101]$	$\perp_1 = \perp_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [\bar{1}2\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$ $\perp_1 = \perp'_{1(30)} + \perp_{1(90)} = 1/6 [2\bar{1}\bar{1}] + 1/6 [11\bar{2}]$	$\perp'_4 + \perp_{1(30)} = 1/3 [111]$
		$\perp'_4 + \perp'_{1(30)} = 1/6 [5\bar{1}2]$
	$\perp_3 = \perp_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [\bar{2}11] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$ $\perp_3 = \perp'_{3(30)} + \perp_{3(90)} = 1/6 [1\bar{2}1] + 1/6 [\bar{1}\bar{1}2]$	$\perp'_4 + \perp_{1(90)} = 1/6 [411]$
		$\perp'_4 + \perp_{3(30)} = 1/6 [114]$
		$\perp'_4 + \perp'_{3(30)} = 1/3 [2\bar{1}2]$
		$\perp'_4 + \perp_{3(90)} = 1/6 [2\bar{1}5]$

FIGURE IV.8 – Différentes interactions possibles entre dislocations parfaites et partielles contenues dans deux plans {111} sécants : les dislocations 2 et 4 (cf. Fig.IV.7) contenues dans le plan (11 $\bar{1}$ ) sont non-dissociées et les dislocations 1 et 3 contenues dans le plan (111) sont dissociées. Les recombinaisons satisfaisant le critère de Frank sont surlignées en jaune.

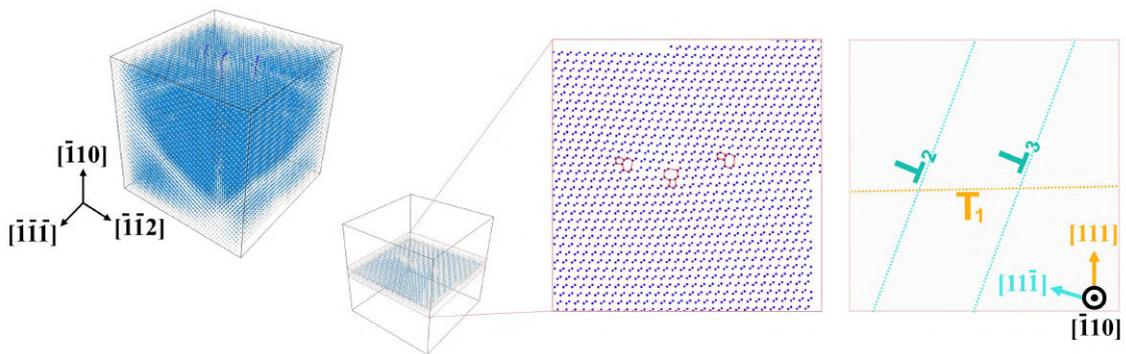
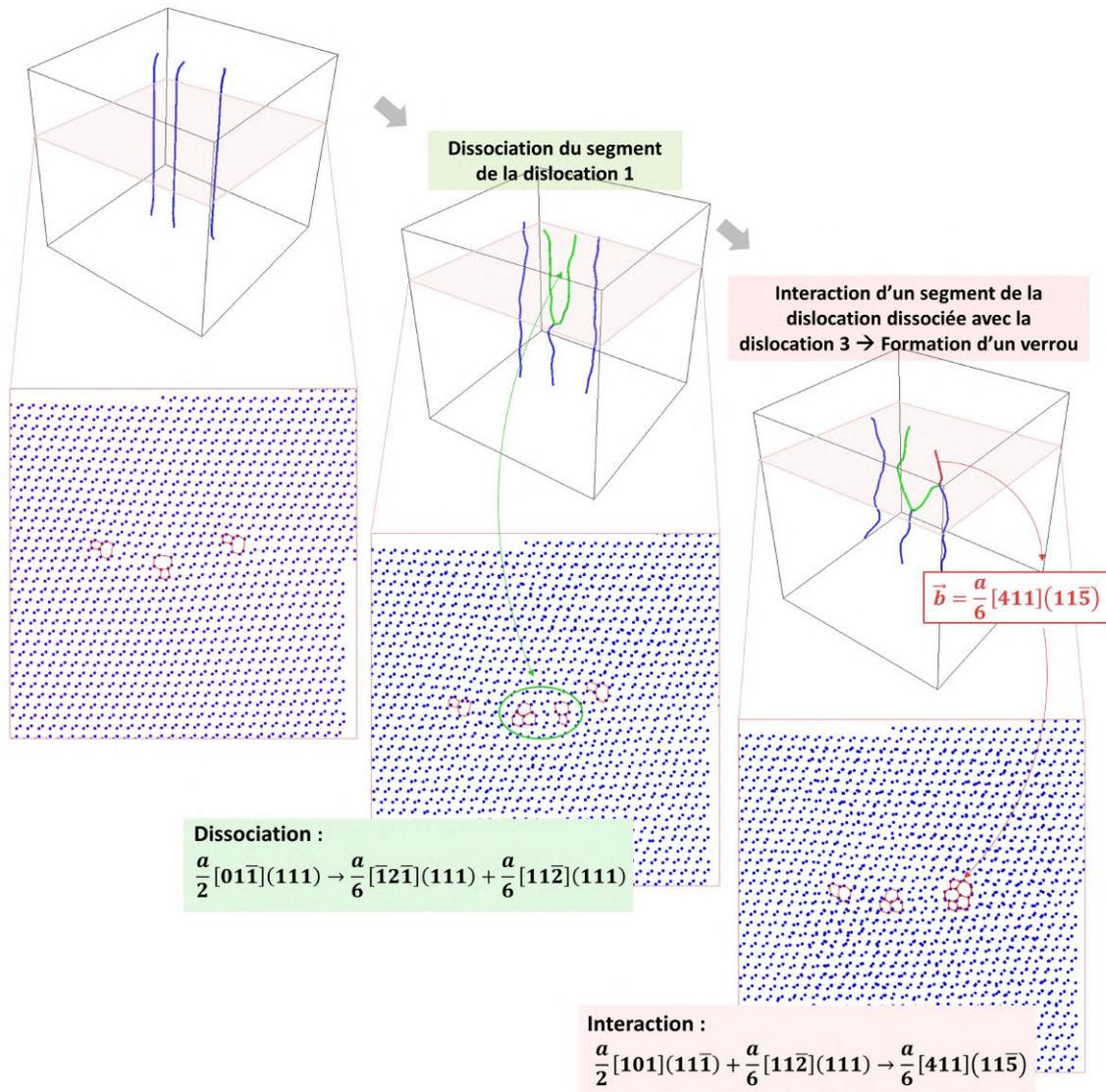


FIGURE IV.9 – Structure atomique contenant 3 dislocations dans deux plans  $\{111\}$  sécants : structure non relaxée construite à partir des calculs élastiques.

La formation d'un verrou de type  $1/6\langle 411 \rangle$  contenu dans un plan  $\{115\}$  a été mis en évidence lors de la relaxation par dynamique moléculaire d'une structure atomique présentée dans la figure IV.9, et construite pour l'analyse d'une des images HRTEM (cf. Fig.III.38). En effet, lors de la relaxation thermique, une partie du segment de la dislocation 1 contenue dans le plan  $(111)$  s'est dissociée en deux dislocations partielles de Shockley (segments en vert sur la figure IV.10). Puis, une partie du segment de la dislocation partielle  $90^\circ$  de Shockley s'est recombinaée avec une partie du segment de la dislocation parfaite 3 contenue dans un plan  $(11\bar{1})$ . Le verrou formé, dont le vecteur de Burgers est  $1/6[411](11\bar{5})$ , est représenté par le segment en rouge sur la figure IV.10.

En tenant compte des différentes interactions possibles entre dislocations parfaites et partielles glissant dans des plans  $\{111\}$  sécants, il est naturel de corrélérer l'observation des défauts étendus localisés dans des plans  $\{115\}$  à la formation d'une jonction qui soit difficilement mobile du fait de la trace rugueuse observée dans le sillage de ces défauts. Les défauts observés dans les plans  $\{115\}$  pourraient constituer dans ce cas des "défauts de transition" entre les régimes ductile et fragile.



**FIGURE IV.10 – Formation d'un verrou par recombinaison de dislocations parfaite et partielle** : à gauche est représentée la structure de la figure IV.9. Après relaxation thermique réalisée par dynamique moléculaire de cette structure, un verrou se forme par la recombinaison entre une partie du segment de la dislocation 3 et de la dislocation partielle 90° de Shockley issue de la dissociation de la dislocation 1.

De plus, ces défauts prennent systématiquement naissance depuis un plan de glissement de type  $\{111\}$  contenant une forte densité de dislocations (cf. Fig. III.41), ce qui renforce l'hypothèse d'un lien entre l'activité des dislocations dans les plans  $\{111\}$  et la formation de ces défauts originaux. Il convient de souligner que des défauts similaires ont également été observés lors de simulations par DM<sup>220</sup>. L'apparition de ces événements de déformation plastique dans les plans  $\{115\}$  s'accompagne de la formation de cavités (cf. section 3.1.3.H) qui, à leur tour, pourraient favoriser la fissuration, tel que proposé par Abed El Nabi *et al.*<sup>221</sup>.

Il est à noter que des défauts similaires ont été également observés lors de la déformation en compression de nanostructures de silicium suivant un axe de sollicitation  $\langle 111 \rangle$ <sup>171</sup>. La formation de ces défauts s'est accompagnée par la formation de bandes d'amorphe le long de ces défauts, qui par la suite peuvent être des zones de concentration de contrainte conduisant à l'ouverture de fissures.

### 3 Transitions entre les régimes ductile et fragile

Dans le régime basse température/haute contrainte, la transition entre le comportement mécanique parfaitement ductile des nanostructures de silicium vers un comportement fragile (0% de ductilité) n'a pas été observée expérimentalement mais ces deux régimes ont été mentionnés pour des nanofils ayant un axe parallèle à une direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$ <sup>165</sup>. Dans ce cas, la transition entre les deux comportements est liée au mode de sollicitation. En effet, lors de la sollicitation en traction de nanofils d'une dizaine de nanomètres, un comportement parfaitement fragile a été rapporté : une rupture brutale par clivage suivant la famille de plans  $\{111\}$  perpendiculaire à l'axe de sollicitation a été observée juste après le chargement élastique. Au contraire, une large déformation plastique a été constatée lors d'essais de flexion réalisés sur ces mêmes nanofils.

Une seconde transition, observée expérimentalement, est la transition entre un comportement parfaitement ductile et un comportement mixte, *i.e* témoignant d'une concurrence entre propagation de dislocations et ouverture de fissures. Dans le cas des tests de compression rapportés dans la littérature, les nanostructures de silicium ont un comportement parfaitement ductile<sup>156,171</sup> quelle que soit l'orientation de l'axe de sollicitation. La transition vers le comportement mixte est alors conditionnée par le taux de déformation ainsi que la taille des nanostructures, ce que nous détaillerons par la suite. Dans le cas des tests de traction ou flexion, les nanostructures présentent toujours une transition avec l'augmentation du taux de déformation vers un comportement mixte du fait que les fissures sont généralement nucléées dans les zones en tension<sup>121,150,167</sup>.

#### 3.1 Effet du taux de déformation

Comme évoqué précédemment, (*cf.* section 1), cette étude montre que les nanopiliers de silicium présentent un comportement ductile dans les premiers stades de la déformation plastique puis, au fur et à mesure que le taux de déformation augmente, une transition progressive vers un comportement mixte peut se manifester.

Dans le cas d'une sollicitation parfaitement uniaxiale, les nanopiliers ayant un

axe favorisant la nucléation de dislocations parfaites (cf. Fig. IV.4) commencent à se déformer d'une manière ductile. Une grande densité de dislocations est nucléée à partir des surfaces latérales. Avec l'augmentation du taux de déformation les marches formées sur les surfaces latérales s'élargissent avec la nucléation de nouvelles dislocations dans les plans de glissement activés. L'accumulation d'une grande densité de dislocations glissant dans des plans de glissement sécants conduit à la formation des défauts de transition « 115 ». Lorsque les conditions sont favorables à la formation de ce type de défaut, un désordre cristallin se forme dans leur sillage. Toujours avec l'augmentation du taux de déformation, la nucléation de dislocations en volume à partir du désordre cristallin laissé par ces défauts de transition simultanément à l'ouverture de cavités formées à l'intersection de plans de glissement des défauts « 115 » et des plans de glissement classiques  $\{111\}$  conduit à un comportement mixte. La figure IV.11 résume les mécanismes à l'origine de cette transition entre le régime ductile et mixte avec l'augmentation du taux de déformation.

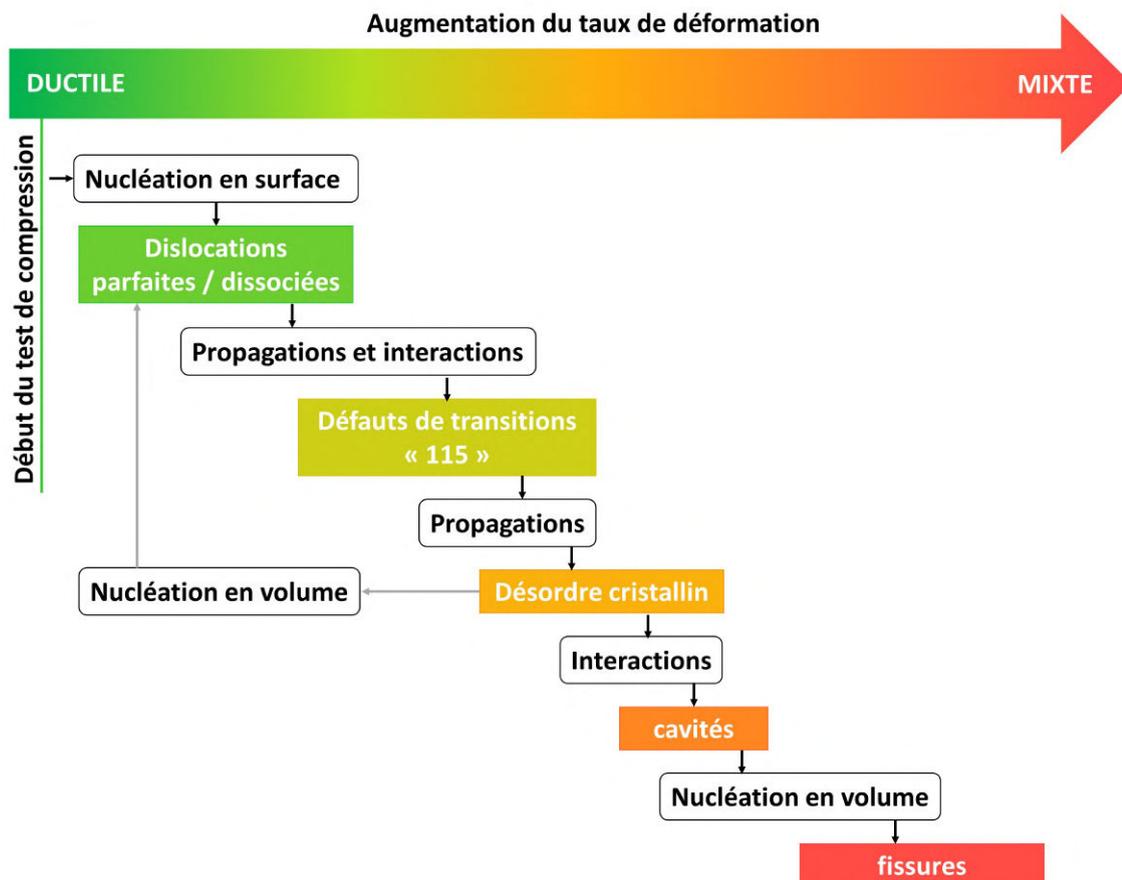


FIGURE IV.11 – Mécanismes de déformation plastique conduisant à un comportement mixte.

Dans le cas des nanopiliers ayant un axe favorisant la nucléation de dislocations partielles, une grande densité de dislocations est nucléée au début du test de compression. Dans le cas où ces dislocations se propagent dans des plans de glissement  $\{111\}$  adjacents, une macule se forme et s'élargit avec l'augmentation du taux de déformation. Une fois la macule formée, l'orientation cristallographique du cristal maclé favorise la nucléation de dislocations parfaites et/ou dissociées conduisant aux mécanismes détaillés dans la figure IV.11.

### 3.2 Effet de taille

La transition entre régimes ductile et fragile a lieu lorsque, à une température fixe, au moins une dimension caractéristique de l'échantillon (en l'occurrence le diamètre des nanopiliers) est réduite en dessous d'une valeur critique.

Lorsque la taille du cristal diminue son rapport surface/volume augmente. Considérant l'influence des surfaces sur la nucléation des dislocations, Kang et al. <sup>126,139</sup> suggèrent que la transition entre les deux régimes est contrôlée essentiellement par la nucléation et non par la mobilité des dislocations.

A contrario, les résultats obtenus dans le cadre de notre étude ne montrent aucune influence significative des surfaces sur le comportement des nanopiliers déformés. En effet, des comportements similaires ont été obtenus pour des nanopiliers issus de différentes séries, ayant des morphologies et/ou des états de surface différents, lorsqu'ils sont déformés dans des conditions identiques. L'influence du rapport surface/volume sur le comportement mécanique des nanopiliers semble en revanche résulter majoritairement de la diminution du volume de matériau sollicité. En effet, différents éléments suggèrent que la transition du comportement ductile vers un comportement fragile soit liée à la densité de défauts contenus dans les nanopiliers et de l'augmentation de la probabilité d'interactions bloquantes entre défauts qui en résulte.

Ainsi, la présence insoupçonnée jusqu'à présent d'événements de déformation plastique dans les plans  $\{115\}$  peut s'expliquer par la recombinaison de dislocations parfaites et partielles. Ces défauts peuvent à leur tour conduire à la formation de cavités pouvant constituer des sites de nucléation potentiels pour les fissures. Ces défauts observés hors des plans de glissement classiques  $\{111\}$  constituent dans ce cas, des « défauts de transition » entre les régimes ductile et fragile.

Dès lors, lorsque le volume de matière décroît, la probabilité d'interactions est réduite du fait que la surface balayée par les lignes de dislocations dans leurs plans de glissements diminue avec la diminution du diamètre dans le cas des nanopiliers. De plus, compte tenu des niveaux de contrainte très élevés nécessaires pour nucléer à basse température des dislocations dans un cristal initialement exempt

de défauts, les dislocations nucléées se propagent à très grande vitesse<sup>224,225</sup> et dans ces conditions, très peu de dislocations sont stockées dans les nanostructures présentant un rapport surface/volume élevé.

Cette hypothèse permet d'expliquer le comportement ductile observé aux plus petites échelles dans le régime basse température lorsque l'augmentation du rapport surface/volume s'accompagne systématiquement de l'apparition d'un stade de déformation plastique qui peut se poursuivre au delà de 10% de déformation si la probabilité d'interaction entre dislocations mobiles reste faible (petits diamètres et sollicitation parfaitement uniaxiale favorisant l'activation d'un faible nombre de systèmes de glissement).

Il convient de souligner que la transition entre les régimes ductile et fragile est cependant également sensible à l'orientation cristalline. En effet, le caractère des dislocations responsables de la déformation plastique dans le régime basse température/haute contrainte est lié à l'orientation de l'axe de déformation ainsi qu'au sens de sollicitation. La nature des dislocations nucléées dans différents systèmes de glissement conditionne la nature des interactions entre ces dernières. De plus, le nombre de systèmes de glissement équivalents susceptibles d'être activés simultanément augmente la probabilité d'interaction entre les défauts étendus nucléés, conduisant à un changement de régime dû à la réduction de mobilité des dislocations et à la formation de défauts de transition.

La détermination du diamètre critique, pour lequel une transition entre régimes ductile et fragile a lieu, n'a pas été abordée dans ce travail. En effet, un seul diamètre de nanopiliers (100 nm) a été étudié. En revanche, la comparaison entre les diamètres conduisant à une transition déterminés expérimentalement par différentes équipes et par le biais de calculs numériques montre que la valeur critique est très sensible aux conditions de sollicitation (axe, mode, température, vitesse de déformation) ainsi qu'au potentiel utilisé dans le cas de calculs en dynamique moléculaire. En accord avec les hypothèses faites précédemment, bien que la diminution de taille conduise effectivement à une transition de comportement mécanique, il n'est donc pas possible de déterminer une taille critique de transition entre les comportement ductile et fragile sans préciser les conditions précises de déformation.

# Conclusion générale

Dans ce travail de thèse, nous avons étudié le comportement mécanique et la structure de défauts étendus nucléés dans des nanopiliers de silicium déformés en compression à température ambiante et à très faible vitesse de déformation, à l'aide de différentes techniques de microscopie électronique.

Les nanopiliers déformés présentent un comportement parfaitement ductile dans les premiers stades de la déformation. Puis, au fur et à mesure que le taux de déformation augmente, une transition vers un comportement mixte est constatée lorsque les conditions de sollicitation s'éloignent des conditions idéales d'un essai de déformation uniaxiale.

Contrairement aux précédentes études de la plasticité du silicium dans le régime fragile, réalisées par exemple par microindentation du matériau massif, dans cette étude l'analyse microstructurale des objets de très petites dimensions nous a permis d'analyser à l'échelle atomique les défauts étendus produits lors du premier stade de la déformation plastique. En effet, le champ de déformation produit par une déformation uniaxiale contrôlée, moins complexe que celui produit par des tests de microindentation ou par déformation sous pression de confinement, autorise une étude *post mortem* par imagerie haute résolution.

L'analyse approfondie de la microstructure de déformation des nanopiliers révèle l'intervention de mécanismes complexes dans le régime de déformation basse température/haute contrainte. Cette complexité qui se traduit par la manifestation d'une grande diversité de défauts est liée à plusieurs paramètres :

La dépendance des cœurs de dislocation à l'évolution du niveau de contrainte au cours du test mécanique constitue l'un des facteurs principaux. En effet, la nucléation des premières dislocations nécessite un très haut niveau de contrainte. Cependant, la relaxation produite par la propagation des premières dislocations nucléées, s'accompagne d'une chute de contrainte conduisant à une transition de cœurs vers une configuration plus stable mais moins mobile.

La variation du facteur de Schmid apparaît également comme un paramètre déterminant. En effet, suivant l'orientation cristallographique considérée, le facteur de Schmid peut favoriser ou au contraire inhiber la propagation de certains

défauts étendus au profit des autres.

La prise en compte de ces différents paramètres permet de réconcilier les différents résultats expérimentaux obtenus par d'autres équipes lors de différents essais mécaniques (compression, traction et flexion).

En outre, la complexité de la microstructure observée croît avec la coexistence de différents types de défauts mobiles qui peuvent interagir avec l'augmentation de la déformation, conduisant à la formation de jonctions sessiles ou très faiblement mobiles. Ce travail indique que le passage du comportement parfaitement ductile, observé dans les premiers stades de déformation, vers un comportement mixte avec l'augmentation de la déformation, est vraisemblablement corrélé à un problème de mobilité des défauts.

Ainsi, la transition entre les comportements fragile et ductile lorsque la taille des nanostructures diminue peut être expliquée par la décroissance de la probabilité d'interaction entre les dislocations mobiles avec la réduction du volume. En effet, lorsque le volume de la structure décroît, la distance parcourue par une boucle de dislocation entre le site de nucléation et la surface de l'objet diminue. De plus, compte tenu de la vitesse élevée de propagation des dislocations nucléées sous fortes contraintes, une faible proportion de dislocations est stockée dans les nano-objets à l'issue de l'essai de déformation. Ce modèle permet de comprendre l'origine du changement de comportement observé aux petites dimensions.

La détermination du volume critique pour lequel une transition entre les deux régimes a lieu est très sensible aux différentes conditions de sollicitation telles que l'orientation cristallographique, le mode, la température, la vitesse et le taux de déformation. Par conséquent, des études plus approfondies sont nécessaires pour déterminer les dimensions critiques en fonction à la fois de la forme géométrique et des différents paramètres de sollicitation. Ces études auront un impact direct sur la conception et l'architecture de nanocomposants destinés à subir des sollicitations mécaniques, notamment dans les NEMS.

Néanmoins certains points, nécessitant de mettre en œuvre des protocoles expérimentaux spécifiques, pourraient être explorés afin de poursuivre et compléter ce travail. Par exemple, des expériences de recuit *in-situ* des lames TEM préparées durant cette thèse pourraient être réalisées, afin de suivre l'évolution de la microstructure de déformation avec l'augmentation de la température. Ce type d'expériences permettrait d'étudier l'éventuelle dissociation des dislocations parfaites en fonction de la température. De plus, l'apport de l'agitation thermique pourrait faciliter la recombinaison de défauts en interaction dans des zones fortement déformées. Ces expériences sont rendues possibles par la récente acquisition par le laboratoire d'un nouveau porte-objet TEM (*Protochips fusion*) permettant d'effec-

---

tuer des recuits thermiques jusqu'à 1200°C, dont la stabilité thermo-mécanique est compatible avec l'imagerie haute résolution.

Une question reste en suspens concernant la nature du plan de glissement des dislocations (*Glide-set* ou *Shuffle-set*). En raison de la forte courbure des échantillons déformés sous hautes contraintes et de leur dégradation rapide sous irradiation, l'identification de la structure des cœurs de dislocations n'a pas été possible par imagerie haute résolution TEM. Une alternative possible serait de réaliser des observations par imagerie STEM corrigée, dont le contraste est moins sensible à la courbure des plans atomiques dans l'épaisseur de la lame, et qui produit une irradiation moins importante de l'échantillon.

Enfin, les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette thèse ont permis de mieux comprendre le comportement du silicium aux petites échelles, en proposant des mécanismes originaux pour ce matériau modèle. Une étude similaire pourrait être réalisée sur d'autres matériaux semiconducteurs comme le germanium, le carbure de silicium ou l'antimoniure d'indium. Dans le cas des semiconducteurs composés, les mécanismes de déformation peuvent être plus complexes du fait des différentes configurations possibles des cœurs de dislocations, dont la composition chimique influence la mobilité.



# Bibliographie

- [1] A. Pribula. The elements, their origin, abundance, and distribution (cox, p.a.). *Journal of Chemical Education*, 68(4) :A112, 1991.
- [2] Silicon. In N.N. Greenwood, , and A. Earnshaw, editors, *Chemistry of the Elements (Second Edition)*, pages 328 – 366. Butterworth-Heinemann, Oxford, second edition edition, 1997.
- [3] W. Zulehner. Czochralski growth of silicon. *Journal of Crystal Growth*, 65(1) :189 – 213, 1983.
- [4] Floating zone growth of oxides and metallic alloys. In *Handbook of Crystal Growth*, pages 281 – 329. Elsevier, Boston, second edition, 2015.
- [5] F. Shimura. Single-crystal silicon : Growth and properties. In *Handbook of Electronic and Photonic Material*, pages 255– 269, Springer, Boston, MA, 2007.
- [6] Minerals yearbook. *US Geological Survey*, 2008.
- [7] S.S. Li and W.R. Thurber. The dopant density and temperature dependence of electron mobility and resistivity in n-type silicon. *Solid-State Electronics*, 20(7) :609 – 616, 1977.
- [8] N.D. Arora, J.R. Hauser, and D.J. Roulston. Electron and hole mobilities in silicon as a function of concentration and temperature. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 29(2) :292–295, 1982.
- [9] A.L. Fripp. Dependence of resistivity on the doping level of polycrystalline silicon. *Journal of Applied Physics*, 46(3) :1240–1244, 1975.
- [10] K. E. Petersen. Silicon as a mechanical material. *Proceedings of the IEEE*, 70(5) :420–457, 1982.
- [11] P. Y. Yu and M. Cardona. *Electronic Band Structures*, pages 17–105. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1996.

- [12] W. Bludau, A. Onton, and W. Heinke. Temperature dependence of the band gap of silicon. *Journal of Applied Physics*, 45(4) :1846–1848, 1974.
- [13] S. Fan, G. Plascencia, and T. Utigard. High temperature electric conductivity of pure silicon. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 47(4) :509–512, 2008.
- [14] P. J. Collings. Simple measurement of the band gap in silicon and germanium. *American Journal of Physics*, 48(3) :197–199, 1980.
- [15] J. Bardeen and W. Shockley. Deformation potentials and mobilities in non-polar crystals. *Phys. Rev.*, 80 :72–80, 1950.
- [16] C. S. Smith. Piezoresistance effect in germanium and silicon. *Phys. Rev.*, 94 :42–49, 1954.
- [17] K. W. Ang, J. Lin, C. H. Tung, N. Balasubramanian, G. S. Samudra, and Y. C. Yeo. Strained *rmn*-mosfet with embedded source/drain stressors and strain-transfer structure (sts) for enhanced transistor performance. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 55(3) :850–857, 2008.
- [18] X. Ma, W. Liu, X. Liu, X. Du, Z. Song, C. Lin, and P. K. Chu. Strain stability and carrier mobility enhancement in strained si on relaxed sige-on-insulator. *Journal of The Electrochemical Society*, 157(1) :H104–H108, 2010.
- [19] Y. Kanda. Piezoresistance effect of silicon. *Sensors and Actuators A : Physical*, 28(2) :83 – 91, 1991.
- [20] A. A. Barlian, W. T Park, J. R. Mallon, Jr, A. J. Rastegar, and B. L. Pruitt. Review : Semiconductor piezoresistance for microsystems. *Proceedings of the IEEE. Institute of Electrical and Electronics Engineers*, 97(3) :513–552, 2009.
- [21] E. V. Thomsen and J. Richter. Piezoresistive MEMS devices : Theory and applications. In "*Piezoresistive MEMS devices*", Technical University of Denmark, Copenhagen, 2005.
- [22] D. G. Kim, Kim I. D., C. H. Lee, J. H. Park, K. P. Choi, and Kim H. G. Evaluation method of longitudinal and transverse piezoelectric d-coefficients for thin films. *Integrated Ferroelectrics*, 35(1-4) :299–312, 2001.
- [23] P. R. Wilshaw, T. S. Fell, and G. R. Booker. Recombination at dislocations in silicon and gallium arsenide. In "*Point and Extended Defects in Semiconductors*", pages 243 – 256, Springer, Boston, MA, 1989.

- [24] V. Kveder, M. Kittler, and W. Schröter. Recombination activity of contaminated dislocations in silicon : A model describing electron-beam-induced current contrast behavior. *Phys. Rev. B*, 63 :115–208, 2001.
- [25] F. Siegelin and A. Stuffer. Dislocation related leakage in advanced CMOS devices. *Conference Proceedings from the International Symposium for Testing and Failure Analysis*, 4 :5, 2005.
- [26] C. Kittel. Introduction to solid state physics (fourth edition). page 396, John Wiley Publishing, New York, 1971.
- [27] J. P. Hirth and J. Lothe. Theory of dislocations (second edition). Editor : McGraw-Hill Book Company, Krieger Publishing Company, 1982.
- [28] M. A. Hopcroft, W. D. Nix, and T. W. Kenny. What is the young's modulus of silicon? *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(2) :229–238, 2010.
- [29] F. Cavallini. The best isotropic approximation of an anisotropic hooke's law. *Bollettino di Geofisica Teorica ed Applicata*, 40(1) :1–18, 1999.
- [30] J. J. Hall. Electronic effects in the elastic constants of n-type silicon. *Phys. Rev.*, 161 :756–761, 1967.
- [31] R. W. Keyes and N. Kobayashi. Electronic effect on the debye temperature of n-type silicon. *Solid State Communications*, 27(2) :63 – 64, 1978.
- [32] W. P. Mason and T. B. Bateman. Ultrasonic-wave propagation in pure silicon and germanium. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 36(4) :644–652, 1964.
- [33] F. S. Khan and P. B. Allen. Temperature dependence of the elastic constants of p+ silicon. *physica status solidi (b)*, 128(1) :31–38, 1985.
- [34] Robert Hull. Properties of crystalline silicon. IET, London, 1999.
- [35] Y. Okada and Y. Tokumaru. Precise determination of lattice parameter and thermal expansion coefficient of silicon between 300 and 1500 k. *Journal of Applied Physics*, 56(314), 1984.
- [36] P. B. Hirsch, R. W. Horne, and M. J. Whelan. Direct observations of the arrangement and motion of dislocations in aluminium. *Philosophical Magazine*, 1(7) :677–684, 1956.
- [37] W. Bollmann. Interference effects in the electron microscopy of thin crystal foils. *Philosophical Magazine*, 86(29-31) :4573–4574, 2006.

- [38] J. I. Taylor. The mechanism of plastic deformation of crystals. part II. comparison with observations. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 145(855) :388–404, 1934.
- [39] J. Frenkel. Zur theorie der elastizitätsgrenze und der festigkeit kristallinischer körper. *Zeitschrift für Physik*, 37(7) :572–609, 1926.
- [40] V. L. Indenbom and J. Lothe. Elastic strain fields and dislocation mobility. page 778, North-Holland, 1992.
- [41] F. R. N. Nabarro. Deformation of crystals by the motion of single ions. *The Physical Society*, (175) :75–90, 1948.
- [42] J. Bonneville, B. Escaig, and J. L. Martin. A study of cross-slip activation parameters in pure copper. *Acta Metallurgica*, 36(8) :1989 – 2002, 1988.
- [43] B. Escaig. Sur le glissement dévié des dislocations dans la structure cubique à faces centrées. *J. Phys. France*, 29(2-3) :225–239, 1968.
- [44] R. Peierls. The size of a dislocation. *Proceedings of Physical Society*, 52(34), 1940.
- [45] W. C. Dash. Dislocations and mechanical properties of crystals. Editors : J. C. Fisher, W. G. Johnston, R. Thomson, T. Vreeland, Springer, New York, 1957.
- [46] E. Aerts, P. Delavignette, R. Siems, and S. Amelinckx. Stacking fault energy in silicon. *Journal of Applied Physics*, 33(10) :3078–3080, 1962.
- [47] A. Bourret, Desseaux J., and A. Renault. Core structure of the lomer dislocation in germanium and silicon. *Philosophical Magazine A*, 45(1) :1–20, 1982.
- [48] A. Damar Rastri, T. Masaki, Y. Tomokazu, and H. Kenji. Strain field around lomer sessile dislocations in silicon measured using geometric phase analysis. *Transactions of the Materials Research Society of Japan*, 40(3) :227–233, 2015.
- [49] A. Korner, Martinez hernandez M., A. George, and H.O.K. Kirchner. Non-dissociation of lomer–cottrell dislocations and  $\langle 110 \rangle \{001\}$  slip in silicon. *Philosophical Magazine Letters*, 55(3) :105–108, 1987.
- [50] R.G. Wolffson, E.M. Juleff, and A.G. Lapierre. The observation of lomer-cottrell dislocations in boron-diffused (111) silicon by berg-barrett skew reflections. *International Journal of Electronics*, 21(1) :37–49, 1966.

- [51] W. Cai, V. Bulatov, J. Chang, J. Li, S. Yip, and J.P. Chang. Chapter 64 : Dislocation core effects on mobility. volume 12 of *Dislocations in Solids*, pages 1 – 80. Elsevier, 2004.
- [52] D. Hull and D.J. Bacon. Chapter 10 - strength of crystalline solids. In *Introduction to Dislocations (Fifth Edition)*, pages 205–249. Butterworth-Heinemann, Oxford, 2011.
- [53] Y.L. Iunin and V.I. Nikitenko. Modes of kink motion on dislocations in semiconductors. *Scripta Materialia*, 45(11) :1239 – 1246, 2001.
- [54] J. Cochard, I. Yonenaga, M. M’Hamdi, and Z.L. Zhang. A novel constitutive model for semiconductors : The case of silicon. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(12) :2402 – 2432, 2013.
- [55] L. Pizzagalli, P. Beauchamp, and J. Rabier. Undissociated screw dislocations in silicon : Calculations of core structure and energy. *Philosophical Magazine*, 83(10) :1191–1204, 2003.
- [56] M. S. Duesbery, B. Joos, and D. J. Michel. Dislocation core studies in empirical silicon models. *Phys. Rev. B*, 43 :5143–5146, 1991.
- [57] J. Justo, A. Antonelli, and A. Fazzio. The energetics of dislocation cores in semiconductors and their role on dislocation mobility. *Physica B : Condensed Matter*, 302-303 :398 – 402, 2001. Proceedings of Yanada Conference LIV. The 9th International Conference on Shallow-Level Centers in Semiconductors.
- [58] J. Spence and C. Koch. Experimental evidence for dislocation core structures in silicon. *Scripta Materialia*, 45(11) :1273 – 1278, 2001.
- [59] J. Guénolé, J. Godet, and L. Pizzagalli. Determination of activation parameters for the core transformation of the screw dislocation in silicon. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18(6) :65001, 2010.
- [60] L. Pizzagalli, J. Godet, and S. Brochard. Glissile dislocations with transient cores in silicon. *Phys. Rev. Lett.*, 103 :065505, 2009.
- [61] A. George and J. Rabier. Dislocations and plasticity in semiconductors. i — dislocation structures and dynamics. *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, 22(9) :941–966, 1987.
- [62] P.B. Hirsch. *J. Physique Coll.*, 40 :C6–117, 1979.

- [63] J. Jones. *J. Phys. Coll.* 40, pages C6–33, 1979.
- [64] J. Bennetto, R. W. Nunes, and David Vanderbilt. Period-doubled structure for the  $90^\circ$  partial dislocation in silicon. *Phys. Rev. Lett.*, 79 :245–248, 1997.
- [65] W. Cai, Bulatov, V.V., J. Chang, J. Li, and S. Yip. Dislocations in solids. Editors : F.R.N. Nabarro, J.P. Hirth, Springer, North-Holland, Amsterdam, 2004.
- [66] P. B. Hirsch and S. G. Roberts. The brittle-ductile transition in silicon. *Philosophical Magazine A*, 64(1) :55–80, 1991.
- [67] S.G. Roberts, A.S. Booth, and P.B. Hirsch. Dislocation activity and brittle-ductile transitions in single crystals. *Materials Science and Engineering : A*, 176(1) :91 – 98, 1994.
- [68] MR. VanLandingham. Review of instrumented indentation. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 108(4) :249–65, 2003.
- [69] C.A. Schuh. Nanoindentation studies of materials. *Materials Today*, 9(5) :32 – 40, 2006.
- [70] D. Holland and M. Marder. Ideal brittle fracture of silicon studied with molecular dynamics. *Phys. Rev. Lett.*, 81 :4029–4029, 1998.
- [71] K. Kang and W. Cai. Brittle and ductile fracture of semiconductor nanowires : molecular dynamics simulations. *Philosophical Magazine*, 87(14-15) :2169–2189, 2007.
- [72] J. G. Swadener, M. I. Baskes, and M. Nastasi. Molecular dynamics simulation of brittle fracture in silicon. *Phys. Rev. Lett.*, 89 :085503, 2002.
- [73] S. Minomura, G. A. Samara, and H. G. Drickamer. Temperature coefficient of resistance of the high pressure phases of Si, Ge, and some III–V and II–VI compounds. *Journal of Applied Physics*, 33(11) :3196–3197, 1962.
- [74] L. Pizzagalli, J. L. Demenet, and J. Rabier. Theoretical study of pressure effect on the dislocation core properties in semiconductors. *Phys. Rev. B*, 79 :045203, 2009.
- [75] J. Rabier, P. Cordier, T. Tondellier, J. L. Demenet, and H. Garem. Dislocation microstructures in Si plastically deformed at RT. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 12(49) :10059, 2000.

- [76] J. Rabier, M.F. Denanot, J.L. Demenet, and P. Cordier. Plastic deformation by shuffle dislocations in silicon. *Materials Science and Engineering : A*, 387-389 :124 – 128, 2004. 13th International Conference on the Strength of Materials.
- [77] J. Rabier, P. Cordier, J.L Demenet, and H Garem. Plastic deformation of si at low temperature under high confining pressure. *Materials Science and Engineering : A*, 309-310(Supplement C) :74 – 77, 2001. Dislocations 2000 : An International Conference on the Fundamentals of Plastic Deformation.
- [78] J Rabier and J.L Demenet. On a change in deformation mechanism in silicon at very high stress : new evidences. *Scripta Materialia*, 45(11) :1259 – 1265, 2001.
- [79] J. Rabier, P. O. Renault, D. Eyidi, J. L. Demenet, J. Chen, H. Couvy, and L. Wang. Plastic deformation of silicon between 20°C and 425°C. *physica status solidi (c)*, 4(8) :3110–3114, 2007.
- [80] T. Suzuki, T. Nishisako, T. Taru, and T. Yasutomi. Plastic deformation of InP at temperatures between 77 and 500 K. *Philosophical Magazine Letters*, 77(4) :173–180, 1998.
- [81] T. Suzki, T. Yasutomi, T. Tokuoka, and I. Yonenaga. Plastic deformation of GaAs at low temperatures. *Philosophical Magazine A*, 79(11) :2637–2654, 1999.
- [82] J. Rabier and J. L. Demenet. On the nucleation of shuffle dislocations in Si. *physica status solidi (a)*, 202(5) :944–948, 2005.
- [83] K. Asaoka, T. Umeda, S. Arai, and H. Saka. Direct evidence for shuffle dislocations in Si activated by indentations at 77 K. *Materials Science and Engineering : A*, 400-401(Supplement C) :93 – 96, 2005.
- [84] J. Castaing, P. Veyssière, L. P. Kubin, and J. Rabier. The plastic deformation of silicon between 300°C and 600°C. *Philosophical Magazine A*, 44(6) :1407–1413, 1981.
- [85] J .L Demenet. *Etude du silicium à basse et moyenne température sous forte contrainte : comportement des dislocations individuelles et plasticité*. PhD thesis, Université de Poitiers, 1987.
- [86] I. L. F. Ray and D. J. H. Cockayne. The observation of dissociated dislocations in silicon. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 22(178) :853–856, 1970.

- [87] I. L. F. Ray and D. J. H. Cockayne. The dissociation of dislocations in silicon. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 325(1563) :543–554, 1971.
- [88] D. J. H. Cockayne, I. L. F. Ray, and M. J. Whelan. Investigations of dislocation strain fields using weak beams. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 20(168) :1265–1270, 1969.
- [89] A. Gomez, D. J. H. Cockayne, P. B. Hirsch, and V. Vitek. Dissociation of near-screw dislocations in germanium and silicon. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 31(1) :105–113, 1975.
- [90] A.M Gómez and P.B. Hirsch. The dissociation of dislocations in GaAs. *Philosophical Magazine A*, 38(6) :733–737, 1978.
- [91] H. Föll and C. B. Carter. Direct TEM determination of intrinsic and extrinsic stacking fault energies of silicon. *Philosophical Magazine A*, 40(4) :497–510, 1979.
- [92] K. Wessel and H. Alexander. On the mobility of partial dislocations in silicon. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 35(6) :1523–1536, 1977.
- [93] A. George, C. Escaravage, G. Champier, and W. Schröter. Velocities of screw and 60°-dislocations in silicon. *physica status solidi (b)*, 53(2) :483–496, 1972.
- [94] K. Sumino and M. Sato. In-situ hvem observations of dislocation processes during high temperature deformation of silicon crystals. *Kristall und Technik*, 14(11) :1343–1350, 1979.
- [95] M. Sato, K. Hiraga, and K. Sumino. Hvem structure images of extended 60° - and screw dislocations in silicon. *Japanese Journal of Applied Physics*, 19(3) :L155, 1980.
- [96] V. V. Aristov, M. N. Zolotukhin, V. V. Kveder, Yu. A. Osipyanyan, I. I. Snighireva, and I. I. Khodos. The effect of annealing on the dislocation dissociation in plastically deformed silicon. *physica status solidi (a)*, 76(2) :485–491, 1983.
- [97] H. Iwata, M. Kutsuna, T. Okuno, and H. Saka. Temperature dependence of the stacking fault energy of glide set-dissociated dislocations in si. *Philosophical Magazine Letters*, 96(7) :265–272, 2016.

- [98] C. St. John. The brittle-to-ductile transition in pre-cleaved silicon single crystals. *The Philosophical Magazine : A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, 32(6) :1193–1212, 1975.
- [99] M. Brede and P. Haasen. The brittle-to-ductile transition in doped silicon as a model substance. *Acta Metallurgica*, 36(8) :2003 – 2018, 1988.
- [100] Roberts S. G. Hirsch, P. B. and J. Samuels. Dislocation mobility and crack tip plasticity at the ductile-brittle transition. *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, 23(4) :409–418, 1988.
- [101] P.B. Hirsch, S.G. Roberts, and Samuels J. The brittle-ductile transition in silicon. ii. interpretation. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 421(1860) :25–53, 1989.
- [102] A. George and M. Michot. Dislocation loops at crack tips : nucleation and growth—an experimental study in silicon. In "*Fundamental Aspects of Dislocation Interactions*", pages 118–134, Editors : G. Kostorz, H. A. Calderon, J. L. Martin. Elsevier, 1993.
- [103] K.J. Hsia and A.S. Argon. Experimental study of the mechanisms of brittle-to-ductile transition of cleavage fracture in Si single crystals. *Materials Science and Engineering : A*, 176(1) :111 – 119, 1994.
- [104] P. Pirouz, A. V. Samant, M. H. Hong, A. Moulin, and L. P. Kubin. On temperature dependence of deformation mechanism and the brittle–ductile transition in semiconductors. *Journal of Materials Research*, 14(7) :2783–2793, 1999.
- [105] D.R. Adhika, M. Tanaka, T. Daio, and K. Higashida. Crack tip shielding observed with high-resolution transmission electron microscopy. *Microscopy (Oxf)*, 64(5) :335–340, 2015.
- [106] E. Hintsala, C. Teresi, and W. W. Gerberich. Linking nanoscales and dislocation shielding to the ductile–brittle transition of silicon. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(12) :5839–5844, 2016.
- [107] D. Sen, A. Cohen, A. P. Thompson, A. Van Duin, W. A. Goddard III, and M. J. Buehler. Direct atomistic simulation of brittle-to-ductile transition in silicon single crystals. *MRS Proceedings*, 1272 :04–13, 2010.
- [108] M. Brede. The brittle-to-ductile transition in silicon. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(1) :211 – 228, 1993.

- [109] J. Samuels, S. G. Roberts, and P. B. Hirsch. The brittle-to-ductile transition in silicon. *Materials Science and Engineering : A*, 105-106(Part 1) :39 – 46, 1988.
- [110] J. Samuels and S. G. Roberts. The brittle–ductile transition in silicon. i. experiments. *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 421(1860) :1–23, 1989.
- [111] S. Nakao, T. Ando, M. Shikida, and K. Sato. Effect of temperature on fracture toughness in a single-crystal-silicon film and transition in its fracture mode. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 18(1) :015026, 2008.
- [112] Bitzek E. and P. Gumbsch. Atomistic simulations of dislocation-crack interaction. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 2(10) :1348 – 1359, 2008.
- [113] B. J. Gally and A. S. Argon. Brittle-to-ductile transitions in the fracture of silicon single crystals by dynamic crack arrest. *Philosophical Magazine A*, 81(3) :699–740, 2001.
- [114] T. Zhu, J. Li, and S. Yip. Atomistic study of dislocation loop emission from a crack tip. *Phys. Rev. Lett.*, 93 :025503, 2004.
- [115] D. Tanguy, M. Razafindrazaka, and D. Delafosse. Multiscale simulation of crack tip shielding by a dislocation. *Acta Materialia*, 56(11) :2441 – 2449, 2008.
- [116] C. Scandian, H. Azzouzi, N. Maloufi, G. Michot, and A. George. Dislocation nucleation and multiplication at crack tips in silicon. *physica status solidi (a)*, 171(1) :67–82, 1999.
- [117] G. Michot, Loyola de Oliveira, and G. Champier. A model of dislocation multiplication at a crack tip : influence on the brittle to ductile transition. *Materials Science and Engineering : A*, 272(1) :83 – 89, 1999.
- [118] G. Michot. Plastic relaxation at crack tip : from brittle to ductile behaviour. *Materials Transactions*, 42(1) :20–27, 2001.
- [119] Y. Zhu, F. Xu, Q. Qin, W. Y. Fung, and W. Lu. Mechanical properties of vapor-liquid-solid synthesized silicon nanowires. *Nano Letters*, 9(11) :3934–3939, 2009.

- [120] X. D. Han, K. Zheng, Y. f. Zhang, Z. Zhang, and Z. L. Wang. Low-temperature in situ large-strain plasticity of silicon nanowires. *Advanced Materials*, 19(16) :2112–2118, 2007.
- [121] K. Zheng, X. Han, L. Wang, Y. Zhang, Y. Yue, Y. Qin, X. Zhang, and Z. Zhang. Atomic mechanisms governing the elastic limit and the incipient plasticity of bending si nanowires. *Nano Letters*, 9(6) :2471–2476, 2009.
- [122] S. Hoffmann, I. Utke, B. Moser, J. Michler, S.H. Christiansen, V. Schmidt, S. Senz, P. Werner, U. Gösele, and C. Ballif. Measurement of the bending strength of vapor-liquid-solid grown silicon nanowires. *Nano Letters*, 6(4) :622–625, 2006.
- [123] T. Namazu, Y. Isono, and T. Tanaka. Evaluation of size effect on mechanical properties of single crystal silicon by nanoscale bending test using afm. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 9(4) :450–459, 2000.
- [124] D. E. J. Armstrong and E. Tarleton. Bend testing of silicon microcantilevers from 21°C to 770°C. *JOM*, 67(12) :2914–2920, 2015.
- [125] A. Uesugi, T. Yasutomi, Y. Hirai, T. Tsuchiya, and O. Tabata. High-temperature tensile testing machine for investigation of brittle-ductile transition behavior of single crystal silicon microstructure. *Japanese Journal of Applied Physics*, 54(6S1) :06FP04, 2015.
- [126] W. Kang and M. T. A. Saif. In situ study of size and temperature dependent brittle-to-ductile transition in single crystal silicon. *Advanced Functional Materials*, 23(6) :1616–3028, 2013.
- [127] B. Moser, K. Wasmer, L. Barbieri, and J. Michler. Strength and fracture of si micropillars : A new scanning electron microscopy-based micro-compression test. *Journal of Materials Research*, 22(4) :1004–1011, 2007.
- [128] R. Maaß, S.V. Petegem, D. Ma, J. Zimmermann, Grolimund D., F. Roters, H.V. Swygenhoven, and D. Raabe. Smaller is stronger : The effect of strain hardening. *Acta Materialia*, 57(20) :5996 – 6005, 2009.
- [129] F. Östlund, K. Rzepiejewska-Malyska, K. Leifer, L. M. Hale, Y. Tang, R. Ballarini, W. W. Gerberich, and J. Michler. Brittle-to-ductile transition in uniaxial compression of silicon pillars at room temperature. *Advanced Functional Materials*, 19(15) :2439–2444, 2009.

- [130] C. Y. Tang, L. C. Zhang, and K. Mylvaganam. Mechanical properties of a silicon nano-wire under uni-axial tension and compression. *Journal of Computational and Theoretical Nanoscience*, 7(10), 2010.
- [131] U. Gao, S. Brand. Towards traceable mechanical properties measurement of silicon nanopillars using contact resonance force microscopy. *Proc. SPIE*, 9132 :9132 – 9132, 2014.
- [132] T. Kizuka, Y. Takatani, K. Asaka, and R. Yoshizaki. Measurements of the atomistic mechanics of single crystalline silicon wires of nanometer width. *Phys. Rev. B*, 72 :035333, 2005.
- [133] W.W. Gerberich, J. Michler, W.M. Mook, R. Ghisleni, F. Östlund, D.D. Stauffer, and R. Ballarini. Scale effects for strength, ductility, and toughness in “brittle” materials. *Journal of Materials Research*, 24(3) :898–906, 2009.
- [134] A.R. Beaber, J.D. Nowak, O. Ugurlu, W.M. Mook, S.L. Girshick, R. Ballarini, and W.W. Gerberich. Smaller is tougher. *Philosophical Magazine*, 91(7-9) :1179–1189, 2011.
- [135] T. Ando, T. Takumi, S. Nozue, and K. Sato. Fracture toughness of si thin film at very low temperatures by tensile test. In *2011 IEEE 24th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, pages 436–439, 2011.
- [136] A. Masolin, P. O. Bouchard, R. Martini, and M. Bernacki. Thermo-mechanical and fracture properties in single-crystal silicon. *Journal of Materials Science*, 48(3) :979–988, 2013.
- [137] A. Furmanchuk, O. Isayev, T. C. Dinadayalane, D. Leszczynska, and J. Leszczynski. Mechanical properties of silicon nanowires. *Wiley Interdisciplinary Reviews : Computational Molecular Science*, 2(6) :817–828, 2012.
- [138] J. Rabier, A. Montagne, J. M. Wheeler, J. L. Demenet, J. Michler, and R. Ghisleni. Silicon micropillars : high stress plasticity. *physica status solidi (c)*, 10(1) :11–15, 2013.
- [139] K. Kang and W. Cai. Size and temperature effects on the fracture mechanisms of silicon nanowires : Molecular dynamics simulations. *International Journal of Plasticity*, 26(9) :0749–6419, 2010.
- [140] M. Tabib-Azar, M. Nassirou, R. Wang, S. Sharma, T.I. Kamins, M.S. Islam, and R.S. Williams. Mechanical properties of self-welded silicon nanobridges. *Applied Physics Letters*, 87(11) :113102, 2005.

- [141] A.S. Paulo, J. Bokor, R.T. Howe, R. He, P. Yang, D. Gao, C. Carraro, and R. Maboudian. Mechanical elasticity of single and double clamped silicon nanobeams fabricated by the vapor-liquid-solid method. *Applied Physics Letters*, 87(5) :053111, 2005.
- [142] C. L. Hsin, W. Mai, Y. Gu, Y. Gao, C. T. Huang, Y. Liu, L. J. Chen, and Wang Z. L. Elastic properties and buckling of silicon nanowires. *Advanced Materials*, 20(20) :3919–3923, 2008.
- [143] M. S. Yashinski and C. L. Muhlstein. The role of deposited layers in the nonlinear constitutive behavior of si nanowires. *Journal of Applied Physics*, 114(19) :193507, 2013.
- [144] J. Guérolé, J. Godet, and S. Brochard. Investigation of plasticity in silicon nanowires by molecular dynamics simulations. In *Materials Structure and Micromechanics of Fracture VI*, volume 465 of *Key Engineering Materials*, pages 89–92. Trans Tech Publications, 2011.
- [145] K. C. Fang, C. I. Weng, and S. P. Ju. An investigation into the mechanical properties of silicon nanoparticles using molecular dynamics simulations with parallel computing. *Journal of Nanoparticle Research*, 11(3) :581–588, 2009.
- [146] J. K. Kuo, P. H. Huang, W. T. Wu, and C. M. Lu. Mechanical and fracture behaviors of defective silicon nanowires : combined effects of vacancy clusters, temperature, wire size, and shape. *Applied Physics A*, 114(4) :1247–1256, 2014.
- [147] P.W. Leu, A. Svizhenko, and K. Cho. Ab initio calculations of the mechanical and electronic properties of strained si nanowires. *Phys. Rev. B*, 77 :235305, 2008.
- [148] W. W. Gerberich, W. M. Mook, M. J. Cordill, C. B. Carter, C. R. Perrey, J. V. Heberlein, and S. L. Girshick. Reverse plasticity in single crystal silicon nanospheres. *International Journal of Plasticity*, 21(12) :2391 – 2405, 2005.
- [149] W.W Gerberich, W.M Mook, C.R Perrey, C.B Carter, M.I Baskes, R Mukherjee, A Gidwani, J Heberlein, P.H McMurry, and S.L Girshick. Superhard silicon nanospheres. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51(6) :979 – 992, 2003.

- [150] L. Wang, K. Zheng, Z. Zhang, and X. Han. Direct atomic-scale imaging about the mechanisms of ultralarge bent straining in Si nanowires. *Nano Letters*, 11(6) :2382–2385, 2011.
- [151] F. Cleri, T. Ishida, D. Collard, and H. Fujita. Atomistic simulation of plasticity in silicon nanowires. *Applied Physics Letters*, 97(15) :153106, 2010.
- [152] Y. C. Wang, D. G. Xie, X. H. Ning, and Z. W. Shan. Thermal treatment-induced ductile-to-brittle transition of submicron-sized si pillars fabricated by focused ion beam. *Applied Physics Letters*, 106(8) :081905, 2015.
- [153] P. R. Howie, S. Korte, and W. J. Clegg. Fracture modes in micropillar compression of brittle crystals. *Journal of Materials Research*, 27(1) :141–151, 2012.
- [154] J.D. Nowak, A.R. Beaber, O. Ugurlu, S.L. Girshick, and W. W. Gerberich. Small size strength dependence on dislocation nucleation. *Scripta Materialia*, 62(11) :819 – 822, 2010.
- [155] D. Chrobak, N. Tymiak, A. Beaber, O. ugurlu, W. W. Gerberich, and R. Nowak. Deconfinement leads to changes in the nanoscale plasticity of silicon. *Nature Nanotechnology*, 6(480), 2011.
- [156] A. J. Wagner, E. D. Hintsala, K. Prashant, W. W. Gerberich, and K. A. Mkhoyan. Mechanisms of plasticity in near-theoretical strength sub-100 nm si nanocubes. *Acta Materialia*, 100 :256–265, 2015.
- [157] D.S. Gianola and C. Eberl. Micro- and nanoscale tensile testing of materials. *JOM*, 61(3) :24, 2009.
- [158] D. Zhang, J. M. Breguet, R. Clavel, V. Sivakov, S. Christiansen, and J. Michler. In situ electron microscopy mechanical testing of silicon nanowires using electrostatically actuated tensile stages. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(3) :663–674, 2010.
- [159] Y. Ganesan, Y. Lu, C. Peng, H. Lu, R. Ballarini, and J. Lou. Development and application of a novel microfabricated device for the in situ tensile testing of 1-d nanomaterials. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(3) :675–682, 2010.
- [160] T. Fujii, K. Sudoh, S. Sakakihara, M. Naito, N. Inoue, and T. Namazu. Nanoscale tensile testing and sample preparation techniques for silicon nanowires. *Japanese Journal of Applied Physics*, 52(11R) :110118, 2013.

- [161] X. Li, X. L. Wei, T. T. Xu, Z. Y. Ning, J. P. Shu, X. Y. Wang, D. Pan, J. H. Zhao, T. Yang, and Q. Chen. Mechanical properties of individual inas nanowires studied by tensile tests. *Applied Physics Letters*, 104(10) :103110, 2014.
- [162] R. Agrawal, B. Peng, and H.D. Espinosa. Experimental-computational investigation of ZnO nanowires strength and fracture. *Nano Letters*, 9(12) :4177–4183, 2009.
- [163] J.J. Brown, A.I. Baca, K.A. Bertness, D.A. Dikin, R.S. Ruoff, and V.M. Bright. Tensile measurement of single crystal gallium nitride nanowires on MEMS test stages. *Sensors and Actuators A : Physical*, 166(2) :177 – 186, 2011. 22 nd IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Sorrento, Italy, 25-29 January 2009.
- [164] Z. Wang, J. Hu, A.P. Suryavanshi, K. Yum, and M.F. Yu. Voltage generation from individual BaTiO<sub>3</sub> nanowires under periodic tensile mechanical load. *Nano Letters*, 7(10) :2966–2969, 2007.
- [165] D. M. Tang, C. L. Ren, M. S. Wang, X. Wei, N. Kawamoto, C. Liu, Y. Bando, M. Mitome, N. Fukata, and D. Golberg. Mechanical properties of si nanowires as revealed by in situ transmission electron microscopy and molecular dynamics simulations. *Nano Letters*, 12(4) :1898–1904, 2012.
- [166] Q. Liu and S. Shen. On the large-strain plasticity of silicon nanowires : Effects of axial orientation and surface. *International Journal of Plasticity*, 38 :146–158, 2012.
- [167] L. Wang, D. Kong, T. Xin, X. Shu, K. Zheng, L. Xiao, X. Sha, Y. Lu, Z. Zhang, X. Han, and J. Zou. Deformation mechanisms of bent Si nanowires governed by the sign and magnitude of strain. *Applied Physics Letters*, 108(15) :151903, 2016.
- [168] S. Korte, J.S. Barnard, R.J. Stearn, and W.J. Clegg. Deformation of silicon – insights from microcompression testing at 25–500°C. *International Journal of Plasticity*, 27(11) :1853 – 1866, 2011.
- [169] F. Östlund, P.R. Howie, R. Ghisleni, S. Korte, K. Leifer, W.J. Clegg, and J. Michler. Ductile–brittle transition in micropillar compression of GaAs at room temperature. *Philosophical Magazine*, 91(7-9) :1190–1199, 2011.
- [170] Y. C. Wang, W. Zhang, L. Y. Wang, Z. Zhuang, E. Ma, Li J., and Z. W. Shan. In situ TEM study of deformation-induced crystalline-to-amorphous transition in silicon. *Npg Asia Materials*, 8(e291), 2016.

- [171] Y. He, L. Zhong, F. Fan, C. Wang, T. Zhu, and X. S. Mao. In situ observation of shear-driven amorphization in silicon crystals. *Nature Nanotechnology*, 11(866) :866–871, 2016.
- [172] M. J. Madou. Fundamentals of microfabrication. page 1992, CRC Press, 1997.
- [173] S. In-hyounk and K.A. Pratul. Use of a photoresist sacrificial layer with SU-8 electroplating mould in MEMS fabrication. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 13(6) :816, 2003.
- [174] K. Garidis, A. Vaglio Pret, and R. Gronheid. Mask roughness impact on extreme UV and 193 nm immersion lithography. *Microelectronic Engineering*, 98 :138–141, 2012.
- [175] J. W. Coburn and H. F. Winters. Ion and electron assisted gas surface chemistry : An important effect in plasma etching. *Journal of Applied Physics*, 50, 1979.
- [176] H. Jansen, M. De Boer, R. Wiegerink, N. Tas, E. Smulders, C. Neagu, and M. Elwenspoek. RIE lag in high aspect ratio trench etching of silicon. *Microelectronic Engineering*, 35(1-4) :45–50, 1997.
- [177] M. D. Uchic and D. M. Dimiduk. A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing. *Materials Science and Engineering : A*, 400-401 :268 – 278, 2005.
- [178] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, and W. D. Nix. Exploring specimen size effects in plastic deformation of ni3(al, ta). *MRS Proceedings*, 753 :BB1.4, 2002.
- [179] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, and W. D. Nix. Sample dimensions influence strength and crystal plasticity. *Science*, 305(5686) :986–989, 2004.
- [180] Ian N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *International Journal of Engineering Science*, 3(1) :47 – 57, 1965.
- [181] J. Li, K.J.V. Krystyn, T. Zhu, S. Yip, and S. Suresh. Atomistic mechanisms governing elastic limit and incipient plasticity in crystals. *Nature*, 418 :307–310, 2002.

- [182] T. Yaguchi, T. Kamino, T. Ishitani, and R. Urao. Method for cross sectional TEM specimen preparation of composite materials using a dedicated FIB system. *Microsc Microanal.*, 5(5) :365–370, 1999.
- [183] L. A. Giannuzzi and F. A. Stevie. A review of focused ion beam milling techniques for TEM specimen preparation. *Micron*, 30(3) :197 – 204, 1999.
- [184] H. Luo, R. Jing, Y. M. Cui, H. L. Wang, and R. M. Wang. Improvement of fabrication precision of focused ion beam by introducing simultaneous electron beam. *Progress in Natural Science : Materials International*, 20 :111 – 115, 2010.
- [185] L Reimer. Scanning electron microscopy. page 530, Springer, Berlin, Heidelberg, 1998.
- [186] J. Mayer, L.A. Giannuzzi, T. Kamino, and J. Michael. TEM sample preparation and FIB-induced damage. *MRS Bulletin*, 32(5) :400–407, 2007.
- [187] Yi Qin. Micromanufacturing engineering and technology (Second Edition). page 92, William Andrew Publishing, Boston, 2015.
- [188] L.A. Giannuzzi, B.W. Kempshall, S.M. Schwarz, J.K. Lomness, B.I. Prentzer, and F.A Stevie. FIB lift-out specimen preparation techniques. In "*Introduction to Focused Ion Beams*", pages 201–228, Springer, Boston, MA, 2005.
- [189] D.B. Williams and C.B. Carter. Electron sources. In "*The Transmission Electron Microscope*", page 779, Springer, Boston, 2009.
- [190] M. Karlik and B. Jouffrey. Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET) microscope, échantillons et diffraction. *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages*, base documentaire : TIB343DUO.(m4134), 2008.
- [191] J.P. Morniroli. Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) : applications aux défauts cristallins. page 406, Société Française des Microscopies, 1998.
- [192] D.B. Williams and C.B. Carter. The transmission electron microscope. page 779, Springer, Boston, 2009.
- [193] S. Uhlemann and M. Haider. Residual wave aberrations in the first spherical aberration corrected transmission electron microscope. *Ultramicroscopy*, 72(3) :109 – 119, 1998.

- [194] A. De luca. Redistribution atomique de contaminants métalliques aux interfaces des structures des technologies CMOS, Thèse Aix Marseille Université, 2014.
- [195] M. Lentzen, B. Jahnen, C.L. Jia, A. Thust, K. Tillmann, and K. Urban. High-resolution imaging with an aberration-corrected transmission electron microscope. *Ultramicroscopy*, 92(3) :233 – 242, 2002.
- [196] C.L. Jia, L. Houben, A. Thust, and J. Barthel. On the benefit of the negative-spherical-aberration imaging technique for quantitative HRTEM. *Ultramicroscopy*, 110(5) :500 – 505, 2010. Hannes Lichte 65th Birthday.
- [197] L.Y. Chang, A.I. Kirkland, and J.M. Titchmarsh. On the importance of fifth-order spherical aberration for a fully corrected electron microscope. *Ultramicroscopy*, 106(4) :301 – 306, 2006.
- [198] M. Lentzen. Contrast transfer and resolution limits for sub-angstrom high-resolution transmission electron microscopy. *Microscopy and Microanalysis*, 14(1) :16–26, 2008.
- [199] M. Texier and J. Thibault-Pénisson. Optimum correction conditions for aberration-corrected HRTEM SiC dumbbells chemical imaging. *Micron*, 43(4) :516 – 523, 2012.
- [200] M. De Graf. Introduction to conventional transmission electron microscopy. page 742, Cambridge Univ. Press, Cambridge, UK, 2003.
- [201] J. M. Cowley and A. F. Moodie. The scattering of electrons by atoms and crystals. i. a new theoretical approach. *Acta Crystallographica*, 10(10) :609–619, 1957.
- [202] P. Goodman and A. F. Moodie. Numerical evaluations of  $N$ -beam wave functions in electron scattering by the multi-slice method. *Acta Crystallographica Section A*, 30(2) :280–290, 1974.
- [203] K. Ishizuka and N. Uyeda. A new theoretical and practical approach to the multislice method. *Acta Crystallographica Section A*, 33(5) :740–749, 1977.
- [204] L. A. Bursill and A. R. Wilson. Electron-optical imaging of the hollandite structure at 3 Å resolution. *Acta Crystallographica*, 33(4) :672–676, 1977.
- [205] E. J. Kirkland. Advanced computing in electron microscopy. page 270, Springer US, 2010.

- [206] M.A. Coulthard. A relativistic hartree-fock atomic field calculation. *Proceedings of the Physical Society*, 91(1) :44, 1967.
- [207] P. A. Doyle and P. S. Turner. Relativistic hartree fock x-ray and electron scattering factors. *Acta Crystallographica Section A*, 24(3) :390–397, 1968.
- [208] P.A. Stadelmann. Ems - a software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science. *Ultramicroscopy*, 21(2) :131 – 145, 1987.
- [209] L. Pizzagalli, J. Godet, J. Guérolé, S. Brochard, E. Holmstrom, K. Nordlund, and T. Albaret. A new parametrization of the stillinger–weber potential for an improved description of defects and plasticity of silicon. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 25(5) :055801, 2013.
- [210] A. Stukowski. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO the open visualization tool. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18(1) :015012, 2009.
- [211] R. Bierwolf, M. Hohenstein, F. Phillipp, O. Brandt, G.E. Crook, and K. Ploog. Direct measurement of local lattice distortions in strained layer structures by HREM. *Ultramicroscopy*, 49(1) :273 – 285, 1993.
- [212] P. Bayle, T. Deutsch, B. Gilles, F. Lançon, A. Marty, and J. Thibault. Quantitative analysis of the deformation and chemical profiles of strained multilayers. *Ultramicroscopy*, 56(1) :94 – 107, 1994.
- [213] P. H. Jouneau, A. Tardot, G. Feuillet, H. Mariette, and J. Cibert. Strain mapping of ultrathin epitaxial znTe and mntTe layers embedded in cdTe. *Journal of Applied Physics*, 75(11) :7310–7316, 1994.
- [214] P.L. Galindo, Kret S., A.M. Sanchez, J.Y. Laval, A. Yáñez, J. Pizarro, E. Guerrero, T. Ben, and S.I Molina. The peak pairs algorithm for strain mapping from HRTEM images. *Ultramicroscopy*, 107(12) :1186 – 1193, 2007.
- [215] K.W. Ang, K.J Chui, V. Bliznetsov, C.H. Tung, A. Du, N. Balasubramanian, G. Samudra, M.F. Li, and Yeo Y.C. Lattice strain analysis of transistor structures with silicon–germanium and silicon–carbon source drain stressors. *Applied Physics Letters*, 86(9) :093102, 2005.
- [216] M.J. Hÿtch, E. Snoeck, and R. Kilaas. Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs. *Ultramicroscopy*, 74(3) :131 – 146, 1998.

- [217] J.L. Rouvière and E. Sarigiannidou. Theoretical discussions on the geometrical phase analysis. *Ultramicroscopy*, 106(1) :1 – 17, 2005.
- [218] M.J. Hÿtch. Measurement of displacement field of dislocations to 0.03 Å by electron microscopy. *Nature*, 423 :270, 2003.
- [219] V. Domnich, Y. Gogotsi, and S. Dub. Effect of phase transformations on the shape of the unloading curve in the nanoindentation of silicon. *Applied Physics Letters*, 76(16) :2214–2216, 2000.
- [220] F. Abed-El-Nabi. Effet de taille sur la transition fragile-ductile dans les nanopiliers de silicium : étude par simulation numérique, Thèse Université de Poitiers, 2016.
- [221] F. Abed El Nabi, J. Godet, S. Brochard, and L Pizzagalli. Onset of ductility and brittleness in silicon nanowires mediated by dislocation nucleation. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 23(2) :025010, 2015.
- [222] S. Brochard, F. ABED EL NABI, L. Pizzagalli, A. Merabet, M. Texier, C. Tromas, and J. Godet. Atomic scale mechanisms and brittle to ductile transition at low size in silicon. *Materials Today : Proceedings*, 5 :14693–14704, 2018.
- [223] J. Hornstra. Dislocations in the diamond lattice. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 5(1) :129 – 141, 1958.
- [224] W. Gerberich, D. Stauffer, A. Beaber, and N. Tymiak. A brittleness transition in silicon due to scale. *Journal of Materials Research*, 27(3) :552–561, 2012.
- [225] J. Rabier, L. Pizzagalli, and J.L. Demenet. Chapter 93 dislocations in silicon at high stress. volume 16 of *Dislocations in Solids*, pages 47 – 108. Elsevier, 2010.



# Etude par microscopie électronique du silicium aux petites échelles : comportement mécanique et structure atomique des défauts.

---

**RÉSUMÉ :** Différents travaux récents consacrés à l'étude des propriétés des matériaux aux petites échelles ont souligné des différences exceptionnelles dans le comportement mécanique des nano-objets par rapport aux matériaux massifs. Dans le cas du silicium, qui est considéré comme un semi-conducteur modèle, une transition fragile-ductile à température ambiante a été observée lorsque la taille des échantillons est inférieure à quelques centaines de nanomètres. Cependant, les défauts et les mécanismes à l'origine de ce changement de comportement n'ont pas été clairement identifiés. Dans ce contexte, le projet de recherche « BiDuL : "BrITTLE to DUCTILE transition in silicon at Low dimensions" dans lequel s'inscrit cette étude, visait à caractériser en détail le comportement mécanique de nanopiliers de silicium en combinant des techniques expérimentales et des simulations en dynamique moléculaire. Ce travail repose sur l'étude post mortem de nanopiliers déformés, en utilisant différentes techniques de microscopie électronique (SEM, FIB, HRTEM). Les nanopiliers étudiés de 100 nm de diamètre ont été préparés par gravure plasma (RIE) et déformés en compression à température ambiante. Les résultats obtenus durant cette thèse, confirment la différence de comportement des nano-objets par rapport au matériau massif. Par ailleurs, une grande variété de défauts produits lors de la déformation plastique a été observée. L'orientation cristallographique de l'axe de sollicitation semble avoir un impact important sur les mécanismes à l'origine du comportement ductile observé. La comparaison entre images HRTEM expérimentales et simulées témoigne de la propagation simultanée de dislocations partielles et parfaites dans les plans {111}. De plus, des événements plastiques inattendus ont également été observés dans des plans {115}. Divers mécanismes de déformation possibles impliqués lors de la nano-compression des piliers sont décrits à partir des observations microscopiques. Un modèle tenant compte de l'influence sur la mobilité des dislocations des interactions entre systèmes de glissement est proposé afin d'expliquer la transition fragile-ductile observée aux petites échelles dans le silicium.

**MOTS-CLÉS :** déformation plastique, dislocations, transition fragile-ductile, effet de taille, défauts étendus, microstructure.

## Electron microscopy study of silicon at small scales: mechanical behavior and atomic structure of defects

---

**ABSTRACT:** Several recent works devoted to the study of the properties of materials at small scales have revealed exceptional differences in the mechanical behavior of nano-objects as compared to bulk material. In the case of silicon, which is considered as a model semiconductor, a brittle-ductile transition at room temperature has been observed when the sample size is smaller than a few hundreds of nanometers. However, the extended defects and mechanisms behind this behavioral change have not been clearly identified. In this context, the research project "BiDuL: BrITTLE to DUCTILE transition in silicon at Low dimensions" aimed to study in detail the mechanical behavior of silicon nanopillars by combining experimental techniques and simulations by molecular dynamics. This work is based on the post mortem study of deformed nanopillars, using different electron microscopy techniques (SEM, FIB, HRTEM). The studied nano-pillars of 100 nm in diameter were prepared by plasma etching (RIE) and deformed in compression at room temperature. The results obtained during this thesis confirm the difference in the behavior of nano-objects compared to bulk material. Moreover, a large variety of defects produced during plastic deformation has been observed. The crystallographic orientation of the deformation axis seems to have a significant impact on the mechanisms behind the observed ductile behavior. The comparison between experimental and simulated HRTEM images notably evidences the simultaneous propagation of partial and perfect dislocations in {111} planes. In addition, unexpected plastic events have also been observed in {115} planes. Various possible deformation mechanisms involved during the nano-compression of the pillars are described, based on the microscopic observations. Finally, a model considering the influence of interactions between various activated systems on the mobility of dislocations is proposed to explain the brittle-ductile transition observed at small scales in silicon.

**KEYWORDS :** plastic deformation, dislocations, ductile-brittle transition, size effect, extended defects, microstructure.