THÈSE

Pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées

Diplôme national – Arrêté du 25 mai 2016

ECOLE DOCTORALE SCIENCES ET INGENIEURIE DES MATERIAUX, MECANIQUE, ENERGETIQUE

Domaine de recherche : Milieux denses et matériaux

Présenté par

Florent MIGNEROT

Plasticité de micro-piliers de semi-conducteurs : effet de taille et transition fragile-ductile

Directeurs de thèse : Ludovic THILLY et Bouzid KEDJAR

Soutenance prévue le 15 octobre 2021

Devant la Commission d'Examen

JURY

T. PARDOEN	Professeur, Université de Louvain (Belgique)	Rapporteur
M. TEXIER	Maître de Conférences HDR, Aix-Marseille Université	Rapporteur
A. JOULAIN	Professeure, Institut Pprime, Université de Poitiers	Examinateur
M. LEGROS	Directeur de Recherches, CEMES-CNRS, Toulouse	Examinateur
B. KEDJAR	Maitre de Conférences, Institut Pprime, Université de Poitiers	Examinateur
L. THILLY	Professeur, Institut Pprime, Université de Poitiers	Examinateur

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier mes directeurs de recherche, Ludovic Thilly et Bouzid Kedjar, pour m'avoir accompagné, guidé et supporté lors de ce projet de recherche. J'ai particulièrement apprécié la relation professionnelle que nous avons établi, ainsi que les nombreuses discussions que nous avons échangé, tant sur le plan scientifique que sur le plan professionnel. Ils m'ont permis de développer mes compétences techniques et scientifiques, ainsi que mon esprit d'analyse. Je leur suis très reconnaissant pour la formation qu'ils m'ont procuré et pour tous leurs conseils.

Je souhaite remercier le personnel de l'Institut Pprime dans sa globalité pour m'avoir accueilli dans les meilleures conditions. Je garderai en mémoire l'ambiance particulièrement agréable lors des nombreuses pauses passées à la cafétéria, ainsi que la bonne humeur et l'amabilité permanente des membres du laboratoire. Sur un plan plus technique, je souhaite adresser mes remerciements à plusieurs personnes, à commencer par Guillaume Amiard pour m'avoir formé à la technique de gravure ionique par FIB. J'en profite pour remercier Hadi Bashoun et Dominique Eyidi pour leur accompagnement et les discussions à propos du microscope FIB utilisé. J'adresse par ailleurs mes remerciements à Anne-Marie Archambault pour son aide précieuse dans la préparation des échantillons, notamment vis-à-vis de la découpe et du polissage de ces derniers. Ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien technique du laboratoire. Ainsi, je tiens à remercier Bruno Lamongie et les techniciens qui ont réalisé plusieurs pièces essentielles au projet de recherche. Merci à Marie-Noëlle Branlé pour le support informatique et pour son expertise dans le domaine. Merci à Kevin Dessioux et Fabrice Berneau pour les discussions et les nombreuses blagues que nous avons échangé. Enfin, merci à Alicia Lesceve, secrétaire de l'Ecole Doctorale SIMME pour les nombreuses pauses café et les fous rires partagés pendant 3 ans.

Au cours de ma thèse, j'ai eu l'occasion de collaborer avec l'équipe de recherche du Professeur Irene Beyerlein de l'Université de Santa-Barbara en Californie (UCSB). Pour cela, je tiens à la remercier chaleureusement d'avoir permis ma venue et de m'avoir intégré au sein de son équipe. Les quelques mois passés là-bas restent une expérience incroyable et riche en enseignements scientifiques et personnels. Plus particulièrement, je remercie Claire Weaver et Lauren Smith pour m'avoir accompagné dans cette collaboration ainsi que lors de mon séjour sur place. Merci à Paul Weakliem pour son assistance sur le supercalculateur de UCSB, ainsi que pour sa patience lorsque

j’ai saturé la mémoire du cluster BRAID. Enfin, merci à Brandon Leu pour m’avoir fait découvrir les nombreux bars et restaurants de Santa-Barbara et de Los Angeles. Mon séjour aurait été bien différent sans sa compagnie.

Cette thèse n’aurait pas été la même sans mes camarades de bureau, Benjamin Bertin et Thomas Bilyk, avec qui j’ai partagé trois années dans une ambiance particulièrement joviale. Je ne peux qu’être reconnaissant envers eux pour les moments forts distrayants et hilarants qu’ils m’ont apporté. A ce titre, il convient de saluer la patience des bureaux voisins pour avoir supporté notre présence, avec en premier lieu Grégori Abadias. Je remercie également Salomé Parent et Florian Brenet pour m’avoir recueilli dans leur bureau lors de ma 4ème année, ainsi que pour les nombreuses soirées passées ensemble. Plus généralement, je remercie les doctorants et les responsables de l’AESM pour leur implication dans la vie du laboratoire.

Pour finir, je ne peux pas oublier ma famille dans son ensemble qui m’a toujours soutenu, motivé et poussé dans mon parcours. Je remercie bien évidemment mes parents, Michèle et Thierry, pour l’éducation et les valeurs qu’ils nous ont enseigné à ma sœur et moi, et pour le bonheur qu’ils nous procurent au quotidien et qui nous permet de nous épanouir aujourd’hui. Je remercie ma grande sœur pour son soutien et ses conseils, et considérée depuis toujours comme mon modèle. A Romain Fusté, pour avoir occupé mes soirées sur Warzone depuis le premier confinement. Enfin, je remercie de tout mon cœur Elodie Richer de partager mon quotidien, pour les rires et les joies qu’elle m’apporte et pour son incroyable patience lors des derniers mois de ma thèse.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE 9

PARTIE A - TRAVAIL EXPERIMENTAL 11

CHAPITRE I - ETAT DE L'ART : PLASTICITE DES SEMICONDUCTEURS ET EFFET DE TAILLE 13

I.1. GENERALITES 14

I.1.1. Aspects macroscopiques et microscopiques de la plasticité 14

I.1.2. Effet de taille et comportement mécanique 18

I.2. LA TRANSITION FRAGILE-DUCTILE DANS LES SEMICONDUCTEURS 19

I.2.1. Généralités 19

I.2.2. Les semiconducteurs simples : cas du silicium 20

I.2.2.a. Aspects cristallographiques 20

I.2.2.b. La transition fragile-ductile dans le cas du matériau massif 21

I.2.2.c. Effet de taille dans le silicium 22

I.2.3. Les composés III-V à structure cubique : cas de l'antimoniure d'indium (InSb) 27

I.2.3.a. Aspects cristallographiques 27

I.2.3.b. La transition fragile-ductile du matériau massif 28

I.2.3.c. Effet de taille dans InSb 31

I.2.4. Les composés III-V à structure hexagonale : cas du nitrure de gallium (GaN) 33

I.2.4.a. Aspects cristallographiques 33

I.2.4.b. La transition fragile-ductile du matériau massif 38

I.2.4.c. Effet de taille dans GaN 39

I.3. BILAN DU CHAPITRE I 42

CHAPITRE II - METHODES, PROTOCOLES ET TECHNIQUES D'ANALYSE 45

II.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS EXPERIMENTAUX 46

II.1.1. Préparation des substrats massifs 46

II.1.1.a. Échantillons d'InSb 46

II.1.1.b. Échantillons de Si 47

II.1.1.c. Échantillons de GaN 48

II.1.2. Façonnage des micro-piliers *50*
II.1.2.a. Présentation du microscope électronique à balayage à double colonne 50
II.1.2.b. Géométrie des micro-piliers 53
II.1.2.c. Protocoles de fabrication des micro-piliers 54
II.1.2.d. Limitations de la gravure FIB 59
i. La redéposition 59
ii. L'endommagement causé par les ions Ga^+ 59
iii. La réaction Ga-In 61
iv. Le taper 63
II.2. ESSAIS MECANIQUES DE MICRO-COMPRESSION 64
II.2.1. Dispositif expérimental *64*
II.2.2. Protocole de micro-compression *66*
II.2.3. Traitement des données *67*
II.2.3.a. Complaisance de l'indenteur et dérive de la cellule de force 67
II.2.3.b. Déformation du piédestal 69
II.2.3.c. Courbes contrainte-déformation et correction du durcissement 70
II.2.3.d. Synchronisation des vidéos de déformation in-situ 72
II.3. CARACTERISATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE 73
II.3.1. Microscopie électronique à balayage *73*
II.3.2. Microscopie électronique en transmission *74*
II.3.2.a. Microscopie électronique en transmission conventionnelle 75
II.3.2.b. Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) 77
II.3.3. Extraction de lames MET par FIB *81*
II.3.3.a. Méthode conventionnelle de lift-out 81
II.3.3.b. Adaptation aux micro-piliers 82
II.4. BILAN DU CHAPITRE II 89
CHAPITRE III - RESULTATS EXPERIMENTAUX 91
III.1. CAS D'INSB 92
III.1.1. Compressions monotones *92*
III.1.2. Sauts de vitesse *95*
III.1.2.a. Sensibilité à la vitesse de déformation 101
III.1.2.b. Volume d'activation 105

III.1.3. Observations par MEB *107*
III.1.4. Observations par MET *116*
III.2. CAS DE SI 122
III.2.1. Essais de compressions monotones *122*
III.2.1.a. Essais compressions suivant l'axe [110] 122
III.2.1.a. Essais de compressions suivant l'axe [123] 124
III.2.2. Observations par MEB *125*
III.2.2.a. Cas des micro-piliers déformés suivant l'axe [110] 125
III.2.2.b. Cas des micro-piliers déformés suivant l'axe [123] 127
III.2.3. Observations par MET *128*
III.3. CAS DE GAN 133
III.3.1. Compressions monotones *133*
III.3.2. Sauts de vitesse *136*
III.3.2.a. Sensibilité à la vitesse de déformation 140
III.3.2.b. Volume d'activation 140
III.3.3. Observations par MEB *141*
III.3.4. Observations par MET *147*
III.4. BILAN DU CHAPITRE IV 155

PARTIE B - SIMULATIONS NUMERIQUES 157

CHAPITRE IV - ETAT DE L'ART : SIMULATIONS EN CHAMP DE PHASE 159

IV.1. CONTEXTE 160
IV.2. INTERET ET PRINCIPE 161
IV.3. DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS EN CHAMP DE PHASE 163
IV.3.1. Principe général *163*
IV.3.2. Énergie de défaut d'empilement *166*
IV.3.3. Code de simulation : possibilités et limitations *168*
IV.4. BILAN DU CHAPITRE II 169

CHAPITRE V - PARAMETRES, METHODE ET ANALYSE DES SIMULATIONS 171

V.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS NUMERIQUES 172
V.2. PARAMETRES DE SIMULATION 173
V.3. PROTOCOLE DE DEFORMATION 174

V.4. ANALYSE DES RESULTATS 176

CHAPITRE VI - RESULTATS DES SIMULATIONS DE DYNAMIQUE DES DISLOCATIONS EN CHAMP DE PHASE 177

VI.1. GLIDE SET 178

VI.2. SHUFFLE SET 182

VI.3. BILAN DU CHAPITRE VI 184

PARTIE C - DISCUSSION, CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES 187

C.1. RAPPEL DES RESULTATS ET DISCUSSION : INSB 188

C.2. RAPPEL DES RESULTATS ET DISCUSSION : SI 193

C.3. RAPPEL DES RESULTATS ET DISCUSSION : GAN 198

C.4. CONCLUSION GENERALE 201

C.5. PERSPECTIVES 203

ANNEXE 205

REFERENCES 213

Introduction générale

Depuis les débuts de l'informatique, l'importance des matériaux semiconducteur n'a fait que croitre au fil des décennies. En effet, ces matériaux sont aujourd'hui utilisés massivement comme puces électroniques, comme capteurs (optique, thermiques, mécaniques, magnétiques…) ou encore pour la fabrication de diodes électroluminescentes (LED). L'impact de cette catégorie de matériaux est considérable et se retrouve dans le développement des nouvelles technologies basées sur l'utilisation de composants électroniques. La loi de Moore, formulée en 1965, anticipait déjà l'évolution des capacités de calculs offertes par les puces électroniques, en prédisant un essor exponentiel. Ainsi, les microprocesseurs sont de plus en plus puissants au fil des ans. Cette hausse de la puissance est permise par l'intégration d'un nombre toujours plus important de transistors dans les puces, rendu possible par la miniaturisation des composants électroniques. La recherche développée autour de ces matériaux est ainsi encouragée par ce besoin d'évolution des micro-processeurs.

La recherche a contribué à cet essor en permettant l'avancée et la compréhension des propriétés associées à ces matériaux. En premier lieu, l'étude des propriétés électroniques et optiques a permis d'améliorer le fonctionnement des composants électroniques. Cependant, l'étude des propriétés mécaniques s'avèrent aussi intéressante vis-à-vis des défauts et de leur impact sur le fonctionnement des semiconducteurs. En effet, les changements structuraux occasionnés par la déformation peuvent, dans une certaine mesure, modifier les propriétés opto-électroniques des composants. En particulier, la miniaturisation des composants, nécessaire à l'augmentation de puissance, a mis en évidence une modification des propriétés mécaniques des semiconducteurs : c'est la transition fragile-ductile en fonction des dimensions des échantillons. Cette transition, historiquement découverte et étudiée en fonction de la température, vient modifier le comportement mécanique et permet aux semiconducteurs de se déformer plastiquement à température ambiante et pression atmosphérique. Des mécanismes de déformation différents de ceux intervenant dans des échantillons massifs (en conditions identiques) sont donc attendus et ont d'ores et déjà été identifiés pour certains. Or, ces modifications sont susceptibles d'impacter le fonctionnement des composants micro-électroniques en modifiant la conduction électronique ou en décalant le spectre d'absorbance du matériau par exemple. L'étude des propriétés mécaniques des semiconducteurs aux petites échelles

s’avère ainsi intéressante dans un contexte de miniaturisation des composants de la micro-électronique.

Le but principal de cette étude porte sur l’identification et la compréhension des mécanismes de déformation associés à la transition fragile-ductile dimensionnelle. Trois matériaux ont été sélectionnés, proposant des structures cristallographiques variées : le silicium de structure cubique à faces centrées, l’antimoniure d’indium de structure « zinc blende » (composé III-V) et enfin le GaN de structure hexagonale compacte (composé III-V). Pour atteindre notre objectif, une approche multi-échelle a été mise en place, consistant à fabriquer des micro-piliers pour chacun des matériaux cités et de les déformer afin de déclencher la plasticité. Ces déformations sont réalisées à température ambiante et l’analyse des microstructures après déformation est assurée par microscopie électronique en transmission.

Cette étude est divisée en trois parties complémentaires. La Partie A est exclusivement consacrée au travail expérimental et s’articule autour de trois chapitres : un premier chapitre présentant l’état de l’art pour les trois matériaux étudiés ; un second chapitre détaillant les protocoles, méthodes e techniques d’analyse utilisés ; et enfin un dernier chapitre sur les résultats obtenus. La Partie B est consacrée aux simulations numériques réalisées en complément des travaux effectués sur le matériau InSb. Trois chapitres structurent cette partie : une description de la technique de simulation utilisée est proposée dans un premier chapitre ; suivit par une présentation des paramètres de simulation et méthodes employées pour la réalisation des simulations. Pour finir, les résultats sont décrits dans un troisième chapitre. Enfin, une Partie C propose une discussion des résultats pour les trois matériaux, ainsi qu’une conclusion générale et quelques perspectives.

PARTIE A

Travail expérimental

Cette partie est consacrée exclusivement au travail expérimental réalisé lors de ce projet. Un état de l'art est d'abord proposé pour remettre le sujet dans son contexte. Un second chapitre permet de décrire les protocoles mis en place ainsi que les méthodes et techniques d'analyses utilisées. Enfin, un troisième chapitre présente l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus.

Chapitre I

Etat de l’art : plasticité des semiconducteurs et effet de taille

I.1. Généralités

I.1.1. Aspects macroscopiques et microscopiques de la plasticité

Les matériaux polycristallins ductiles (comme les métaux) ont une réponse assez typique lorsqu'ils sont soumis à une sollicitation mécanique. Un exemple de profil caractéristique de la déformation de ces matériaux est illustré sur la Figure I.1. Ce graphique représente la contrainte appliquée σ en fonction de la déformation ε subie par l'échantillon (le passage d'une courbe *force-élongation* à *contrainte-déformation* est détaillé dans la partie II.2.3). Cette courbe est composée de différents régimes ainsi que de plusieurs points caractéristiques. Un premier domaine dit « élastique » est défini par une courbe linéaire se terminant à la valeur seuil appelée limite d'élasticité, σ_e, qui se caractérise par le début de la déformation réversible : un relâchement de la contrainte dans ce domaine conduit à un retour aux dimensions initiales de l'échantillon. Plusieurs définitions existent pour la limite d'élasticité σ_e qui peut être définie soit comme le point caractéristique de l'écart à la linéarité de la courbe, soit celui associé à 0,2% de déformation irréversible (la limite d'élasticité est notée dans ce cas $\sigma_{0,2}$). La pente de la droite correspondant au domaine élastique est un paramètre caractéristique de chaque matériau : il s'agit du module d'Young *E* qui dépend plus ou moins de l'orientation cristallographique selon les matériaux. Le deuxième domaine de déformation plastique correspond à la déformation lorsque la contrainte dépasse σ_e. La déformation est ici irréversible et, par conséquent, le matériau ne retrouvera pas sa taille initiale après relâchement de la contrainte appliquée. Le troisième domaine est associé à la ruine de l'échantillon. Il est caractérisé par l'apparition et la propagation de fissures au sein du matériau, ainsi que par la contrainte à la rupture σ_r qui définit le point où le matériau rompt sous la contrainte. Les matériaux polycristallins fragiles présentent un régime de déformation plastique très réduit voire inexistant, avec une transition plus ou moins brutale entre élasticité et rupture.

La réponse d'un cristal face à une sollicitation mécanique dépend en outre de plusieurs paramètres extrinsèques comme l'intensité de la contrainte appliquée, la température de l'échantillon ou encore la pression. Différents types de sollicitations mécaniques sont ainsi réalisables pour sonder les différentes réponses mécaniques : des essais de traction, de compression, de flexion, … à différentes températures et/ou pressions.

Au niveau de la structure cristallographique des matériaux, la déformation plastique intervient généralement au niveau des plans les plus denses et se traduit par le cisaillement, dans ces plans denses, suivant les directions les plus denses. Le facteur de Schmid *m* définit par l'équation I.1 (loi de Schmid) permet de déterminer le système de glissement privilégié suivant la direction d'application de la contrainte.

$$m = (\cos\lambda)(\cos\theta) \qquad \text{I.1}$$

Avec λ l'angle entre la direction de glissement et la direction de sollicitation mécanique, θ l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction de la sollicitation mécanique. Plus la valeur de ce facteur est élevée et plus le système de glissement concerné sera privilégié lors de l'essais mécanique. De plus, le glissement multiple (activation de plusieurs systèmes de glissement) intervient d'autant plus que les valeurs *m* des différents systèmes sont rapprochées.

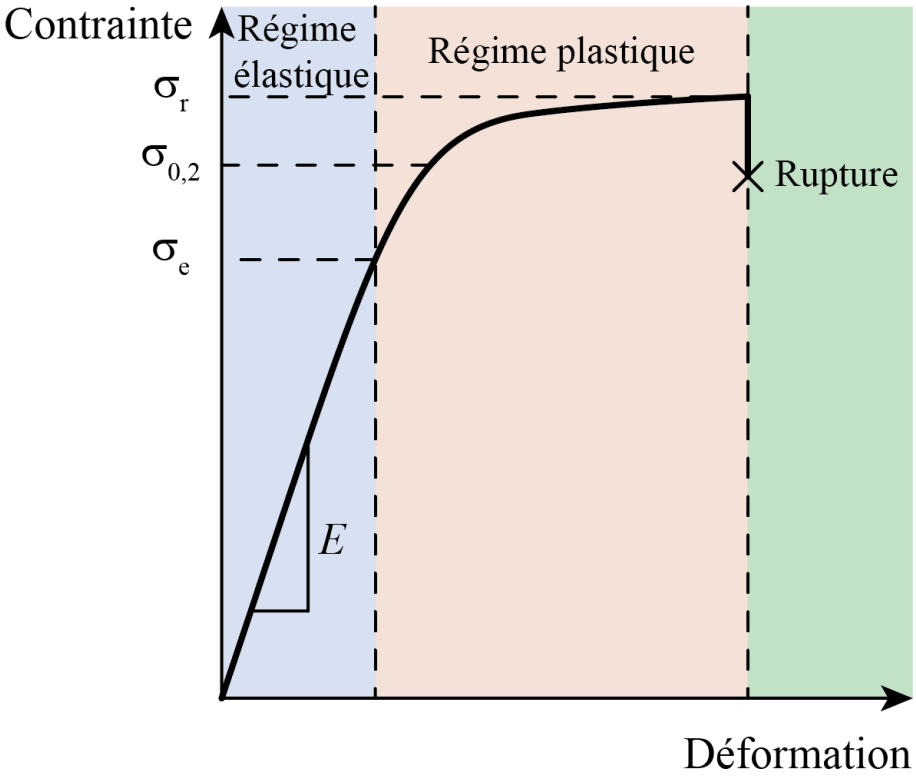


Figure I.1. *Courbe de contrainte-déformation avec la limite d'élasticité σ_e, la limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ prise à 0,2% de déformation plastique, la contrainte à la rupture σ_r et le module d'Young E, ainsi que les différents régimes : en bleu le domaine élastique, en orange le domaine plastique et en vert la rupture.*

La déformation plastique d'un matériau est induite par la nucléation et la propagation des défauts linéaires que sont les dislocations. Ces défauts sont caractérisés par leur direction de ligne $\vec{l}$ et par leur vecteur de Burgers $\vec{b}$ traduisant l'amplitude de cisaillement provoqué par le passage de la dislocation. La propagation d'une dislocation dans un plan de glissement entraîne le cisaillement des plans atomiques les uns par rapport aux autres et conduit à la formation d'une « marche » en surface du cristal dont la hauteur est égale à la norme de la projection du vecteur de Burgers. L'angle formé entre $\vec{u}$ et $\vec{b}$ défini le caractère de la dislocation : s'ils sont perpendiculaires, la dislocation est dite « coin » ; s'ils sont parallèles, elle est dite « vis » et pour un angle quelconque, la dislocation est dite « mixte ». La Figure I.2 illustre ces trois configurations avec en a) le caractère « coin », en b) le caractère « vis » et en c) la configuration « mixte ».

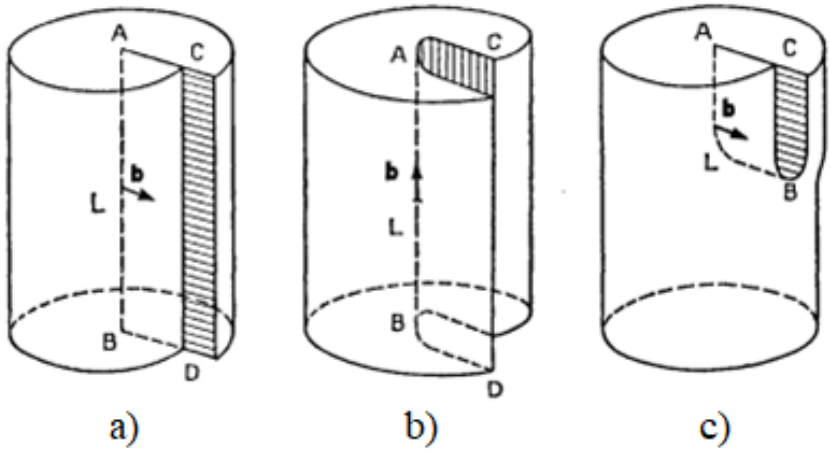


Figure I.2. *a) Représentation schématique d'une dislocation coin, b) d'une dislocation vis et c) d'une dislocation mixte avec une composante coin en A et une composante vis en B* [1].

Une dislocation parfaite peut se dissocier en deux dislocations dites « partielles » si cela assure un gain énergétique ; la condition I.2 (critère de Franck) doit donc être respectée :

$$\|\overrightarrow{b_1}\|^2 > \|\overrightarrow{b_2}\|^2 + \|\overrightarrow{b_3}\|^2 \qquad \text{I.2}$$

Avec $\overrightarrow{b_1}$ le vecteur de Burgers de la dislocation parfaite et $\overrightarrow{b_2}$ ainsi que $\overrightarrow{b_3}$ les vecteurs de Burgers des deux dislocations partielles. La première dislocation partielle qui se propage est nommée dislocation partielle de « tête » et la deuxième est nommée dislocation partielle de « queue » : le passage de ces deux dislocations partielles dans le même plan de glissement conduit à un cisaillement équivalent à celui qu'aurait induit le glissement de la dislocation parfaite associée. Lors du seul passage d'une dislocation partielle de tête, la séquence d'empilement des plans atomiques s'en retrouve modifiée et

conduit à l'apparition d'un défaut d'empilement au sein du cristal. L'énergie par unité de surface du défaut d'empilement permet de le caractériser et est nommée « énergie de défaut d'empilement ». Du point de vue énergétique, la création d'un défaut d'empilement est potentiellement défavorable et s'oppose donc à la dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles. Cela a pour conséquence de générer une force de rappel sur les dislocations de tête et de queue qui s'oppose à la force de répulsion élastique. Un équilibre est alors atteint lorsque ces deux forces se compensent parfaitement avec une distance de dissociation d'équilibre [1].

Enfin, lorsque la dissociation intervient dans plusieurs plans de glissement consécutifs, une macle de déformation (ou macle mécanique) se forme. Celle-ci est caractérisée par un plan de symétrie entre le cristal parent (ou matrice) et le cristal maclé (ou macle) et l'interface entre les deux cristaux constitue le joint de macle. La Figure I.3 illustre la relation de symétrie entre les deux régions, ainsi que le joint de macle. Les macles ont été identifiées dans un grand nombre de matériaux et pour des structures cristallographiques variées, notamment dans le cas de semiconducteurs comme le silicium [2]. Les macles de déformation apparaissent préférentiellement à basse température du fait de la haute mobilité des atomes lorsque la température augmente. Le maclage est aussi très dépendant de la vitesse de déformation dont l'augmentation favorise la contribution du maclage dans l'accommodation de la déformation. Deux types d'apparition des macles sont possibles : du maclage tardif ayant peu d'effet sur les courbes *contrainte – déformation* et du maclage soudain provoquant des chutes de contrainte visibles sur les courbes *contrainte-déformation* [3].

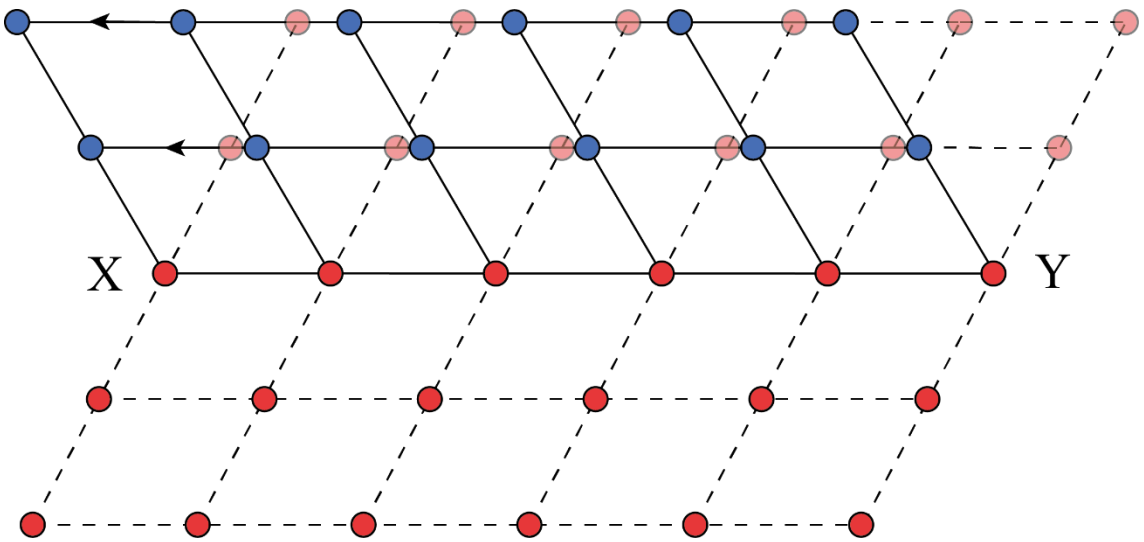


Figure I.3. *Schéma présentant le maclage avec en rouge la phase parent et en bleu la phase maclée. L'axe (X-Y) représente le joint de macle à l'interface entre les deux phases.*

I.1.2. Effet de taille et comportement mécanique

Le développement des technologies de miniaturisation notamment dans le domaine de la micro-électronique a permis la réalisation d'échantillons atteignant des dimensions micrométriques voire sub-micrométriques révélant des propriétés parfois modifiées par rapport aux matériaux massifs. En ce sens, la compression de micro-piliers est devenue l'une des techniques les plus employées pour étudier les effets de taille associés aux propriétés mécaniques des échantillons de petite dimension. L'une des premières études est celle réalisée par Uchic *et al*. en 2004 [4] dans le cas de la déformation de micro-piliers de nickel (Ni). Cette étude montre la modification du comportement mécanique de micro-piliers (5 µm à 40 µm de diamètre) en comparaison avec la déformation d'un échantillon massif (Figure I.4) : l'augmentation de la limite d'élasticité ainsi qu'un profil en « escalier » du domaine plastique illustrent l'effet de la réduction de taille. Une multitude d'études existent sur un grand nombre de catégories de matériaux ductiles mais nous ne citerons ici que le cas des matériaux fragiles comme les carbures et borures [5–7], les aluminures [8,9] et, bien entendu, les semiconducteurs dont les études sont présentés dans les parties suivantes. Korte *et al*. a publié en 2017 [10] un article référençant les avancées concernant la compréhension de la plasticité des matériaux fragiles et l'effet de taille par micro-compression de micro-piliers. Un grand nombre de matériaux y sont répertoriés dont les semiconducteurs qui concernent cette étude. Ces résultats seront détaillés ultérieurement.

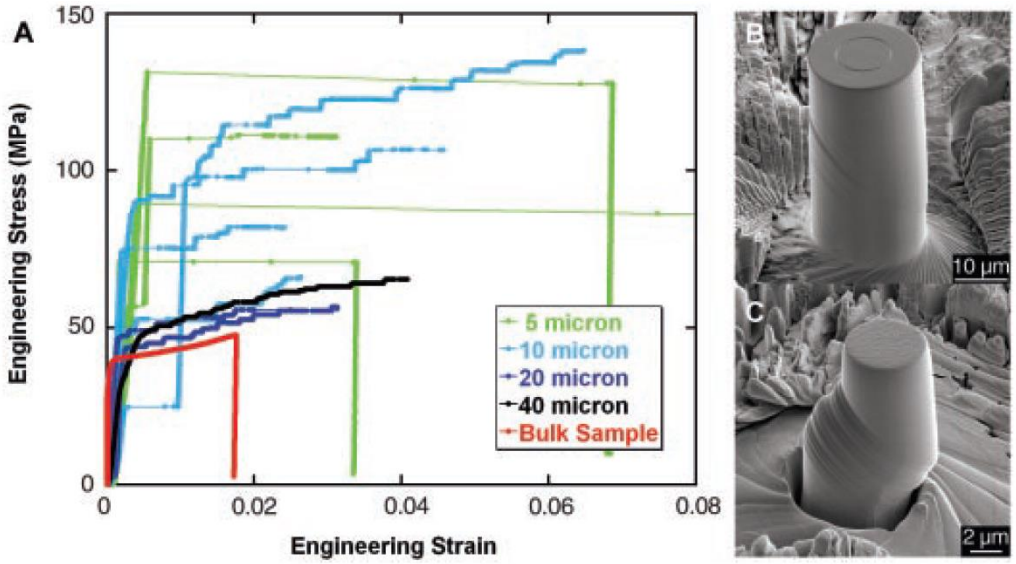


Figure I.4. *Courbes de contrainte-déformation dans le cas de micro-piliers de Ni de tailles différentes* [4].

I.2. La transition fragile-ductile dans les semiconducteurs

I.2.1. Généralités

A l'état massif, les semiconducteurs sont plutôt fragiles et ont tendance à se fissurer et à se rompre sous la contrainte appliquée (création de deux surfaces pour relaxer la contrainte subit). L'activation de la ductilité pour ces matériaux peut s'effectuer en augmentant la température de l'échantillon : la nucléation ainsi que la mobilité des dislocations s'en retrouve plus importante et une déformation plastique est alors possible. La température seuil définissant la transition fragile-ductile thermique est communément observée autour de $0{,}6 \times T_f$ où T_f est la température de fusion du matériau. Les Figures I.5.a) et b) présentent par exemple les courbes de *contrainte-déformation* (contraintes résolues dans le plan de glissement ou CRSS) obtenues par Gottschalk *et al.* en 1978 [11] par compression uni-axiale, réalisées autour de $0{,}65 \times T_f$. Beaucoup d'autres études ont été réalisées en fonction de la température pour étudier le domaine de plasticité des matériaux fragiles : Suzuki *et al.* pour les composés III-V [12], Yonenaga *et al.* en s'appuyant sur les mesures localisées grâce à des essais de micro-dureté appliqués à plusieurs semiconducteurs [13], Rabier *et al.* sur la silicium (Si) [14], Kedjar *et al.* sur la déformation de l'antimoniure d'indium (InSb) en fonction de la température ou encore Yonenaga *et al.* sur l'étude de nitrures [15,16]. Les études consacrées à la déformation plastique d'échantillons massifs de matériaux fragiles utilisent généralement un confinement solide ou gazeux (pression hydrostatique) afin de limiter au maximum l'apparition de fissures lors de l'essais mécanique.

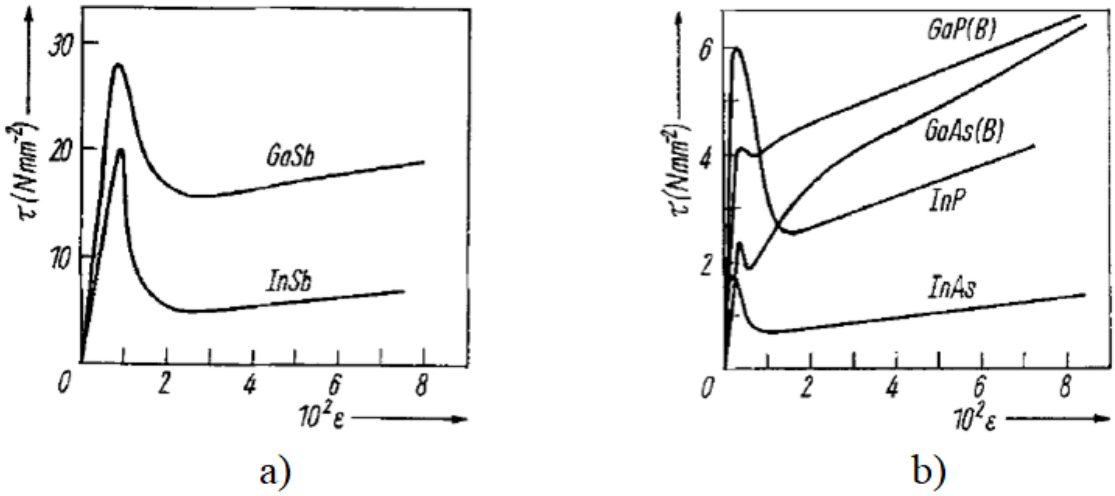


Figure I.5. *Courbes contrainte-déformation (contrainte CRSS) pour différents semiconducteurs* [11].

I.2.2. Les semiconducteurs simples : cas du silicium

I.2.2.a. Aspects cristallographiques

Le silicium (Si) est un élément chimique appartenant au groupe IV et se présente sous une forme cristalline à température ambiante et pression atmosphérique. Un cristal de silicium possède une structure cubique à faces centrées (CFC) de type « diamant » : cette configuration correspond à une structure CFC dont un site tétraédrique sur deux est occupé par un atome de Si. Le paramètre de maille a à température ambiante vaut 5,43 Å [17] et la Figure I.6 présente un schéma de la structure cristallographique.

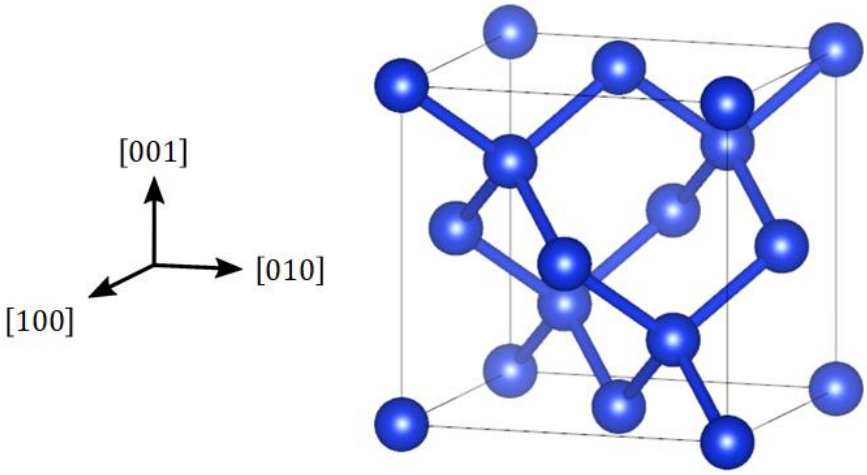


Figure I.6. *Schéma de la structure cubique faces centrées « diamant » du silicium.*

La structure CFC diamant offre la particularité de proposer deux modes de glissement pour les dislocations au sein des plans de type {111}. La Figure I.7 illustre la succession des plans {111} pour mettre en évidence ces deux modes : le cisaillement des plans éloignés nommé « *shuffle set* » (SS) et le cisaillement des plans rapprochés nommé « *glide set* » (GS). Cette particularité n'est pas exclusive au silicium et se retrouve dans un grand nombre de matériaux dont la structure est de type CFC « diamant » ou encore de type « zinc blende ». Hornstra a réalisé une étude théorique sur les dislocations dans la structure diamant [18] afin de déterminer les configurations les plus favorables d'un point de vue énergétique et cinétique. Il a ainsi considéré toutes les dislocations envisageables selon le système de glissement, le caractère de la dislocation et la nature de celle-ci. L'étude conclut que chaque type de dislocation peut exister sous une forme plus ou moins mobile et que la dissociation ne peut intervenir que sous certaines configurations.

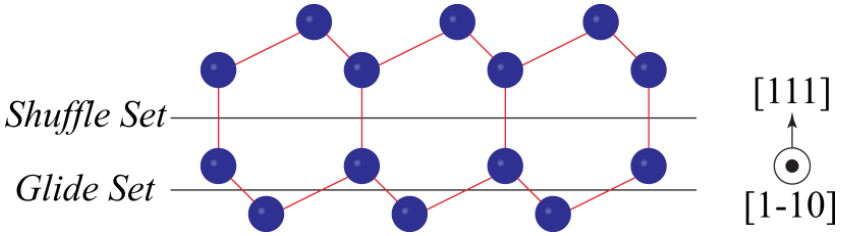


Figure I.7. *Schéma de la structure CFC « diamant » suivant la direction* [$1\bar{1}0$].

I.2.2.b. La transition fragile-ductile dans le cas du matériau massif

Comme indiqué plus haut, la déformation plastique des matériaux fragiles (comme Si) nécessite des conditions particulières afin d'éviter la rupture et permettre la mobilité des dislocations. L'activation thermique se révèle être un levier efficace pour accéder à la plasticité de ces matériaux. En outre, l'utilisation d'un confinement hydrostatique permet de limiter la formation de fissures amenant à la rupture du matériau. Une transformation de phase du Si peut apparaitre si la pression hydrostatique atteint 11 GPa environ. Elle est mise en évidence par différentes études, notamment lors de déformation sous confinement solide [19] ou de (nano-)indentations [20,21].

Dans le domaine des hautes températures, plusieurs études suggèrent un changement de mécanisme de déformation. Des essais de traction ont été réalisé en 1996 par Yonenaga *et al.* [22] et montrent cette dépendance en température sur la limite d'élasticité des échantillons de Si. Castaing *et al.* [23] ont mis en évidence une évolution de la limite d'élasticité suggérant une transition au voisinage de 600°C. Cette transition est associée à un changement de mécanisme passant de dislocations parfaites (dans le plan SS) à une dissociation en dislocations partielles (se propageant dans le plan GS). Des simulations numérique *ab-initio* confortent le détail de cette transition via le calcul des énergies de défaut d'empilement dans les deux modes [24]réalisé par Kaxiras *et al.* et ensuite appliqué par Joòs *et al*. en 1994 puis par Ren *et al.* [24–26] . A température ambiante, Hill et Rowcliffe [27] ont réalisé des indentations sur un échantillon de Si et ont observé la présence de boucles de dislocations (dislocations à 30° et 60°) se propageant dans les plans {111}. Enfin, Rabier *et al.* [28] ont réalisé des tests de compressions sur Si sous confinement gazeux à température ambiante, ainsi qu'à 150°C et ont observé des dislocations parfaites se propageant suivant le mode SS à 150°C. D'autres preuves de la présence de dislocations parfaites de type SS ont par la suite été apportées par Rabier *et al.* [14,29,30].

Des calculs atomistiques présentés par Duesbery *et al.* [31] indiquent qu'à faible contrainte et haute température, la plasticité est gouvernée par la propagation de dislocations parfaites dissociées dans le mode GS. Lorsque la contrainte augmente suffisamment, à basse température et forte contrainte, il semblerait que la propagation de dislocations parfaites non dissociées dans le mode SS soit possible.

I.2.2.c. Effet de taille dans le silicium

Dans les matériaux fragiles (comme c'est le cas des semiconducteurs), la réduction de la taille permet de passer un seuil dimensionnel en dessous duquel la plasticité devient plus favorable que l'amorçage des fissures : il s'agit d'un effet de taille. Ce seuil correspond ainsi à une transition fragile-ductile dimensionnelle : cette taille critique est différente suivant le matériau. Östlund *et al.* ont développé la formule I.3 ci-dessous dans le cas de l'arséniure de gallium (GaAs) [32] (appliquée au silicium par Korte *et al.* [33], voire plus bas), pour tenter de prédire cette taille critique associée à la transition dimensionnelle :

$$\sigma_s = \frac{K_{Ic}}{K_s \beta \sqrt{d}} \qquad \text{I.3}$$

Avec σ_s la contrainte critique permettant de propager une fissure, K_{Ic} la ténacité du matériau, K_s un paramètre lié à la cristallographie du système défini par le facteur de Schmid et l'angle entre l'axe de compression du micro-pilier et le plan de glissement, β un paramètre fixé à 1,1 par les auteurs [32] et enfin d le diamètre critique de l'échantillon (ici des micro-piliers). Différentes hypothèses ont été émises pour tenter d'expliquer la transition fragile-ductile dimensionnelle : l'absence statistique de défauts initiaux [34,35], une augmentation de l'énergie nécessaire à la génération de fissures [36] ou encore une augmentation de la contrainte nécessaire à la propagation des fissures [32].

Östlund *et al.* [36] ont étudié la déformation de micro-piliers de Si à température ambiante dont les diamètres varient de 230 nm à 940 nm. Ils ont mis en évidence une transition dimensionnelle se situant entre 310 nm et 400 nm de diamètre, avec l'apparition de fissures au-dessus de 400 nm (illustré par la Figure I.8).

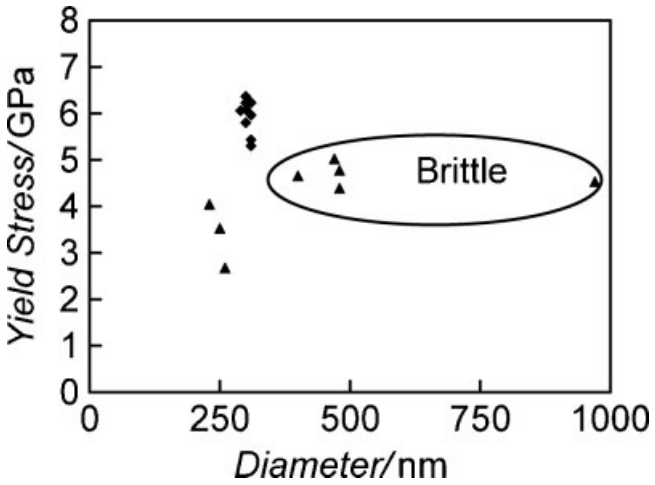


Figure I.8. *Graphique présentant la limite d'élasticité obtenue lors de compressions de micro-piliers de Si à température ambiante pour des diamètres différents* [36].

Korte *et al.* [33] ont étudié la déformation de micro-piliers de Si en fonction de la taille et de la température. Les données de cette étude sont présentées dans la Figure I.9 avec, en bleu, les données obtenues à température ambiante, en vert, celles obtenues à 200°C et, en orange/rouge, celles obtenues à 400°C. La taille des micro-piliers va de 0,35 µm à 4,1 µm de diamètre dans le cas des déformations à température ambiante et est 2 µm pour les essais à haute température. Les résultats obtenus conduisent aux observations suivantes : la réduction de la taille des échantillons permet de limiter le phénomène de fissuration avec notamment une taille de transition située autour de 0,4 µm (en accord avec les observations de Östlund *et al.* [36]) tandis que l'augmentation de la température fait chuter la limite d'élasticité des micro-piliers de silicium et permet d'éviter l'apparition de fissures axiales. De plus, un modèle prédictif (Figure I.10) sur la transition *fissuration-déformation plastique* a été proposé pour Si en adaptant la formule I.3 proposée par Östlund [32]. Il est intéressant de constater qu'à température ambiante, le diamètre nécessaire à la suppression des fissures doit être inférieur à 1 µm confirmant les résultats expérimentaux d'autres groupes de recherche [33,36].

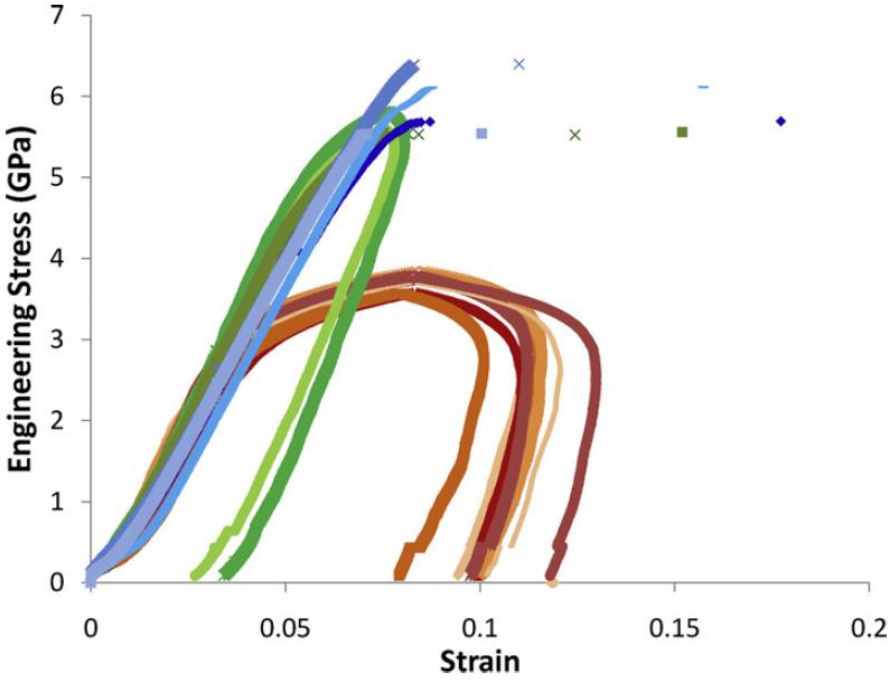


Figure I.9. *Courbes de contrainte déformation de micro-piliers de Si réalisées à 25°C (courbes bleues), à 200°C (courbes vertes) et à 400°C (courbes oranges et rouges)* [33].

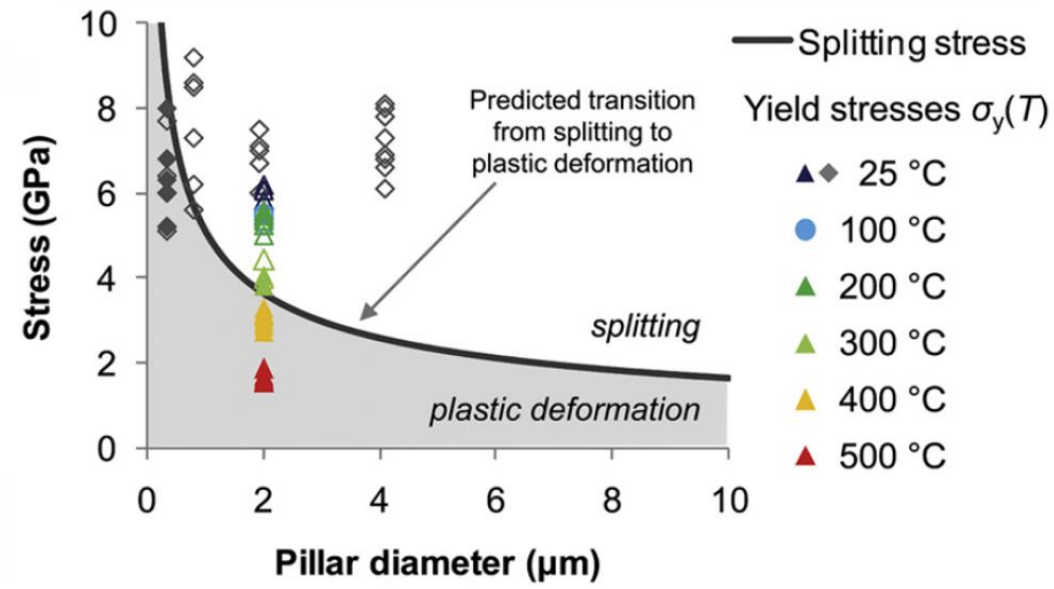


Figure I.10. *Modèle prédictif sur la transition fragile-ductile en fonction du diamètre du micro-pilier et plusieurs données expérimentales en fonction de la température* [33].

Dans une autre étude, Rabier *et al.* [37] ont déformé des micro-piliers de Si de différentes tailles et sur une gamme de température allant de 25°C à 500°C. La Figure I.11 montre deux

micrographies de micro-piliers de Si déformés à 200°C et de diamètre de 880 nm pour a) et 2 µm pour b). Cette comparaison illustre bien le changement de mécanisme de déformation : pour une taille suffisamment petite, plusieurs traces de glissement le long du micro-pilier sont visibles et pour une taille plus importante, un cisaillement très limité et l'apparition d'une fissure verticale. La Figure I.12 illustre l'influence du diamètre des micro-piliers sur la limite d'élasticité : comme dans les autres études, celle-ci augmente lorsque les dimensions des micro-piliers de Si diminuent [37].

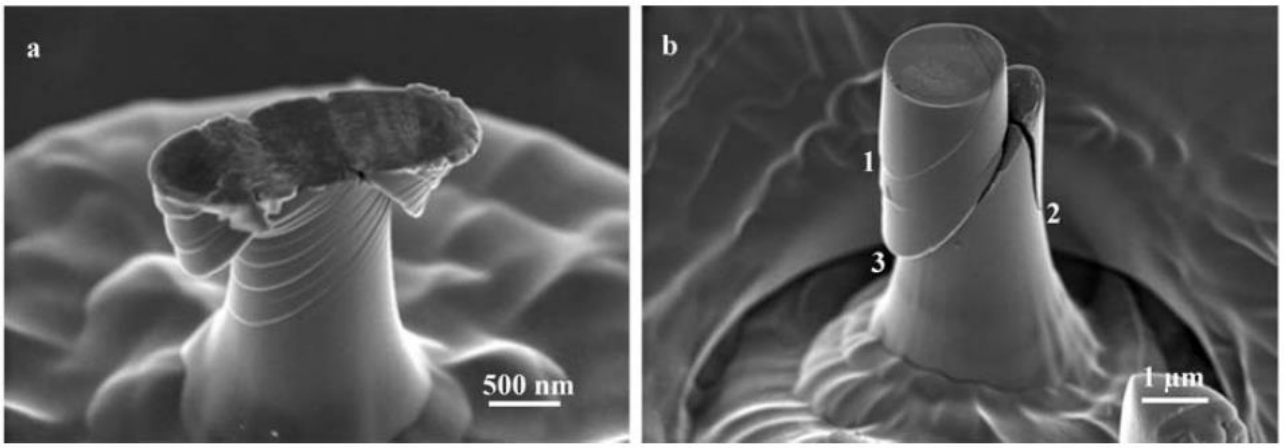


Figure I.11. *Micrographies MEB de micro-piliers de Si déformé à 200°C : a) diamètre de 880 nm et b) diamètre de 2 µm* [37].

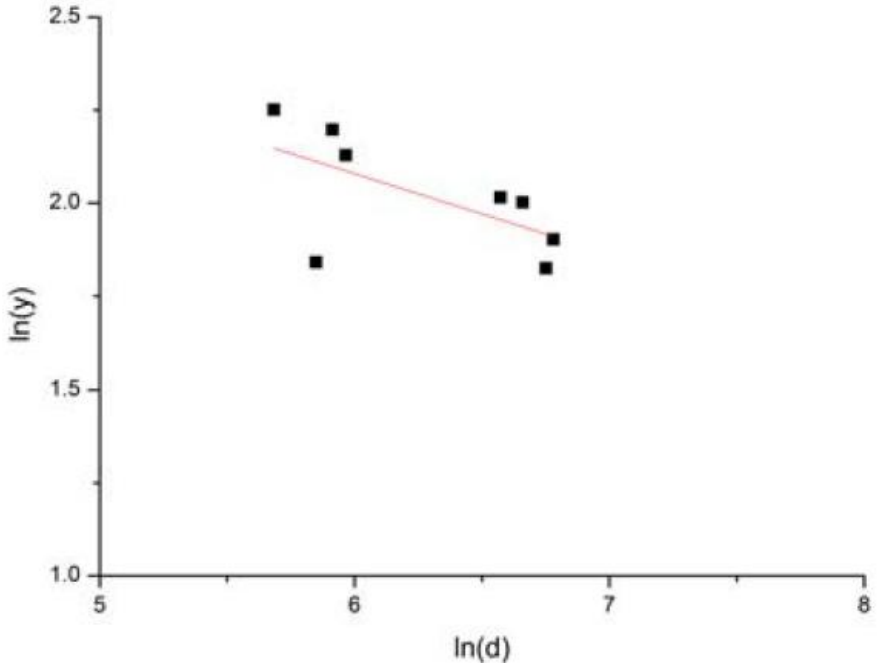


Figure I.12. *Graphique présentant l'influence du diamètre des micro-piliers de Si sur la limite d'élasticité* [37].

Merabet *et al.* [38] ont étudié la déformation de micro-piliers de Si de 100 nm de diamètre (fabriqués par lithographie) à température ambiante par des essais expérimentaux, complétés par des simulations par dynamique moléculaire (DM). Des analyses HRTEM indiquent la coexistence de dislocations parfaites non dissociées et dissociées dans les micro-piliers. La dissociation à température ambiante représente un mécanisme nouveau pour le matériau puisqu'il conduit à l'apparition de dislocations partielles qui pourraient être associées au mode SS. Des calculs d'énergie de cœur confirment la possibilité de ce type de dissociation [39] mais aucune preuve expérimentale n'a été apportée à ce jour. Par ailleurs, des défauts inhabituels caractérisés par une déviation du glissement depuis les plans de glissement primaires {111} vers des plans de type {115}. Cette déviation semble impliquer un changement de phase localisé, passant d'une structure CFC à une structure hexagonale compacte [40].

Plus récemment, Chen *et al*. [41] ont étudié la transition fragile-ductile dimensionnelle du silicium à température ambiante en utilisant des micro-piliers fabriqués via deux méthodes différentes : par lithographie électronique et par gravure FIB. Ainsi, dans le cas des micro-piliers fabriqués par lithographie, le diamètre de transition est estimé à 3,5 µm comme illustré par la Figure I.13. Dans le cas des micro-piliers fabriqués par gravure FIB, l'étude démontre la fragilité accrue de ces micro-piliers en comparaison avec ceux issus de la lithographie : aucune déformation plastique significative n'a pu être observée au-dessus de 0,5 µm de diamètre. Cette différence est attribuée par les auteurs à la méthode de gravure qui induit une couche amorphe impactant la nucléation des défauts. Dans le cas où la plasticité est déclenchée, une modification de la nature des dislocations est identifiée avec : 1) la nucléation et la propagation de dislocations parfaites préférentiellement pour le régime des fortes contraintes lié aux tailles les plus petites et 2) la présence de dislocations partielles pour les dimensions proches de la taille de transition fragile-ductile. Ces observations corroborent les résultats de Godet *et al.* [42] qui mettent en avant la présence de ces deux régimes de contrainte via des calculs par DM.

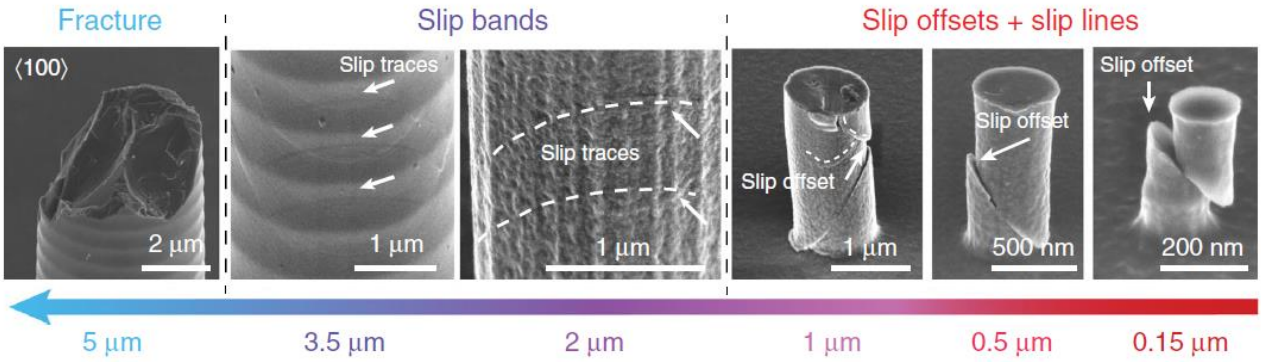


Figure I.13. *Micrographies MEB de micro-piliers de Si fabriqués par lithographie et déformés à température ambiante pour des diamètres allant de 150 nm à 5 µm* [41].

I.2.3. Les composés III-V à structure cubique : cas de l'antimoniure d'indium (InSb)

I.2.3.a. Aspects cristallographiques

L'antimoniure d'indium (InSb) est un composé III-V appartenant au groupe d'espace $F\bar{4}3m$ comprenant des atomes d'indium et d'antimoine de numéro atomique respectif 49 (colonne III du tableau périodique des éléments chimiques) et 51 (colonne V). Ce matériau cristallise dans la structure sphalérite dite « zinc blende » dans les conditions de température et de pression ambiante. Cette structure cristallographique particulière peut être vue comme l'association de deux mailles cubique faces centrées (CFC) imbriquées mais dont l'une d'elles est décalée par rapport à l'autre d'un vecteur $(\frac{1}{4};\frac{1}{4};\frac{1}{4})$. La Figure I.14 présente la maille élémentaire du matériau contenant 4 atomes d'antimoine et 4 atomes d'indium. Le paramètre de maille à 300 K vaut 0,647 nm.

Une projection dans la direction $[1\bar{1}0]$ présentée en Figure I.15 permet de mettre en évidence la succession de plans denses exclusivement constitués d'atomes In ou Sb, conduisant par conséquent à une structure non centro-symétrique (pas d'équivalence entre les directions [111] et $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$). A l'échelle macroscopique, la découpe d'un échantillon d'InSb parallèlement aux plans ⟨111⟩ conduirait à l'obtention d'une face exclusivement constituée d'atomes In tandis que l'autre face sera constituée d'atomes Sb. Il y aurait ainsi une alternance de plans d'atomes In et d'atomes Sb donnant lieu à une structure polaire. De plus, cette succession de plans ⟨111⟩ présente deux modes possibles pour le glissement des dislocations (comme pour le silicium présenté plus haut) : le mode GS correspondant

au cisaillement de deux plans successifs rapprochés et le mode SS correspondant quant à lui au cisaillement de deux plans successifs éloignés.

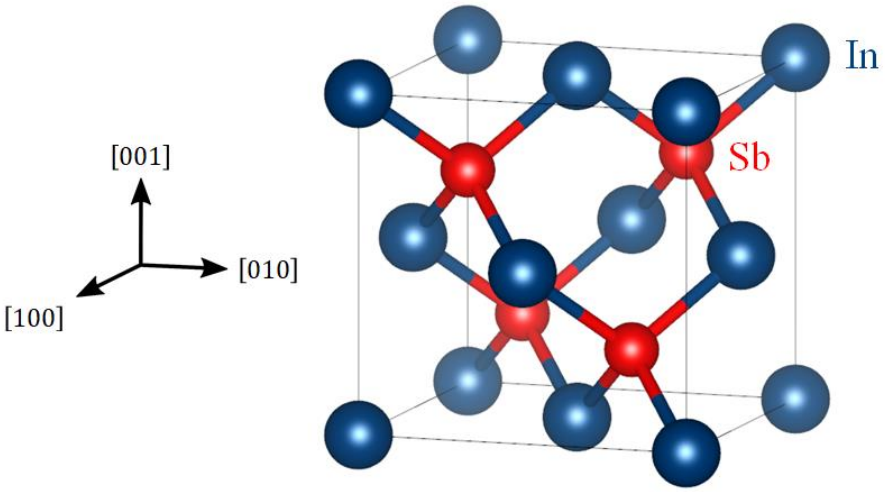


Figure I.14. *Maille élémentaire de la structure sphalérite dite « zinc blende » dans le cas d'InSb.*

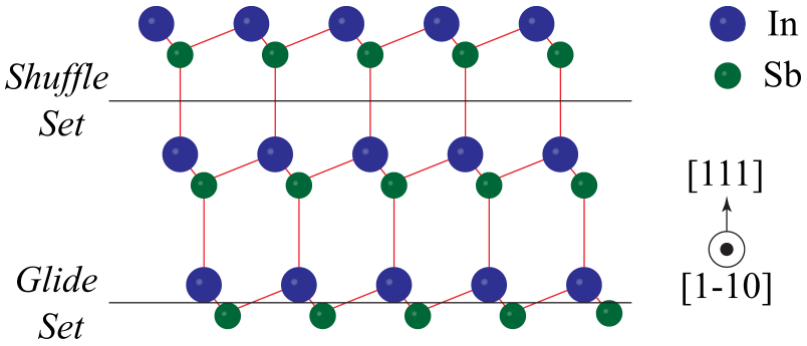


Figure I.15. *Projection de la maille élémentaire d'InSb dans le plan* $(1\bar{1}0)$.

I.2.3.b. La transition fragile-ductile du matériau massif

L'étude de la plasticité du monocristal massif d'InSb a débuté dans les années 1960 avec des essais de fluage par une déformation en trois points réalisée par Peissker *et al.* [43]. D'autres études comme celles de Shimizu et Sumino [44,45] ont démontré l'influence de la polarité du cristal d'InSb sur le comportement mécanique lors d'essais de flexion 4 points en fonction de la température. Gottschalk *et al.* [11] ont réalisé des essais de compression uni axiaux sur plusieurs semiconducteurs dont InSb. Ces études montrent notamment que les essais de déformation en fonction de la température mettent en évidence un régime plastique étendu avec un taux de déformation important à haute température alors que le matériau est fragile à température et pression ambiantes.

Plus récemment, Kedjar *et al.* ont étudié la plasticité d'InSb par compression uniaxiale sous confinement gazeux et indentation à des températures allant de -176°C à 400°C [46–48]. L'influence de la température sur la limite d'élasticité est clairement visible sur la Figure I.16 qui présente les courbes de *contrainte-déformation* obtenues dans cette étude. L'augmentation de la température entraîne une diminution de la limite d'élasticité du matériau : celle-ci passe d'environ 700 MPa à 20°C à environ 100 MPa à 400°C.

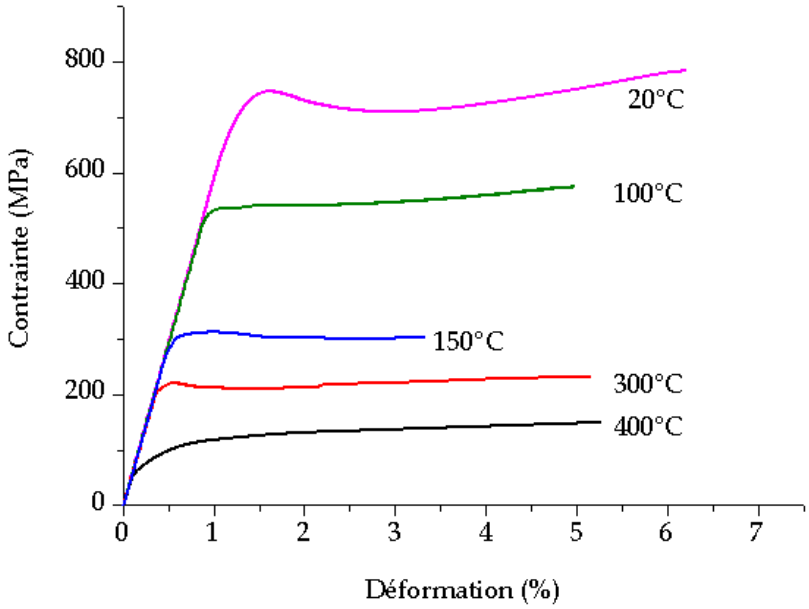


Figure I.16. *Courbes de contrainte-déformation en fonction de la température de l'échantillon réalisé par Kedjar et al. sur InSb* [46].

Cette étude met en évidence deux températures de transitions. Dans le régime ductile situé au-dessus de 150°C, des dislocations parfaites dissociées sont observées par MET. Entre 150°C et 20°C, dans le régime fragile, la déformation plastique s'effectue via le glissement de dislocations partielles de Shockley et/ou de dislocations parfaites fortement dissociées (à 20°C, il y a coexistence de ces deux types de dislocations). Enfin, en dessous de 20°C, seules des dislocations parfaites non dissociées sont observées par MET. La température de transition de 150°C est directement associée à la transition fragile-ductile d'InSb tandis que la seconde température de transition, à 20°C, correspond à une transition des mécanismes de déformation au sein du domaine « faible température et forte contrainte » [47]. Certaines études ont démontré l'impossibilité d'obtenir le glissement de dislocations partielles de Shockley dans le mode SS, et ce pour des considérations géométriques [18,31]. L'étude de Kedjar *et al.* [46,47] suggère alors que pour des températures

supérieures ou égales à 20°C, le glissement des dislocations s'effectue via le mode GS tandis qu'en dessous de 20°C, le cisaillement se réalise via le mode SS.

Plus récemment, Kumar *et al.* [49] ont calculé l'énergie de défaut d'empilement (*Generalized Stacking Fault Energy* ou GSFE) en utilisant la simulation par dynamique moléculaire (DM) et la théorie de la fonctionnelle de la densité (*Density Fonctional Theory* ou DFT). Cette étude confirme que la dissociation des dislocations ne peut avoir lieu que dans le GS pour des raisons énergétiques et qu'à basse température le SS est dominant. L'augmentation de la température permet alors au GS de devenir énergétiquement favorable face au SS, ce qui rejoint les observations faites par Kedjar *et al.* [47] et décrites plus haut. En résumé, la transition fragile-ductile associée à InSb intervient à 150°C et se caractérise par un changement de nature des dislocations, passant de dislocations partielles de Shockley dans le GS à des dislocations parfaites, elles aussi dans le GS. Une seconde transition apparaît autour de 20°C mais cette fois-ci associée à un changement de mode du cisaillement, passant du GS au SS lorsque la température diminue. La Figure I.17 schématise les conclusions de cette étude dans un graphique où les trois domaines décrits plus haut sont présentés (HT pour « haute température », BT pour « basse température » et TBT pour « très basse température »).

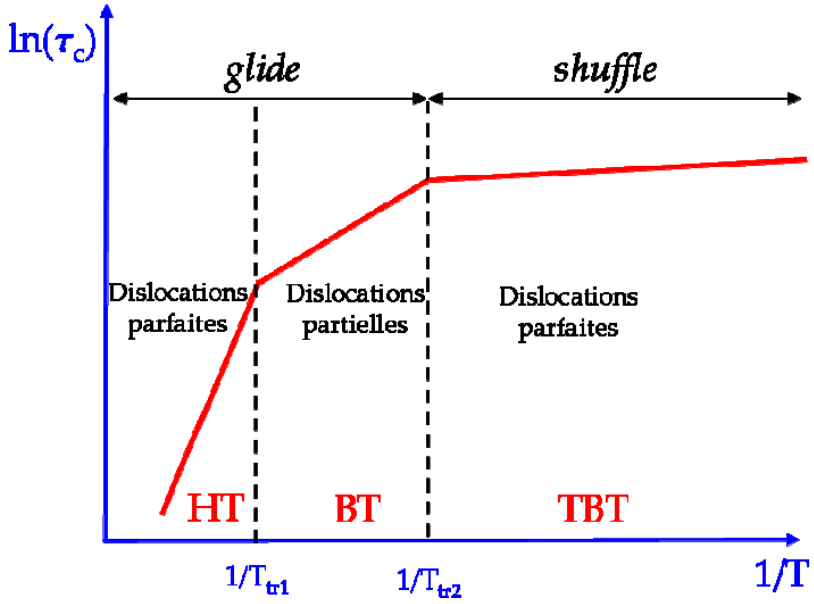


Figure I.17. *Représentation schématique du comportement mécanique d'InSb à l'état massif : les trois domaines de température sont associés au mode de glissement et à la microstructure observée* [48].

I.2.3.c. Effet de taille dans InSb

L'étude de la plasticité à petite échelle a été initiée sur InSb au début des années 2010 avec la déformation de micro-piliers par micro-compressions. Une étude de Thilly *et al.* [50] sur la déformation de micro-piliers d'InSb montre un comportement ductile du matériau jusqu'à un diamètre d'environ 17 µm, dimension au-delà de laquelle les fissures commencent à apparaître. La Figure I.18 montre les courbes *contrainte-déformation* pour plusieurs micro-piliers d'InSb dont les diamètres varient de 1 µm à 5,5 µm. La limite d'élasticité augmente lorsque la taille du micro-pilier diminue passant de 0,7 GPa pour un échantillon massif à un peu plus de 1 GPa pour les micro-piliers de 1 µm de diamètre. La Figure I.19 présente un montage d'une série de micrographies TEM reconstituant une lame mince d'un micro-pilier d'InSb de 3 µm de diamètre faiblement déformé à température ambiante (ε = 3%) : les flèches noires indiquent l'emplacement de défauts d'empilement crées par le glissement de dislocations partielles dans le système primaire, la flèche blanche indique un défaut similaire appartenant au système de glissement secondaire.

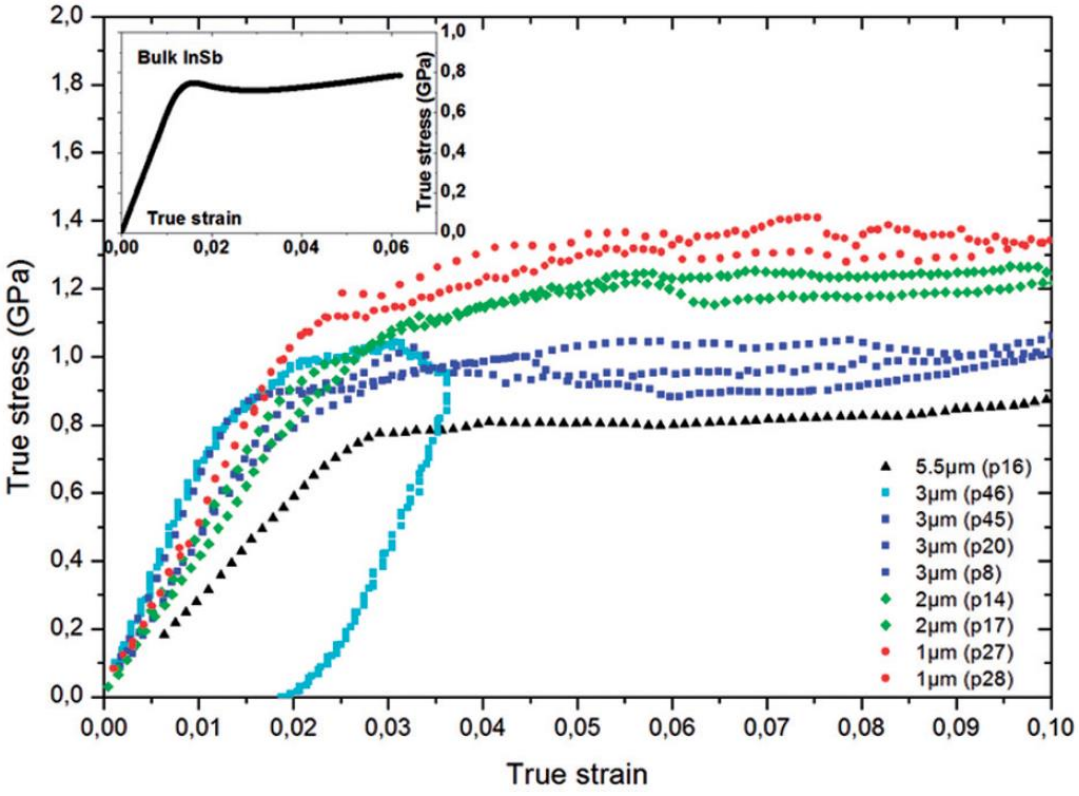


Figure I.18. *Courbes contrainte-déformation de micro-piliers d'InSb de diamètres différents à température ambiante* [50].

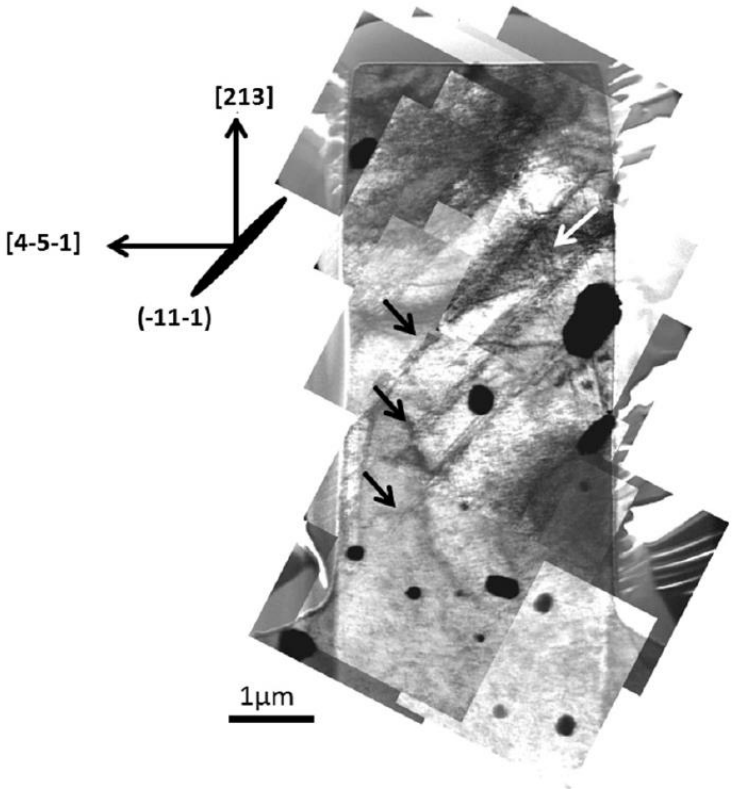


Figure I.19. *Montage* de *micrographies TEM d'un micro-pilier d'InSb de 3 µm de diamètre déformé à température ambiante contenant des défauts d'empilements* [50].

Par la suite, Wheeler *et al.* [51] ont réalisé des micro-compressions de micro-piliers d'InSb en faisant varier la température et en procédant à des sauts de vitesse de déformation afin d'en déduire la sensibilité à la vitesse de déformation *m* et le volume d'activation apparent V_{app} : la Figure I.20 montre les résultats obtenus. Une sensibilité *m* proche de 0,09 est déterminée, menant au calcul du volume d'activation de l'ordre de 5 b^3, en faveur d'un mécanisme de déformation faisant intervenir le glissement de dislocations partielles. En effet, Wheeler *et al.* [51] obtiennent un volume d'activation inférieur à 1 b^3 dans l'hypothèse du glissement de dislocations parfaites. Or, un volume d'activation inférieur à 1 b^3 est incompatible avec la propagation de dislocations mais correspond plutôt à des phénomènes de diffusion [52].

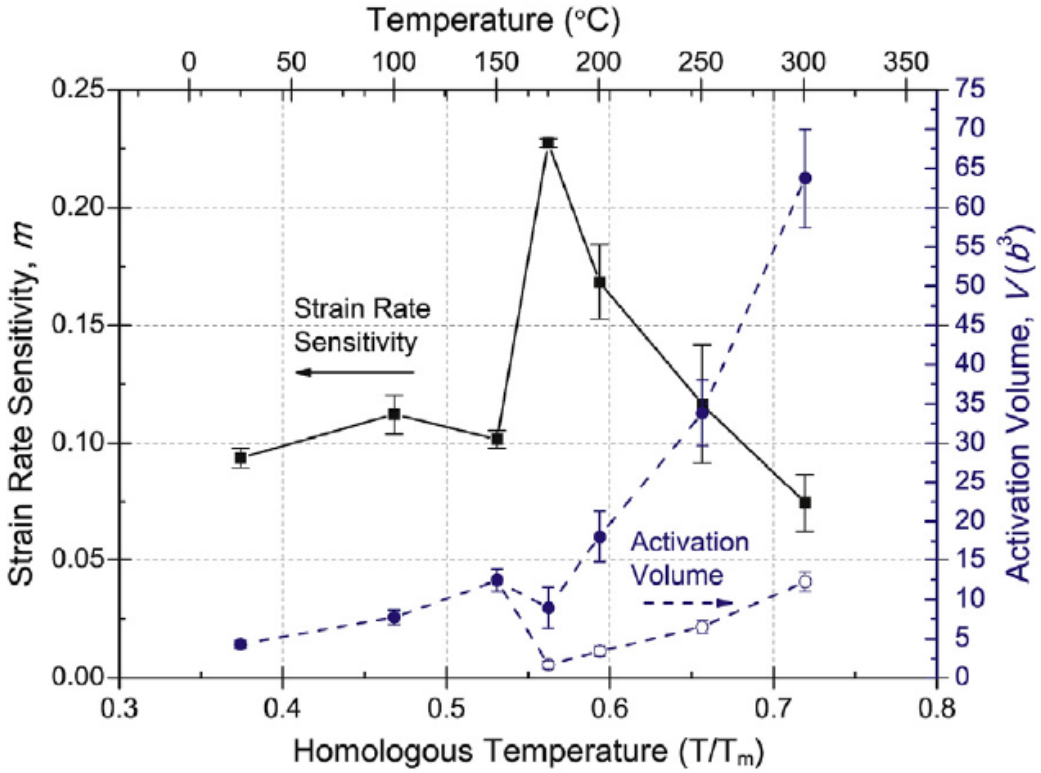


Figure I.20. *Graphique présentant la sensibilité m de micro-piliers d'InSb en fonction de la vitesse de déformation et le volume d'activation V_{app} correspondant en fonction de la température* [51].

I.2.4. Les composés III-V à structure hexagonale : cas du nitrure de gallium (GaN)

I.2.4.a. Aspects cristallographiques

Le nitrure de gallium est un semiconducteur III-V à large bande intéressant pour le domaine des composants de l'industrie micro-électronique. Il est transparent à la lumière visible et appartient au groupe d'espace $P6_3mc$. Il se retrouve sous deux structures cristallines possibles : une structure stable hexagonale de type « wurtzite » et une structure métastable cubique de type « zinc blende » (décrite dans la partie I.2.3.a). La structure hexagonale « wurtzite » correspond à deux sous-réseaux hexagonaux (un de Ga et l'autre de N) imbriqués dont l'un est décalé de $\frac{5}{8}$ de la maille suivant l'axe *c*. La proximité cristalline de ces deux structures est visible sur la figure I.21.a) et la différence se porte sur la séquence d'empilement suivant la direction [0001] de la structure hexagonale et la

direction [111] de la structure cubique (ajout d'un empilement C absent de la structure hexagonale). Par conséquent, l'orientation des tétraèdres présentés sur la Figure I.21.b) est identique pour la structure « wurtzite » mais en opposition pour la structure « zinc blende ». La structure hexagonale prédomine naturellement mais une concentration importante de défauts structuraux, en particulier de défauts d'empilement, peut amener à l'apparition de la phase cubique. Au cours de cette thèse, nous avons utilisé des échantillons de GaN dont la structure cristallographique est hexagonale compacte. Par conséquent, la suite de l'étude est consacrée à l'analyse de plasticité dans cette structure.

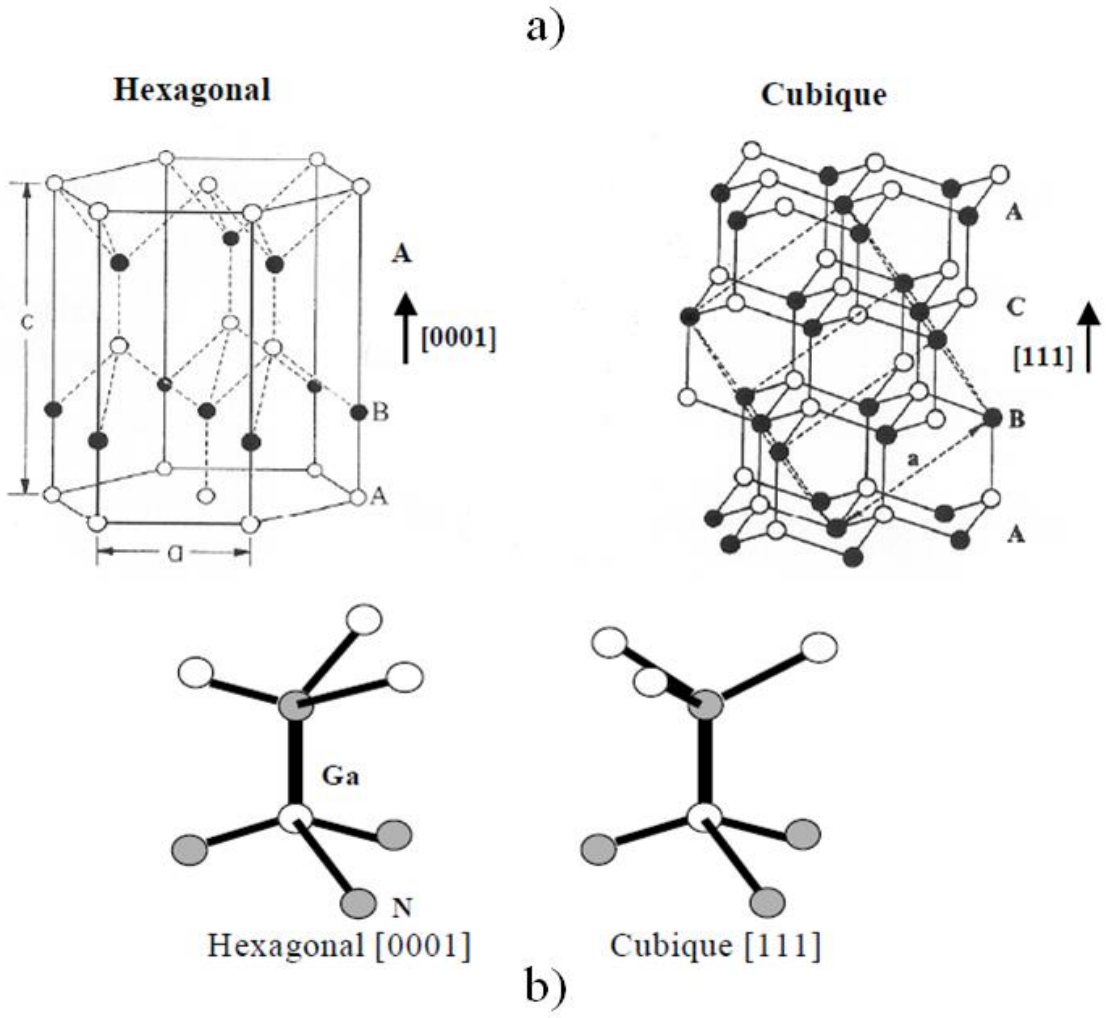


Figure I.21. a) *schéma de la structure hexagonale et de la structure cubique de GaN avec A, B et C les séquences d'empilement et a/c les paramètres de maille pour les deux structures, b) schéma montrant la différence d'orientation des tétraèdres entre les deux configurations structurelles* [53].

Dans le cas de la structure hexagonale compacte (HC), l'utilisation classique de la notation à 3 indices de Miller ne rend pas bien compte des équivalences entre plusieurs plans ou directions. Pour

faciliter la compréhension des directions et des plans dans cette structure, une notation à 4 indices de Miller-Bravais est utilisée. Ainsi, le plan de base contient trois vecteurs au lieu de deux pour la notation classique : $\overrightarrow{a_1}$, $\overrightarrow{a_2}$ et $\overrightarrow{a_3}$. Ces trois vecteurs sont liés aux indices *HKi* de la notation à 4 indices (*HKiL*) et doivent respecter la condition suivante :

$$\overrightarrow{a_1} + \overrightarrow{a_2} + \overrightarrow{a_3} = 0 \qquad \text{I.1}$$

Pour transposer une notation à 3 indices dans une notation à 4 indices, il suffit d'appliquer les règles suivantes :

- Un plan indexé (*hkl*) est indexé (*HKiL*) avec $\begin{cases} H = h \\ K = k \\ i = -h-k \\ L = l \end{cases}$.
- Une direction [*uvw*] s'écrit [*UVTW*] avec $\begin{cases} U = \frac{1}{3}(2u - v) \\ V = \frac{1}{3}(2v - u) \\ T = -U - V \\ W = w \end{cases}$.

Le vecteur $\vec{L}$ est invariant entre les deux notations et correspond au vecteur perpendiculaire au plan de base. Dans la structure HC, $\vec{L}$ est défini par le paramètre *c* (qui correspond aussi à l'un des paramètres de maille du matériau) comme l'indique la Figure I.23.

A l'instar du tétraèdre de Thompson [54] pour les structures cubiques, il est possible de déterminer les différents vecteurs de Burgers possibles pour les structures HC en utilisant un double tétraèdre [55,56] illustré par la Figure I.22. Ainsi, le Tableau I.1 recense les différents types de dislocations possibles à partir de la Figure I.22. Les systèmes de glissement des structures hexagonales compactes sont listés dans le Tableau I.2, en association avec la Figure I.23 qui illustre les différents plans de glissement possibles. Il faut noter que les plans prismatiques et pyramidaux peuvent contenir deux systèmes de glissement différents selon la direction de glissement des dislocations (direction dans le plan de base ou selon la diagonale des faces rectangulaires de l'hexagone). Comme l'énergie élastique des dislocations est proportionnelle au carré du vecteur de Burgers, les systèmes de glissement favorables sont ceux disposant des vecteurs de Burgers les plus courts. Ainsi, les systèmes de type ⟨*a*⟩ sont privilégiés lors de la déformation, suivi des systèmes de type ⟨*c*⟩ et enfin ceux de type ⟨*c* + *a*⟩.

Tableau I.1. *Dislocations possibles dans les structures hexagonales compactes.*

	Dislocations parfaites			**Dislocations imparfaites**		
Type	AB	ST	SA/TB	Aσ	σS	AS
Désignation	a	c	$c+a$	p	$\frac{c}{2}$	$\frac{c}{2}+p$
Vecteur de Burgers	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle 0001\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$	$\frac{1}{3}\langle \bar{1}100\rangle$	$\frac{1}{2}\langle 0001\rangle$	$\frac{1}{6}\langle \bar{2}203\rangle$
$\boldsymbol{b}$	a	c	$\sqrt{c^2+a^2}$	$\frac{a}{\sqrt{3}}$	$\frac{c}{2}$	$\sqrt{\frac{a^2}{3}+\frac{c^2}{4}}$
$\boldsymbol{b^2}$	a^2	$c^2=\frac{8}{3}a^2$	$\frac{11}{3}a^2$	$\frac{1}{3}a^2$	$\frac{2}{3}a^2$	a^2

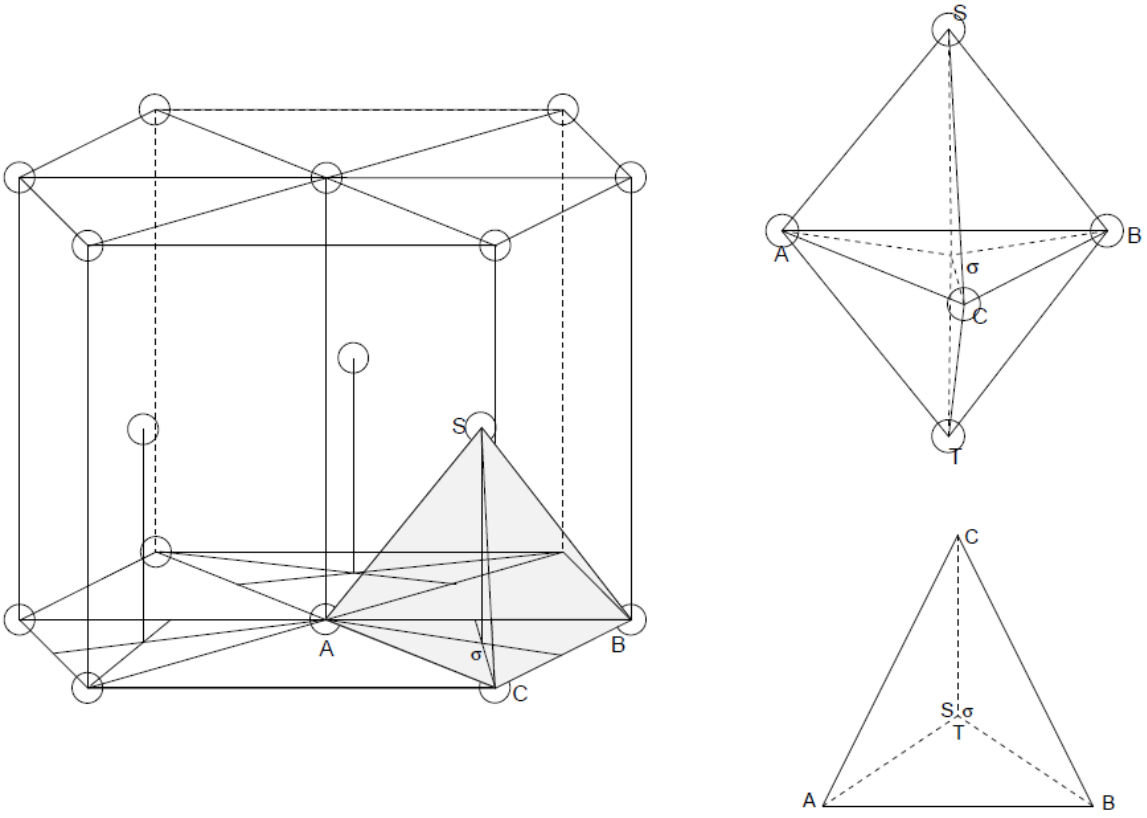


Figure I.22. *Schéma représentant l'ensemble des vecteurs de Burgers possibles pour les structures hexagonales compactes* [56].

Tableau I.2. *Systèmes de glissement dans les structures hexagonales compactes.*

Plan de glissement (Figure I.19)	Système de glissement	Vecteur de Burgers $\vec{b}$
Basal	$\langle 11\bar{2}0\rangle(0001)$	$\vec{a}$
Prismatique 1	$\langle 11\bar{2}0\rangle(10\bar{1}0)$	$\vec{a}$
Prismatique 1	$\langle 0001\rangle(10\bar{1}0)$	$\vec{c}$
Prismatique 2	$\langle 0001\rangle(11\bar{2}0)$	$\vec{c}$
Pyramidal 1	$\langle 11\bar{2}0\rangle(10\bar{1}1)$	$\vec{a}$
Pyramidal 1	$\langle 11\bar{2}3\rangle(10\bar{1}1)$	$\vec{c}+\vec{a}$
Pyramidal 2	$\langle 11\bar{2}3\rangle(11\bar{2}2)$	$\vec{c}+\vec{a}$

Le paramètre de maille de la structure hexagonale de GaN est caractérisé par deux valeurs *a* et *c* représentées sur la structure hexagonale de la Figure I.21a). Dans la littérature, les paramètres de mailles suivant la phase sont répertoriés dans les travaux de Wright et Nelson [57,58] qui présentent des calculs numériques *ab* initio (DFT pour *Density-Functional Theory*) qu'ils comparent aux valeurs expérimentales provenant de la littérature. Plus récemment, les travaux de Leszczynski *et al.* [59] présentent des mesures expérimentales des paramètres de maille de la structure hexagonale de GaN par diffraction des rayons X en haute résolution. Le Tableau I.3 indique les paramètres de mailles dans le cas de GaN rapportés par la littérature citée ci-dessus.

Tableau I.3. *Paramètres de mailles pour les structures hexagonale du nitrure de gallium GaN.*

Structure cristalline de GaN	Paramètre de maille (Å)
Structure « wurtzite » hexagonale [57–59]	$a = 3{,}19$ $c = 5{,}186$

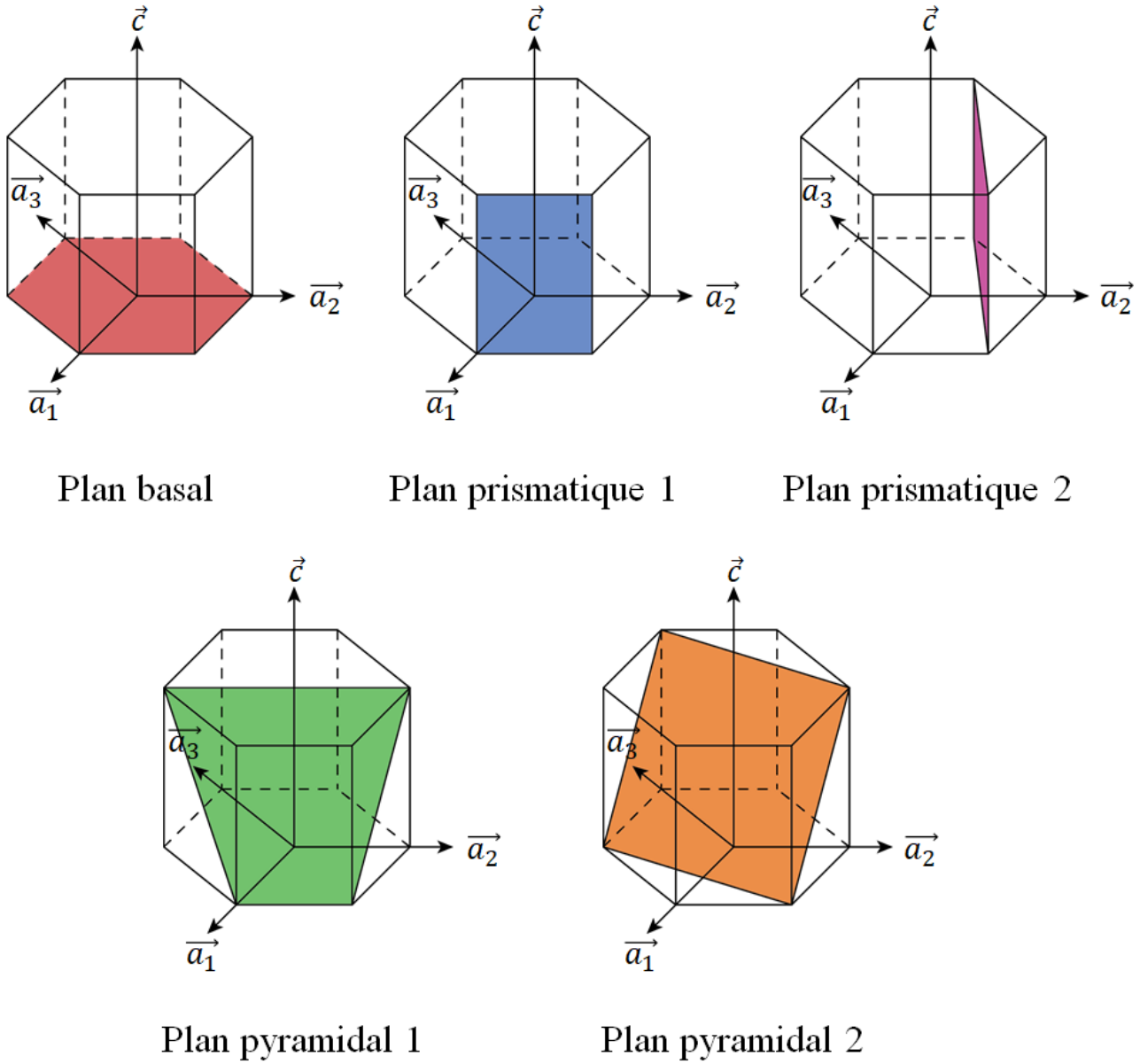


Figure I.23. *Schéma des différents plans de glissement activables dans les structures hexagonales compactes.*

I.2.4.b. La transition fragile-ductile du matériau massif

Les propriétés à l'état massif de GaN ont fait l'objet de plusieurs études au début des années 2000 notamment avec des mesures des propriétés élastiques et plastiques avec notamment les travaux de Nowak *et al.* [60] et ceux de Drory *et al.* [61] sur la fracture par indentation, des mesures de duretés en fonction de la température par Yonenaga *et al.* [15,16,62]. Ces études montrent une diminution de la dureté lorsque la température de l'échantillon augmente, indiquant un début de plasticité et une

mobilité des dislocations accrue pour les plus hautes températures. L'évolution de la dureté apparaît linéaire en fonction de la température jusqu'à 1100°C où une transition semble intervenir. Une première étude sur des essais de compression d'échantillons massifs de GaN en fonction de la température a été publiée par Yonenaga *et al.* en 2001 [63]. La Figure I.24 présente les courbes de déformation obtenues lors de cette étude dans le domaine de température étudié : Yonenaga montre ainsi une diminution de la limite d'élasticité lorsque la température augmente, passant d'environ 150 MPa à environ 100 MPa entre 900°C et 1000°C. Ce comportement est similaire aux autres semiconducteurs présentés dans ce chapitre (Si et InSb).

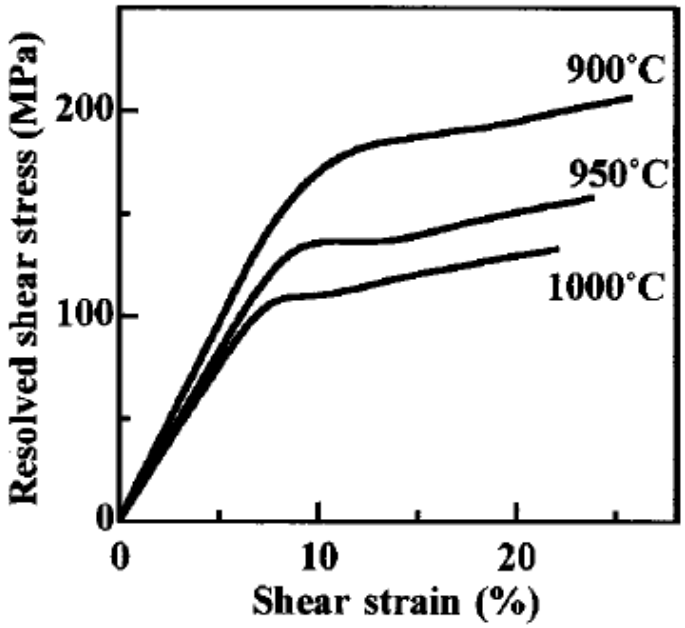


Figure I.24. *Courbes contrainte-déformation (contraintes CRSS) obtenues par de la déformation par compression d'échantillons massifs de GaN pour trois températures différentes* [63].

I.2.4.c. Effet de taille dans GaN

L'effet de taille a été étudié en combinaison avec l'effet de la température de l'échantillon : Wang *et al*. [64,65] a ainsi étudié la transition fragile-ductile de nanotubes hexagonaux de GaN, en fonction de la température et du diamètre des nano-objets, par des calculs numériques en DM simulant la traction uni-axiale des nanotubes de rayon intérieur de 11,17 Å et d'épaisseur de paroi variant entre 3,19 Å et 9,57 Å. En résumé, ils démontrent l'apparition de la ductilité à 770°C pour l'épaisseur de tube la plus faible et l'augmentation de la température de transition fragile-ductile lorsque l'épaisseur

augmente. D'autres simulations numériques par DM sur des nano-fils de GaN ont été menées par la même équipe de recherche [66]. Ils ont simulé des essais de traction uni-axiale en fonction de la température et en variant l'orientation du nano-fil : [0001], $[1\bar{1}00]$ et $[11\bar{2}0]$. Comme précédemment, l'augmentation de la température permet l'activation de la plasticité et met en évidence la transition fragile-ductile en fonction de la température. La diminution du diamètre du nano-fil semble impacter le module d'Young qui diminue lui aussi. Enfin, les différentes orientations conduisent à des mécanismes de déformation différents avec l'activation du glissement pour la traction selon l'axe $[11\bar{2}0]$ et la rupture pour l'axe $[1\bar{1}00]$. Sung *et al.* [67] ont déformé des micro-piliers de GaN de 1 µm de diamètre fabriqués par gravure FIB. Ces essais mécaniques, réalisés à température ambiante dans la direction [0001], montrent un régime plastique étendu combiné à une déformation importante. La limite d'élasticité est évaluée à environ 10 ± 1 GPa. Une lame de MET (Figure I.26) est aussi présentée et montre la microstructure après déformation avec des traces de glissement selon le plan pyramidal $\{10\bar{1}1\}$. Aucune caractérisation de dislocation n'est cependant réalisée dans cette étude.

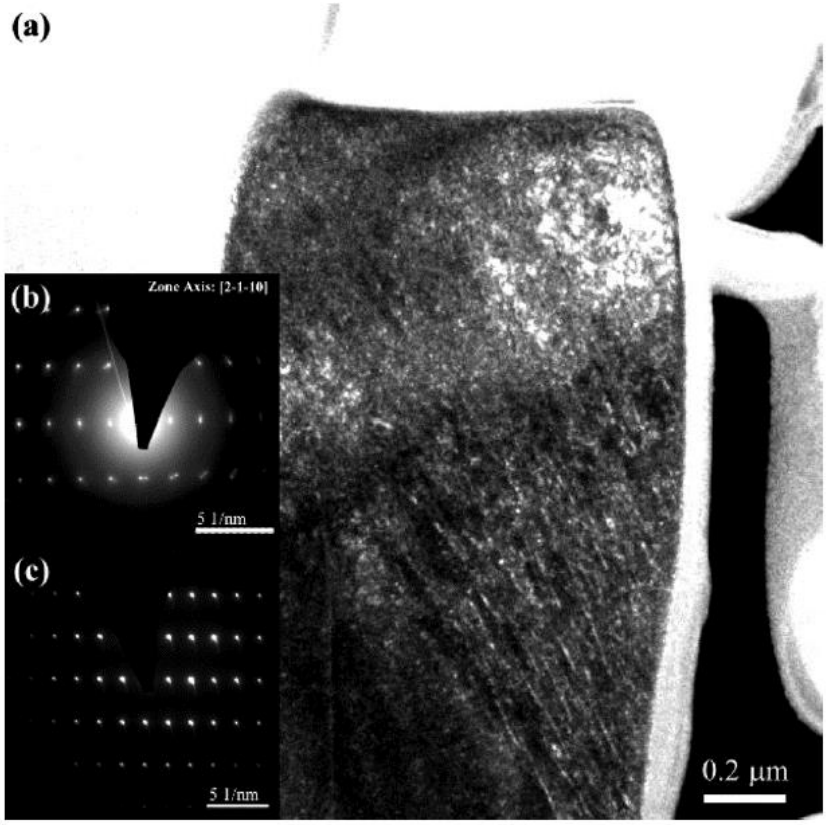


Figure I.25. *a) image en champ sombre d'une lame de MET réalisée dans un micro-pilier de GaN déformé de 1 µm de diamètre, b) cliché de diffraction de sélection d'aire utilisé pour la région supérieure et c) cliché de diffraction de sélection d'aire utilisé pour la région inférieure* [67].

Plus récemment, Wheeler *et al.* [68] ont déformé des micro-piliers de GaN obtenus par lithographie dont le diamètre est compris entre 3 et 4 µm, en faisant varier le rapport d'aspect des piliers et la température. La Figure I.25 présente des micrographies de micro-piliers de GaN déformés et les courbes de *contrainte-déformation* correspondantes. Il apparaît que le rapport d'aspect optimal pour l'activation de la plasticité se situe autour de 1,88. Enfin, l'étude en température de ces micro-piliers montre une diminution nette de la limite d'élasticité lorsque la température augmente.

A ce jour, il n'y a pas d'autre étude consacrée à l'effet de la taille sur les propriétés mécaniques de GaN, ni aucune étude des défauts associés à la plasticité de ces échantillons de petite dimension. Enfin, peu de documents renseignent sur la fabrication par FIB de micro-piliers de GaN.

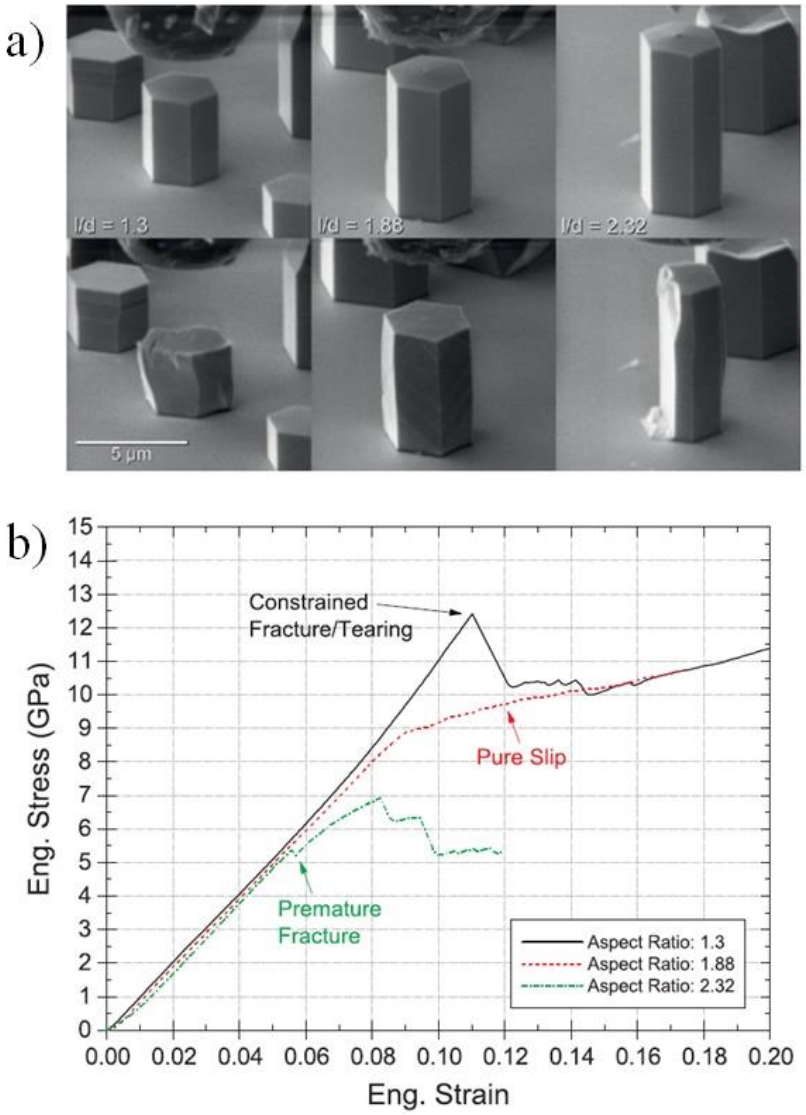


Figure I.25. *a) micrographies de micro-piliers de GaN dont le rapport d'aspect varie, b) courbes de contrainte-déformation correspondantes* [68].

I.3. Bilan du chapitre I

La transition fragile-ductile en fonction de la température des matériaux est étudiée depuis plusieurs décennies maintenant et les différentes recherches concernant les semiconducteurs convergent vers un changement de nature des dislocations, selon les différents régimes de température et de contrainte, afin d'expliquer cette transition. Plus récemment, la réduction de la taille des échantillons a mis en évidence une modification des propriétés mécaniques des matériaux [4,10]. C'est notamment le cas pour les matériaux semiconducteurs qui présentent une transition fragile-ductile dimensionnelle dans le régime de température usuellement fragile.

Dans le cas du silicium, les études expérimentales les plus récentes menées à température ambiante sur des micro-piliers fabriqués par FIB démontrent l'activation de la plasticité pour des diamètres inférieures à 0,5 µm [38,41]. L'observation par MET indique la présence majoritaire de dislocations parfaites, ainsi que, plus ponctuellement (et notamment pour les piliers de dimensions proches du seuil de la transition dimensionnelle), de défauts d'empilement révélant la présence de dislocations partielles de Shockley. Pour des dimensions proches de 1 µm de diamètre, seuls des micro-piliers lithographiés de Si ont fait l'objet d'observations MET poussées [41]. Une étude de la plasticité pour ces dimensions permettrait une comparaison des mécanismes de déformation.

La plasticité de micro-piliers d'InSb à température ambiante a été étudiée par Thilly *et al.* et Wheeler *et al.* [50,51]. La microstructure après déformation d'un micro-pilier faiblement déformé (3% de déformation) montre la présence de défauts d'empilement, révélateur de la propagation de dislocations partielles. Des calculs de volumes d'activation viennent appuyer ce résultat mais aucune caractérisation fine des défauts n'a été effectuée. De plus, l'évolution de cette microstructure pour des déformations plus importantes est mal connue, notamment le détail des bandes de déformation qui apparaissent sur l'ensemble de la surface des micro-piliers.

Enfin, la déformation de micro-piliers de GaN à température ambiante a été étudiée par Sung *et al.* et Wheeler *et al.* [67,68]. La propagation de dislocations parfaites semble être le mécanisme de déformation impliqué dans ces deux études. Cependant, aucune caractérisation des défauts liés à la déformation des micro-piliers de GaN n'a été effectuée à ce jour.

L'objectif de la thèse est donc de revisiter l'étude de la déformation à température ambiante de Si, InSb et GaN afin de comprendre les mécanismes de déformation associés à la réduction de la taille. Pour les trois matériaux, il s'agit donc d'abord d'activer la plasticité dans des micro-piliers de

dimension bien choisie. Par la suite, une analyse des données mécaniques doit permettre d'identifier les différents régimes observés, le cas échéant. Ensuite, une caractérisation systématique des faciès macroscopiques (par MEB) et des défauts individuels (par MET) doit permettre la détermination de la nature des mécanismes activés. Enfin, une comparaison de ces mécanismes avec ceux décrits dans la littérature est nécessaire afin d'élargir la compréhension des propriétés mécaniques des semiconducteurs.

Ces étapes se traduisent de façon expérimentale de la façon suivante : 1) des micro-piliers de Si, d'InSb et de GaN doivent être fabriqués afin de les déformer plastiquement par l'intermédiaire d'essais de micro-compressions variés. 2) La caractérisation de la microstructure après déformation nécessite l'extraction et l'amincissement de lames de microscopie à partir des micro-piliers déformés. Pour obtenir ces échantillons (micro-piliers et lames minces), des protocoles de gravure, d'extraction et d'amincissement par FIB doivent être établis de la façon la plus robuste possible. Le chapitre suivant est par conséquent consacré aux méthodes et protocoles mis en place, ainsi qu'aux différentes techniques de caractérisation utilisées.

Chapitre II

Méthodes, protocoles et techniques d'analyse

II.1. Préparation des échantillons expérimentaux

II.1.1. Préparation des substrats massifs

II.1.1.a. Échantillons d'InSb

Avant de fabriquer les micro-piliers, il faut préparer la surface des substrats massifs afin d'éliminer les rayures et rugosités macro et mésoscopiques, sans introduire de défauts cristallins supplémentaires. Les échantillons sont extraits d'un monocristal massif cylindrique d'environ 10 cm de diamètre. Des parallélépipèdes rectangles de 0,3×0,3×0,8 cm^3 environ ont été préalablement extraits du monocristal massif d'InSb pendant la thèse de Bouzid KEDJAR [48] par découpe de façon à ce que l'axe parallèle à la grande longueur soit orienté selon la direction ⟨123⟩. Des tranches transversales à la direction ⟨123⟩ et d'une épaisseur d'environ 1 mm sont découpées à l'aide d'une scie à fil diamanté dans ces parallélépipèdes (Figure II.1). Un premier polissage mécanique est appliqué sur les deux faces d'une tranche avec des disques de papier SiC dont le grade varie de 1200 à plus de 8000. Un polissage chimique à l'acide est ensuite réalisé pour éliminer la couche écrouie résiduelle induite par le polissage mécanique et rendre les surfaces uniformes et les moins rugueuses possibles. Ce traitement chimique comprend trois bains différents dans lesquels l'échantillon est successivement immergé : un premier bain constituant l'attaque chimique composé de 10 mL d'acide fluorhydrique à 48%, 10 mL d'acide acétique à 99% et 20 mL d'acide nitrique à 65% ; un second bain permettant d'arrêter l'attaque de 10 mL d'acide fluorhydrique à 48% et 30 mL d'eau distillée et enfin un troisième bain de rinçage à l'eau distillée. Vu les faibles dimensions de l'échantillon avant attaque, un temps de trempage de 4 secondes dans le premier bain est suffisant pour atteindre un résultat satisfaisant tout en conservant suffisamment de matière. Le substrat est alors prêt pour être gravé au FIB.

Ici, la direction de compression correspond à la direction [123]. Le facteur de Schmid le plus élevé est obtenue pour le système de glissement $^{a}/_{2}\,[101](1\bar{1}\bar{1})$ avec $m = 0{,}47$. Le système de glissement secondaire apparaît comme étant le système $^{a}/_{2}\,[110](1\bar{1}\bar{1})$ avec $m = 0{,}35$.

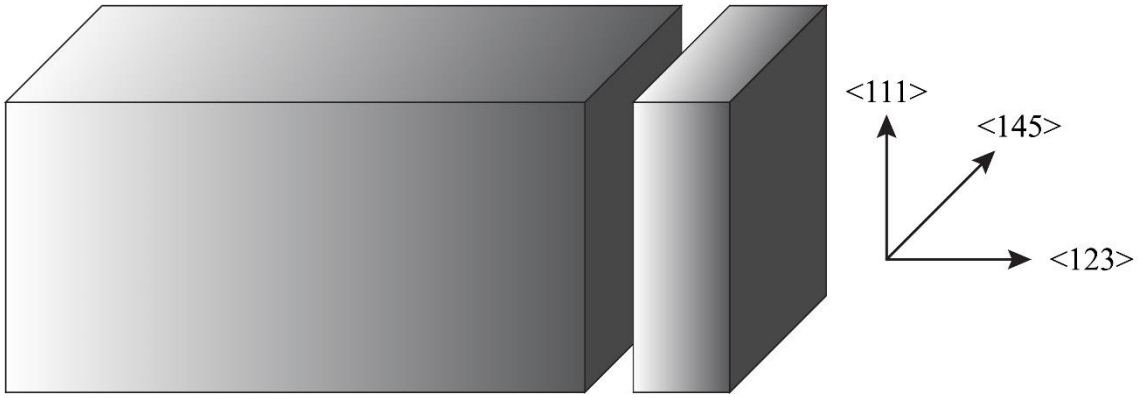


Figure II.1. *Schéma du parallélépipède rectangle d'InSb et d'un échantillon découpé constituant le substrat massif d'InSb pour la gravure des micro-piliers.*

II.1.1.b. Échantillons de Si

Les échantillons de Si sont extraits d'un monocristal massif dont des tranches sont découpées à la scie à fil diamanté afin d'obtenir des substrats pour les futurs micro-piliers. Ici, deux orientations de la surface des substrats massifs sont considérées : les orientations [110] et [123]. La Figure II.2 schématise les deux configurations ainsi décrites avec les orientations cristallographiques associées. Un simple polissage mécanique permet d'obtenir un effet miroir satisfaisant, en utilisant cette fois des disques en feutrine et des suspensions colloïdales diamantées de taille de plus en plus fine (9 µm, 3 µm et enfin 1 µm).

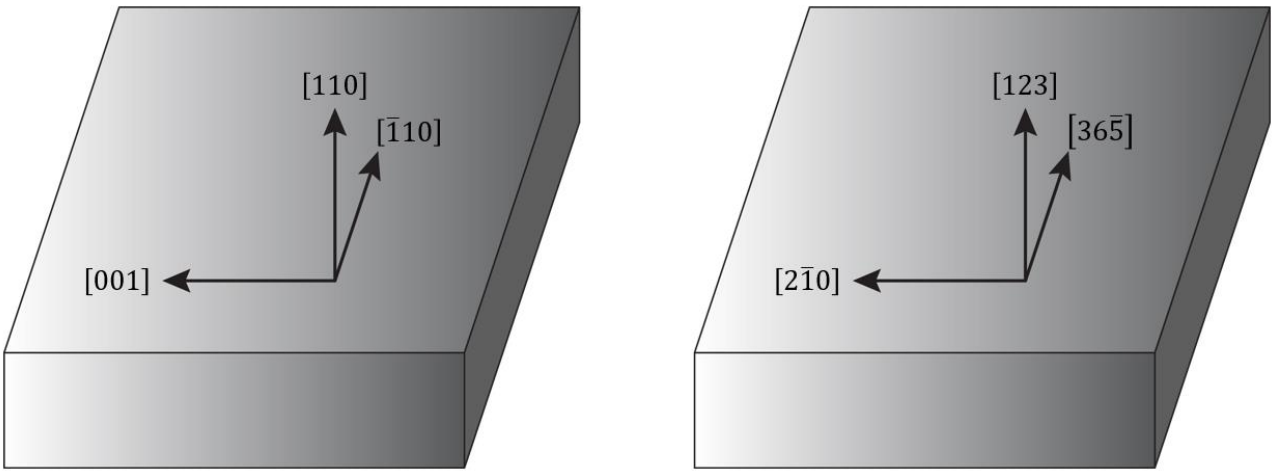


Figure II.2. Schémas des échantillons de silicium (Si) présentant les orientations du cristal pour les deux découpes réalisées pour cette étude.

Les facteurs de Schmid sont calculés dans le cas des deux orientations d'échantillon présentées dans la Figure II.2. Dans le cas de l'axe [110] (Tableau II.1), quatre systèmes de glissement présentent le même facteur de Schmid ($m = 0{,}41$) suivant les deux plans de glissement (111) et ($\bar{1}\bar{1}1$). L'axe [123] appartenant à la même famille de directions que celle utilisée pour les micro-compressions d'InSb, les facteurs de Schmid sont alors les mêmes avec comme système de glissement primaire la configuration $^{a}/_{2}\,[101](1\bar{1}\bar{1})$ pour un facteur valant 0,47. Deux systèmes possèdent un facteur de Schmid de 0,35 : $^{a}/_{2}\,[\bar{1}01](111)$ et $^{a}/_{2}\,[110](1\bar{1}\bar{1})$.

Tableau II.1. *Systèmes de glissement pour une compression mécanique appliquée suivant la direction* [*110*]*, b correspondant au vecteur de Burgers et m le facteur de Schmid.*

Plans	(**111**)		($\bar{1}\bar{1}$**1**)	
b	$^{a}/_{2}\,[\bar{1}01]$	$^{a}/_{2}\,[01\bar{1}]$	$^{a}/_{2}\,[101]$	$^{a}/_{2}\,[011]$
m	0,41	0,41	0,41	0,41

II.1.1.c. Échantillons de GaN

Les échantillons de GaN sont des monocristaux issus d'un parallélépipède rectangle de dimension 0,4×0,4×1 cm^3 dont des tranches ont été découpées à la scie à fil diamanté. Les surfaces résultantes sont orientées suivant la direction $\langle 2\bar{1}\bar{1}0\rangle$ et les directions des quatre faces latérales correspondent aux directions (0001) (plan basal) et ($01\bar{1}0$). Un polissage mécanique a été effectué avec pour étape finale une suspension colloïdale de SiC de 1 µm. La Figure II.3 présente les orientations du parallélépipède rectangle initial de GaN ainsi qu'une schématisation de la découpe d'une tranche telle que réalisée pour cette étude.

Comme indiqué dans la partie I.2.4.a, les systèmes de type ⟨*a*⟩ sont les plus stables, suivi des systèmes ⟨*c*⟩ et enfin des systèmes ⟨*c* + *a*⟩. Dans le cas présent, l'orientation particulière du cristal représentée par la Figure II.4 implique que la direction de compression appartient à un plan prismatique de type ⟨*a*⟩. De ce fait, deux plans prismatiques présentent le même facteur de Schmid du fait de l'équivalence de leur orientation : le système $[11\bar{2}0](1\bar{1}00)$ (en vert sur la Figure II.4) et le système $[1\bar{2}10](10\bar{1}0)$ (en rouge sur la Figure II.4) avec $m = 0{,}43$; et présentant par conséquent le même angle entre l'axe de compression et la normale au plan, à savoir 30°.

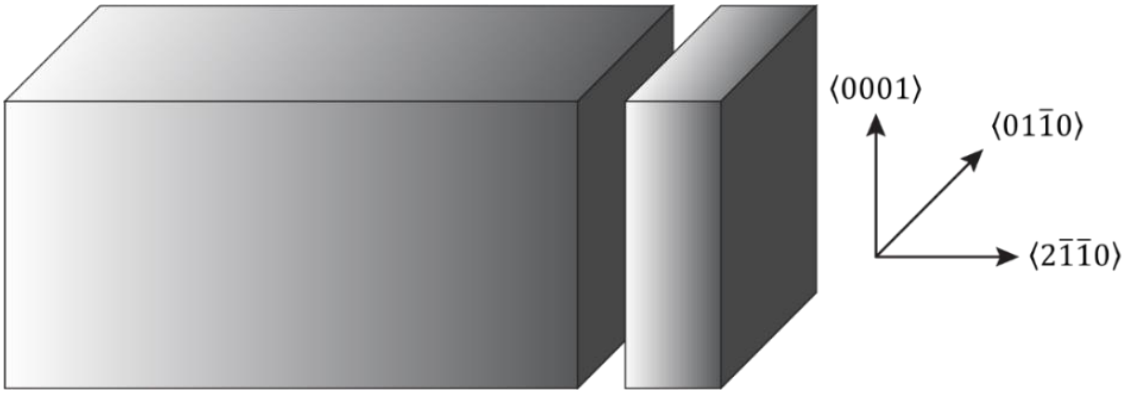


Figure II.3. *Schéma du parallélépipède rectangle de GaN et d'un échantillon découpé constituant le substrat massif de GaN pour la gravure des micro-piliers.*

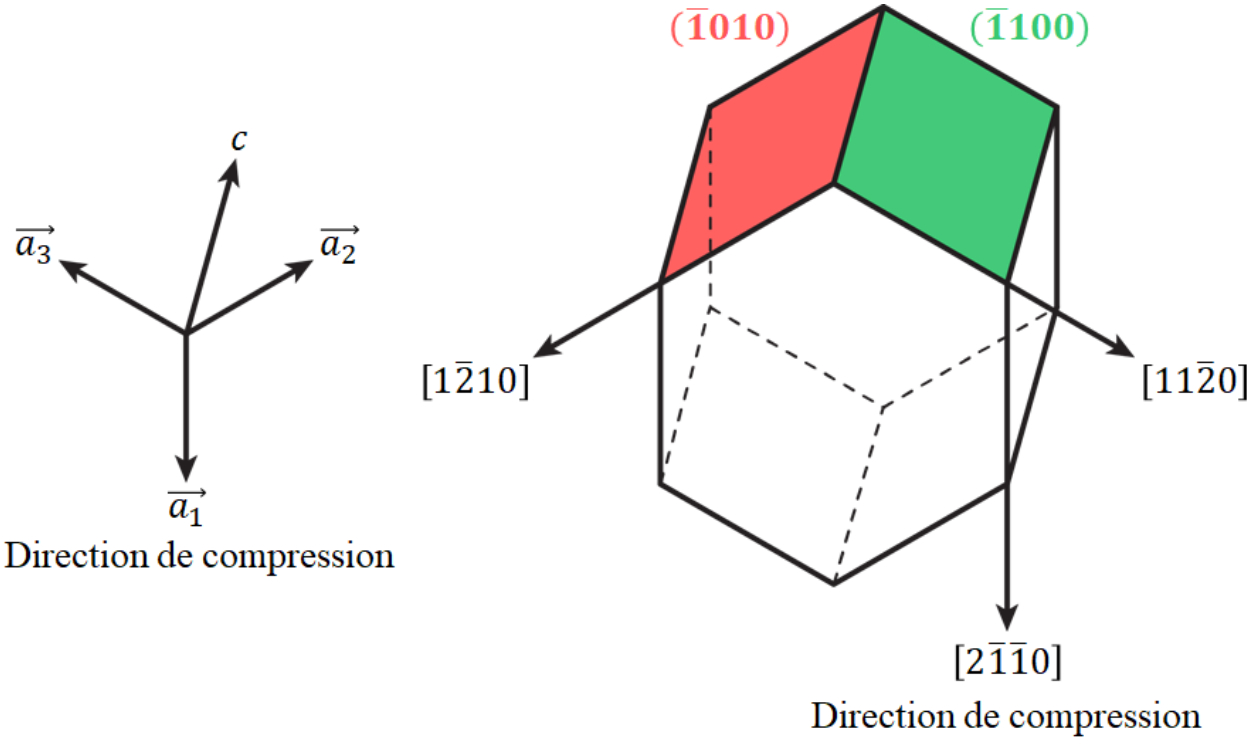


Figure II.4. *Schéma de l'orientation de la maille hexagonale compacte de GaN en fonction de la direction de compression (selon l'axe des micro-piliers). Les deux plans de glissement prismatiques activables (m = 0,43) sont indiqués en rouge et vert.*

II.1.2. Façonnage des micro-piliers

II.1.2.a. Présentation du microscope électronique à balayage à double colonne

La technique de faisceau d'ions focalisé ou *Focused Ion Beam* en anglais (FIB) s'appuie sur un appareil permettant la gravure de la matière allant de l'échelle micrométrique jusqu'à, dans certains cas, l'échelle nanométrique : dans beaucoup de laboratoires, il s'agit d'un microscope électronique à balayage (MEB) à double colonne, que l'on a pour habitude de désigner directement par le terme « FIB », habitude qui sera conservée dans ce manuscrit. A l'origine, le FIB fut développé pour l'industrie de la microélectronique et l'étude des semiconducteurs (le silicium en particulier), mais il s'est rapidement révélé d'une grande utilité dans la gravure de la plupart des matériaux et dans l'extraction de lames de microscopie électronique en transmission (MET). Il est notamment devenu possible d'extraire des lames minces à partir de zones bien spécifiques, extraction le plus souvent difficile à réaliser par des techniques conventionnelles.

Le FIB utilisé pour cette étude, présenté en Figure II.5, est un Dual Beam Helios NanoLab G3 CX de la société Thermo Fischer Scientific (anciennement FEI). Il est composé d'une colonne électronique, verticale, alimentée par un canon à émission de champ ou FEG (*Field Emission Gun*). La tension d'accélération des électrons ainsi que le courant sont modulables, allant de 1 kV à 30 kV pour la tension et de quelques pA à quelques dizaines de nA pour le courant. La colonne électronique de cet équipement permet d'effectuer de l'imagerie à partir des émissions électroniques usuelles (secondaire et rétrodiffusée), ainsi que de la microanalyse X (de type *Energy Dispersive Spectrometry*, EDS) mais aussi de l'EBSD (*Electron Back-Scattered Diffraction*) et de l'imagerie STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*). En effet, différents détecteurs sont installés : un détecteur ETD classique (*Everhart & Thornley Detector*), un détecteur Elstar InLens (dénommé *Trough the Lens Detector* ou TLD) et enfin un détecteur CBS (*Concentric Backscattered*) pour l'imagerie par rétrodiffusion. La résolution annoncée par le constructeur est ≤ 0,8 nm à 30 kV en ultra haute résolution et de ≤ 1,4 nm à 1 kV. Enfin, le détecteur STEM propose une résolution de 0,7 nm à 30 kV et la possibilité d'acquérir des micrographies en champ clair (*Bright Field,* abrégé BF), en champ sombre (*Dark Field,* abrégé DF) et aussi en champ sombre à grand angle (HAADF, *High Angle Annular Dark Field*).

La colonne ionique se situe à 52° de la colonne électronique (verticale) et utilise une source de gallium qui permet d'extraire des ions Ga^+ qui sont accélérés puis focalisés à la surface de

l'échantillon. Le principe est simple : les ions Ga^+ pulvérisent la surface de l'échantillon, éjectant les atomes du matériau et creusant ainsi les motifs souhaités. La matière expulsée se redépose en partie autour de la zone de gravure. La tension et le courant des ions sont variables et peuvent être sélectionnés indépendamment de ceux de la colonne électronique. En outre, il est possible d'atteindre des courants plus faibles et plus élevés que pour la colonne MEB. La résolution annoncée par le constructeur pour la colonne ionique est de 2,5 nm. Un détecteur d'ions secondaires (ICE pour *In Chamber Electronics*) permet l'acquisition des images avec cette colonne. Le principal inconvénient de cet appareil concerne l'interaction ion-matière à l'origine de la pulvérisation de la surface qui peut induire de l'endommagement par création de défauts d'irradiation et d'implantation, selon les conditions opératoires et les matériaux. Ce phénomène fait l'objet d'une description précise dans la partie II.1.2.d.ii : L'endommagement causé par les ions Ga+.

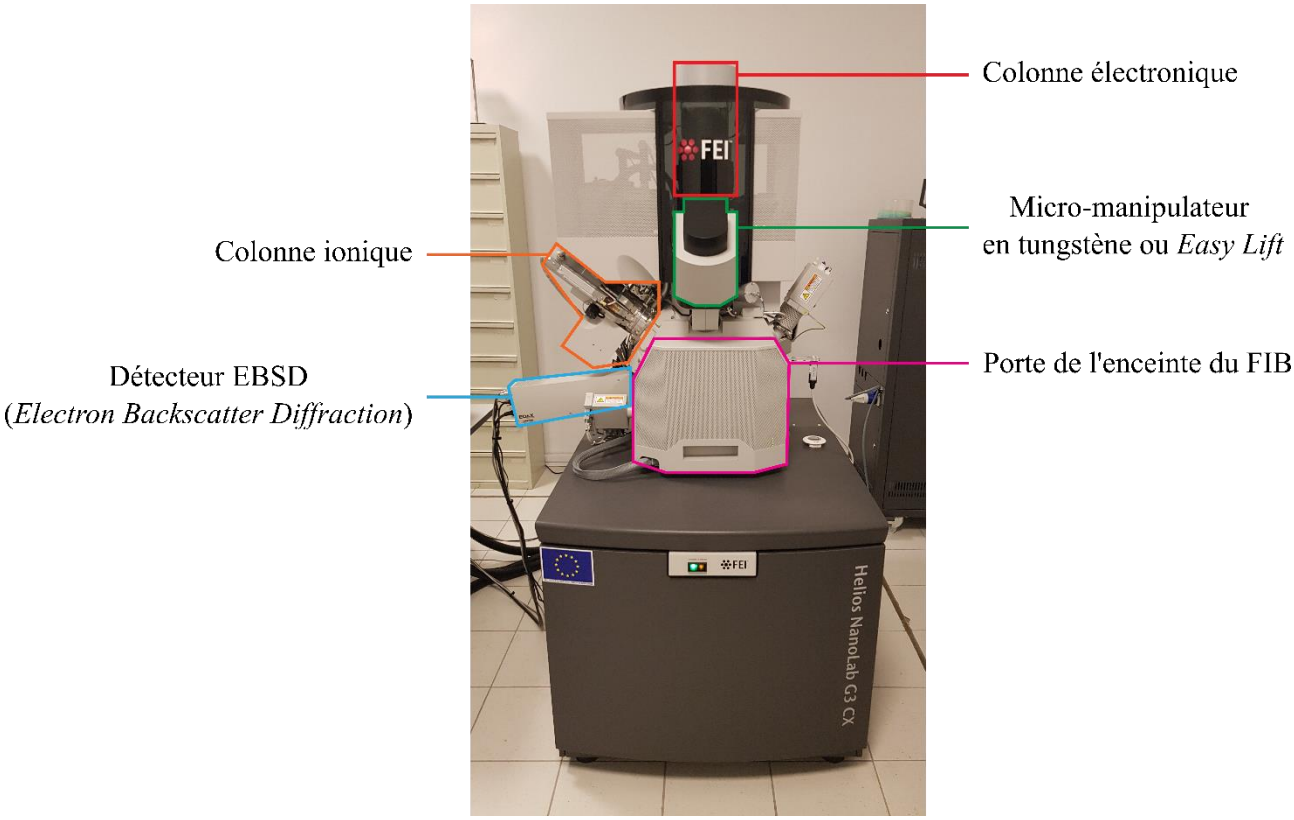


Figure II.5. *Photographie du FIB utilisé pour cette étude.*

Les échantillons sont collés sur un support cylindrique muni d'une tige (Figure II.6.b) permettant de le « clipser » sur la platine « porte-objet » du FIB comme le montre la Figure II.6.a. La platine est munie de plusieurs emplacements (trous visibles sur la Figure II.6.a) permettant de mettre plusieurs échantillons afin d'éviter d'ouvrir fréquemment l'enceinte, améliorant par conséquent le

vide obtenu. La platine est composée de différentes parties dont une horizontale et une inclinée à 45°. Sur les bords de la platine se trouvent quatre emplacements pour les grilles de microscopie : un horizontal, deux verticaux et un dernier incliné à 52° par rapport à la verticale. Ce dernier emplacement permet de mettre facilement la grille dans l'axe du faisceau d'ions et de procéder rapidement à l'amincissement. Une photographie de cette platine est présentée en Figure II.6.a avec les différentes parties mises en évidence.

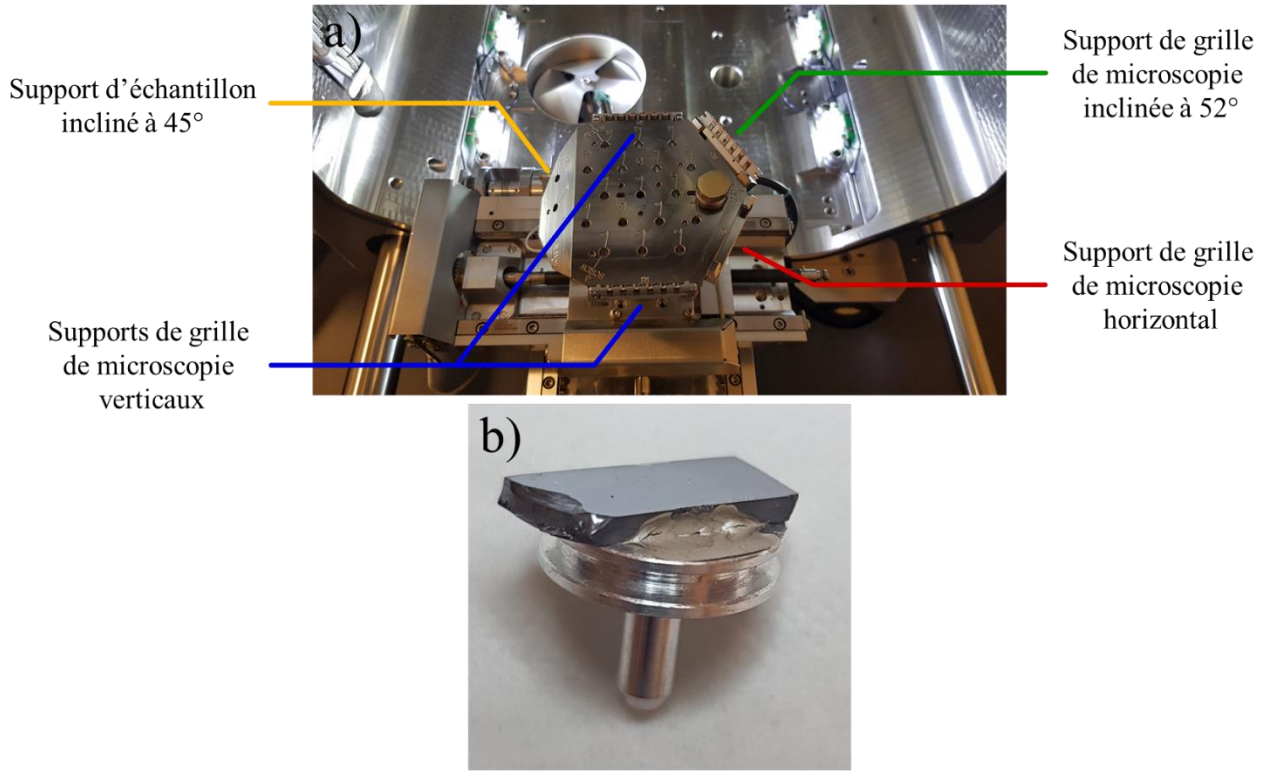


Figure II.6. *Photographies de la platine « porte-objet » du FIB avec les différents emplacements a), ainsi que les supports pour coller les échantillons b).*

Un injecteur de gaz est disponible et permet le dépôt d'une couche de platine (Pt) amorphe. Ces dépôts servent le plus souvent à protéger la surface de l'échantillon lors des gravures FIB : le platine permet d'absorber l'énergie des ions Ga^+ et réduit par conséquent l'endommagement du matériau. Les dépôts de platine sont aussi utilisés lors d'extraction de lames de microscopie pour coller l'échantillon (à la grille de microscopie, par exemple). La procédure de dépôt reste la même, quelle que soit l'utilisation : l'injecteur est inséré proche de la zone d'intérêt et un gaz organométallique contenant du platine est libéré. Ce gaz est ensuite « craqué » en utilisant l'un des deux faisceaux et le dépôt est réalisé en balayant la surface d'intérêt. Les caractéristiques de la couche de platine sont différentes suivant le faisceau utilisé pour réaliser le dépôt (ionique ou électronique).

L'utilisation de la colonne ionique permet de déposer une couche de métal dense (appelée « platine ionique » et abrégé Pt-i) mais présente un inconvénient majeur : l'utilisation des ions peut dégrader la surface de l'échantillon, notamment au début du dépôt (à l'instar d'une gravure classique au FIB). A l'inverse, l'utilisation de la colonne électronique réduit l'endommagement de manière drastique lors du dépôt (appelé « platine électronique » et abrégé Pt-e), mais la densité de la couche est plus faible que dans le cas du Pt-i : les couches de Pt-e sont donc moins protectrices. Ainsi, par convention, la protection d'une surface en vue d'une gravure FIB est réalisée par le dépôt successif d'une couche de Pt-e puis d'une couche de Pt-i. La vitesse de déposition dépend majoritairement du courant utilisé et augmente avec ce dernier. Elle est aussi différente suivant la colonne utilisée.

Enfin, un micro-manipulateur, appelé *Easy Lift*, est présent afin d'extraire des lames ou des volumes spécifiques de l'échantillon (visible sur la Figure II.5). Il est composé d'une aiguille de tungstène (W) connectée à un dispositif motorisé permettant des déplacements en X, Y et Z et une rotation. Deux modes de déplacement sont alors possibles : un mode en déplacement continu allant de 100 µm/s à 100 nm/s et un mode de déplacement par saut allant de 100 µm par saut à 50 nm par saut. La rotation concentrique à la pointe a un pas minimum de 0,1°. Enfin, la vibration du micro-manipulateur est annoncée inférieure à 15 nm et la dérive inférieure à 50 nm par minute.

II.1.2.b. Géométrie des micro-piliers

Deux géométries de micro-piliers sont courantes dans la littérature : une géométrie à base carrée et une géométrie à base circulaire. Pour cette étude, la géométrie cylindrique a été retenue puisqu'elle limite la concentration de la contrainte appliquée du fait de l'absence d'arêtes. De plus, cette géométrie apparaît plus simple à réaliser via le logiciel d'automatisation des gravures du FIB (voir II.1.2.c). La méthode utilisée pour façonner les micro-piliers (méthode des anneaux multiples, voir section suivante) induit nécessairement la présence d'un piédestal plus ou moins bien défini. Afin de s'assurer de la bonne stabilité des micro-piliers lors des compressions, il est préférable de contrôler la taille et la géométrie de ce piédestal en l'intégrant au protocole de gravure. De plus, la présence du piédestal surélève le micro-pilier et permet l'acquisition de micrographies MEB avec un angle de basculement plus important.

Les micro-piliers doivent par ailleurs présenter un rapport d'aspect spécifique afin d'en contrôler la déformation par micro-compression. Ce rapport est défini par la formule suivante, avec h la hauteur du micro-pilier et d son diamètre :

$$\delta = \frac{h}{d} \qquad \text{II.1}$$

Le rapport d'aspect δ est optimal pour une valeur comprise entre 2 et 3 [69]. En effet, si δ est supérieur à 3, le pilier aura tendance à flamber latéralement conduisant à sa ruine prématurée. À l'inverse, si δ est inférieur à 2, un effet de « pointe » apparaît se traduisant par l'indentation du pilier dans le piédestal/substrat.

II.1.2.c. Protocoles de fabrication des micro-piliers

La méthode retenue pour fabriquer des micro-piliers par FIB est celle des « anneaux multiples » qui consiste à graver perpendiculairement à la surface du substrat selon des anneaux concentriques de plus en plus petits, en laissant au centre une zone non gravée correspondant au futur pilier. Cette méthode est simple à mettre en œuvre et permet de minimiser l'endommagement causé par le faisceau ionique au sein du pilier. Les protocoles établis dans cette étude peuvent se décomposer en trois étapes : la préparation de la zone de gravure, la gravure du micro-pilier et la finition. Les deux premières étapes peuvent être automatisées à l'aide du logiciel *NanoBuilder* facilitant le travail de l'opérateur et permettant la gravure en série de plusieurs piliers. Des problèmes liés aux dérives (thermique et/ou mécanique) doivent être envisagés pour un temps de gravure trop important : dans cette étude, ce temps est compris entre 3 et 10 heures environ par micro-pilier, selon la taille et le matériau. De ce fait, le logiciel *NanoBuilder* dispose d'une procédure d'auto-alignement dans laquelle le logiciel acquiert de façon régulière une micrographie ionique d'un symbole préalablement gravé. *NanoBuilder* compare la micrographie originale à la nouvelle par corrélation d'images et lorsqu'un décalage est constaté, une correction est appliquée en déviant le faisceau (*Shift X/Y*). La dérive est ainsi limitée et dépend principalement de l'intervalle de temps entre deux auto-alignements, intervalle défini par l'opérateur avant la gravure des micro-piliers et établi à 10 minutes pour cette étude. Le symbole de référence utilisé ici pour les gravures est une croix, comme le montre l'étape 1 du Tableau II.3, d'une profondeur de gravure de quelques µm, réalisée à 9,1 nA et 30 kV afin de gagner en temps de gravure (quelques secondes suffisent pour créer cette croix).

La protection de la zone d'intérêt pour réduire l'endommagement est une étape indispensable quelle que soit la méthode de gravure. Elle est réalisée par le dépôt de deux couches successives de platine amorphe : un premier dépôt de Pt-e et un second de Pt-i. L'auto-alignement est utilisé pour s'assurer que le dépôt de Pt-i s'effectue bien au niveau du futur micro-pilier. Il est normalement

possible d'utiliser *NanoBuilder* pour réaliser le dépôt de Pt-e mais un décalage récurrent, sans possibilité de correction, a obligé d'effectuer celui-ci de façon manuelle : un marquage est effectué au début de l'étape du premier anneau (lancement puis arrêt après 3 secondes de gravure) révélant en son centre la zone à protéger (zone du piédestal et du micro-pilier). Le dépôt électronique est alors réalisé de façon manuelle à 3 kV et 1,4 nA ; pour une épaisseur d'environ 200 nm. L'étape en question est illustrée dans le Tableau II.3 (étape 2). Dans *Nanobuilder*, il est possible de définir l'espacement entre deux gravures de micro-pilier pour la réalisation de gravures en série. Dans cette étude, chaque micro-pilier est réalisé tous les 100 µm : il est aisé de se décaler manuellement de cette valeur afin de faire tous les dépôts électroniques pour la série de gravures à venir, puis de revenir à la première zone de gravure. Plusieurs remarques peuvent être faites concernant ce dépôt électronique : tout d'abord, ses dimensions doivent correspondre à celles du futur piédestal, assurant ainsi un recouvrement total de la zone du futur micro-pilier. De plus, ce dépôt est de forme circulaire lorsqu'il est paramétré mais apparaît ovale à la surface du fait de l'angle de 52° appliqué au substrat pour que sa surface soit orthogonale à la colonne ionique.

Afin de mieux contrôler le rapport d'aspect des micro-piliers, les micro-piliers sont fabriqués au bord de l'échantillon ce qui permet d'obtenir une vue latérale. Il est alors possible de venir ajuster le sommet du micro-pilier par gravure FIB latérale (horizontale) et ainsi obtenir la hauteur souhaitée. L'ajout d'un rectangle à cheval entre le bord de l'échantillon et le premier anneau (extérieur) permet donc de dégager une ouverture latérale suffisamment grande permettant la vue par le côté du micro-pilier. Cela est illustré par l'étape 3 du Tableau II.3 avec le rectangle orange et l'étape 6 montrant la vue latérale obtenue. Il faut aussi noter que cette ouverture latérale permet d'améliorer l'évacuation de la matière éjectée lors de la gravure (dans certains cas, un pilier pourra présenter une hauteur asymétrique : ce défaut est dû au fait que la matière s'évacue plus efficacement du côté de l'ouverture latérale). La profondeur de gravure de cette étape est paramétrée en fonction de la taille du micro-pilier souhaitée et se réalise à un courant élevé compris entre 9 et 21 nA afin d'optimiser le temps de gravure. Comme il apparaîtra plus tard, la vue latérale se révèle très avantageuse lors des essais mécaniques, et notamment lors de l'approche de la pointe et des acquisitions vidéo (voir partie II.2).

La gravure du pilier peut alors débuter en commençant par le premier anneau servant à dégager suffisamment d'espace (en diamètre et en profondeur) afin d'accueillir le futur piédestal et le futur pilier en son centre (étape 4 du Tableau II.3). Cet anneau ne présente pas d'intérêt particulier en termes de qualité de gravure et, pour cette raison, il est réalisé à 9,1 nA pour InSb, 21 nA pour Si et GaN et à 30 kV pour la tension d'accélération des ions, quel que soit le matériau. Le rayon extérieur

de cet anneau vaut 30 µm ; son rayon intérieur et la profondeur de gravure varient en fonction de la taille du micro-pilier souhaitée (par extension la taille du piédestal varie elle aussi en fonction de celle du micro-pilier). Le second anneau (étape 5 du Tableau II.3) est réalisé à très faible courant afin de limiter l'endommagement. Cette étape permet de créer le piédestal (via une profondeur de gravure plus faible que pour le premier anneau) et laisse en son centre une zone non gravée : il s'agit du futur micro-pilier, représenté en rouge sur le schéma de l'étape 5 du Tableau II.3. Les valeurs de courants et tensions sont résumées dans le Tableau II.2 pour chaque matériau. Avec cette méthode des anneaux, il est nécessaire de prévoir un recouvrement partiel entre les deux anneaux afin d'empêcher la formation de murs de redéposition à leur interface (visible en vert pâle sur le schéma de l'étape 5 du Tableau II.3). Ce recouvrement produit ainsi l'effet inverse : un surcreusement de la zone de recouvrement puisque le faisceau grave cette surface deux fois.

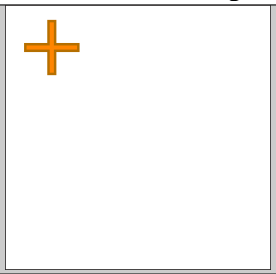
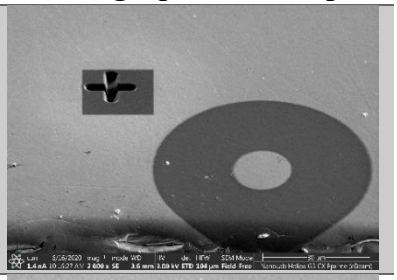
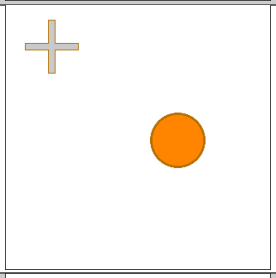
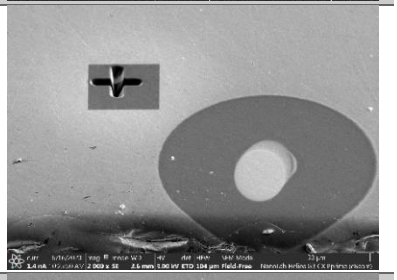
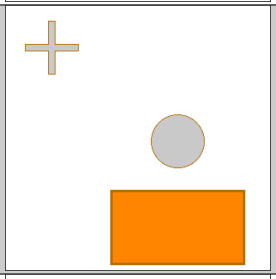
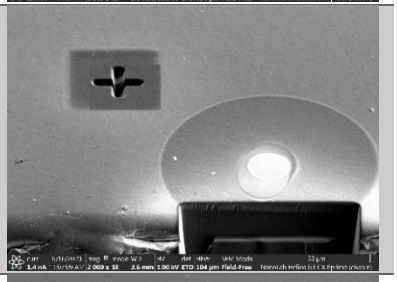
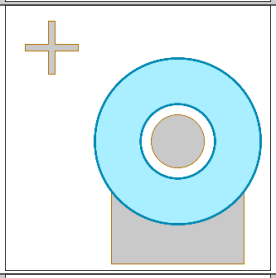
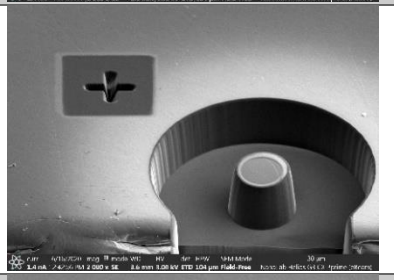
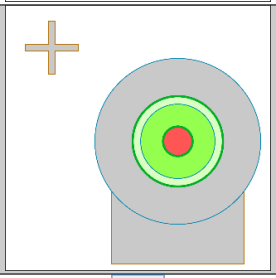
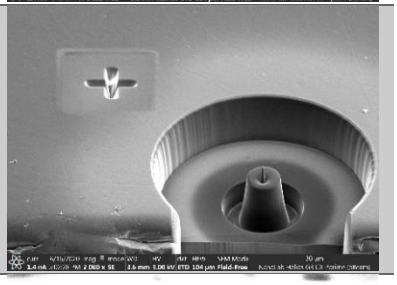
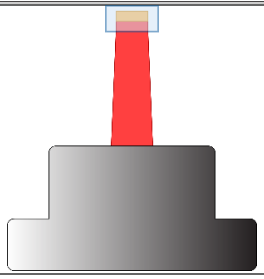
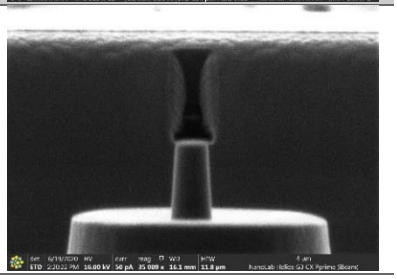
Il est important de noter que la valeur du rayon interne du second anneau défini le rayon du micro-pilier. La transition fragile-ductile dimensionnelle d'InSb se situant autour de 15 µm de diamètre [50], des micro-piliers de 2 et 5 µm de diamètre ont été réalisés afin de se situer pleinement dans le domaine ductile lors des compressions. Le choix de ces dimensions résulte d'un compromis entre le temps de gravure des micro-piliers et la possibilité d'observer les lignes de glissement en surface et d'extraire, après déformation, des lames MET contenant toute la section du micro-pilier. En ce qui concerne les micro-piliers de Si, la transition semble se situer autour de 1 µm de diamètre. Par conséquent, des diamètres de 1 µm ont été sélectionnés. Enfin, Wheeler *et al*. ayant déformé des micro-piliers de GaN [68] dont les dimensions sont comprises entre 2 et 5 µm, des tailles similaires ont été sélectionnées : 2 et 4 µm de diamètre. Il s'avère que les gravures sur GaN sont particulièrement longues : par conséquent, une augmentation du courant doit être appliquée afin de conserver des durées de gravure raisonnables. Par ailleurs, toujours dans le cas de GaN, il semblerait aussi que le piédestal s'endommage rapidement lors de la gravure du second anneau, conduisant à un profil mal contrôlé : par conséquent, un élargissement du rayon externe du second anneau doit être considéré afin d'obtenir des dimensions acceptables pour la stabilité du micro-pilier lors des essais mécaniques (cela implique aussi l'augmentation du rayon interne du premier anneau).

Tableau II.2. *Paramètres de gravure des micro-piliers pour chacun des trois matériaux.*

	Rayon externe R_{ext}	**Rayon interne R_{int}**	**Courant**	**Tension**	**Temps de pause ou *dwell time***
InSb					
Anneau 1	30 µm	8 µm	9,1 nA	30 kV	25 ns
Anneau 2	10 µm	Dépend de la taille du pilier souhaitée	80 pA	30 kV	25 ns
Si					
Anneau 1	30 µm	10 µm	21 nA	30 kV	25 µs
Anneau 2	12 µm	Dépend de la taille du pilier souhaitée	430 pA	30 kV	25 µs
GaN					
Anneau 1	30 µm	20 µm	21 nA	30 kV	25 µs
Anneau 2	22 µm	Dépend de la taille du pilier souhaitée	790 pA	30 kV	25 µs

Pour contrôler le rapport d'aspect δ, les micro-piliers sont volontairement gravés avec une hauteur initiale supérieure afin de pouvoir les retailler à la hauteur souhaitée. Pour cette étape de taille, l'échantillon est placé sur le porte objet incliné à 45° et après application d'un basculement de 7° (52° au total), les micro-piliers se retrouvent perpendiculaires à l'axe de la colonne ionique. En choisissant un faible courant de 50 pA et une tension de 16 kV, les micro-piliers sont retaillés par faisceau ionique en partant du sommet, à l'aide de boîtes rectangulaires de même largeur que le pilier et de 300 nm de haut. Un balayage de haut en bas limite le redépôt sur le sommet du micro-pilier. La hauteur de la boîte est réduite dans les dernières étapes pour réduire l'exposition du micro-pilier au faisceau et limiter l'endommagement potentiel de son sommet. L'ajustement des hauteurs est illustré dans le Tableau II.3 en étape 6 où sont visibles le dépôt de Pt au sommet en orange, le pilier représenté en rouge posé sur le piédestal (en dégradé de gris) et enfin la schématisation en bleu pâle du rectangle de retouche du sommet. La micrographie associée à l'étape 6 correspond au résultat final.

Tableau II.3. *Protocole de gravure des micro-piliers de semi-conducteurs avec schémas explicatifs et micrographies de chaque étape.*

Etape	Schéma de l'étape	Micrographie de l'étape
Etape 1 – Création de la croix pour l'auto-alignement		
Etape 2 – Protection de la zone de gravure par un dépôt de Pt-e		
Etape 3 – Vue horizontale		
Etape 4 – Gravure du premier anneau à fort courant et forte tension		
Etape 5 – Gravure du second anneau à faible courant et forte tension : recouvrement des deux anneaux en vert pâle et micro-pilier résultant en rouge		
Etape 6 – Ajustement de la hauteur par élimination du sommet du pilier (rectangle bleu) : Pt-e en orange et pilier en rouge		

II.1.2.d. Limitations de la gravure FIB

i. La redéposition

La redéposition est un phénomène directement lié à la gravure des échantillons, provenant de la pulvérisation de la matière par le faisceau d'ions Ga^+. Si une grande partie de cette matière est dispersée dans la chambre du FIB sous vide, une quantité non négligeable se redépose autour de la zone de gravure. Pour des profondeurs élevées de gravure, la redéposition intervient sur les parois latérales et à la surface de l'échantillon, formant des « murs » de redéposition. Le sens du balayage du faisceau d'ions peut jouer un rôle important sur la redéposition en privilégiant une zone de redéposition plus qu'une autre. Dans le cas des gravures de micro-piliers, le redépôt à grande distance est visible autour du cratère principal sous la forme d'un anneau plus clair sur les micrographies MEB. Il est aussi présent au sommet des micro-piliers d'InSb (d'où l'intérêt de couper le sommet par la suite) et sous forme de murs au sommet des différentes parois. Pour le protocole de gravure décrit dans la partie II.1.2.c, cette redéposition n'est pas dérangeante puisque le micro-pilier est façonné en dernier, limitant ainsi toute contamination de ses parois cylindriques. Seul l'ajustement final de la hauteur du micro-pilier conduit à une légère redéposition sur la face avant du pilier mais cela reste acceptable. Par ailleurs, lors de l'extraction d'une lame MET, il faut découper la zone d'intérêt pour la désolidariser du substrat. Lors de cette étape, il est important de définir une zone de découpe suffisamment grande pour ne pas être gêné par ce phénomène de redéposition : en effet, la redéposition peut entraîner la formation d'un pont entre l'échantillon et le substrat, rendant l'extraction plus compliquée par la suite. De manière générale, la redéposition est un phénomène important lors des gravures et il doit être pris en compte pour établir tout type de protocole de façonnage de micro-objets par FIB.

ii. L'endommagement causé par les ions Ga+

La gravure par FIB ne conduit pas exclusivement à la pulvérisation de la matière : l'implantation des ions peut générer l'endommagement du substrat sous la zone de gravure, à une profondeur plus ou moins importante selon le matériau et les conditions énergétiques du faisceau d'ions. Dans le cas présent, l'implantation des ions Ga^+ conduit à la création de défauts ponctuels dans le réseau cristallin (atomes de gallium interstitiels, lacunes, paires de Frenkel…) pouvant induire une déformation parfois importante du réseau cristallin, voire la création de défauts plus conséquents (dislocations) ou la déstabilisation de la maille cristalline [70].

Dans le cas des métaux, par exemple, l'endommagement induit par le faisceau d'ions du FIB peut conduire à l'amorphisation des couches de surfaces ou encore à la formation de phases intermétalliques [71]. Une étude conduite par Kiener *et al.* [72] et portant sur l'endommagement causé par les ions Ga^+ du FIB sur un échantillon de cuivre (Cu) révèle la présence d'une couche amorphisée après la gravure FIB sous différentes conditions opératoires. Les auteurs précisent que l'épaisseur de cette couche peut être réduite par la diminution de la tension d'accélération et/ou du courant des ions ou encore par la réduction de l'angle d'incidence du faisceau d'ions.

Plusieurs études mettent en évidence les effets de l'irradiation de la sonde ionique sur les semiconducteurs. Rubanov a notamment étudié l'endommagement induit par la gravure FIB dans le silicium (Si) [73] et dans des semiconducteurs de type III-V [74] : l'épaisseur des couches amorphes induites peut aller jusqu'à plus de 50 nm pour les tensions les plus élevées (typiquement pour 30 kV). Rubanov insiste aussi sur la redéposition engendrée par la gravure : elle est de nature amorphe et riche en gallium. Une autre étude menée par Wang [75] sur des jonctions p-n de Si compare l'épaisseur de la couche amorphe présente au niveau des parois latérales en fonction de l'énergie des ions Ga^+ : elle passe d'un peu moins de 10 nm pour 10 kV à un peu plus de 25 nm pour 40 kV. Thompson *et al*. [75] relèvent des concentrations de l'ordre de 12% atomique de Ga et une profondeur de pénétration de 40 nm dans des wafer de Si en utilisant un faisceau accéléré à 30 kV, à comparer aux 5nm de profondeur observés dans le cas d'une énergie de 5 kV (la concentration en Ga est alors de l'ordre de 2 % atomique). Ces différentes études démontrent l'importance de l'endommagement causé par le faisceau ionique, notamment l'impact de la tension d'accélération des ions incidents, ainsi que l'angle d'incidence du faisceau vis-à-vis de la surface de l'échantillon. Thompson démontre par ailleurs l'efficacité d'un faisceau ionique de faible énergie pour l'élimination des couches fortement endommagées. Enfin, des études font le lien entre l'irradiation d'un matériau et la génération de sources de boucles de dislocations au sein du cristal pour des gravures réalisées à forte énergie [76–78]. Les travaux de Chu *et al.* [79] présentent l'état d'un échantillon de silicium (001) après une implantation de Ga^+ par FIB. Ils notent la présence de boucles de dislocations et une forte dégradation de la surface (amorphisation). Tanaka *et al.* [80] notent la présence de précipités et de nombreuses dislocations après gravure par FIB suivi d'un recuit. Chee *et al.* [81] ont obtenu des changements microstructuraux locaux sur un échantillon de Si par gravure FIB pour trois types d'ions incidents (Ga^+, Au^+ et Si^{++}) : lors d'un recuit après amorphisation, ils observent une reconstruction provoquant la génération de précipités et de boucles de dislocations.

D’autres études montrent l’impact de l’endommagement sur la réponse mécanique des objets créés par gravure FIB. C’est le cas de Kiener *et al*. [3] mais aussi Shim *et al*. qui relèvent une diminution de la contrainte élastique des micro piliers réalisés par FIB dans des alliages de molybdène (Mo) [82] . Les travaux de simulations numériques par dynamique des dislocations d’El-Awady *et al.* [83] montrent une augmentation de la contrainte d’écoulement lorsque des dislocations sont insérées à la surface de micro-piliers. Guo *et al*. [84] ont étudié l’impact du FIB sur des alliages de Nb-Si et ont démontré, par nano indentation et compression de micro-piliers, que l’implantation de Ga dans l’échantillon conduit à une diminution de la dureté et du module d’Young (*E*).

Pour estimer l’impact du faisceau d’ions sur les différents piliers façonnés dans cette étude, des simulations SRIM (*Stopping and Range of Ions in Matter*) présentées dans l’Annexe 1 ont été effectuées en se concentrant sur l’influence de l’angle d’incidence du faisceau d’ions et sur la tension d’accélération. Les résultats montrent que la réduction de l’énergie des ions permet dans tous les cas de limiter la profondeur d’endommagement à la surface de l’échantillon uniquement. De plus, l’incidence de l’angle permet aussi de limiter l’endommagement lorsque celui-ci se rapproche de 90° (incidence tangentielle). Ces simulations, bien qu’imparfaites (pas de prise en compte de la direction cristallographique, notamment), montrent l’importance de l’optimisation du protocole de gravure et justifient le choix d’un angle d’incidence de 90° par rapport à la normale à la surface pour la géométrie cylindrique. De plus, la réduction de l’énergie des ions lors de l’ajustement des hauteurs participe à la limitation de l’endommagement et la capacité de pénétration des ions.

iii. La réaction Ga-In

Une attention particulière doit être apportée à InSb en raison de l’existence d’une réaction chimique entre l’indium et le gallium à température ambiante. Elle est notamment rapportée par Mayer [70] dans un article sur la préparation des lames de microscopie et les dommages du FIB, ainsi que par Thilly *et al.* [50] lors de la préparation d’échantillon d’InSb par FIB. Cette réaction est visible sur le diagramme binaire d’équilibre de phase en Figure II.7 : il apparaît que pour une température de 300 K, soit environ 27 °C, une phase liquide de Ga-In est présente sur l’ensemble du diagramme. Cette phase peut se retrouver seule ou en présence d’une solution solide. Dans tous les cas, il se forme, lors de la gravure dans le FIB à la température ambiante, une phase liquide qui est rapidement évaporée et évacuée sous l’effet du vide de l’enceinte. Dans un premier temps, ce phénomène se révèle intéressant puisque la vitesse de gravure s’en retrouve très améliorée.

Cependant, la contrepartie est négative puisque la moindre surface de l'échantillon d'InSb recevant des ions Ga^+ présente un endommagement supérieur comparé à d'autres matériaux non réactifs. Aussi, le faisceau n'étant jamais parfaitement focalisé, les zones dans le voisinage de la zone gravée peuvent être endommagées, voire gravées en profondeur en cas d'exposition longue. Dans les protocoles concernés ici, c'est le cas du piédestal du pilier qui, avec des paramètres de gravures classiques (comme pour le Si), se retrouve gravé et prend une forme conique.

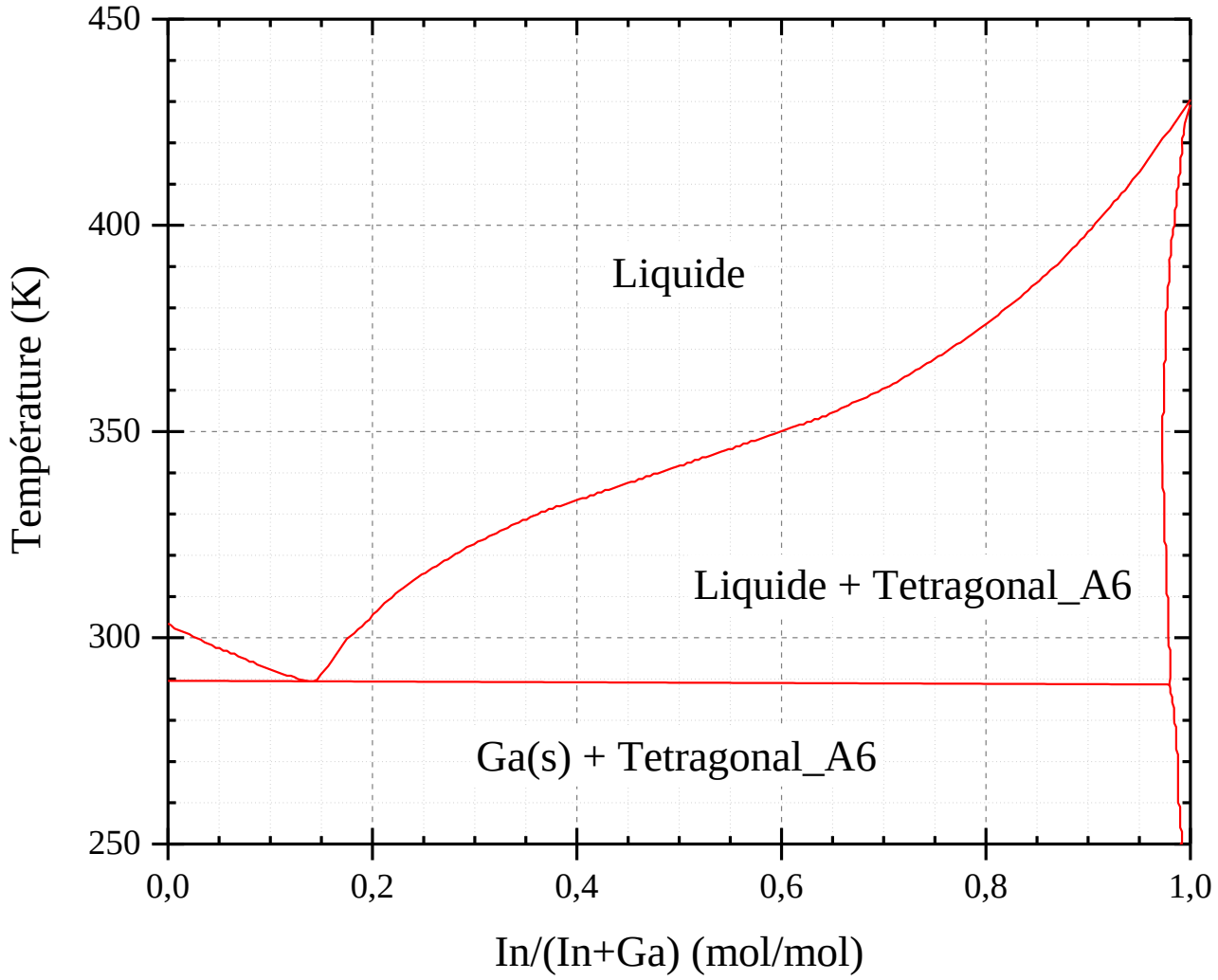


Figure II.7. *Diagramme binaire d'équilibre de phase de l'indium In et du gallium Ga.*

Pour réduire cet effet, il est nécessaire de limiter la réaction Ga-In. Ne pouvant ni refroidir l'échantillon, ni changer de source ionique, la solution trouvée reste l'adaptation des différents paramètres de gravure afin de limiter localement la réaction. Cela passe principalement par la réduction du temps de pause du faisceau (*dwell time* abrégé DT par la suite) et par un courant très faible lors de l'étape la plus critique, à savoir la gravure du micro-pilier lui-même. Le DT définit le

temps que passe le faisceau d'ions en chacun des points de gravure, points préalablement calculés par le logiciel en fonction des paramètres de gravure. Un test préalable a été réalisé afin de vérifier l'impact du DT sur la morphologie de surface d'InSb, seul matériau de l'étude concerné par une telle réaction chimique avec le gallium. La Figure II.8 montre ainsi trois gravures identiques de 1 µm de profondeur sur un échantillon d'InSb orienté ⟨111⟩. Cette figure met bien en évidence la réactivité du matériau sous le faisceau d'ions, mais révèle par la même occasion l'influence du DT sur l'état de surface. Pour une valeur minimale de 25 ns (Figure II.8.a)), la morphologie de la surface s'en retrouve améliorée et cette configuration sera conservée pour l'ensemble des gravures d'InSb.

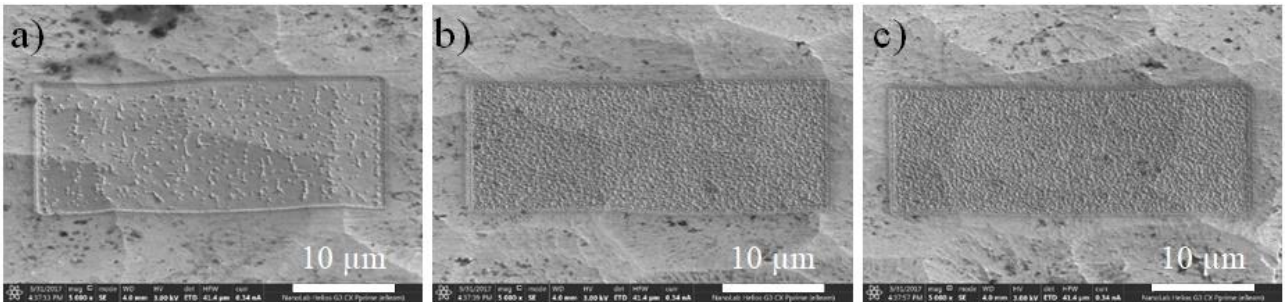


Figure II.8. *Micrographies SEM montrant l'état de surface d'un échantillon d'InSb après le passage du faisceau, pour 1 µm de profondeur et trois temps de pause du faisceau différents : a) 25 ns, b) 25 µs et c) 100 µs.*

iv. Le taper

La méthode de gravure des anneaux multiples laisse apparaître une différence de diamètre entre le sommet et la base du pilier, constituant un potentiel problème lors de la compression du micro-pilier (voir ci-dessous). Cette différence est causée par la forte focalisation du faisceau d'ions, dont l'ouverture angulaire induit une augmentation de la surface gravée en avant et en arrière du point focal. L'angle formé entre l'axe vertical et le bord du micro-pilier (α sur la Figure II.9) permet de quantifier ce phénomène appelé *taper*. Cet angle peut être calculé de la façon suivante :

$$\tan\alpha = \frac{\delta R}{h} \qquad \text{II.2}$$

Avec δR la différence de rayon entre le sommet et la base du pilier et *h* la hauteur du micro-pilier. La valeur du *taper* est considérée acceptable lorsqu'elle est inférieure à 3°. Plus α est élevé et plus la contrainte appliquée lors de la compression sera concentrée au sommet du micro-pilier, empêchant ainsi la propagation de la plasticité le long du micro-pilier jusqu'à sa base.

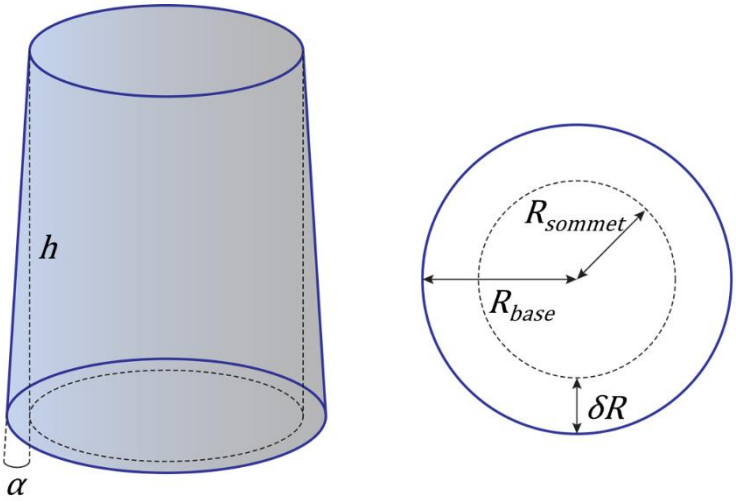


Figure II.9. *Schématisation du "taper" caractérisé par l'angle α, associé à une différence de diamètre entre le sommet et la base du pilier.*

II.2. Essais mécaniques de micro-compression

II.2.1. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est un nano-indenteur de la société Suisse Alemnis pensé et développé dans l'optique d'être introduit dans un MEB, dont le FIB Helios NanoLab du laboratoire (Figure II.10). Il permet de réaliser des essais *in-situ* et de recueillir des vidéos des déformations à l'aide de l'imagerie MEB. Il est fourni avec un boîtier d'alimentation et de contrôle, ainsi qu'un ordinateur disposant d'un logiciel de pilotage du système (AMICS) et d'un autre logiciel pour le traitement des données (AMMDA). Le nano-indenteur est composé de deux parties distinctes : 1) le « bloc échantillon » sur lequel est fixé l'échantillon et permettant le déplacement latéral en X/Y de ce dernier ; et 2) la cellule de force sur laquelle est attaché le poinçon et permettant le déplacement h en Z ainsi que l'acquisition de la force, F (voir Figure II.11). Le bloc échantillon permet d'accueillir les mêmes ensembles échantillons/support que ceux utilisés durant le façonnage par FIB (Figure II.6.b). Les essais de micro-compression permettent d'appliquer un déplacement h et de mesurer dans le même temps la valeur de la force appliquée F selon une séquence de charge et décharge prédéfinie.

Le logiciel de pilotage AMICS propose les options essentielles à la réalisation d'essais mécaniques : les deux modes principaux « déplacement imposé » et « force imposée », une fonction « *scratching* » permettant un essai de rayure et aussi une fonction « *hold* » qui maintient la position

du poinçon pendant un temps défini. La « force imposée » est un mode où la cellule de force maintient la vitesse d'application de la force, dF/dt, constante tout au long de l'essai. A l'inverse, le « déplacement imposé » maintient une vitesse de déplacement, dh/dt, constante durant l'essai. C'est ce dernier mode qui est choisi pour la déformation des micro-piliers puisqu'il permet de paramétrer un objectif de déformation et de tester différentes vitesses de déformation. Il faut noter la possibilité de paramétrer différentes séquences de déformation, avec différentes vitesses et/ou différents déplacements imposés lors d'un même essai mécanique. C'est ainsi que sont réalisés les sauts de vitesse de cette étude.

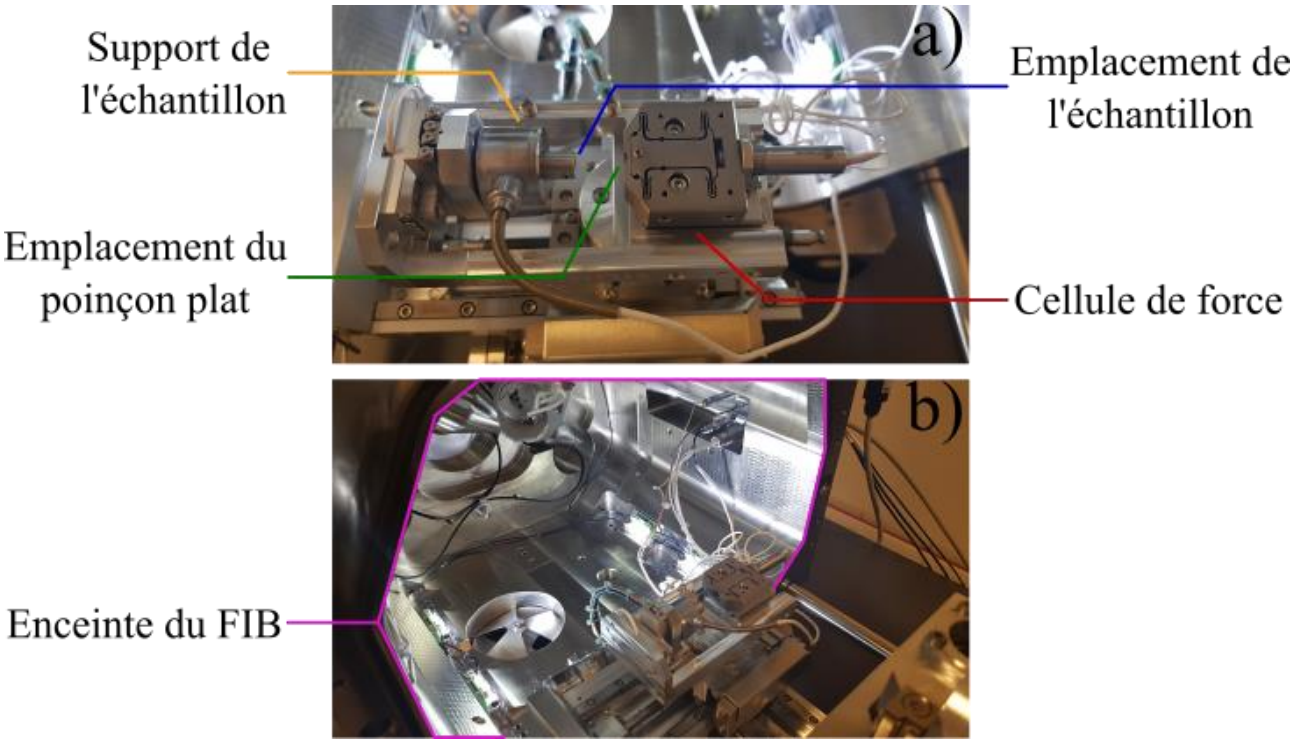


Figure II.10. *a) photographie du nano-indenteur ALEMNIS monté sur la platine mobile du FIB et b) ses dimensions comparées à l'enceinte du FIB*

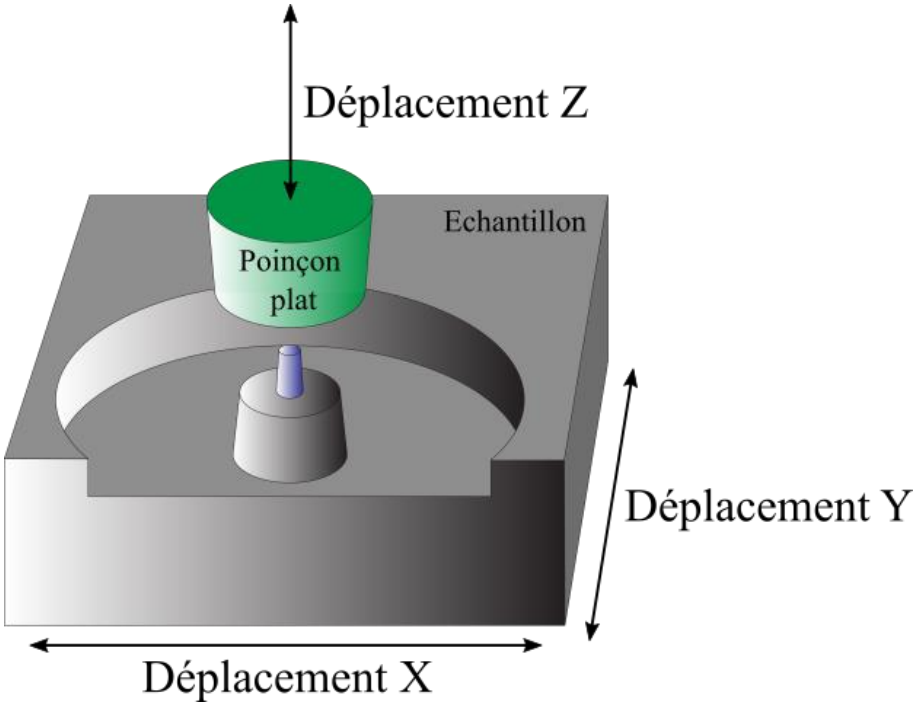


Figure II.11. *Schéma présentant les déplacement X/Y de l'échantillon et le déplacement Z du poinçon plat (en vert) avec en bleu un micro-pilier.*

II.2.2. Protocole de micro-compression

La déformation des micro-piliers s'effectue en utilisant un poinçon plat en diamant de la société SYNTON de 20 µm de diamètre. Il est vissé dans un support lui-même fixé à la cellule de force par une vis à bout conique. Une première approche grossière est effectuée à l'aide du boîtier de commande gérant le déplacement des deux blocs (*X/Y/Z*) avant la fermeture de l'enceinte du FIB et sa mise sous vide. Comme la machine de compression est encombrante dans l'enceinte, il n'est pas possible de se placer à la distance de travail (*working distance* abrégé WD) usuelle de 4 mm : pour un basculement nul de la machine, une distance de 15 mm est préconisée afin d'éviter tout contact avec la pièce polaire de la colonne électronique. Un basculement maximum de 20° est aussi accessible et, dans ce cas, il est possible de positionner l'appareil à un WD de 10 mm environ. Une approche automatique du poinçon (pour déterminer la distance entre le poinçon à la surface du substrat) est réalisée avec un basculement de la machine de déformation de 20° et un WD de sécurité de 15 mm. Il faut noter que toutes les procédures au sein du FIB sont suivies en direct à l'aide du faisceau électronique, simplifiant grandement toutes les étapes des essais mécaniques. Un premier positionnement grossier au-dessus des micro-piliers est ensuite réalisé puis la machine de

compression est mise à un basculement de -2° pour obtenir une vue en légère contre-plongée du micro-pilier et du poinçon (avec WD = 15 mm). En effet, lors de l'approche finale du poinçon, le positionnement en contre-plongée révèle son avantage puisqu'il permet de distinguer l'ombre du micro-pilier sur le poinçon, simplifiant ainsi l'approche et la rendant plus précise. Aussi, il est facile de centrer le micro-pilier sous le poinçon et de s'arrêter juste avant le contact (précisément lorsque l'ombre et le sommet du pilier se confondent).

Une remise à zéro de la valeur de la force et de la valeur du déplacement est toujours réalisée avant le lancement des essais (fonction « *tare* »). L'essai est lancé en même temps que l'acquisition vidéo par imagerie électronique avec une résolution de 1536×1024 pour un temps de pause par point de 1 µs (résolution maximale disponible en mode vidéo). Les micro-compressions peuvent ainsi être suivies directement par vidéo tout en suivant l'évolution des données mécaniques. Il est possible d'arrêter l'essai mécanique à tout moment, ou de simplement le mettre en pause avant de le redémarrer. Il peut arriver que le micro-pilier se brise lors de la compression et reste collé au poinçon : il faut alors ouvrir l'enceinte du FIB et nettoyer la pointe à l'aide d'un coton imbibé d'éthanol à 90°. Enfin, comme les micro-piliers sont alignés au bord du substrat, il est possible d'enchaîner sans difficulté plusieurs compressions par de simples déplacements en X de l'échantillon et un léger ajustement dans la profondeur via le déplacement Y.

II.2.3. Traitement des données

II.2.3.a. Complaisance de l'indenteur et dérive de la cellule de force

En mode « déplacement imposé », la cellule de force mesure la force appliquée sur le micro-pilier en fonction du déplacement imposé par la vitesse de déplacement du poinçon. Toutefois, le micro-pilier n'est pas le seul élément subissant la contrainte appliquée puisqu'il est attaché au piédestal, lui-même attaché au substrat, tandis que la machine de déformation possède une complaisance spécifique (connue et fournie par le constructeur). Ainsi, lors de chaque essai, c'est l'ensemble machine/micro-pilier/piédestal/substrat qui est contraint : c'est la réponse mécanique résultante qui est collectée. Afin d'isoler la contribution du micro-pilier, un traitement des données mécaniques brutes doit être réalisé, soit manuellement ou via le logiciel AMMDA fourni par Alemnis (qui permet notamment d'automatiser la correction de la complaisance de la machine). Cette correction est mise en évidence sur la Figure II.12, où la courbe *force-déplacement* initiale C1 (en

bleue) d'un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre est superposée à la courbe corrigée de la complaisance C2 (en bleue).

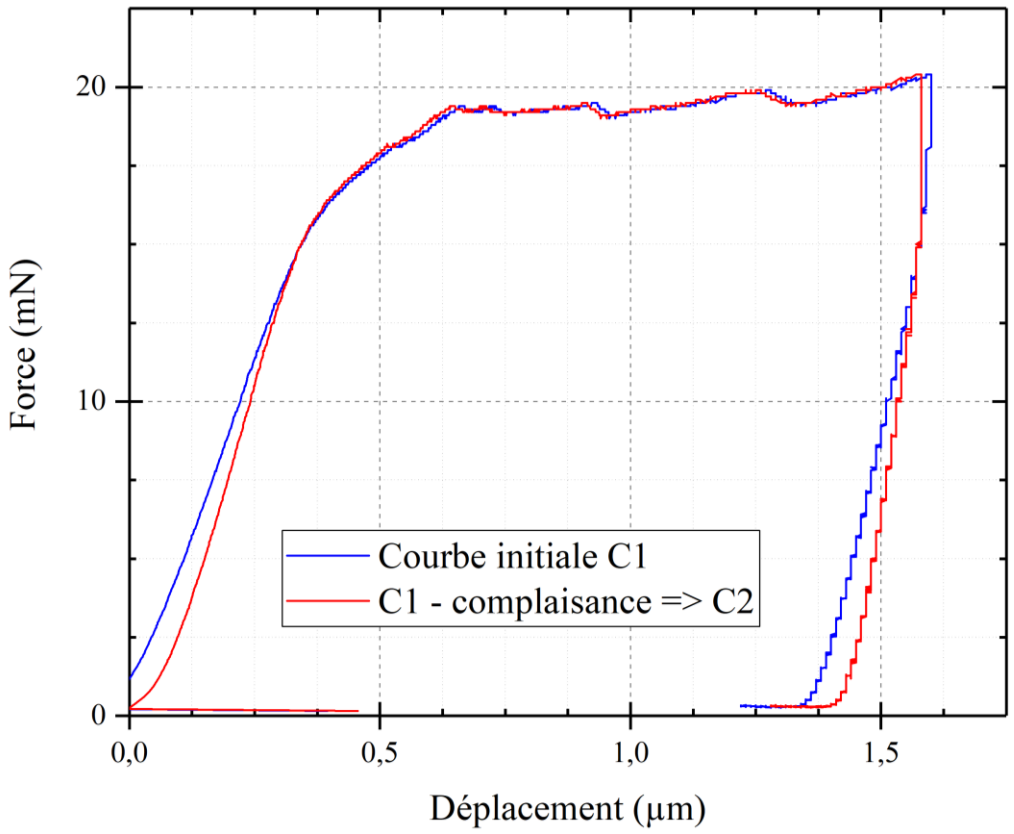


Figure II.12. *Courbes force-déplacement d'un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre avant (C1 en bleue) et après correction de la complaisance (C2 en rouge).*

Il est assez fréquent d'obtenir des données mécaniques brutes avec une valeur de force non nulle à la fin de la décharge, généralement d'une valeur de quelques centaines de µN : ce phénomène est induit par une dérive de la cellule de force, dont l'ordre de grandeur est de quelques centaines de nN/s. Le logiciel AMMDA analyse donc les données mécaniques et détermine la valeur de cette dérive, permettant d'en retirer la contribution automatiquement. La Figure II.13 permet de visualiser le phénomène avec en bleue la courbe C2 (correction de la complaisance uniquement) et la courbe corrigée de la dérive de force en rouge C3.

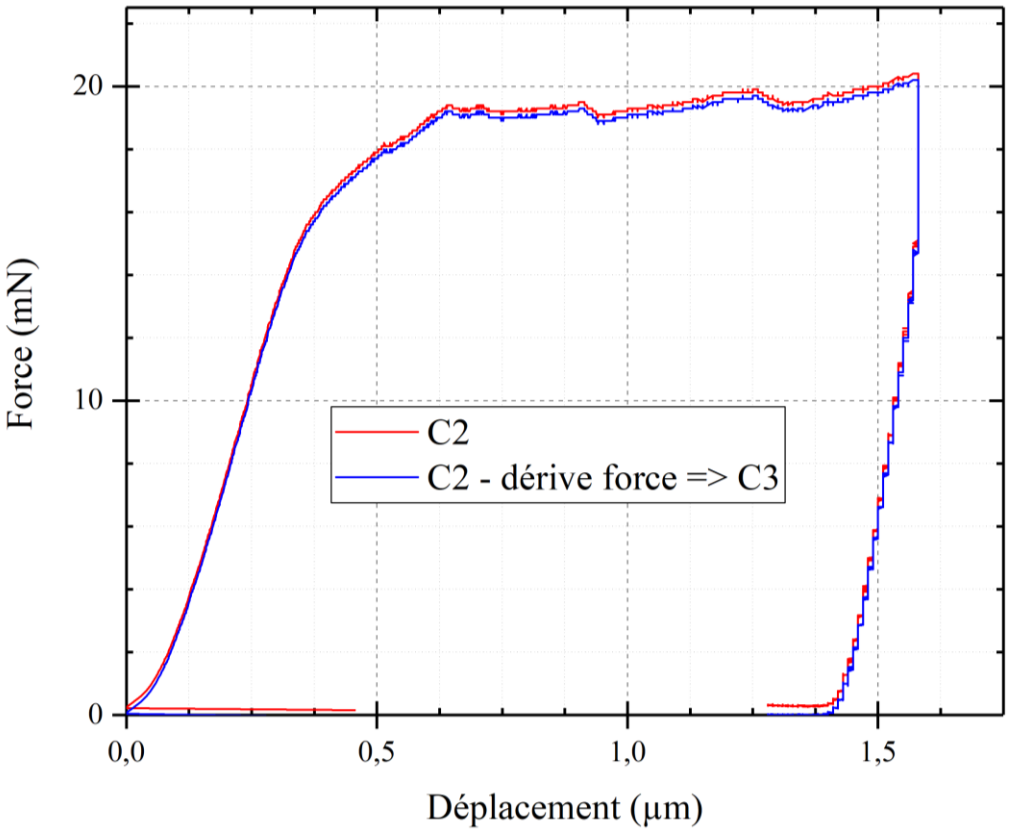


Figure II.13. *Courbes force-déplacement avant (C2 en rouge) et après la correction de la dérive de force (C3 en bleue).*

II.2.3.b. Déformation du piédestal

Comme indiqué dans la partie précédente, le micro-pilier n'est pas le seul objet à subir la contrainte appliquée. En effet, les différentes parties de l'appareillage expérimental se déforment et il en est de même pour le piédestal auquel est attaché le pilier, mais aussi le substrat, auquel est attaché le piédestal. On fait l'hypothèse qu'en raison des faibles valeurs de force appliquées (entre 10^{-3} et 10^{-2} N), le substrat ne se déforme pas : en revanche, la déformation (élastique) du piédestal doit être prise en compte et sa contribution doit être retirée afin d'obtenir uniquement la déformation du micro-pilier. En considérant le micro-pilier comme un poinçon plat exerçant sur le piédestal une force égale à celle qu'il subit de la part du poinçon de compression, il est possible de déterminer le déplacement du piédestal $h_{piédestal}$ par la formule de Sneddon, qui met en relation la force appliquée F, le diamètre du pilier à la base d_{base} (partie en contact avec le piédestal) et les caractéristiques mécaniques du matériau telles que le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν :

$$h_{piédestal} = \frac{1-\nu^2}{E} \times \frac{F}{d_{base}} \qquad \text{II.3}$$

Une fois ce déplacement $h_{piédestal}$ déterminé, il convient alors de le retirer du déplacement brut mesuré $h_{mesuré}$ pour obtenir le déplacement réel du micro-pilier h_{pilier} :

$$h_{pilier} = h_{mesuré} - h_{piédestal} \qquad \text{II.4}$$

II.2.3.c. Courbes contrainte-déformation et correction du durcissement

Le logiciel permet d'acquérir des courbes de *force-déplacement*. Dans ce cas, il est difficile d'analyser et de comparer les micro-compressions sans s'affranchir du caractère dimensionnel des micro-piliers. La solution est de transformer ces courbes *force-déplacement* en courbes *contrainte-déformation*. Pour ce faire, la contrainte σ est obtenue en divisant la force appliquée *F* par la surface de contact avec le pilier *S* :

$$\sigma = \frac{F}{S} \qquad \text{II.5}$$

La déformation ε se calcule à partir de la hauteur du pilier avant l'essai mécanique h_0 et le déplacement réel du pilier h_{pilier} calculé à partir de la formule II.4 :

$$\varepsilon = \frac{h_{pilier}}{h_0} \qquad \text{II.6}$$

La Figure II.14 ci-dessous présente ainsi la courbe C3 (reprise de la Figure II.13) convertie en courbe *contrainte-déformation*, avec initialement une correction de la déformation du piédestal.

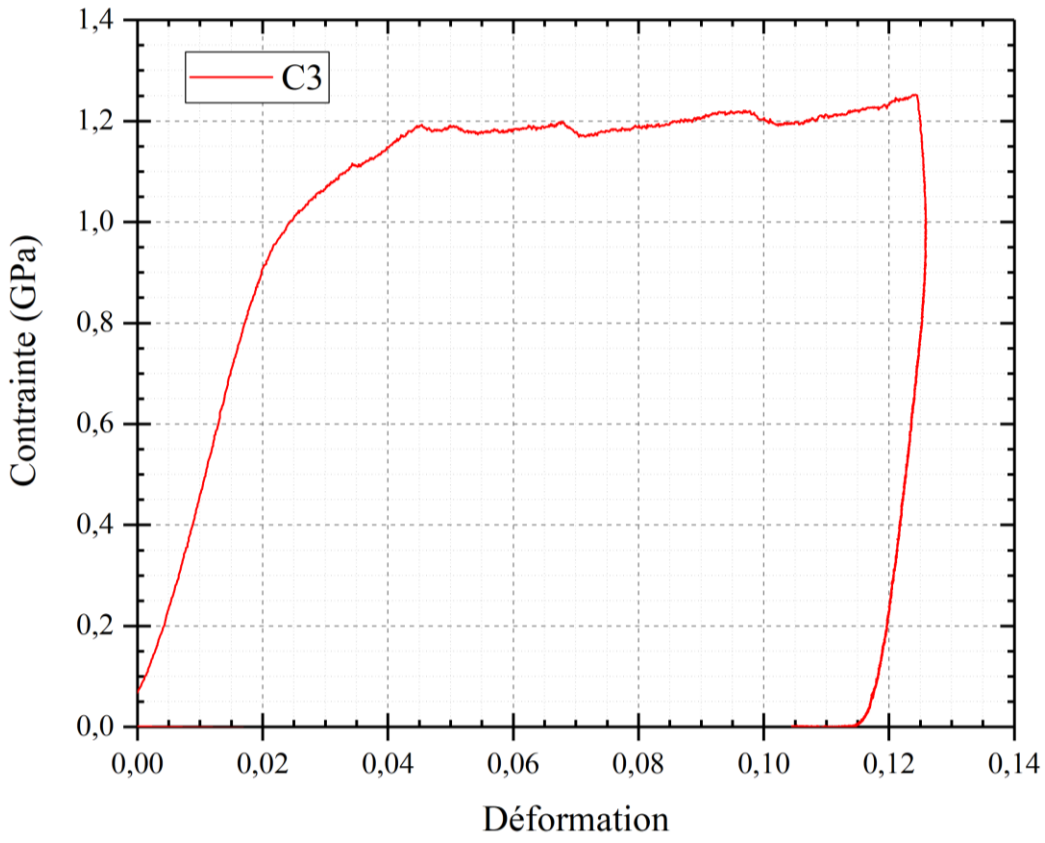


Figure II.14. *Essai de micro-compression exprimé en contrainte-déformation après correction de la complaisance et de la dérive de force.*

Certaines courbes de micro-compression peuvent faire apparaître un durcissement plus ou moins constant dans le régime de déformation plastique. Cela se caractérise par l'augmentation plus ou moins linéaire de la contrainte d'écoulement, traduisant l'augmentation de la résistance du matériau soumis à la déformation plastique croissante. Il est ainsi nécessaire dans certains cas de retirer cette contribution, par exemple lorsqu'il faut déterminer la contrainte d'écoulement du matériau par ajustement de la courbe (cas des sauts de vitesse de déformation). Pour cela, une simple régression linéaire appliquée sur la partie du domaine plastique présentant le durcissement suffit à en retirer la contribution. La Figure II.15 illustre la démarche pour une courbe correspondant à la compression d'un micro-pilier d'InSb qui présente une telle contribution de durcissement dans le régime plastique. Il faut préciser que ce durcissement a été préalablement mesuré sur un essai monotone, autorisant ainsi le retrait de cette contribution sur des essais mécaniques complexes (comme lors de sauts de vitesse de déformation). Enfin, cette correction est appliquée uniquement lorsque la contribution du durcissement peut être établie linéairement sans ambiguïté : si des

variations de la contrainte viennent perturber cette linéarité (hormis le bruit associé au signal), alors aucune correction n'est réalisée sur la courbe.

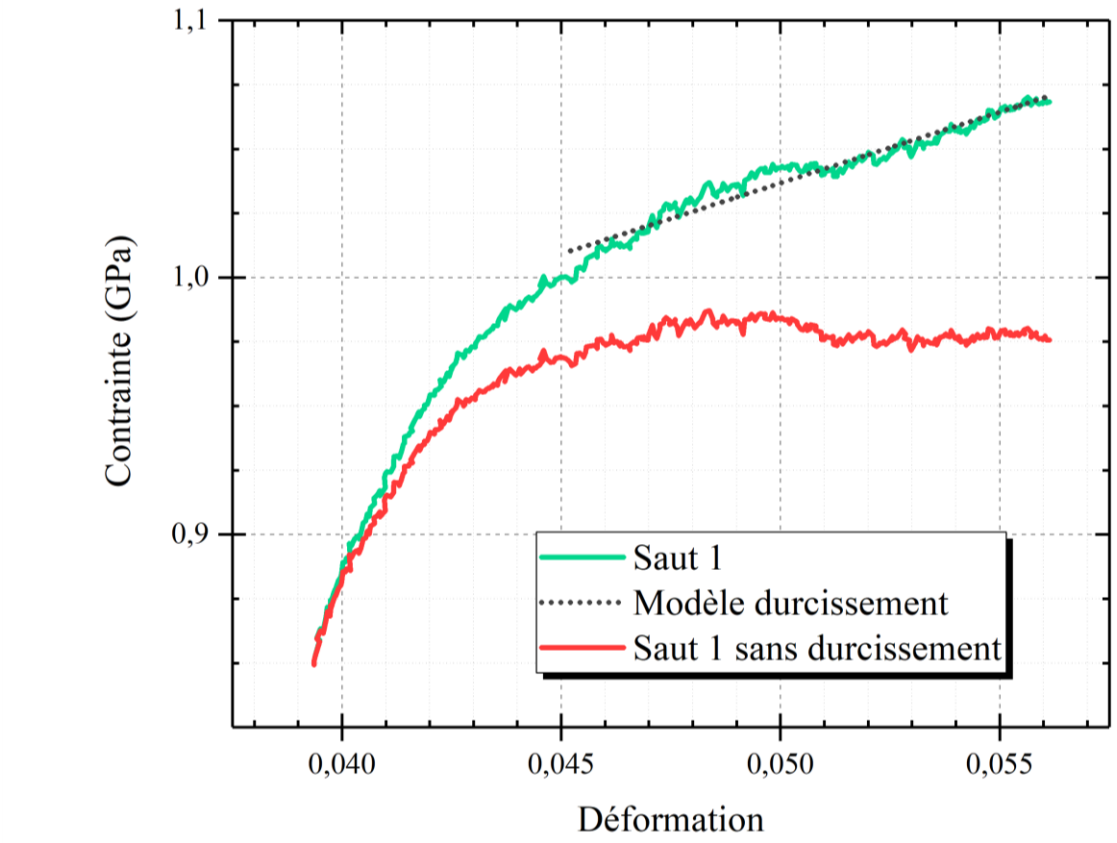


Figure II.15. *Exemple de saut de vitesse comprenant une partie linéaire identifiée comme du durcissement mécanique : a) cas d'une hausse de la vitesse de déformation et b) cas d'une baisse de la vitesse de déformation. En vert, la courbe initiale, en pointillés noirs le modèle lié au durcissement et en rouge la courbe corrigée.*

II.2.3.d. Synchronisation des vidéos de déformation in-situ

Les vidéos des micro-compressions sont enregistrées au format AVI par le logiciel d'acquisition du FIB. Chaque vidéo présente une résolution de 1536×1024 pour une acquisition de 1 µs par point (soit 1,57 secondes pour l'acquisition d'une image, équivalent à 0,64 images par seconde) et une taille maximale de 2 Go. La durée d'une micro-compression allant généralement de quelques minutes à plusieurs dizaines de minutes, plusieurs séquences de 2 Go sont nécessaires pour un même micro-pilier (l'enchainement des séquences se fait automatiquement par le logiciel). Cela rend la taille des fichiers vidéo très importante allant parfois jusqu'à plus de 20 Go pour un

seul essai de compression, soit plus de 10 séquences successives. Dans ces conditions, un premier travail visant à réduire la taille des fichiers vidéo est effectué via le logiciel Format Factory. Ce logiciel gratuit permet de convertir les formats, ici des formats AVI, en format MP4 avec une résolution de 1024x768 (format 4/3). Les tailles finales sont bien moins importantes, passant de 2 Go à environ 50 Mo par vidéo. Le logiciel gratuit de montage vidéo Da Vinci Resolve a été utilisé pour compiler tous les fichiers MP4 d'un même micro-pilier en une seule vidéo MP4. Une accélération de la lecture de la vidéo ainsi que quelques annotations aidant à la compréhension ont été ajoutées à chaque vidéo finale.

Il est possible de synchroniser la vidéo d'une compression avec la courbe de *contrainte-déformation* correspondante en choisissant un évènement spécifique associé à la courbe *contrainte-déformation* facilement repérable sur la vidéo. En général, il est aisé de sélectionner le moment où commence la décharge du micro-pilier. Il faut noter que le début de la vidéo ne correspond pas toujours exactement au début de l'acquisition des données mécaniques car la vidéo n'est pas lancée exactement au même moment que la compression du micro-pilier. L'acquisition vidéo est généralement lancée après le démarrage de la séquence de micro-compression, le plus souvent au moment où le contact entre le poinçon plat et le sommet du micro-pilier est établi (visible sur la courbe *contrainte-déformation* acquise en directe par l'augmentation de la force mesurée) afin de limiter les parties inutiles de la vidéo (approche avant et décharge après contact poinçon/micro-pilier). Il faut aussi tenir compte de l'accélération de la vidéo lors de la synchronisation.

II.3. Caractérisation par microscopie électronique

II.3.1. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'analyse répandue donnant accès à la topographie, à la cristallographie et à la chimie de surface de l'échantillon (seule l'imagerie nous concerne ici). Le FIB disposant d'une colonne électronique équipée d'un canon FEG Schottky (*Field Gun Emission*), il a été utilisé pour les caractérisations MEB de la topographie des micro-piliers (avant et après déformation).

Comme indiqué précédemment, plusieurs possibilités d'analyses sont accessibles avec cet appareil, dont l'imagerie SEM (*scanning electron microscopy*) qui repose sur l'excitation d'électrons

faiblement liés à leur noyau atomique par le faisceau électronique incident. Cela concerne les électrons de la bande de conduction dans le cas des matériaux métalliques ; les électrons de la bande de valence dans le cas des semiconducteurs. Par conséquent, des électrons dits secondaires sont émis par les atomes de l'échantillon en réponse à cette excitation. Ils sont captés par le détecteur d'électrons secondaires afin d'être retransmis à l'écran par une image en nuance de gris. Les électrons secondaires étant peu énergétiques, seuls les atomes de la surface et de quelques couches atomiques en dessous de celle-ci peuvent être captés. Lorsqu'une différence de topographie intervient au cours du balayage, un excédent ou un déficit d'électrons secondaires est alors détecté, se traduisant par une différence de contraste sur l'image. Il est aussi possible de détecter les électrons rétrodiffusés (*back-scattered electron* ou BSE) pour acquérir une micrographie de l'échantillon. Cela permet d'obtenir aussi des informations sur la chimie de surface puisque le contraste obtenu est aussi lié à la nature de l'atome de l'échantillon avec lequel l'électron primaire a interagi quasi-élastiquement. Enfin, l'étude chimique de la surface est généralement réalisée par analyse dispersive en énergie des rayons X. Cela concerne plusieurs types d'analyse comme l'*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS), l'*Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy* (EDXRS) ou encore le *Wavelength Dispersive X-Ray Spectroscopy* (WDS) qui analyse plutôt la dispersion en longueur d'onde. Toutes ces techniques ont pour objectif d'analyser la distribution (en énergie ou en longueur d'onde) des rayons X émis. A noter que seul un détecteur EDS est disponible sur le FIB utilisé pour cette étude.

Seule la technique d'imagerie par détection des électrons secondaires est utilisée ici pour l'imagerie dans son ensemble, ainsi que pour l'acquisition des vidéos des essais mécaniques. Des micrographies avant/après déformation sont réalisées afin de déterminer l'évolution de la surface du micro-pilier (lignes de glissement, fissures…). Les lignes de glissement apparaissent à la surface d'un micro-pilier sous forme de lignes plus claires ou plus sombres suivant la face et l'orientation choisie, en raison du contraste d'arête. Les fissures, quant à elles, sont toujours plus sombres et une optimisation du contraste est nécessaire pour mettre en évidence les deux surfaces constituant la fissure, en raison du contraste d'ombrage.

II.3.2. Microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission (MET) est une technique d'analyse permettant l'obtention d'informations locales sur la microstructure d'un échantillon allant de l'échelle mésoscopique (imagerie conventionnelle) à l'échelle atomique (haute-résolution). Elle permet aussi

d'étudier la chimie de l'échantillon via l'analyse *Electron Energy Loss Spectroscopy* abrégé EELS, l'EDS ou encore le STEM. Le principe de fonctionnement repose sur la traversée de l'échantillon par un faisceau d'électrons parallèle dans le cas d'une utilisation conventionnelle et convergent dans le cas d'une analyse STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*). L'appareil se compose ainsi d'une colonne sous vide disposant d'un canon à électrons dans sa partie supérieure, de lentilles magnétiques afin de propager et façonner le faisceau et d'une plaque phosphorescente et/ou caméra CCD pour visualiser l'image électronique. Les électrons possèdent une énergie allant de plusieurs dizaines de keV à plusieurs centaines de keV selon les MET. L'échantillon, quant à lui, doit être suffisamment mince pour être transparent au faisceau d'électrons mais assez épais afin de conserver les éléments représentatifs de la microstructure à caractériser : en général, une centaine de nanomètres est recommandée.

II.3.2.a. Microscopie électronique en transmission conventionnelle

La MET conventionnelle repose sur l'utilisation d'un faisceau parallèle d'électrons. Un tel faisceau donne lieu à un diagramme de diffraction constitué par un réseau de tâches ponctuelles, formé au niveau du plan focal image de la lentille objectif (Figure II.16.b). Une première image inversée de l'objet est formée au niveau du plan image de cette même lentille (Figure II.16.a). En MET conventionnelle, la formation des images résulte d'un contraste d'amplitude suite à la sélection d'un seul faisceau à l'aide d'un diaphragme de contraste. Pour obtenir des images dont le contraste du fond est bien uniforme il convient d'orienter l'échantillon de telle manière à ce que les électrons ne soient diffractés que par une seule famille de plans atomiques. Cette configuration est connue sous la condition de diffraction en « deux ondes ». Autrement dit, le diagramme de diffraction est dominé par la présence d'un faisceau transmis (000) et d'un faisceau diffracté $g(hkl)$. Dans cette configuration, deux modes d'imagerie sont possibles : le mode « champs clair CC » et le mode « champ sombre CS ». Une image en CC est obtenue en ne laissant passer que les électrons transmis ; ceci est possible avec l'insertion d'un diaphragme de contraste qui bloque les électrons diffractés et qui laisse passer les électrons transmis. L'image en CC d'un cristal parfait se présente avec un contraste clair et uniforme. Dans les mêmes conditions, un cristal contenant un défaut donnera une image avec un contraste sombre à l'endroit où est projetée l'image du défaut. Ceci se traduit par une intensité plus faible localement, autrement dit des électrons manquent à cet endroit de l'image. En effet, la présence du défaut perturbe le réseau cristallin localement et les électrons passant à proximité

se trouvent diffractés dans d'autres directions. De manière tout à fait analogue, une image en CS s'obtient en bloquant les électrons transmis et en laissant passer les électrons diffractés en utilisant le même diaphragme de contraste. A la différence des images en CC, les images en CS présentent un fond complètement sombre en absence de défauts et clair localement à l'endroit de la projection du défaut lorsque l'échantillon en contient. Pour améliorer les conditions d'observation des défauts, il est souhaitable de travailler en faisceau faible : il s'agit de réaliser l'image avec la diffraction *g* lorsque seule la diffraction *ng* est excitée (spot autre que *g* et issu de la même famille de plans ayant donné lieu au spot *g*). Cette configuration s'obtient en basculant l'échantillon autour d'un axe parallèle aux plans diffractant et perpendiculaire au vecteur diffractant. Dans ce cas, les défauts tels que les dislocations présentent un contraste fin et leur position sur les micrographies est voisine de leur position réelle dans le cristal.

En MET conventionnelle, la caractérisation complète d'un défaut nécessite souvent la réalisation de plusieurs images avec différents vecteurs diffractant afin d'identifier les conditions de sa mise hors contraste. Celle-ci nécessite la détermination de la direction de ligne $\vec{u}$ et du vecteur de Burgers $\vec{b}$ du défaut linéaire. Dans le cas d'une dislocation parfaite à caractère vis, l'extinction de celle-ci aura lieu pour un $\vec{g}$ sélectionné si la condition II.7 est respectée.

$$\vec{g} \,.\, \vec{b} = 0 \qquad \text{II.7}$$

Pour une dislocation coin ou mixte, la condition d'extinction est modifiée et devient alors :

$$\vec{g} \,.\, \overrightarrow{(b \wedge \vec{u})} = 0 \qquad \text{II.8}$$

Dans le cas des dislocations partielles, les vecteurs de Burgers ne sont pas des translations entières du réseau cristallin. Cela implique que le produit scalaire $\vec{g} \,.\, \vec{b}$ n'est pas nécessairement un nombre entier ou nul. Les règles d'extinctions des dislocations partielles sont les mêmes que pour les dislocations parfaites uniquement si le produit scalaire entre le vecteur $\vec{g}$ et le vecteur de déplacement $\vec{R}$ (caractérisant le défaut d'empilement associé aux dislocations partielles) est nul ou entier. Dans le cas contraire, par exemple dans la structure CFC, le produit $\vec{g} \,.\, \vec{b}$ vaut ± 1/3 si la partielle de Shockley est hors contraste et ± 2/3 si elle est visible.

Le microscope électronique en transmission utilisé lors de cette étude est un TALOS F200S G2 de la société Thermo Fischer Scientific opérant à 200 kV. La limite d'information annoncée par le constructeur est de 0,11 nm en imagerie conventionnelle. La taille de spot est annoncée inférieure

à 1 nm pour un courant de 0,6 nA. Le microscope est équipé d'une caméra CCD permettant l'acquisition des images.

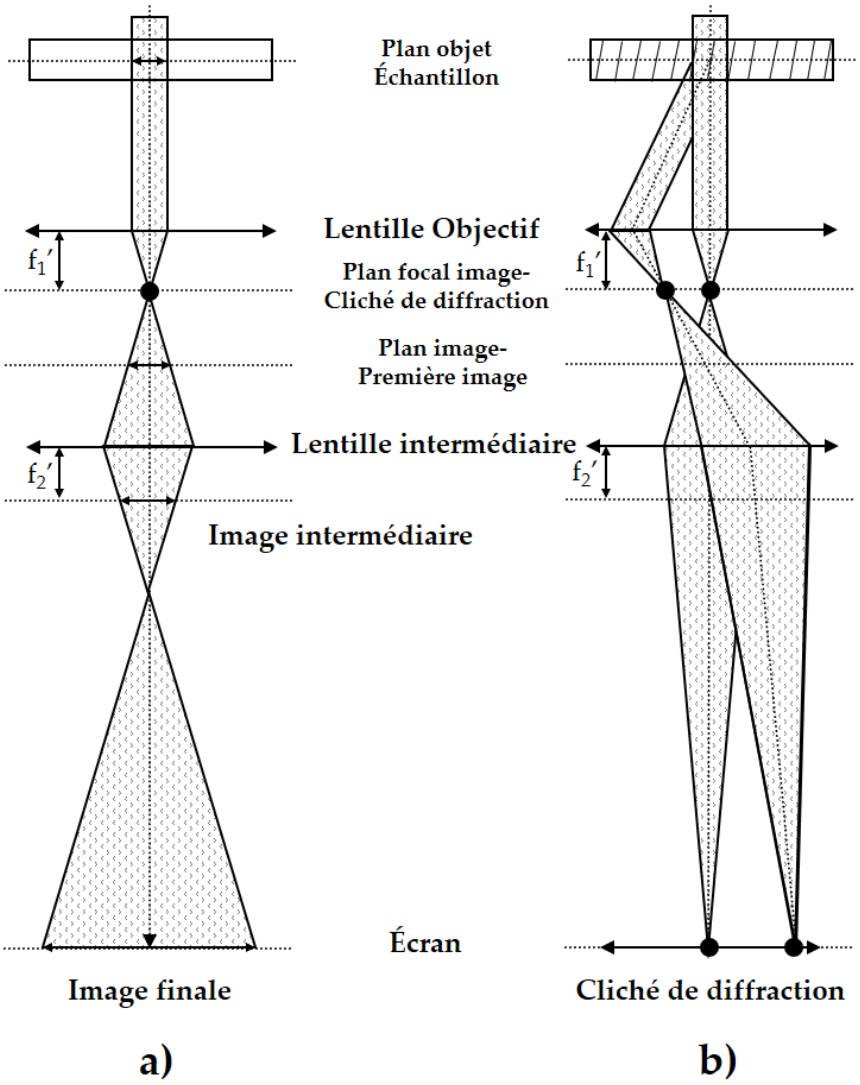


Figure II.16. *Schéma du trajet des électrons en MET conventionnelle : a) mode image et b) mode diffraction* [48].

II.3.2.b. Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED)

Dans certains cas, la MET conventionnelle donne lieu à des ambiguïtés empêchant toute quantification du produit $\vec{g}\,.\,\vec{b}$. Ce fut notamment le cas pour la caractérisation de la microstructure de déformation de GaN, c'est pourquoi la diffraction en faisceau convergent à grand angle a été utilisée. Cette technique nommée couramment LACBED pour *Large Angle Convergent Beam*

Electron Diffraction est une technique de microscopie électronique en transmission très intéressante pour caractériser des défauts dans les structures monocristallines et polycristallines, même si elle est peu utilisée. Il s'agit d'une alternative efficace à la méthode d'extinction des défauts présentée plus haut. En microscopie conventionnelle, l'angle de convergence se situe autour de 0,05° (Figure II.17.a) [85]) et le diagramme de diffraction est un réseau de taches pouvant être considérées comme ponctuelles. Le diagramme de diffraction se transforme alors en un réseau de disques lorsque la convergence vaut environ 0,5° (Figure II.17.b) [85]). Il s'agit des conditions pour réaliser des analyses CBED (*Convergent Beam Electron Diffraction*). En augmentant la convergence, autour de 2°, les disques du diagramme de diffraction CBED finissent par se chevaucher, formant ainsi un cliché de Kossel (Figure II.17.c) [85]). Ces conditions sont nécessaires mais pas suffisantes pour réaliser des analyses LACBED : il faut aussi défocaliser l'échantillon par rapport à sa position eucentrique (Figure II.17.d)), ce qui présente aussi l'avantage de réduire l'irradiation du matériau. Une image en champ clair d'un tel diagramme se présente alors sous la forme d'un disque composé d'un réseau de lignes appelées lignes de Bragg matérialisant les zones de défauts d'électrons (Figure II.18). Chaque famille de lignes parallèles est associée à une famille de plans atomiques ayant donné lieu à la diffraction des électrons. En plus de l'information cristallographique matérialisée par le réseau de lignes de Bragg, une image résiduelle de la zone de l'échantillon est présente : celle-ci est couramment nommée « *shadow image* » et constitue un avantage important pour se repérer sur l'échantillon. Il faut noter que la *shadow image* présente une rotation de 180° par rapport à l'image conventionnelle. En champ sombre, une seule ligne de Bragg est visible sur l'image et représente un excédent d'électrons (Figure II.18).

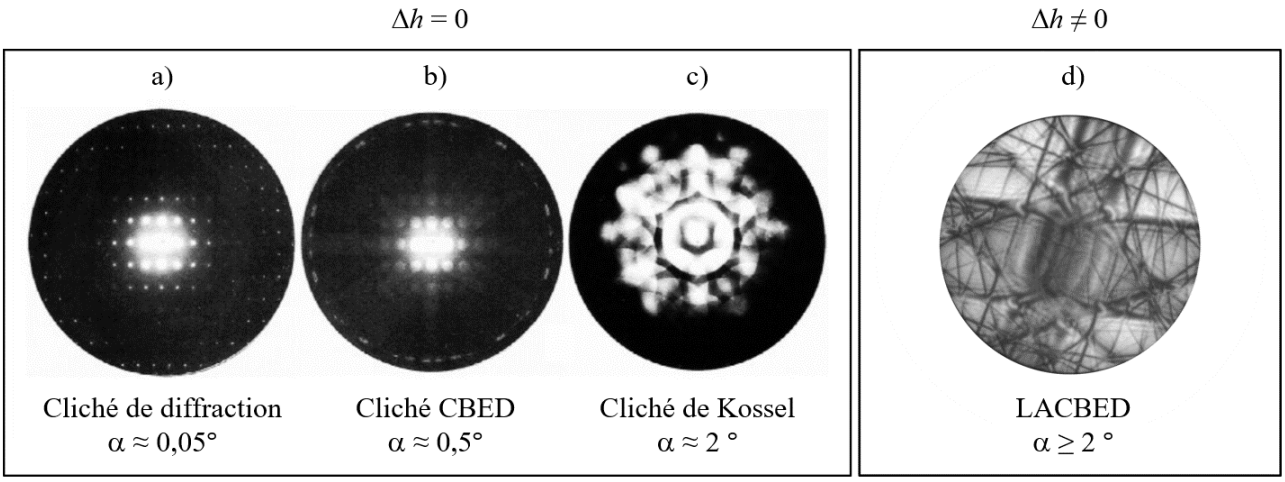


Figure II.17. *Diagrammes de diffraction obtenues en modifiant l'angle de convergence du faisceau d'électrons* [85] *et la hauteur de l'échantillon par rapport à la position eucentrique.*

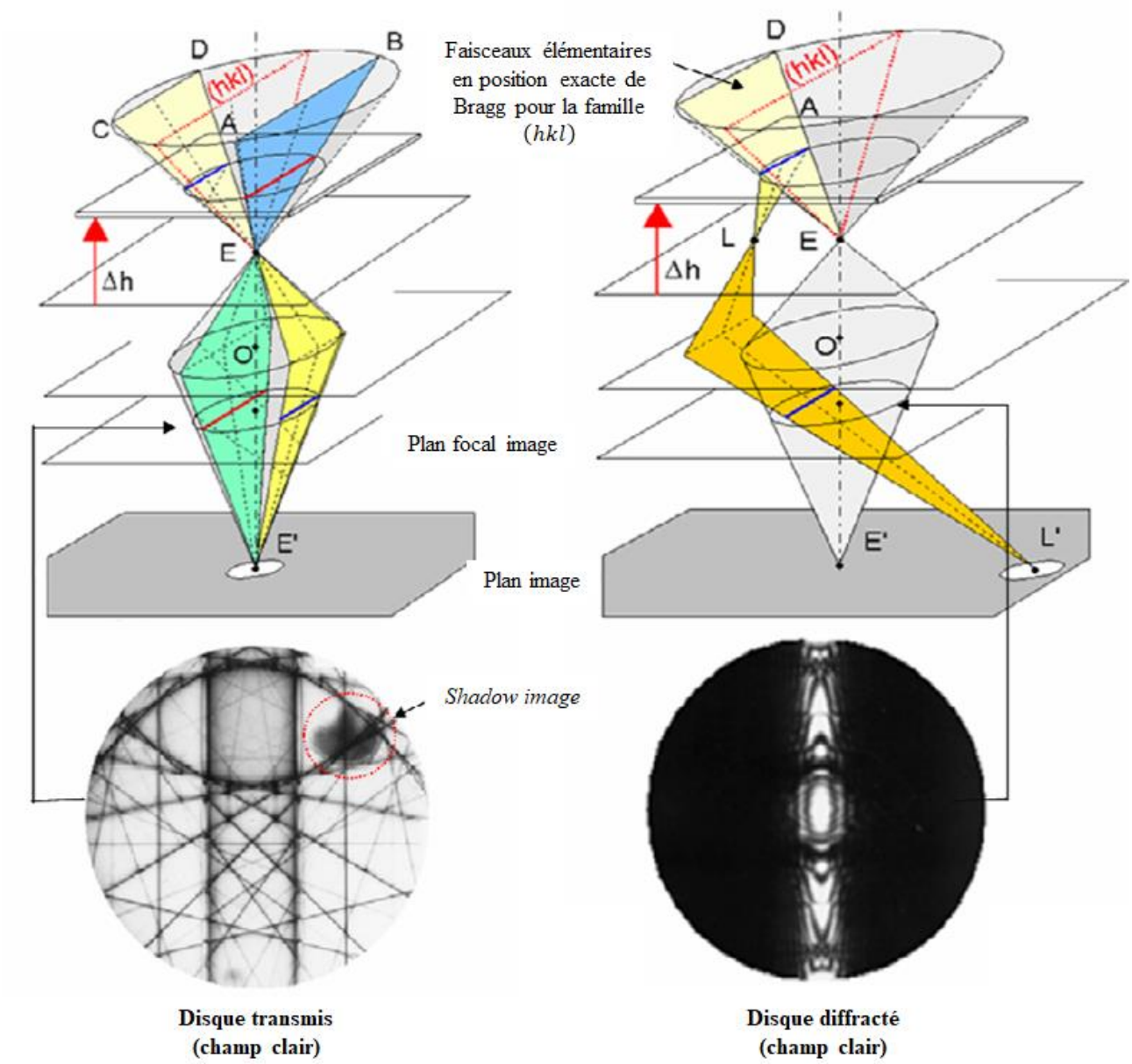


Figure II.18. *Schéma de formation des clichés LACBED en champ clair et en champ sombre* [85].

La présence d'une dislocation parfaite dans la structure cristalline perturbe la diffraction des électrons à son voisinage et se traduit par l'apparition de franges lorsque le défaut intersecte une ligne de Bragg. Les règles de Cherns et Preston permettent de déduire le vecteur de Burgers $\vec{b}$ à partir du nombre de franges *n*, du vecteur diffractant $\vec{g}(hkl)$ et ce, compte-tenu du sens du vecteur écart aux conditions de Bragg $\vec{S}$ et de l'orientation de la ligne de la dislocation $\vec{u}$. Une illustration est proposée en Figure II.19.a). Il suffit alors de résoudre le système d'équations suivant :

$$\vec{g}_i \cdot \vec{b} = a \cdot n_i \qquad \text{II.9}$$

Avec *i = 1, 2, 3* et *a* le paramètre de maille. Pour obtenir les trois composantes du vecteur de Burgers, il faut faire interagir la dislocation avec trois lignes de Bragg différentes. Dans le cas d'une dislocation partielle, le nombre de franges *n* n'est plus nécessairement un nombre entier comme le montre la Figure II.19.b). De plus, un dédoublement des lignes de Bragg caractérise l'interaction avec le défaut d'empilement introduit par la dislocation partielle.

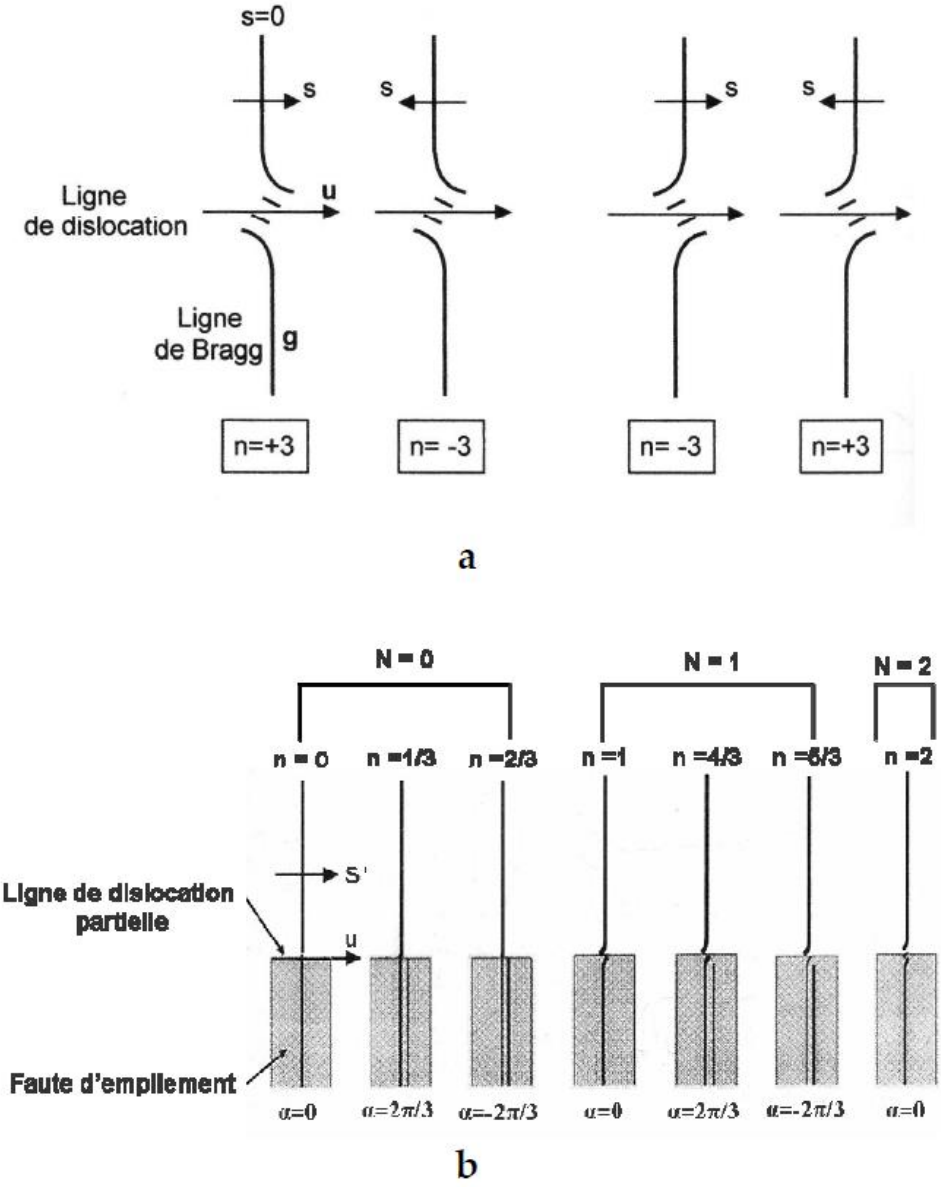


Figure III.19. *Schéma illustrant les règles de Cherns et Preston* [48] *dans le cas d'une dislocation parfaite a) et dans le cas d'une dislocation partielle b).*

II.3.3. Extraction de lames MET par FIB

II.3.3.a. Méthode conventionnelle de lift-out

Afin de caractériser la déformation des micro-piliers, il est nécessaire d'accéder à la microstructure interne après déformation. Pour un échantillon massif, une extraction par découpe suivi d'un polissage mécanique ou chimique est d'abord réalisée. L'amincissement est alors complété à l'aide d'un PIPS (*Precision Ion Polishing System*) : un faisceau d'ions convergent permet de creuser un trou au sein du matériau, laissant ainsi autour de ce trou des zones polies suffisamment minces pour être transparentes aux électrons. Avec le FIB, il est possible de préparer des lames MET de quelques dizaines de micromètres de longueur, extraites de zones spécifiques. La procédure FIB dite de *lift-out* comprend une étape d'extraction et une étape d'amincissement.

Dans un premier temps, et comme pour toute procédure de gravure par FIB, il est impératif de protéger la surface d'intérêt avec un dépôt de platine ionique (zone préalablement protégée par du platine électronique). Les échantillons conventionnels sont extraits en creusant, de part et d'autre de la longueur de la lame, des caissons plus ou moins profonds suivant la taille de la lame souhaitée. Le micro-manipulateur en tungstène est collé à une extrémité de la lame et une découpe en « U » est effectuée pour la désolidariser du substrat. Enfin, la lame est collée sur une grille de microscopie (typiquement en cuivre). Cette grille se présente sous la forme d'un croissant disposant de trois « doigts » pour accueillir une ou plusieurs lames.

La procédure d'amincissement commence en sélectionnant un courant relativement élevé (de l'ordre de 500 pA, voire 1 nA pour les matériaux résistant à la gravure) et une tension d'accélération des ions de 30 kV. Le faisceau d'ions amincit la lame dans son épaisseur : il est donc perpendiculaire à la surface initiale de l'échantillon. Lorsque la lame atteint environ 500 nm d'épaisseur, le courant est réduit à quelques dizaines de pA et la tension à 16 kV. Le passage d'un simple rectangle de gravure à un mode appelé *Cleaning Cross Section* (CCS) permet le contrôle fin du balayage du faisceau d'ions. En effet, ce mode présente l'avantage de ne passer qu'une seule fois sur la surface définie et le temps de passage est, quant à lui, contrôlé par la profondeur de gravure souhaitée. Pour rendre cette étape encore plus efficace, il faut appliquer un léger basculement compris entre 1 et 1,5° au début. Petit à petit, le courant ainsi que la tension sont réduits tandis que le basculement peut être augmenté pour atteindre 3° (voire plus dans certains cas). La fin de l'amincissement se réalise en général avec un courant compris entre 10 et 50 pA, une tension de 5 kV ou moins et les passages en CCS ont un

impact réduit permettant de retirer une faible épaisseur de la lame. Un dernier polissage peut être appliqué avec un courant très faible (< 10 pA) et une tension très faible (< 5 kV) dans le but d'éliminer un maximum de défauts à la surface de la lame (dont la redéposition). Il faut noter que chaque étape réalisée sur une face de la lame doit être appliquée à l'autre face pour obtenir un résultat symétrique. De plus, suivant l'analyse de MET souhaitée, l'amincissement sera plus ou moins poussé : pour étudier la microstructure de déformation, une épaisseur d'environ 100 nm est préférable tandis que pour une étude en haute résolution, il sera nécessaire d'atteindre des épaisseurs bien plus faibles. Cette procédure de *lift-out* est entièrement décrite et illustrée par Giannuzzi *et al.* [86] et par Mayer *et al*. [70], incluant notamment les effets du FIB sur les matériaux.

II.3.3.b. Adaptation aux micro-piliers

L'amincissement des lames MET extraites à partir des micro-piliers est très proche de la méthode conventionnelle détaillée plus haut et elle est simplement adaptée suivant le matériau utilisé. En revanche, l'extraction d'une lame MET à partir d'un micro-pilier est une tâche complexe à réaliser, tant au niveau de la protection préalable du pilier (via le dépôt de platine) qu'au niveau de l'orientation souhaitée pour la lame. Cette procédure est variable suivant la nature de la lame, c'est-à-dire selon que l'on souhaite extraire une lame contenant le micro-pilier dans son ensemble (selon une coupe axiale), ou bien selon un plan particulier du micro-pilier (par exemple selon un plan de glissement des dislocations ou encore une coupe transverse). Un protocole différent et adapté à chaque cas est nécessaire et a donc été développé lors de cette étude.

Les micro-piliers étant cylindriques, définir des faces distinctes est impossible. Cependant, quatre côtés d'observation peuvent être déterminés afin de se repérer lors de l'imagerie MEB. Pour simplifier, le côté visible lors des micro-compressions est le côté A, puis par rotation successives à + 90° viennent les côtés B, C et D. Une identification de ces côtés est schématisée sur la Figure II.20. Bien entendu, une image centrée sur le côté A comprend une partie des côtés B et D (les deux côtés à ± 90° de A). Par conséquent, un dépôt de Pt-e sur un côté quelconque déborde inévitablement sur les deux côtés adjacents. Pour ces deux côtés placés à ± 90°, le dépôt de Pt-e peut donc être moins important puisqu'une couche de Pt préexiste : cette situation est mise en évidence sur la micrographie c) de la Figure II.21.

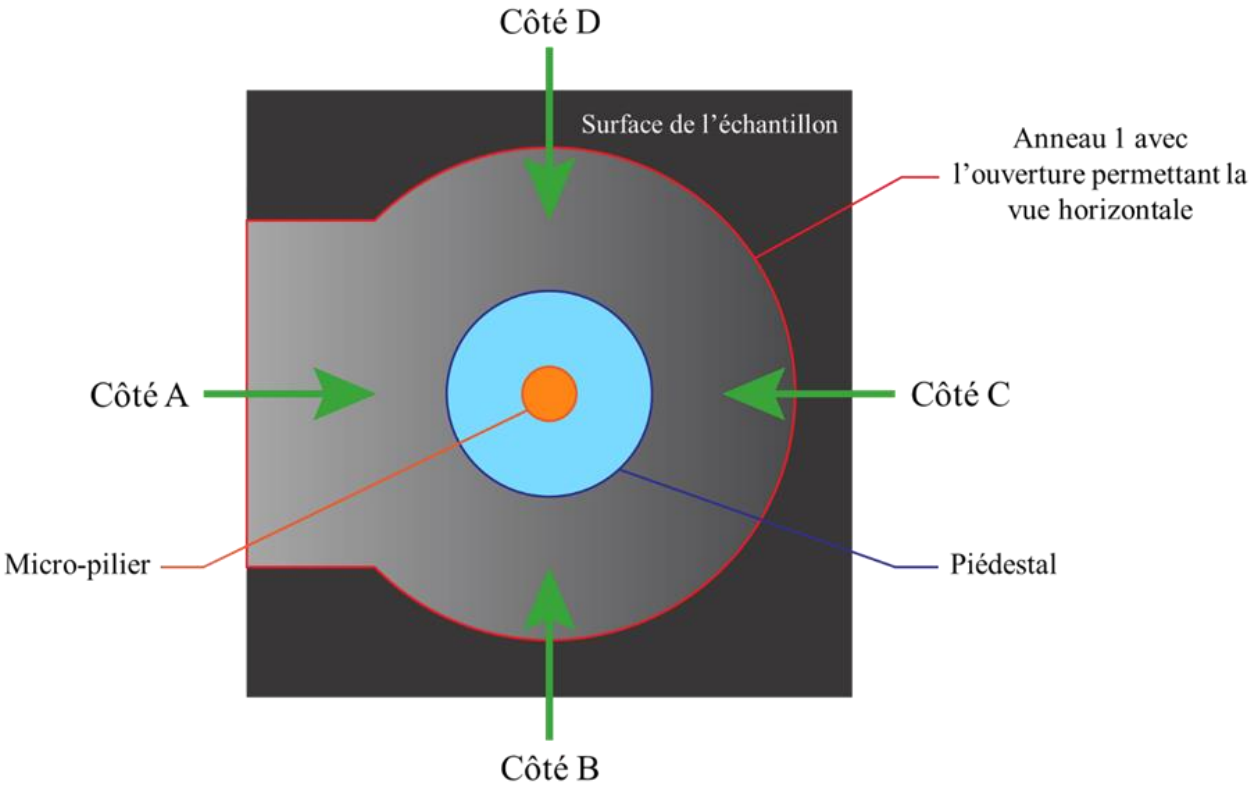


Figure II.20. *Schéma d'un micro-pilier en vue de dessus avec l'identification des différents côtés définis arbitrairement.*

La protection des micro-piliers avant extraction reste identique pour chaque protocole et se compose de plusieurs dépôts de Pt-e distincts, tous à 1,4 nA et 3 kV :

- Un dépôt au sommet du micro-pilier de forme circulaire avec un balayage de l'intérieur vers l'extérieur de 1 µm d'épaisseur
- Après un basculement de 52°, un dépôt de forme rectangulaire de 1 µm d'épaisseur sur le côté A
- Un dépôt sur le côté C et identique à celui du côté A
- Un dépôt sur les côtés B et D de forme rectangulaire mais de seulement 500 nm d'épaisseur

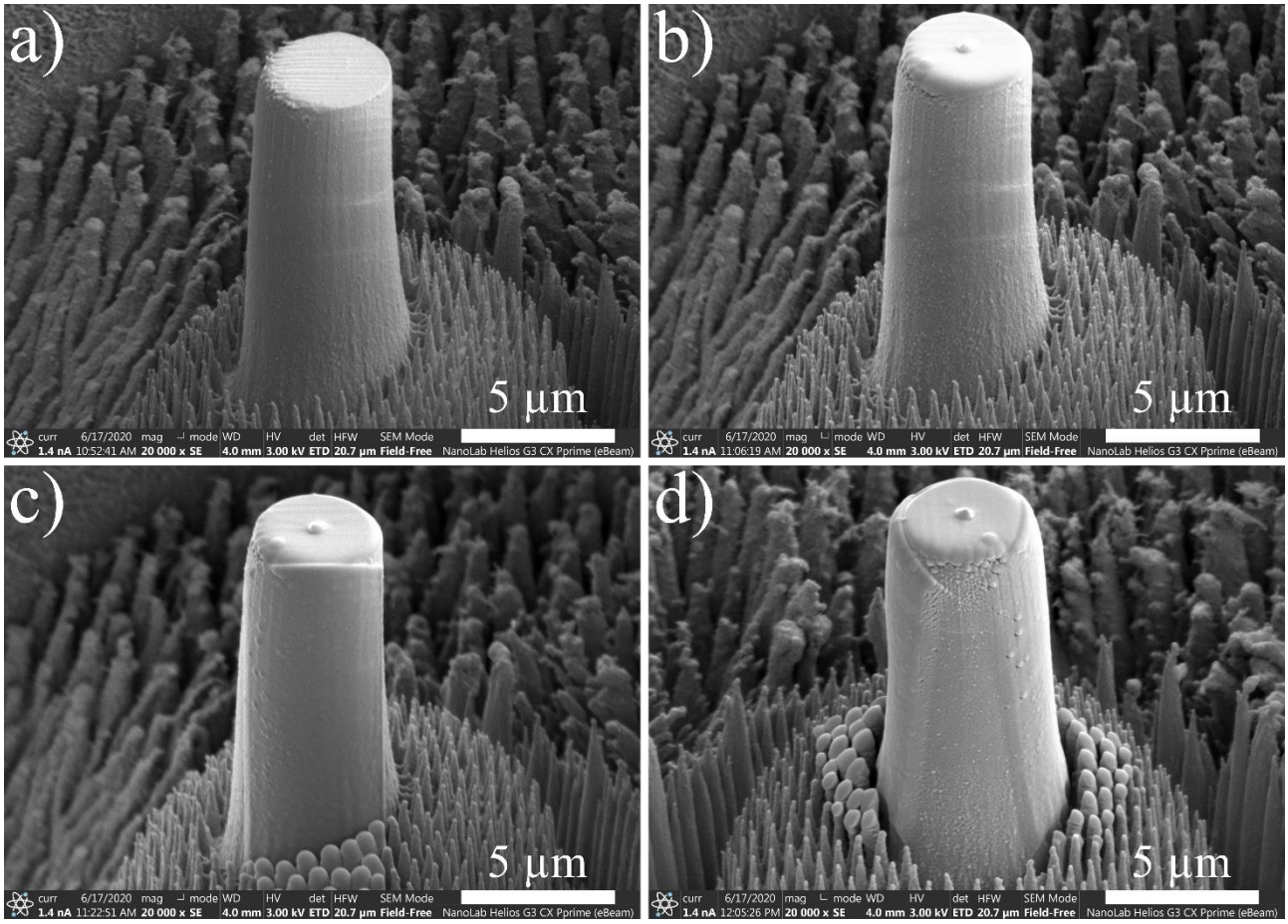


Figure II.21. *Micrographies MEB d'un micro-pilier d'InSb déformé, de 5 µm de diamètre, montrant la procédure de protection au platine électronique nécessaire avant l'extraction : a) le micro-pilier déformé vierge, b) la protection du sommet du micro-pilier, c) le dépôt sur l'un des côtés et d) la situation où deux dépôts de Pt-e sur les côtés adjacents recouvrent partiellement le côté imagé.*

La première méthode d'extraction de lames à partir d'un micro-pilier correspond à une coupe axiale présentant le profil de déformation tout le long du micro-pilier. Elle permet de mettre en évidence la propagation de la déformation dans la hauteur du micro-pilier. Après le dépôt de platine électronique, le micro-manipulateur est approché et positionné juste au-dessus du sommet du micro-pilier, à la limite du contact (micrographie a) de la Figure II.22). Un dépôt de Pt-i et/ou Pt-e permet de le coller au pilier. La procédure de découpe s'effectue pour un basculement nul, le plan de découpe se retrouve donc à 52° de la surface de l'échantillon. Il est réalisé avec un courant de quelques centaines de pA à 30 kV et avec un *dwell time* de 25 ns dans le cas d'InSb. La découpe est réalisée à la base du micro-pilier afin d'extraire le pilier entier (micrographie b) de la Figure II.22). Une fois l'ensemble désolidarisé du substrat, le micro-pilier est approché d'une grille de microscopie et une rotation du micro-manipulateur de 90° permet de le positionner à l'horizontale, position idéale pour

l'amincissement. Il est collé à l'aide d'un dépôt de Pt-e, puis un dépôt de Pt-i de 2 µm d'épaisseur est effectué sur toute la hauteur du pilier pour le protéger plus efficacement pendant l'amincissement. Enfin, l'amincissement peut avoir lieu selon la méthode décrite dans la partie II.3.3.a. La procédure est illustrée par une micrographie MEB sur la Figure II.23.

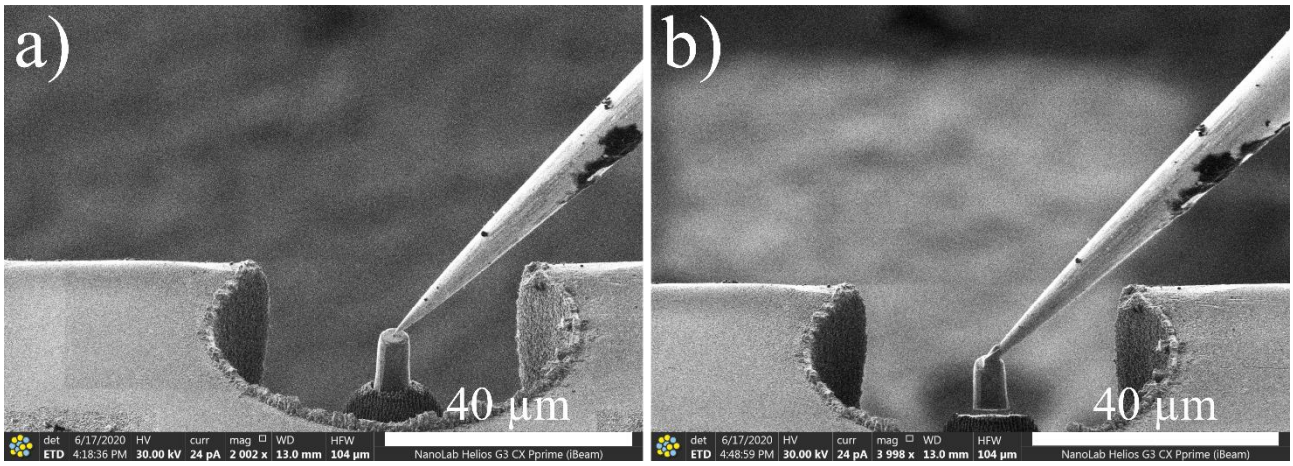


Figure II.22. *Micrographies MEB illustrant l'approche de la pointe en tungstène au sommet d'un micro-pilier a) et la découpe par gravure FIB à la base du micro-pilier b).*

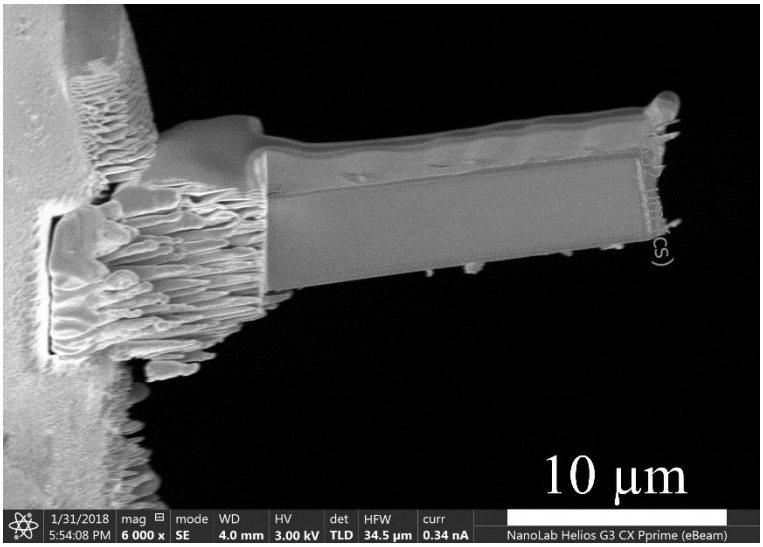


Figure II.23. *Micrographie MEB présentant un micro-pilier d'InSb non déformé en cours d'amincissement.*

En considérant un plan de glissement des dislocations, le résultat final de l'amincissement peut varier selon la configuration d'extraction du micro-pilier. En effet, l'orientation de l'*Easy Lift* par rapport à ce plan fait varier le profil de la lame MET après amincissement : par rotation selon l'axe du micro-pilier, il est possible d'obtenir différentes configurations où les dislocations se

présentent différemment dans la lame. Par exemple, du fait de l'axe de déformation ⟨123⟩ impliquant un plan de glissement primaire {111} et de la rotation du pilier pour le positionner à l'horizontale sur la grille de microscopie, il est important de bien déterminer la façon d'extraire la lame du micro-pilier afin d'obtenir les lignes de glissement suivant une orientation particulière définie en amont. Dans cette étude, l'orientation des lames de micro-piliers déformés (dans le cas des tranches axiale) est pensée de telle sorte que les lignes de glissements se retrouvent comme le montre la Figure II.24.

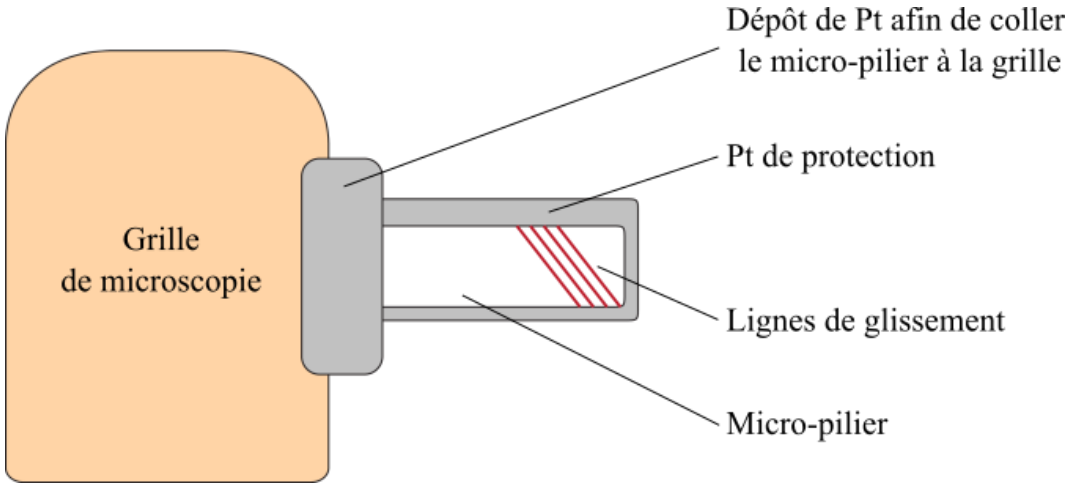


Figure II.24. *Schéma d'une coupe longitudinale d'un micro-pilier déformé collé sur une grille de microscopie (en orange) et protégé de l'amincissement à l'aide d'un dépôt de Pt (en gris). La coupe est réalisée de telle sorte que les traces de glissement (lignes rouges sur la lame MET) soient orientées comme le schéma l'indique.*

Pour réaliser la découpe parallèlement à un plan de glissement de type {111} dans InSb, il faut dans un premier temps calculer l'angle que forme ce plan avec l'axe du pilier, comme par exemple dans le cas des piliers d'InSb orientés selon ⟨123⟩. Dans ce cas, l'angle vaut environ 38° ce qui nécessite un basculement de 14° pour que le plan soit aligné avec la colonne ionique, à 52°. Pour cela, il suffit alors : 1) de se placer dans la direction du grand axe de l'ellipse correspondant à l'intersection entre le plan de glissement et le corps cylindrique du pilier, 2) d'appliquer le basculement, puis de 3) coller le micro-manipulateur et 4) découper par gravure FIB le pilier à sa base. Pour coller ce dernier à la grille de microscopie, aucune rotation du micro-manipulateur ne doit être appliquée puisque le plan est directement dans l'axe du « doigt » de la grille (le micro-pilier est alors collé en biais sur le « doigt », voir Figure II.25.c). Un courant de 7 pA à 30 kV est nécessaire pour réaliser le dépôt de Pt-i sans endommager le micro-pilier (note : ce problème d'endommagement vient du fait que l'injecteur de platine se retrouve de l'autre côté du « doigt » et par conséquent, la quantité de gaz au niveau de

l'interstice pilier/grille reste faible : un courant plus élevé conduit donc à la gravure du micro-pilier et non à un dépôt de platine). Une fois collé, la procédure d'amincissement peut débuter selon le protocole défini dans la partie II.3.3.a. La Figure II.25 illustre ces étapes avec le marquage d'une ligne de glissement en a), l'extraction du micro-pilier en b), la configuration lorsque le pilier est collé à la grille en c) et enfin une micrographie en cours d'amincissement en d). Sur la Figure II.25.c, le plan de découpe est parallèle au doigt de la grille, indiquant bien que le micro-pilier est collé en biais à environ 38°.

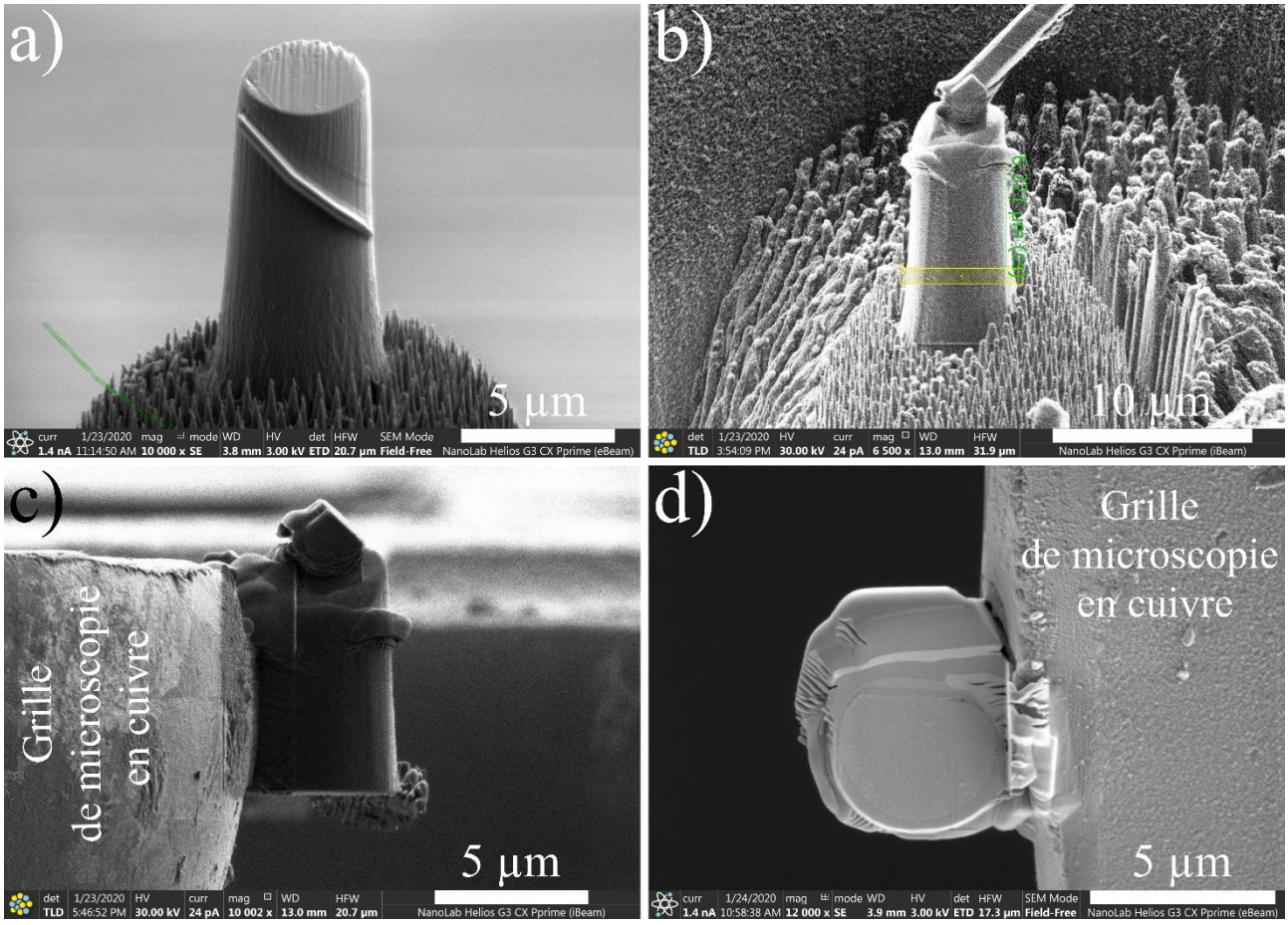


Figure III.25. *Micrographies MEB présentant les principales étapes de l'extraction d'une lame mince suivant un plan {111} dans le cas d'un micro-pilier d'InSb déformé de 5 µm de diamètre : a) le marquage du plan à extraire, b) le collage de l'Easy Lift et la découpe par FIB (rectangle jaune), c) le collage du micro-pilier extrait à la grille de microscopie en vue de dessus et enfin d) l'amincissement.*

Il faut noter que l'extraction d'un plan de glissement est complexe dans la mesure où il devient impossible de repérer les lignes de glissement à la surface du pilier après les dépôts de Pt de protection

effectués. Un marquage des lignes de glissement est donc effectué en amont de la protection du micro-pilier par l'intermédiaire d'un dépôt de Pt-e sur la trace visible à la surface (en utilisant la boîte de gravure la plus petite possible pour rester précis). Les paramètres restent les mêmes que pour les dépôts de protection. Cela se traduit par un léger bourrelet (visible sur la Figure II.25.a) de platine sur le bord du micro-pilier lorsque ce dernier est collé à la grille de microscopie et prêt à être aminci. Il faut alors s'arranger pour que l'amincissement soit centré sur ce bourrelet.

Enfin, l'extraction d'une coupe transversale (perpendiculaire à l'axe du pilier) a aussi été réalisée lors de cette étude. Cette extraction nécessite à nouveau une procédure spécifique, notamment au niveau de l'orientation à considérer pour coller le micro-pilier à la grille de microscopie. Comme pour les autres extractions, le micro-pilier est d'abord protégé par du platine électronique avant d'être collé à l'*Easy Lift* (toujours au sommet du micro-pilier et avec du Pt-e). Le micro-pilier est extrait par une gravure FIB à sa base, avec un angle de 52° : il s'agit de la configuration dans laquelle la platine porte-objet est horizontale (aucun basculement). En vue SEM, le micro-pilier se présente donc en vue de dessus et il faut alors le coller dans cette configuration à la grille. Autrement dit, l'axe du doigt de la grille doit être perpendiculaire à l'axe du micro-pilier. Pour ce faire, la grille de microscopie est positionnée sur le support horizontal de la platine mobile du FIB et le micro-pilier est approché délicatement du doigt, puis collé à l'aide de Pt-i (30 kV et 24 pA pour InSb). La procédure d'amincissement peut alors débuter, en commençant par la protection du micro-pilier par un dépôt de Pt-i d'au moins 2 µm d'épaisseur. La Figure II.26 présente les différentes étapes pour une découpe transversale : la micrographie b) est prise avec la grille horizontale et présente bien le micro-pilier dans la configuration souhaitée (axe du pilier perpendiculaire à l'axe du doigt de la grille de microscopie).

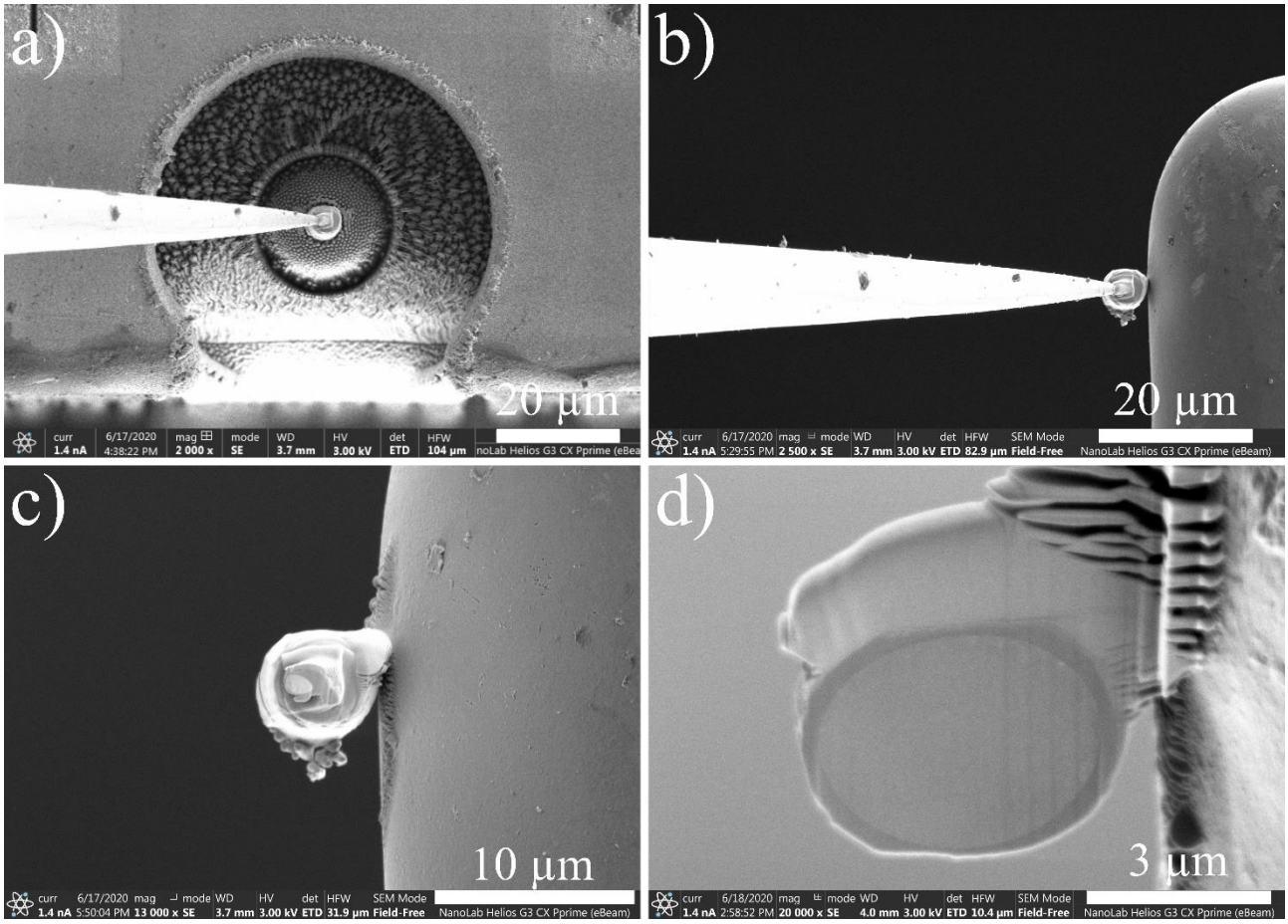


Figure II.26. *Micrographies MEB d'un micro-pilier extrait et collé sur le « doigt » de la grille de microscopie dans le cas d'une coupe transversale : a) micrographie en vue de dessus avec l'EasyLift collé au sommet, b) micrographie du micro-pilier lors de l'approche à la grille en cuivre, c) le micro-pilier extrait et collé sur la grille et enfin d) la lame en cours d'amincissement.*

II.4. Bilan du chapitre II

Le chapitre II présente les différentes méthodes et techniques utilisées pour répondre aux problématiques posées dans le Chapitre I. Tout d'abord, un protocole de gravure FIB destiné à la fabrication des micro-piliers est établi pour chacun des trois matériaux. Ces protocoles ont été optimisés pour garantir la meilleure adéquation avec la réalisation d'essais de compression robustes (géométrie des micro-piliers) et l'intégrité microstructurale des micro-piliers (limitation de l'endommagement occasionné par le faisceau d'ions). En parallèle, des protocoles d'extraction de lames minces à partir de micro-piliers déformés par FIB ont été établis afin de disposer de différentes configurations (lame de type « transverse », de type « longitudinale » et selon un plan particulier).

L’amincissement de ces lames est pensé pour préserver la microstructure de déformations de modifications majeures sous l’impact du faisceau ionique. La robustesse de ces différents protocoles a été vérifiée afin de garantir la répétabilité des expériences et des observations, quels que soient les techniques d’analyses et les matériaux utilisés.

Les essais mécaniques ont été réalisés à l’aide d’une machine de micro-compression *in situ* permettant l’acquisition de séquences vidéo sous le faisceau d’électrons. Il faut noter que l’intégration de cette machine dans le FIB a fait partie intégrante de cette thèse. Un protocole a été mis en place pour la réalisation d’essais à vitesse de déformation constante et d’essais de sauts de vitesse. Le traitement des données mécaniques obtenues lors de ces essais tient compte des différentes contributions provenant de la machine de compression et des phénomènes non liés à la déformation des micro-piliers.

Enfin, la caractérisation des mécanismes de déformation a été effectuée à plusieurs échelles. Tout d’abord, des observations MEB des faciès des micro-piliers après déformation, ainsi que à l’analyse dynamique des vidéos de déformation ont été réalisées. Ensuite, l’observation des lames minces par microscopie électronique en transmission qui fait intervenir différentes techniques de caractérisation des défauts : la méthode de mise hors contraste des dislocations, la diffraction en faisceau convergent à grand angle et la haute-résolution.

Chapitre III

Résultats expérimentaux

III.1. Cas d'InSb

III.1.1. Compressions monotones

Les premiers essais de micro-compression sont effectués à vitesse de déformation constante. Ces essais ont pour but d'évaluer le comportement mécanique macroscopique des échantillons et de vérifier notamment la possibilité de déclencher de la déformation plastique ainsi que de détecter l'apparition ou non d'un régime de durcissement au cours de la plasticité, le cas échéant. Par ailleurs, la connaissance du comportement macroscopique devrait permettre de vérifier la faisabilité des sauts de vitesse. Des micro-piliers de 2 et 5 µm de diamètre sont utilisés ici et quatre valeurs de vitesse de déformation sont testées, et ceci à plusieurs reprises pour évaluer la reproductibilité des résultats : $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$. Les caractéristiques géométriques de quelques micro-piliers sont indiquées dans le Tableau III.1 avec la hauteur *H*, le diamètre au sommet D_s, le diamètre à la base D_b, le rapport d'aspect, le *taper* et la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$. Le *taper* dépasse la limite de 3° pour l'un des deux micro-piliers de 2 µm tandis que le rapport d'aspect reste inférieur à 3 pour la plupart des micro-piliers. Plus généralement, le protocole de gravure décrit dans la partie II.1.2.c permet l'obtention de micro-piliers d'InSb dont la géométrie satisfait les spécifications souhaitées.

Tableau III.1. *Caractéristiques de quelques micro-piliers déformés par compression monotone.*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})
2 µm					
5,7	1,9	2,4	3,1	2,5°	$1{,}5.10^{-4}$
5,2	1,9	2,5	2,8	3,5°	$2{,}0.10^{-3}$
5 µm					
13,3	4,5	5,7	3,0	2,0°	$1{,}4.10^{-4}$
11,0	4,5	5,5	2,4	2,6°	$4{,}6.10^{-4}$
13,3	4,5	5,5	2,9	2,1	$9{,}3.10^{-4}$
11,3	4,4	5,3	2,6	2,4°	$2{,}2.10^{-3}$

La Figure III.1 présente les courbes *contrainte-déformation* correspondant aux micro-piliers de 5 µm du Tableau III.1. Ces courbes ont été corrigées en déformation afin d'obtenir une allure où la partie linéaire du domaine élastique passe par l'origine (illustrée par les droites en pointillées sur la Figure III.1). Par la suite, une correction similaire est systématiquement appliquée aux courbes présentant le même aspect. Globalement, les courbes montrent un domaine élastique composé d'un pied de courbe non linéaire suivi d'une droite, puis d'un régime plastique étendu. L'aspect arrondi du pied de courbe peut s'expliquer par le désalignement angulaire entre le sommet du micro-pilier et le poinçon plat, conduisant à une déformation importante localisée à un endroit précis du sommet du micro-pilier. Ce dernier s'adapte ainsi en déformation jusqu'au contact parfait avec le poinçon, ce qui correspond au moment où l'on retrouve la linéarité associée au domaine élastique. Les limites d'élasticité relevées (cf. plus loin et partie C.1 pour les valeurs et la discussion associée) sur les courbes de la Figure III.1 augmentent avec la vitesse de déformation, ce qui suggère une sensibilité du matériau par rapport à la vitesse de déplacement du poinçon plat. Un régime plastique est présent sur l'ensemble des courbes et ce jusqu'à une déformation plastique non négligeable (autour de 10% de déformation en moyenne). Ce régime plastique étendu se révèlera utile pour la réalisation d'essais de saut de vitesse par la suite. Plusieurs évènements de plasticité, caractérisés par des chutes brutales de la contrainte, sont visibles sur les courbes (localisés par les flèches noires). D'après les vidéos obtenues au cours des essais de compression, ces chutes de contrainte ne correspondent pas à l'apparition de fissures mais sont vraisemblablement associées à des avalanches de dislocations induisant une relaxation de la contrainte au sein du matériau. Enfin, un durcissement du micro-pilier est présent sur certaines portions des courbes, le plus souvent après les chutes de contraintes. Ce durcissement semble augmenter avec la vitesse de déformation comme le montrent les droites en pointillés à la fin des domaines plastiques visibles sur les courbes en Figure III.1. Le durcissement mesuré ici servira principalement de référence pour la suite de l'étude et notamment pour la correction des sauts de vitesse (III.1.2).

La Figure III.2 présente les courbes *contrainte-déformation* obtenues en déformant deux micro-piliers de 2 µm de diamètre (présentés dans le Tableau III.1). Ces courbes sont assez similaires à celles de la Figure III.1 : existence d'un pied de courbe non linéaire au tout début de l'essai, suivi d'un régime élastique linéaire puis d'un régime plastique présentant des évènements plastiques (flèches noires) et un durcissement augmentant avec la vitesse de déformation. La contrainte d'écoulement augmente là aussi avec la vitesse de déformation, signe d'une sensibilité du matériau à ce paramètre.

Les différents régimes élastiques provenant des courbes des Figures III.1 et III.2 ne présentent pas toujours la même pente *E*. Or, le module d'Young *E* ne devrait pas varier pour des échantillons dont le matériau et l'axe de compression sont identiques. Cette différence est attribuée au désalignement entre le poinçon plat et le sommet des micro-piliers qui impacte directement la pente du régime élastique. Le plus souvent, la détermination du module d'Young se fait d'ailleurs à partir de la pente obtenue lors de la décharge puisque cette partie n'est plus sujette aux effets de désalignement. Ici, les pentes à la décharge sont très proches pour l'ensemble des micro-piliers ce qui confirme l'hypothèse liée au désalignement. Cela est aussi le cas sur la Figure III.3 pour des micro-piliers de dimensions différentes. Les limites d'élasticité moyennes relevées pour des vitesses de déformation de l'ordre de $1{,}5.10^{-4}$ s^{-1} sont les suivantes : 0,76 GPa pour les micro-piliers de 5 µm et 0,67 GPa pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre.

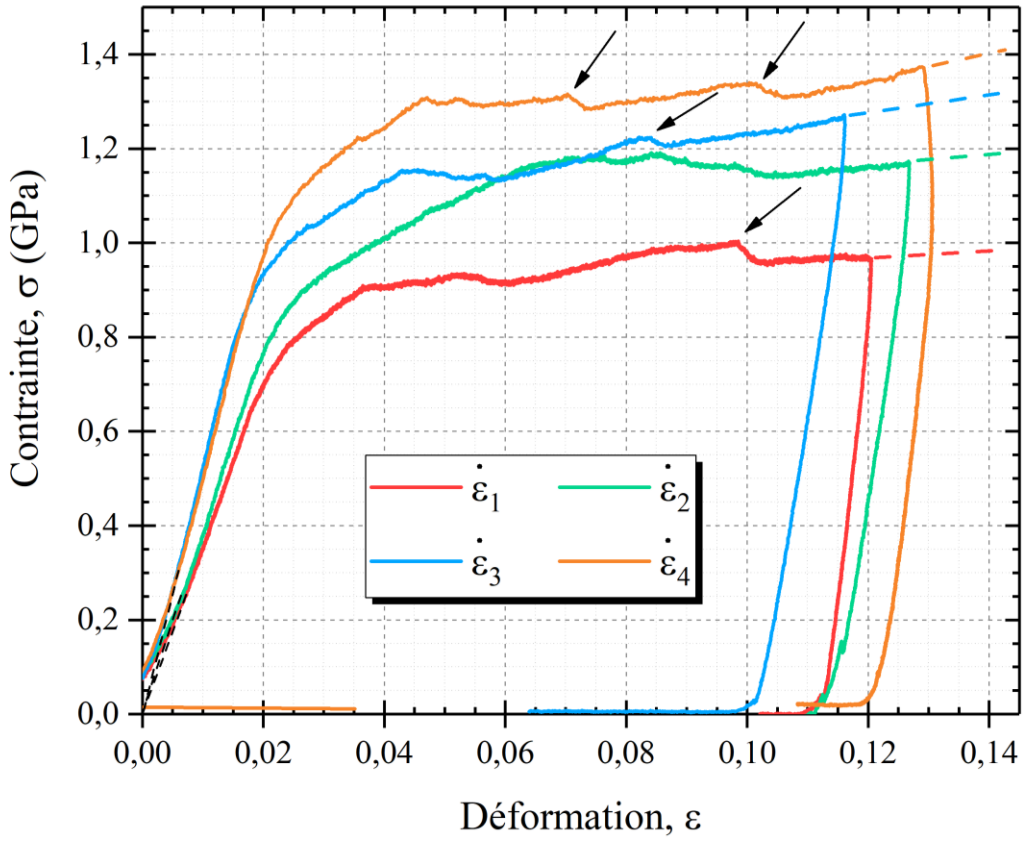


Figure III.1. *Courbes de contrainte-déformation des micro-piliers de 5 µm de diamètre (Tableau III.1 :* $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}$ s^{-1}, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}$ s^{-1} et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}$ s^{-1}*). Les flèches noires mettent en évidence certains évènements plastiques particuliers (voir texte).*

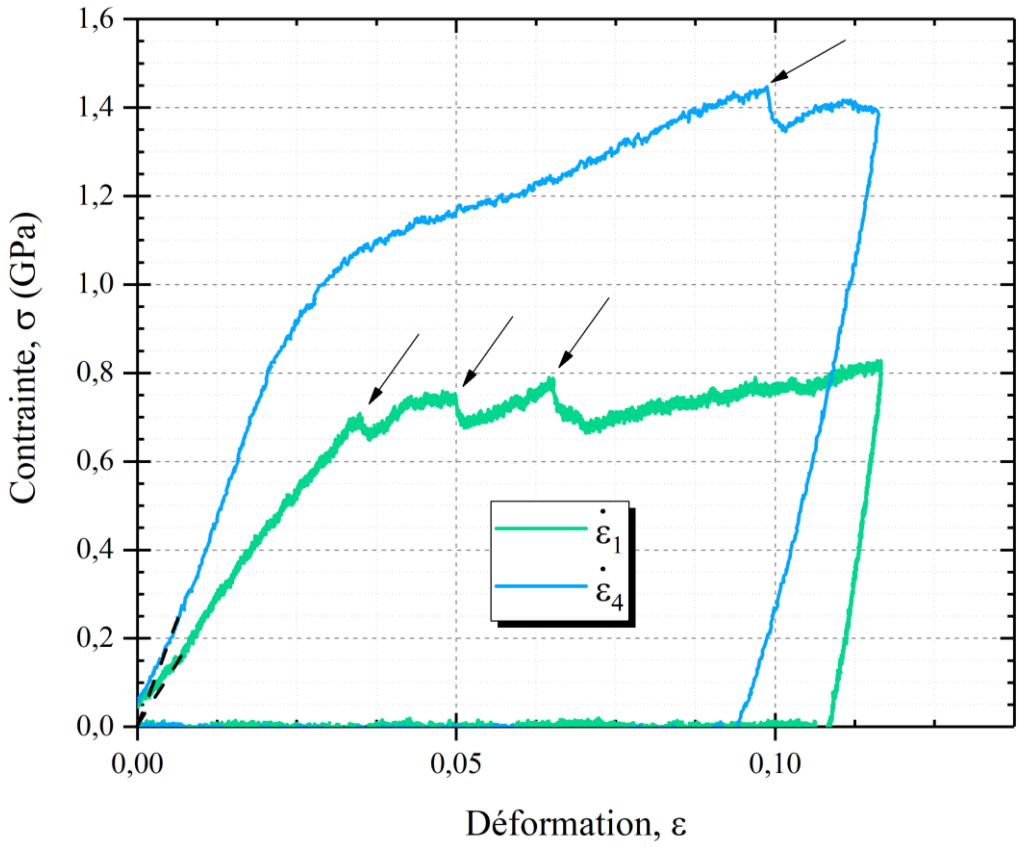


Figure III.2. *Courbes de contrainte-déformation des micro-piliers de 2 µm de diamètre (Tableau III.1 :* $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_2 = 2{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$*). Les flèches noires indiquent certains évènements plastiques particuliers (voir texte).*

III.1.2. Sauts de vitesse

Un essai (de micro-compression) avec saut de vitesse consiste à faire varier instantanément la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ lors de la sollicitation mécanique dans le domaine plastique, notamment lorsqu'un régime stable est atteint (pente constante). Un essai de ce type permet de déterminer la sensibilité à la vitesse de déformation *m* du matériau permettant le calcul du volume d'activation apparent V_{app} (exprimé en b^3). Ce dernier paramètre permet d'identifier la nature des dislocations générées par la sollicitation mécanique. Pour rappel, le domaine plastique des micro-piliers d'InSb (de diamètre 2 µm et 5 µm) est suffisamment étendu (sans apparition de fissures) et permet par conséquent de réaliser ces sauts de vitesse (voir partie III.1.1).

Les sauts de vitesse sont réalisés via le mode « déplacement imposé » du dispositif décrit dans la partie II.2, avec une première partie (segment 1) permettant d'atteindre le régime plastique

« stable » : les courbes de déformation monotones de la partie III.1.1 permettent ainsi de déduire le déplacement minimum à atteindre, en fonction de la taille du micro-pilier. Une série de plusieurs micro-piliers de 2 µm de diamètre a été déformée avec sauts de vitesse : les caractéristiques géométriques de quatre d'entre eux sont présentées dans le Tableau III.2. Les *taper* et les rapports d'aspect sont légèrement plus élevés que les valeurs limites recommandées mais cela reste suffisamment acceptable compte tenu du comportement mécanique observé pour InSb. Il faut aussi noter que les hauteurs plus importantes des micro-piliers permettent de réaliser un plus grand nombre de sauts de vitesse de déformation sur un même pilier.

Tableau III.2. *Caractéristiques des micro-piliers de 2 µm de diamètre déformés par compression comprenant des sauts de vitesse de déformation dont les courbes contrainte-déformation sont présentées en Figure III.3.*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
6,0	1,8	2,6	3,3	3,6°
6,0	1,8	2,6	3,3	3,5°
6,1	1,8	2,5	3,4	3,2°
6,1	1,8	2,5	3,4	3,4°

Différentes séquences de sauts ont été réalisées : une alternance d'augmentations et de diminutions de la vitesse de déformation, une série d'augmentations seules ou encore une série de diminutions seules afin d'obtenir des profils variés et une statistique suffisante. Jusqu'à quatre sauts successifs ont pu être réalisés sur un même micro-pilier et les vitesses de déformation choisies pour effectuer ces sauts sont les mêmes que pour les essais de micro-compression monotone : $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$. Différentes séquences de sauts sont présentées dans le Tableau III.3. Certaines séquences ont été répétées afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

Les courbes de *contrainte-déformation* associées aux séquences décrites dans le Tableau III.3 sont présentées en Figure III.4, avec une mise en évidence des différents segments (selon les domaines de déformation donnés dans le même tableau). On peut noter que le segment 1 contient toujours la charge élastique (incluant le pied de courbe et le régime élastique linéaire) : ce segment permet d'atteindre le régime plastique afin de procéder aux sauts qui interviennent à partir du segment 2.

D'une manière générale, les sauts de vitesse conduisent bien à une variation de la contrainte d'écoulement. Certains régimes plastiques après saut de vitesse présentent aussi des chutes de contrainte provenant d'évènements de plasticité comme c'était le cas pour les compressions monotones. Cela a pour principale conséquence de modifier la valeur de la contrainte d'écoulement et de rendre plus difficile sa détermination (ce phénomène est nettement visible sur les segments 2 des graphiques *a* et *c* de la Figure III.4). A noter que les régimes plastiques associées aux deux derniers sauts sont généralement moins perturbés par ces évènements de plasticité. Un durcissement, parfois très marqué (graphique *a* de la Figure III.4), modifie aussi le niveau de contrainte du régime plastique de certains sauts conduisant potentiellement à une surestimation de la valeur de la contrainte d'écoulement. Enfin, le bruit du signal est identique à celui observé sur les courbes *contrainte-déformation* obtenues par les essais de compression monotone décrits dans la partie III.1.1.

Tableau III.3. *Séquences de déformation par sauts de vitesse de quatre micro-piliers de 2 µm de diamètre avec pour chaque segment la vitesse de déformation* $\dot{\varepsilon}_i$ *et le domaine de déformation* $[\varepsilon_i - \varepsilon_f]$*, i.e. début et fin du segment. Vitesses de déformation utilisées ici :* $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$.

Segment 1	Segment 2	Segment 3	Segment 4	Segment 5	Figure
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 5\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[5\% - 6{,}4\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[6{,}4\% - 7{,}9\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[7{,}9\% - 9{,}4\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[9{,}4\% - 9{,}8\%]$	III.3.a)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 5\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[5\% - 6{,}5\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[6{,}5\% - 8\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[8\% - 9{,}4\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[9{,}4\% - 9{,}9\%]$	III.3.b)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 5{,}1\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[5{,}1\% - 6{,}6\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[6{,}6\% - 8{,}2\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[8{,}2\% - 9{,}5\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[9{,}5\% - 10\%]$	III.3.c)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 5\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[5\% - 7{,}5\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[7{,}5\% - 9\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[9\% - 10{,}5\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[10{,}5\% - 10{,}9\%]$	III.3.d)

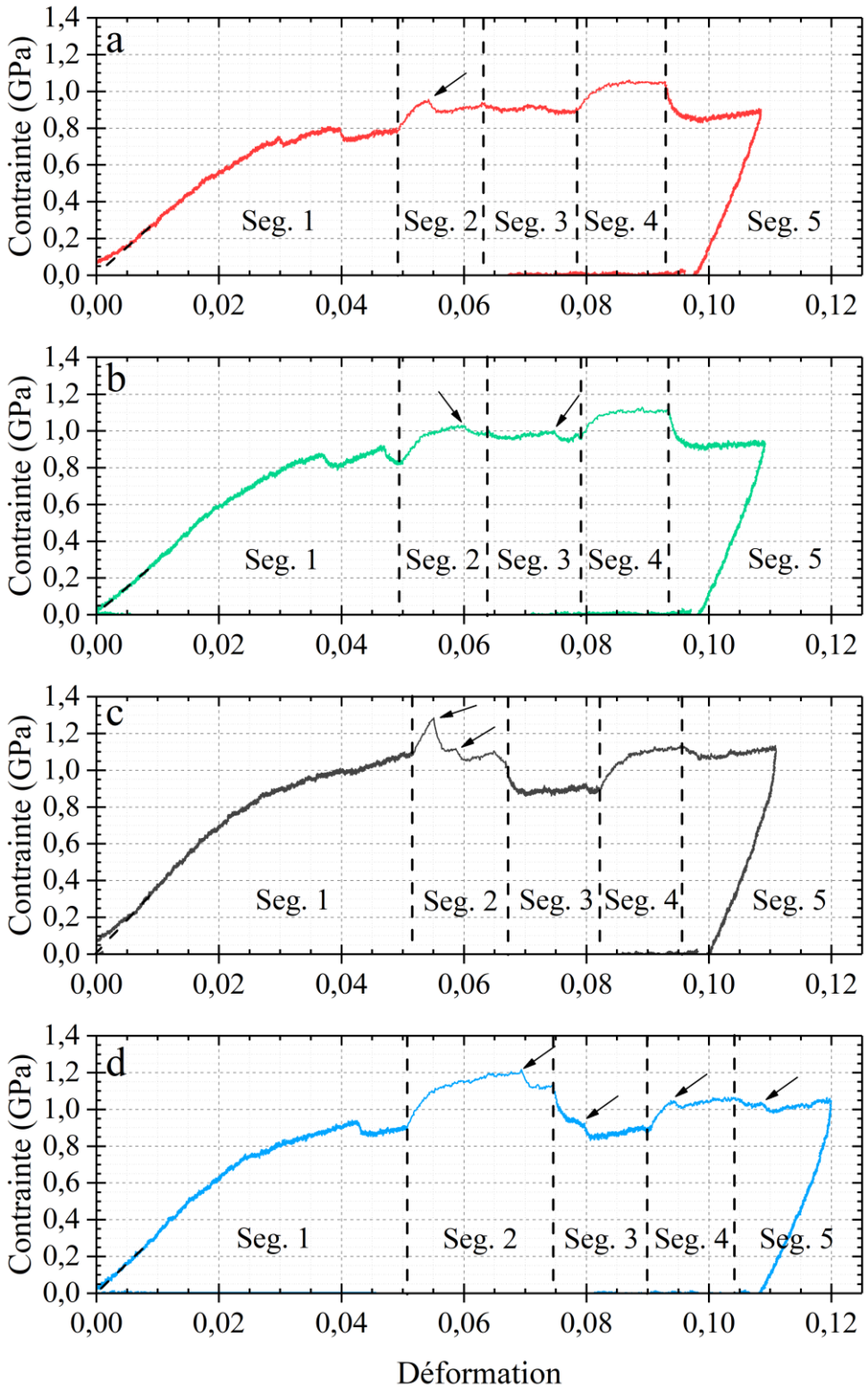


Figure III.3. *Courbes de contrainte-déformation de micro-piliers de 2 µm de diamètre comprenant des sauts de vitesse de déformation. Les vitesses associées à chaque segment sont indiquées dans le Tableau III.3.*

Des essais mécaniques avec des sauts de vitesse de déformation ont aussi été réalisés sur des micro-piliers d'InSb de 5 µm de diamètre. Le Tableau III.4 présente les caractéristiques dimensionnelles de quatre micro-piliers (dont les courbes de déformation mécanique seront présentées dans la Figure III.4.) tandis que le Tableau III.5 indique les séquences de sauts de vitesse de déformation réalisées pour chacun de ces micro-piliers. Le rapport d'aspect reste légèrement supérieur à 3 mais les dimensions de ces micro-piliers conduisent à un *taper* inférieur à 1,5° ce qui est satisfaisant.

Tableau III.4. *Caractéristiques des micro-piliers de 5 µm de diamètre déformés par micro-compression et comprenant des sauts de vitesse de déformation.*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
13,1	5,0	5,7	2,7	1,5°
16,2	4,9	5,7	3,3	1,4°
14,9	4,8	5,4	3,1	1,1°
17,8	4,9	5,7	3,6	1,2°

Tableau III.5. *Séquences de déformation par sauts de vitesse de quatre micro-piliers de 5 µm de diamètre avec pour chaque segment la vitesse de déformation* $\dot{\varepsilon}_i$ *et le domaine de déformation* $[\varepsilon_i - \varepsilon_f]$*, i.e. début et fin du segment. Vitesses de déformation utilisées ici :* $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}$ s^{-1}, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}$ s^{-1} et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}$ s^{-1}.

Segment 1	Segment 2	Segment 3	Segment 4	Segment 5	Figure
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 4\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[4\% - 5{,}6\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[5{,}6\% - 7{,}7\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[7{,}7\% - 9{,}4\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[9{,}4\% - 10\%]$	III.4.a)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 3{,}5\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[3{,}5\% - 5{,}1\%]$	$\dot{\varepsilon}_1$ $[5{,}1\% - 7{,}1\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[7{,}1\% - 8{,}9\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[8{,}9\% - 9{,}8\%]$	III.4.b)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 4{,}1\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[4{,}1\% - 6{,}7\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[6{,}7\% - 8{,}8\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[8{,}8\% - 10\%]$	-	III.4.c)
$\dot{\varepsilon}_1$ $[0\% - 4{,}2\%]$	$\dot{\varepsilon}_2$ $[4{,}2\% - 6\%]$	$\dot{\varepsilon}_3$ $[6\% - 7{,}8\%]$	$\dot{\varepsilon}_4$ $[7{,}8\% - 9\%]$	-	III.4.d)

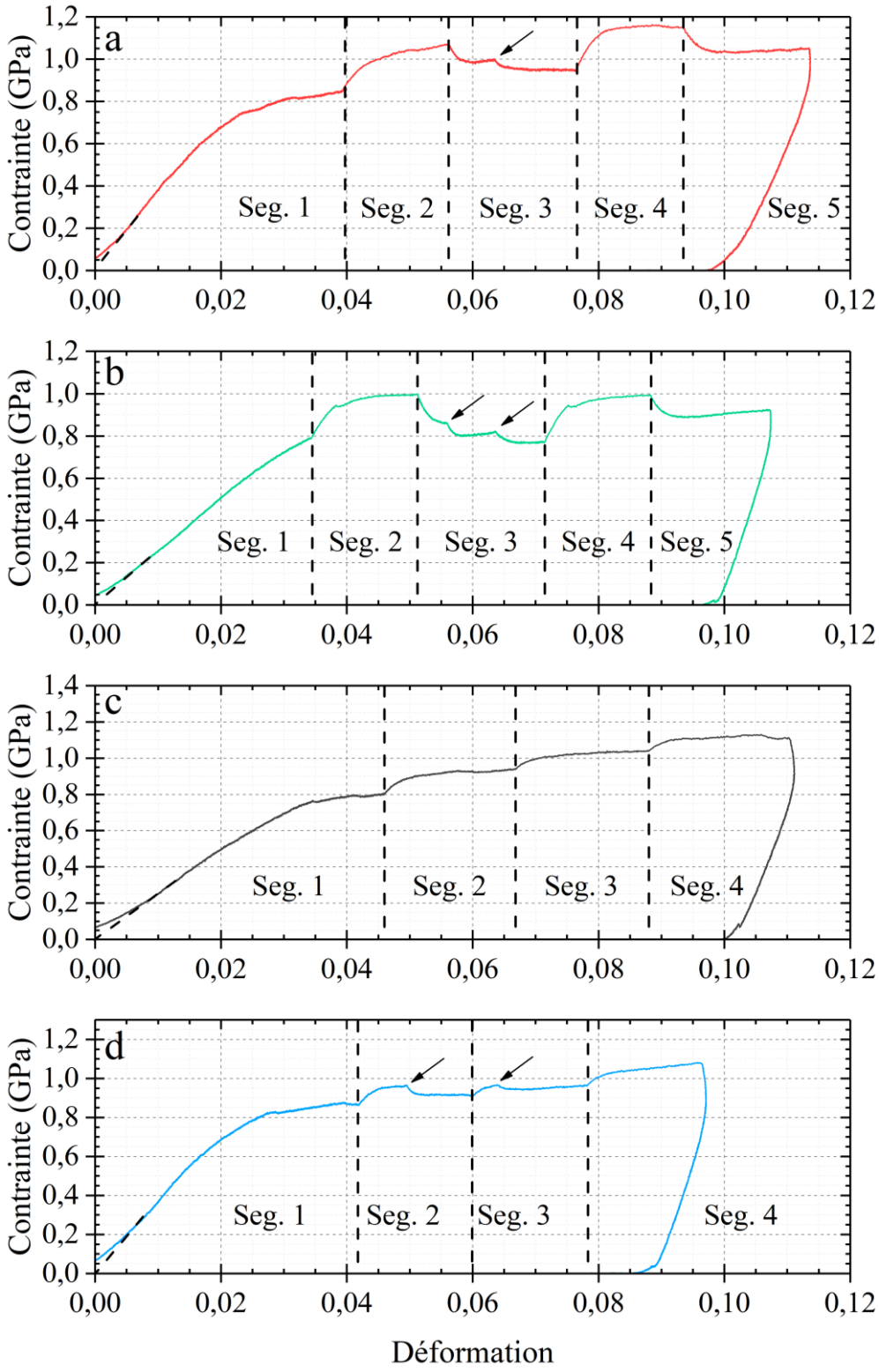


Figure III.4. *Courbes de contrainte-déformation de micro-piliers de 5 µm de diamètre comprenant des sauts de vitesse de déformation. Les vitesses associées à chaque segment sont indiquées dans le Tableau III.5.*

La Figure III.4 présente les courbes de *contrainte-déformation* des micro-piliers de 5 µm de diamètre et comprenant des sauts de vitesse de déformation. L'ensembles des remarques faites à partir de la Figures III.3 restent valables ici. Comme précédemment, des chutes de contraintes brutales, localisées par les flèches noires, sont visibles mais cette fois-ci en moins grand nombre. Ces évènements de plasticité sont, à nouveau, probablement associés à des avalanches de dislocations. A l'instar des micro-piliers de 5 µm déformés par compression monotone, le bruit du signal est plus faible que pour les micro-piliers de 2 µm du fait des forces plus élevées mises en jeu lors de la déformation.

III.1.2.a. Sensibilité à la vitesse de déformation

Les sauts de vitesse de déformation permettent de caractériser la sensibilité à la vitesse de déformation *m*, elle-même nécessaire au calcul du volume d'activation apparent V_{app}. Comme décrit précédemment, les sauts induisent une variation de la contrainte d'écoulement σ_f correspondant à la contrainte à appliquer pour entretenir la déformation plastique. La sensibilité à la vitesse de déformation *m* est définie comme le rapport entre la variation de contrainte d'écoulement et la variation de vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$:

$$m = \frac{\partial (\log \sigma_f)}{\partial (\log \dot{\varepsilon})} \qquad \text{III.1}$$

L'extraction des contraintes d'écoulement σ_f indispensables au calcul de *m* peut se révéler difficile selon la qualité des courbes associées aux sauts de vitesse de déformation. Premièrement, il est courant de choisir une valeur asymptotique de σ_f afin d'augmenter la précision. Un ajustement des sauts est alors systématiquement réalisé en utilisant une loi puissance :

$$\sigma = K_1 \times (\varepsilon - K_2)^{K_3} + \sigma_f \qquad \text{III.2}$$

K_1, K_2 et K_3 sont des constantes permettant l'ajustement du modèle ; σ est la contrainte calculée par le modèle ; ε la déformation ; σ_f la contrainte d'écoulement calculée par le modèle et correspondant à l'asymptote du régime plastique concerné. L'ajustement du modèle est effectué via la fonction SOLVEUR du logiciel MICROSOFT EXCEL, en utilisant comme critère la minimisation de la somme quadratique des écarts entre les données expérimentales et les prédictions du modèle (méthode des moindres carrés). La Figure III.5.c) illustre le cas idéal où la courbe associée à un saut de vitesse

ne présente pas d'évènement particulier. Comme indiqué précédemment, un durcissement est parfois présent et sa contribution doit être retirée afin d'obtenir une contrainte d'écoulement comparable aux autres segments. Dans ce cas, une régression linéaire est appliquée pour corriger la courbe. Ce durcissement est aussi comparé aux valeurs provenant des essais de compression monotone afin de s'assurer de sa pertinence. A titre illustratif, les graphiques a) et d) de la Figure III.5 montrent l'application de cette correction sur deux courbes associées à des sauts différents : respectivement une augmentation et une diminution de la vitesse de déformation. Enfin, certains sauts sont perturbés par des évènements plastiques qui provoquent des chutes de contrainte soudaines, entrainant une diminution artificielle de la contrainte d'écoulement. Un ajustement de la courbe dans son ensemble conduirait alors à une sous-estimation importante de la contrainte d'écoulement. Dans une telle situation, seule la partie non impactée par les évènements plastiques est prise en considération pour ajuster le modèle. La Figure III.5.b) montre la courbe associée à un saut présentant simultanément un durcissement et un évènement plastique : seule la partie avant la chute brutale de contrainte est utilisée pour la modélisation. Une correction du durcissement est aussi réalisée sur cette partie.

Une moyenne est calculée sur les contraintes d'écoulement σ_f correspondant à des vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}$ similaires. Les données issues de courbes trop impactées par des évènements de plasticité, rendant l'ajustement difficile, sont exclues de cette moyenne : c'est le cas par exemple du segment 3 de la Figure III.3.a) et du segment 2 de la Figure III.3.c). Les valeurs moyennes de contraintes d'écoulement sont ensuite reportées pour chaque vitesse de déformation dans le graphique en Figure III.6 (ainsi que les valeurs obtenues par Wheeler *et al.* [51] pour comparaison). Le graphique (en échelle bi-logarithmique) met ainsi en évidence une dépendance linéaire entre la contrainte d'écoulement σ_f et la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ dont la pente correspond à la sensibilité à la vitesse de déformation m : les courbes de tendance en pointillés présentent un coefficient de corrélation supérieur à 0,98 pour chacune des séries de données.

Le Tableau III.6 présente les valeurs de sensibilité à la vitesse de déformation m suivant la série de micro-piliers déduite de la Figure III.6, ainsi que la valeur obtenue par Wheeler pour des compressions de micro-piliers de 2 µm de diamètre, réalisées à 25°C. Premièrement, la valeur de m obtenue pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre est $0{,}124 \pm 0{,}001$ tandis que les données provenant de la littérature pour des dimensions identiques conduisent à une valeur de $0{,}090 \pm 0{,}005$ [51]. La Figure III.7 montre notamment les courbes de *contrainte-déformation* obtenues par Wheeler *et al.* Nos essais mécaniques révèlent un plus grand nombre d'évènements de plasticité en comparaison des

essais mécaniques réalisés par Wheeler *et al.* venant modifier le profil des courbes et impactant par conséquent leur ajustement. La sensibilité *m* obtenue pour les micro-piliers de 5 µm de diamètre est, en revanche, en bon accord avec la littérature avec une valeur de0,081 ± 0,005.

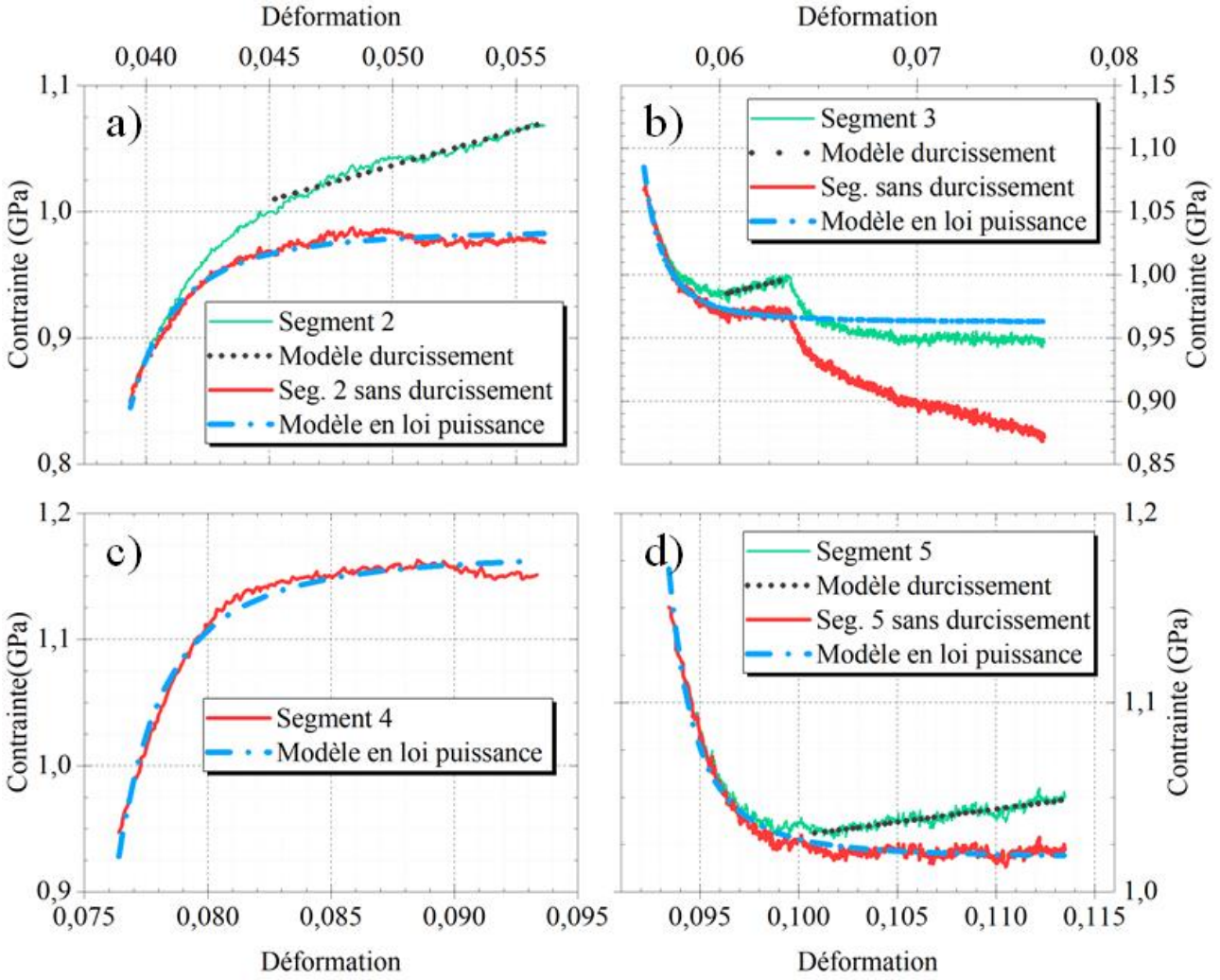


Figure III.5. *Courbes correspondant aux différents sauts de vitesse de déformation d'un micro-pilier de 5 µm de diamètre : a) le segment 2, b) le segment 3, c) le segment 4 et d) le segment 5 (Figure III.4.a).*

Tableau III.6. *Sensibilité à la vitesse de déformation m des deux séries de données de micro-compression, ainsi que pour les données obtenues par Wheeler et al.*

Série de donnée	Sensibilité à la vitesse de déformation, *m*
Micro-piliers de 2 µm de diamètre (en rouge sur la Figure III.6)	0,124 ± 0,001
Micro-piliers de 5 µm de diamètre (en bleu sur la Figure III.6)	0,081 ± 0,005
Wheeler *et al.* 2016 [51] (en noir sur la Figure III.6)	0,090 ± 0,005

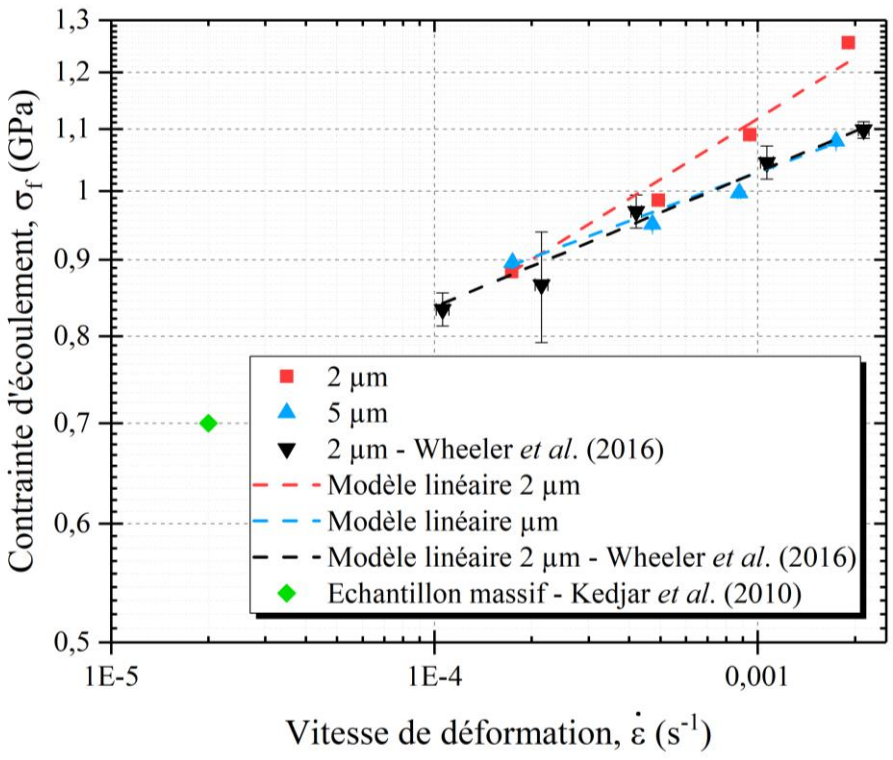


Figure III.6. *Evolution de la contrainte d'écoulement σ_f en fonction de la vitesse de déformation* $\dot{\varepsilon}$.

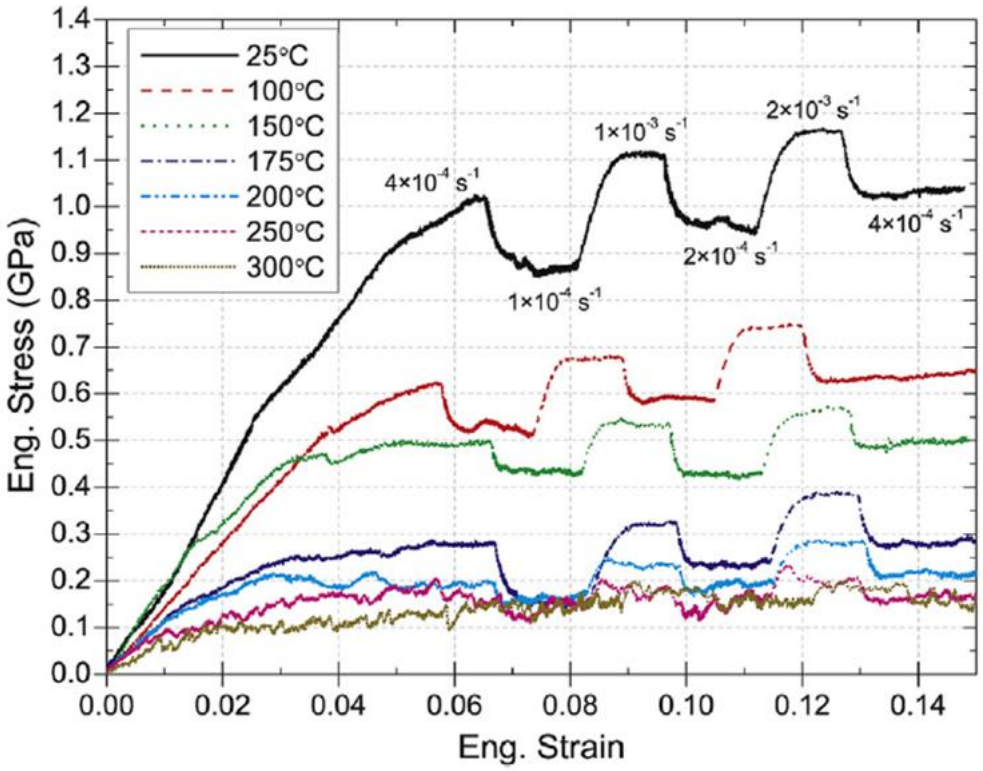


Figure III.7. *Courbes de contrainte-déformation réalisées à partir d'essais de micro-compression par saut de vitesse de déformation obtenue par Wheeler et al.* [51].

III.1.2.b. Volume d'activation

Le volume d'activation apparent est associé au volume et donc au nombre d'atomes mis en jeu lors du mécanisme élémentaire de la déformation plastique. Il s'exprime selon la formule suivante :

$$V_{app} = \frac{\sqrt{3}.K_b.T}{m.\sigma_f} \qquad \text{III.3}$$

Avec T la température en Kelvin de l'échantillon lors de la sollicitation mécanique (ici 293 K), *m* la sensibilité à la vitesse de déformation, σ_f la contrainte d'écoulement en Pa et K_b la constante de Boltzmann.

Les valeurs ainsi obtenues correspondent au volume impacté par le glissement des dislocations. Des hypothèses peuvent alors être émises sur la nature de celles-ci en exprimant les valeurs de volume d'activation en b^3 plutôt qu'en m^3. Pour ce faire, l'équation III.3 est simplement normalisée par la

norme du vecteur de Burgers $\vec{b}$, et cela pour l'ensemble des systèmes de glissement et la nature des dislocations (parfaites ou partielles) considérés. Dans le cas d'InSb, deux hypothèses sont envisageables (à partir des connaissances issues de la littérature, voir partie I.2.3) en considérant le système de glissement primaire de type ⟨110⟩{111} : le cas de la propagation de dislocations parfaites de type $b = \frac{a}{2}\|110\|$ ($1b^3 = 9{,}62\times10^{-29}$ m^3) et le cas des dislocations partielles de Shockley de type $b = \frac{a}{6}\|112\|$ ($1b^3 = 1{,}85\times10^{-29}$ m^3). D'un point de vue purement énergétique, les valeurs les plus faibles de volumes d'activation correspondent aux configurations les plus stables puisque l'énergie engagée est plus faible mais il faut s'assurer que ces valeurs soient cohérentes avec les défauts considérés. Ainsi, dans le cas de dislocations se propageant dans le cristal, les volumes correspondant doivent être compris entre quelques b^3 et plusieurs dizaines de b^3 [52]. Dans le cas de phénomènes de diffusion de la matière, les volumes mis en jeu sont plus faibles et généralement inférieurs à $1b^3$ [87,88].

Le Tableau III.7 présente les volumes d'activation V_{app} pour les micro-piliers de 2 µm et 5 µm de diamètre en considérant les deux hypothèses émises plus haut (dislocations parfaites ou partielles). Dans le cas des dislocations parfaites, les volumes sont inférieurs à $1b^3$: $0{,}58 \pm 0{,}07\ b^3$ pour la série de 2 µm et $0{,}9 \pm 0{,}1\ b^3$ pour la série de 5 µm. L'hypothèse de la propagation de dislocations partielles conduit à des valeurs comprises entre 3 et $5b^3$: $3{,}0 \pm 0{,}4\ b^3$ pour la série de 2 µm et $4{,}7 \pm 0{,}5\ b^3$ pour la série de 5 µm. Comme expliqué plus haut, l'hypothèse de la propagation de dislocations parfaites ne semble pas valide puisque les volumes d'activation obtenus ici sont incohérents avec les défauts considérés. En revanche, l'hypothèse des dislocations partielles semble être en meilleur accord avec les valeurs de volumes d'activation apparents. Une comparaison avec les données obtenues par Wheeler *et al.* [51] est présentée en Figure III.8 et montre d'ailleurs une similarité dans les résultats avec un volume d'activation valant $4{,}4 \pm 0{,}5\ b^3$ dans le cas des dislocations partielles. Les auteurs écartent eux aussi l'hypothèse des dislocations parfaites en avançant le même argument que celui présenté dans cette étude. En outre, la différence observée ici entre la série de 2 µm et de 5 µm, quel que soit l'hypothèse considérée, est liée à la différence de sensibilité à la vitesse de déformation m calculée dans la partie III.1.2.a.

Tableau III.7. *Volumes d'activation V_{app} obtenu pour les deux séries d'échantillons d'InSb (2 et 5 µm) ainsi que pour Wheeler en 2016 et à une température de 25°C.*

Série de données	V_{app} (b^3) – dislocations partielles	V_{app} (b^3) – dislocations parfaites
Micro-piliers de 2 µm de diamètre	3,0 ± *0,4*	0,58 ± *0,07*
Micro-piliers de 5 µm de diamètre	4,7 ± *0,5*	0,9 ± *0,1*
Wheeler *et al.* 2016 [51]	4,4 ± *0,5*	-

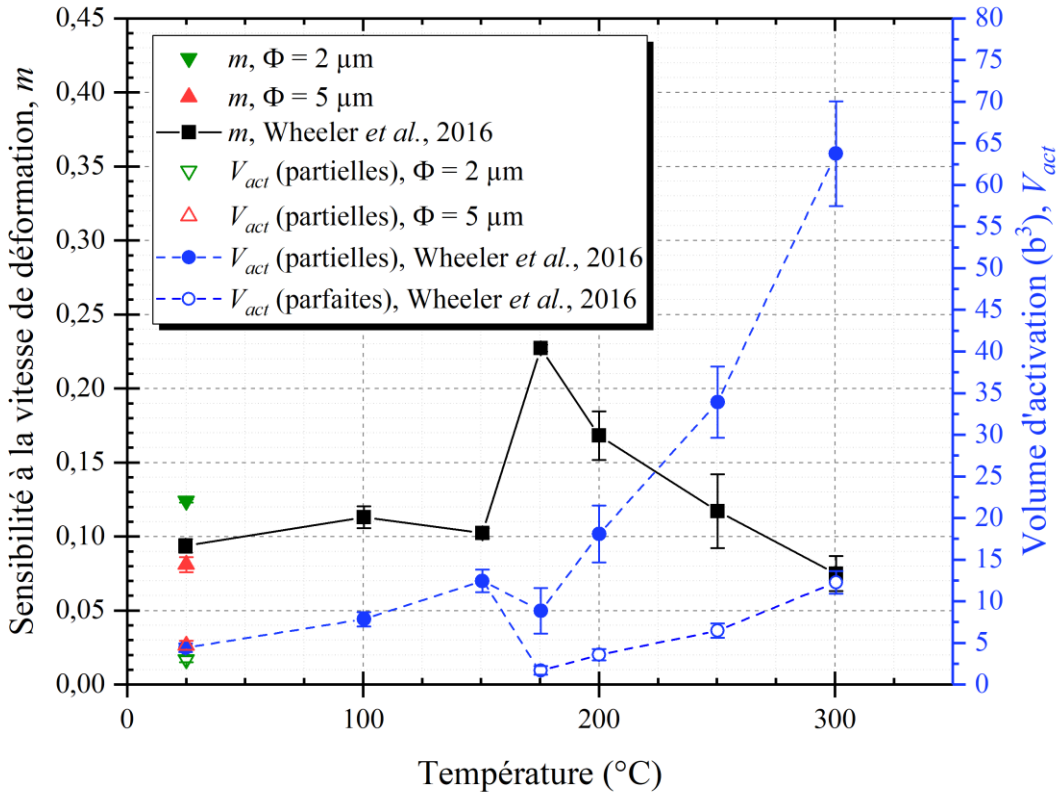


Figure III.8. *Sensibilité à la vitesse de déformation m et volume d'activation V_{app} pour les micro-piliers d'InSb de 2 µm et 5 µm de diamètre, ainsi que les résultats de l'étude de Wheeler et al.* [51].

III.1.3. Observations par MEB

Pour compléter les premières conclusions tirées des données mécaniques, les micrographies obtenues par MEB pour chaque micro-pilier déformé peuvent apporter des informations sur les

mécanismes de déformation plastique et, le cas échéant, sur la nature des dislocations associées à ces mécanismes. Afin de pouvoir comparer les images de micro-piliers après déformation, ceux-ci sont présentés selon le même point de vue vis-à-vis de l'orientation cristallographique : ici il s'agit d'une direction de type ⟨111⟩ comme indiqué sur la Figure III.13.

La Figure III.9 montre les micrographies avant et après déformation d'une sélection de micro-piliers de 5 µm de diamètre déformés par compression monotone (micro-piliers correspondant aux courbes de la Figure III.1). Avant déformation (Figure III.9.a, c, e et g), ces micro-piliers présentent quelques défauts au sommet induits par l'étape d'ajustement de la hauteur. Des défauts de surface liés au façonnage de ces micro-piliers sont aussi visibles le long de leur corps cylindrique (notamment l'effet de « drapé ») : ces défauts, dus à la focalisation du faisceau d'ions incident, sont plus marqués sur InSb du fait de la réaction chimique Ga-In mentionnée précédemment. Enfin, il est possible d'apercevoir des particules en surface provenant de la redéposition provoquée par les différentes étapes de gravure. Il est important de noter que tous ces défauts ne sont que superficiels et ne remettent pas en question la qualité cristalline des micro-piliers ni leur comportement mécanique.

Les micrographies b), d), f) et h) de la Figure III.9 présentent les micro-piliers après déformation. Ces micrographies sont prises avec un basculement de +52° afin de mettre en évidence les caractéristiques de surface liée à l'activation de la plasticité (notamment les lignes de glissement). Tout d'abord, un gonflement de la partie supérieure est visible sur la majorité des micro-piliers déformés : des images prises selon un autre point de vue permettrons, plus tard, de mieux mettre en évidence cette zone fortement déformée, sous le sommet. Par ailleurs, des lignes de glissement sont visibles tout le long de la surface latérale des micro-piliers. Ces lignes claires forment des ellipses mettant en évidence le plan de glissement des dislocations : ces micrographies montrent qu'un seul système de glissement est activé ; par ailleurs, l'orientation de ce plan de glissement ($40° \pm 5$) confirme qu'il s'agit bien du système de glissement primaire $[101](1\bar{1}\bar{1})$, situé théoriquement à 38° de la direction [123] Les lignes de glissement sont, pour la plupart, groupées et forment des bandes de déformation. Il faut aussi noter les faibles hauteurs de marche produites par le cisaillement à l'endroit où débouchent ces lignes individuelles en surface. Ceci laisse penser que peu de dislocations se sont propagées dans un même plan de glissement.

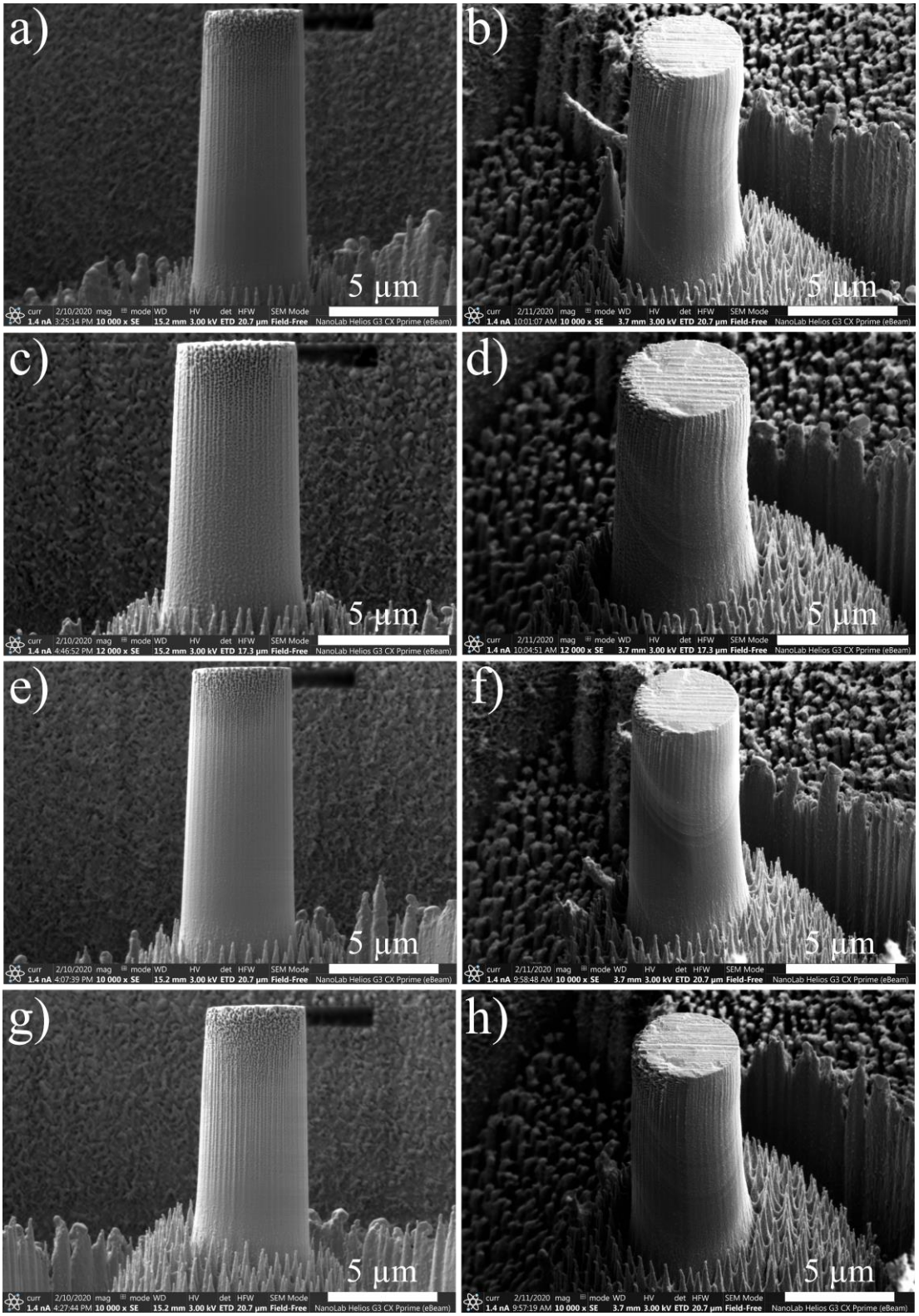


Figure III.9. *Micrographies MEB avant (face selon la direction ⟨145⟩) et après déformation (face selon la direction ⟨111⟩) à vitesse constante pour les micro-piliers de 5 µm de diamètre : a), c), e) et g) présentent un basculement de -2° tandis que b), d), f) et h) sont prises à +52°.*

La Figure III.10 montre une sélection de micro-piliers de 2 µm de diamètre (correspondant à ceux du Tableau III.1) avant et après compression. Avant déformation, les micro-piliers présentent le même aspect général que ceux de 5 µm de diamètre, à savoir une légère redéposition et des « drapés » sur l'ensemble de la hauteur et au sommet. Après déformation, des lignes de glissement sont visibles sur les micro-piliers en Figure III.10.b) et d). Ces traces sont présentes sur l'ensemble du micro-pilier de la Figure III.10.b) tandis qu'elles restent plutôt localisées au sommet dans le cas de la Figure III.10.d). Le *taper* plus élevé du micro-pilier de la Figure III.10.d) permet d'expliquer cette localisation de la déformation plastique en raison d'une concentration de contrainte au sommet. De même que pour la Figure III.9, la très faible hauteur de marche des lignes de glissement suggère un cisaillement faible dans les plans de glissement. Enfin, le regroupement de ces lignes mène à la formation de bandes de déformation même si leur largeur reste inférieure à celles observées sur les micro-piliers de 5 µm de diamètre. Le plan impliqué dans la déformation est identique pour les deux micro-piliers de 2 µm. L'orientation de ces micrographies étant la même que pour les micro-piliers de 5 µm (Figure III.9), la similitude entre les lignes de glissement permet de conclure qu'il s'agit du même système primaire.

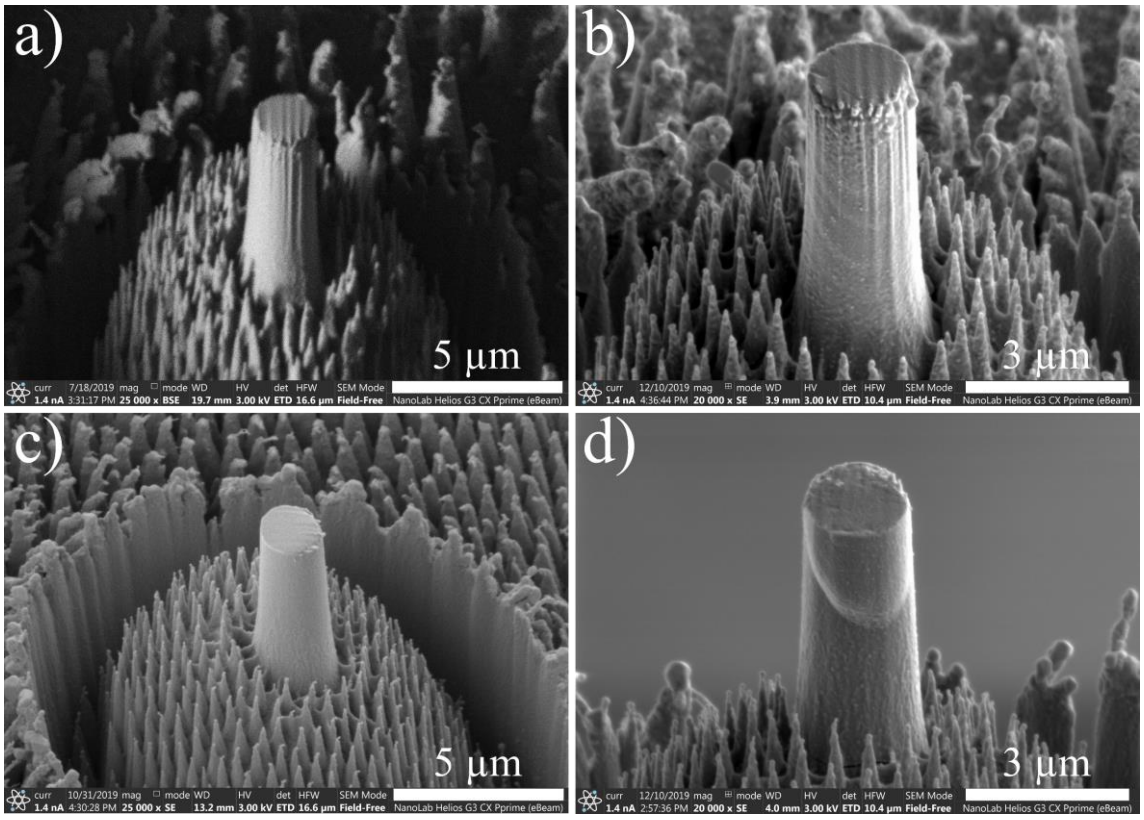


Figure III.10. M*icrographies MEB avant et après déformation monotone pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre : ces images sont prises avec un angle de basculement de +52°.*

Les micrographies MEB concernant les essais de compression avec sauts de vitesse sont présentées, pour les micro-piliers de 5 µm de diamètre, sur la Figure III.11 par les couples d'images avant et après déformation. Les micro-piliers avant compression montrent un profil à faible *taper* et les défauts de surface induits par le faisceau d'ions (drapés latéraux et défauts au sommet) sont plus limités que pour les micro-piliers déformés en Figure III.9.

Après déformation (Figure III.11.b, d, f et h), un gonflement est une nouvelle fois visible dans la partie haute de la majorité des micro-piliers. De nombreuses lignes de glissement sont présentes à la surface de tous ces micro-piliers et forment, là encore, des bandes de déformation nettement identifiables. Ces lignes forment des ellipses permettant de visualiser le plan de glissement des dislocations. L'analyse de ces lignes indique qu'un seul système de glissement est activé et l'orientation de ce plan de glissement correspond, ici encore, au plan de glissement primaire $[101](1\bar{1}\bar{1})$ avec un facteur de Schmid $m = 0{,}47$. Une fissure est visible à la base des micro-piliers de la Figure III.11.b) et f), probablement due au flambage du micro-pilier en fin d'essai de compression (pour rappel, pour les essais avec sauts de vitesse de déformation, la déformation atteint 10%). Une rotation irréversible (de Taylor) [89,90] induite par l'activation d'un seul système de glissement est identifiable sur les micrographies d), f) et h). Le faciès des micro-piliers déformés à vitesse de déformation variable n'étant pas significativement différent de celui de ceux déformés à vitesse de déformation constante, nous pouvons considérer que ce sont bien les mêmes mécanismes qui opèrent dans les différentes séries d'échantillons.

Concernant les essais de compression des micro-piliers de 2 µm de diamètre, les micrographies a), c), e) et g) en Figure III.12 montrent les micro-piliers avant déformation : à l'instar des autres micro-piliers présentés plus haut, de la redéposition est constatée sur l'ensemble des micro-piliers ainsi que des « drapés » et une dégradation du sommet liée à l'ajustement des hauteurs. Le profil après micro-compressions sur les micrographies b), d), f) et h) de la Figure III.12 révèle là encore la présence de multiples lignes de glissement le long de chaque micro-pilier. Ces lignes forment à nouveau des bandes de déformation plus ou moins larges selon le micro-pilier. Les marches résultant du glissement des dislocations sont de très faible hauteur. L'orientation de ces lignes de glissement correspond, encore une fois, au système de glissement primaire $[101](1\bar{1}\bar{1})$.

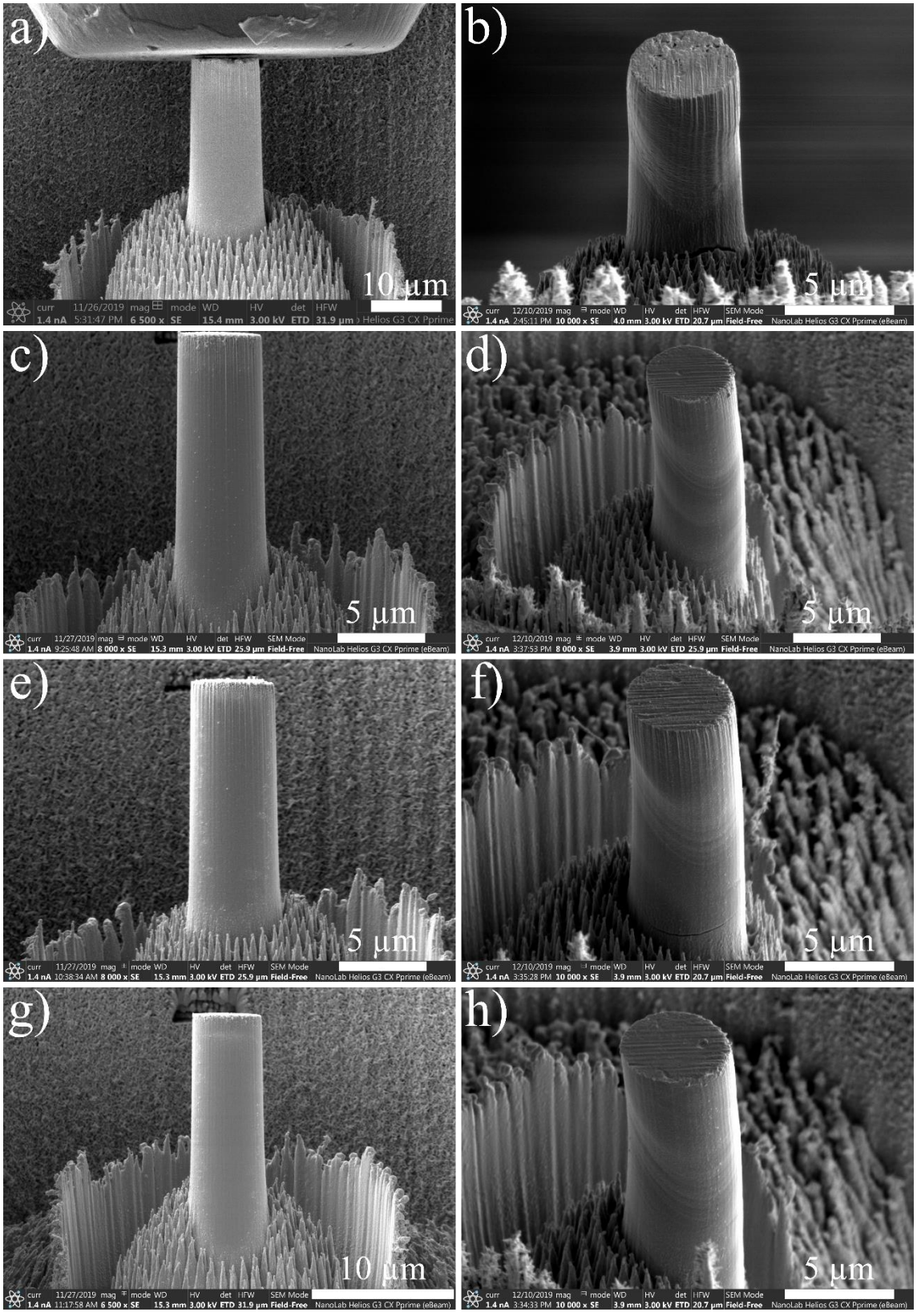


Figure III.11. *Micrographies MEB avant (basculement de -2°) et après déformation (basculement de +52°) avec sauts de vitesse pour les micro-piliers de 5 µm de diamètre.*

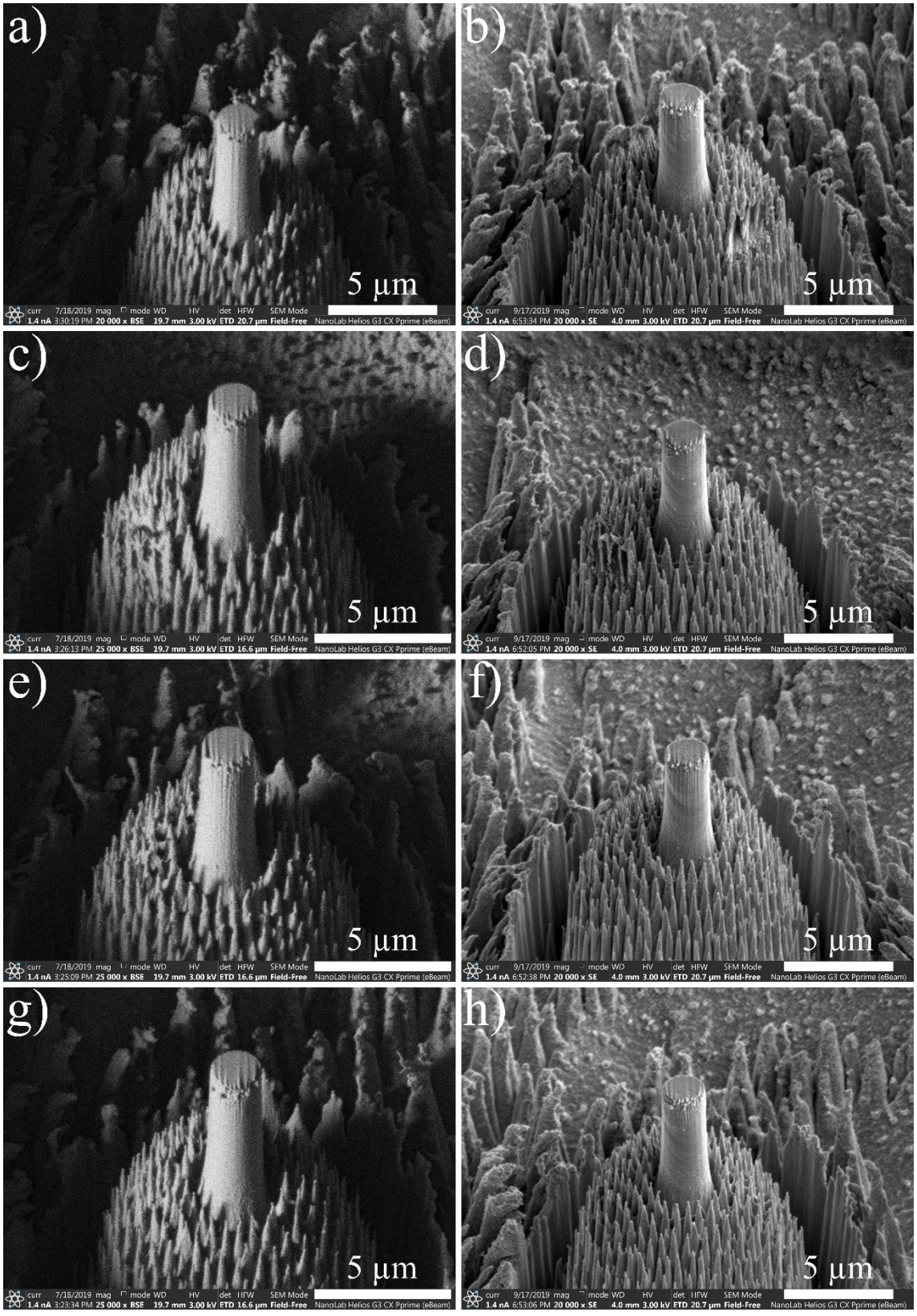


Figure III.12. *Micrographies MEB avant et après déformation avec sauts de vitesse pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre : tilt +52°.*

L'analyse des vidéos des tests de micro-compression *in situ* permet de mettre en évidence l'apparition successive des lignes de glissement le long des micro-piliers. La Figure III.13 présente ainsi une micrographie MEB extraite d'une vidéo d'un essai de compression sur un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre déformé par sauts de vitesse de déformation dont la séquence est la suivante : $\dot{\varepsilon}_1 \rightarrow \dot{\varepsilon}_3 \rightarrow \dot{\varepsilon}_1 \rightarrow \dot{\varepsilon}_4 \rightarrow \dot{\varepsilon}_2$, avec $\dot{\varepsilon}_1 = 1{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_2 = 5{,}0.10^{-4}\ s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_3 = 1{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_4 = 2{,}0.10^{-3}\ s^{-1}$. La micrographie est prise avec un basculement de -2° (légère contre-plongée) et l'orientation du micro-pilier est différente de celle proposée dans les Figures III.9 ; III.10 ; III.11 et III.12. De fait, la prise de vue correspond à une direction de type ⟨145⟩ orthogonale à la direction de type ⟨111⟩ des micrographies de Figures précédentes (voire Figure II.1 en partie II.1.1.a).

Sur la Figure III.13, l'accolade blanche met en évidence la zone concernée par le gonflement homogène de la partie supérieure du micro-pilier, très visible selon ce nouvel angle de vue. Les flèches localisent les lignes de glissement apparues lors de la déformation et leurs couleurs sont reliées au régime de vitesse utilisée lors de l'apparition de ces lignes (le code couleur est indiqué en bas de l'image). Au fur et à mesure de la compression (avec sauts de vitesse de déformation), les lignes de glissement apparaissent le long du micro-pilier selon une progression allant vers la base du micro-pilier. Les lignes de glissement forment des bandes de déformation et induisent des « bourrelets » sur les bords du micro-pilier. Enfin, l'orientation de ces bandes est identique et correspond bien au système de glissement primaire.

Après analyse des observations MEB post-mortem et des vidéos de micro-compression, les remarques suivantes peuvent être faites :

- La partie supérieure des micro-piliers présente un gonflement homogène lié à une déformation complexe du sommet du micro-pilier, probablement explicable par des considérations techniques particulières. En effet et en premier lieu, le léger désalignement constamment observé entre le poinçon plat et la surface du micro-pilier (autour de 2° en moyenne) conduit à une concentration de contrainte sur l'un des bords du sommet ; ce phénomène est renforcé par le taper induit par la gravure qui provoque une légère diminution de la section dans la partie haute. Deuxièmement, le contact induit des contraintes de friction latérale liées à la nature même de l'essais mécanique de compression. Ces considérations techniques contribuent à modifier le tenseur des contraintes dans la partie haute du micro-pilier, tant au niveau de l'amplitude qu'au niveau de ses composantes : une

première conséquence est la perte de la nature uniaxiale de la contrainte qui peut provoquer l'activation locale de plusieurs systèmes de glissement. De ce fait, une densité de défauts importante est à prévoir dans la partie haute du micro-pilier.

- Le mécanisme de déformation majoritaire est caractérisé par l'apparition successive, le long du micro-pilier, de lignes de glissement parallèles entre elles au fur et à mesure que la compression progresse. Cela s'explique par la restauration de l'uniaxialité de la contrainte après la déformation plastique de la partie haute du micro-pilier conduisant à un contact parfait entre le poinçon plat et le sommet du micro-pilier. L'orientation de ces lignes de glissement concorde avec l'activation du système de glissement primaire attendu.

En résumé, deux régimes de déformation distincts peuvent être établis :

- Un premier régime plastique complexe (gonflement homogène) se développe dans la partie haute induisant potentiellement une densité de dislocations élevée dans cette région ;

- Un deuxième régime plus conventionnel conduit à l'apparition d'une succession de lignes de glissement d'orientation identique et concordant bien avec le système de glissement primaire. Ces fines lignes de glissement finissement par former des bandes de déformation plus ou moins larges.

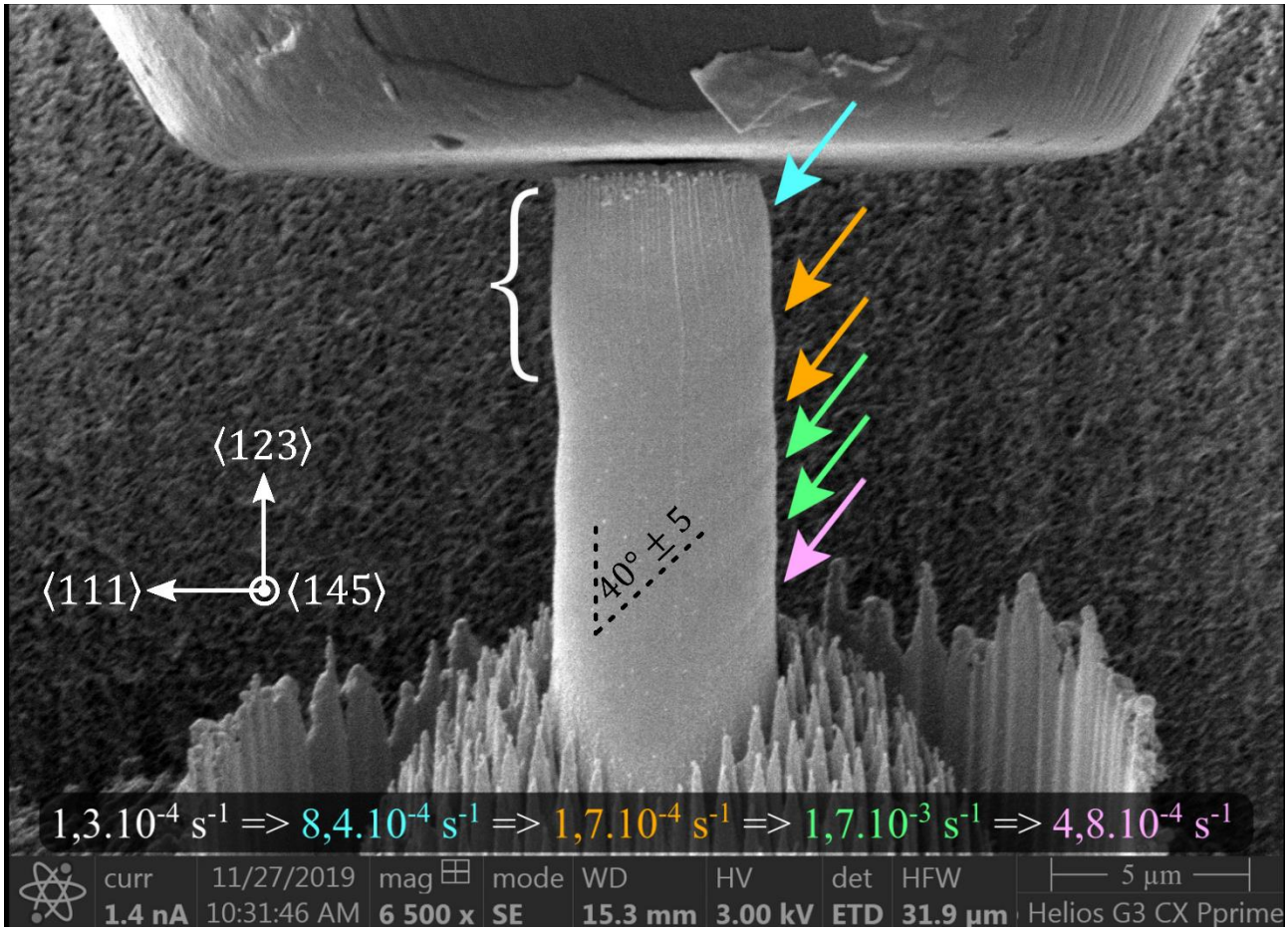


Figure III.13. *Micrographie MEB extraite d'une séquence vidéo réalisée au cours d'un essai de compression in situ sur un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre déformé par sauts de vitesse de déformation (image prise selon basculement de -2°) : l'accolade blanche indique le gonflement homogène dans la partie supérieure du micro-pilier, les flèches localisent les différentes lignes de glissement visibles sur le côté du micro-pilier. Les couleurs des flèches sont liées aux sauts de vitesse de déformation indiqués en bas de l'image.*

III.1.4. Observations par MET

Afin de déterminer la nature des défauts induits lors de la déformation plastique des micro-piliers d'InSb à température ambiante, plusieurs lames minces ont été réalisées en considérant différente orientations : des lames longitudinales, des lames transverses et des lames le long d'un plan particulier. Toutes ces lames ne seront pas présentées ici puisque la plupart ne permettent pas l'analyse des défauts. Cela est principalement dû à la réaction Ga-In qui rend difficile l'amincissement des échantillons d'InSb. En outre, le faisceau d'ions semble dégrader l'organisation des défauts

contenus dans les lames et produit des « précipités » ce qui conduit à l'apparition de contrastes très complexes à analyser, notamment pour la caractérisation des dislocations. Après plusieurs tentatives infructueuses, une lame de type « transverse » a permis de lever le doute quant à la nature des défauts observés. Cette lame a été réalisée à partir d'un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre déformé seulement à hauteur de $\varepsilon = 5{,}2\%$, à vitesse constante $\dot{\varepsilon} = 1{,}3\times10^{-4}$ s^{-1} et à 25°C, ceci pour limiter la densité de défauts au sein de la structure et étudier les premiers évènements liés à la plasticité. La Figure III.14 présente deux micrographies obtenues par MEB après déformation du micro-pilier concerné : ces micrographies présentent une face dont l'orientation est similaire à celle montrée dans la Figure III.13, c'est-à-dire selon une direction parallèle à la direction ⟨145⟩ et orthogonale à la direction ⟨111⟩. Cette orientation a été choisie pour mettre en valeur le faciès de déformation et rendre visible les plans de glissement. Malgré une déformation plus faible que les micro-piliers présentés précédemment, le faciès est similaire (zone de gonflement et lignes de glissement dans le plan primaire) ce qui assure une représentativité des résultats obtenus par MET. Enfin, on peut noter qu'un second système de glissement est activé dans la partie haute du micro-pilier, dans la partie du gonflement (Figure III.14.a).

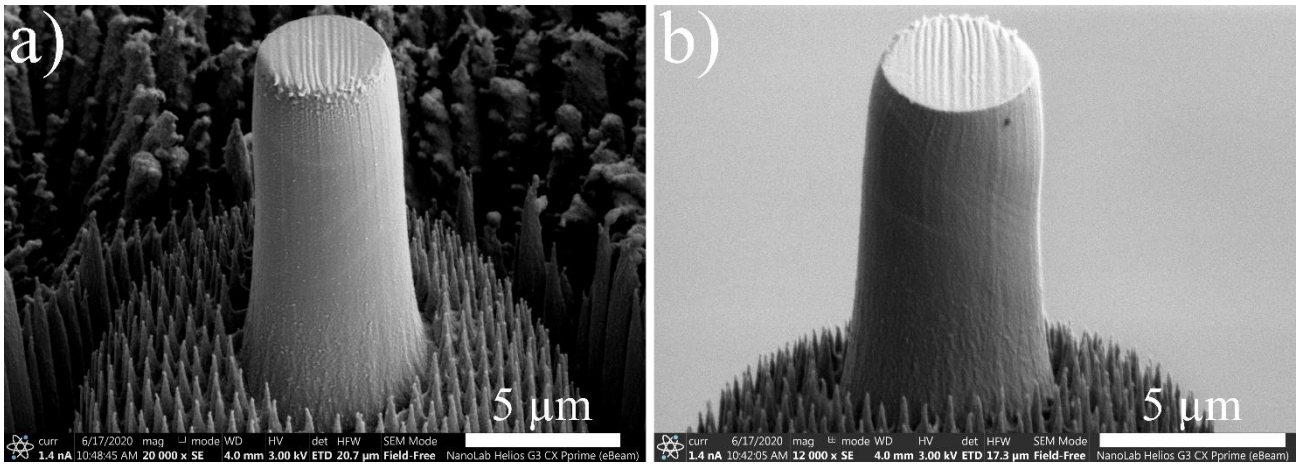


Figure III.14. *Micrographies MEB du micro-pilier d'InSb déformé à 25°C et utilisé pour la fabrication d'une lame mince de type « transverse ». a) vue selon une direction parallèle à la direction ⟨145⟩ avec un basculement de +52°, b) vue opposée (rotation de 180° par rapport à l'axe du micro-pilier) dans les mêmes conditions.*

L'extraction d'une lame MET de type « transverse » a pour objectif d'intersecter un maximum de lignes de glissement afin de pouvoir les analyser au mieux. Même s'il est difficile de situer la position exacte de la lame finale (les étapes d'amincissement mènent à une perte des points de repères

initiaux), il est quand même possible d'affirmer qu'elle correspond à la région inférieure du gonflement et contenant des lignes de glissement dans le plan primaire, comme schématisé dans la Figure III.15 par un rectangle rouge.

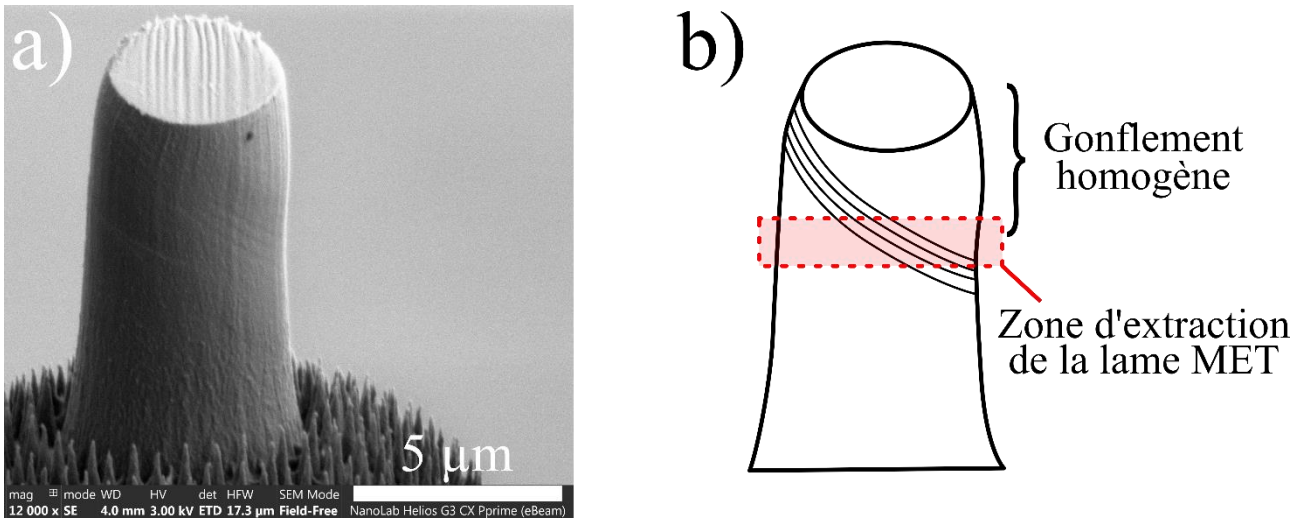


Figure III.15. *a) micrographie MEB du micro-pilier déformé utilisé pour l'extraction de la lame MET de type « transverse », b) schéma du micro-pilier avec la localisation de la zone d'extraction de la lame MET.*

La Figure III.16 montre une micrographie en champ clair de la lame MET de type « transverse » provenant du micro-pilier déformé présenté sur la Figure III.15.a. Cette lame fait environ 5 µm de diamètre et correspond quasiment au diamètre complet du micro-pilier. Quelques « particules » apparaissent dans la lame et peuvent provenir de la réaction Ga-In. Une longue zone verticale localisée par la flèche blanche présente un contraste plus clair. Il s'agit d'une zone moins épaisse dont l'origine est attribuée à un effet de drapé lors de l'amincissement de la lame. Une forte densité de défauts est visible dans certaines zones, en particulier dans la partie supérieure et dans la partie gauche de la micrographie de la Figure III.16. Ces zones appartiennent probablement à la partie supérieure du micro-pilier dont le régime de déformation est complexe, avec notamment l'activation de plusieurs systèmes de glissement. Il s'agit donc très probablement du bas du gonflement homogène visible sur l'ensemble des micro-piliers. Les flèches noires indiquent de longs défauts qui apparaissent parfaitement rectilignes et parallèles entre eux. Ces défauts résultent d'un mécanisme différent et sont attribués au régime de déformation conventionnel constaté en dessous du gonflement homogène.



Figure III.16. *Micrographie de MET en champ clair : vue globale de la lame mince d'un micro-pilier d'InSb déformé à 25°C.*

La Fig. III.17.a) présente en détail la zone délimitée par le rectangle rouge (en pointillés) sur la Figure III.16. Il s'agit d'une micrographie de MET conventionnelle en champ clair réalisée en conditions deux ondes. Dans un premier temps, une zone de la lame est caractérisée par une forte densité de défauts (notés *D*) dont l'agencement et le contraste sont difficiles à interpréter. On peut néanmoins penser qu'il s'agit de dislocations. Comme indiqué plus haut, cette zone appartient probablement à la région associée au gonflement homogène.

Dans la zone du côté droit de la micrographie de la Fig. III.17.a), on constate peu de défauts de type *D* ce qui confirme l'observation décrite plus haut. En revanche, des défauts à l'aspect parfaitement rectiligne sont présents dans cette zone (notés *T*). Ces défauts résultent assurément d'un mécanisme différent et appartiennent vraisemblablement à la partie basse du micro-pilier, en-dessous du gonflement. Afin de déterminer la nature de ces défauts, une analyse en haute résolution (HRTEM) a été effectuée selon une orientation qui correspond à un axe de zone de type ⟨110⟩, très proche de l'orientation du plan de la lame mince. Comme illustré dans la micrographie b) de la Figure III.17.b), les défauts *T* sont des nano-macles dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques plans atomiques seulement.

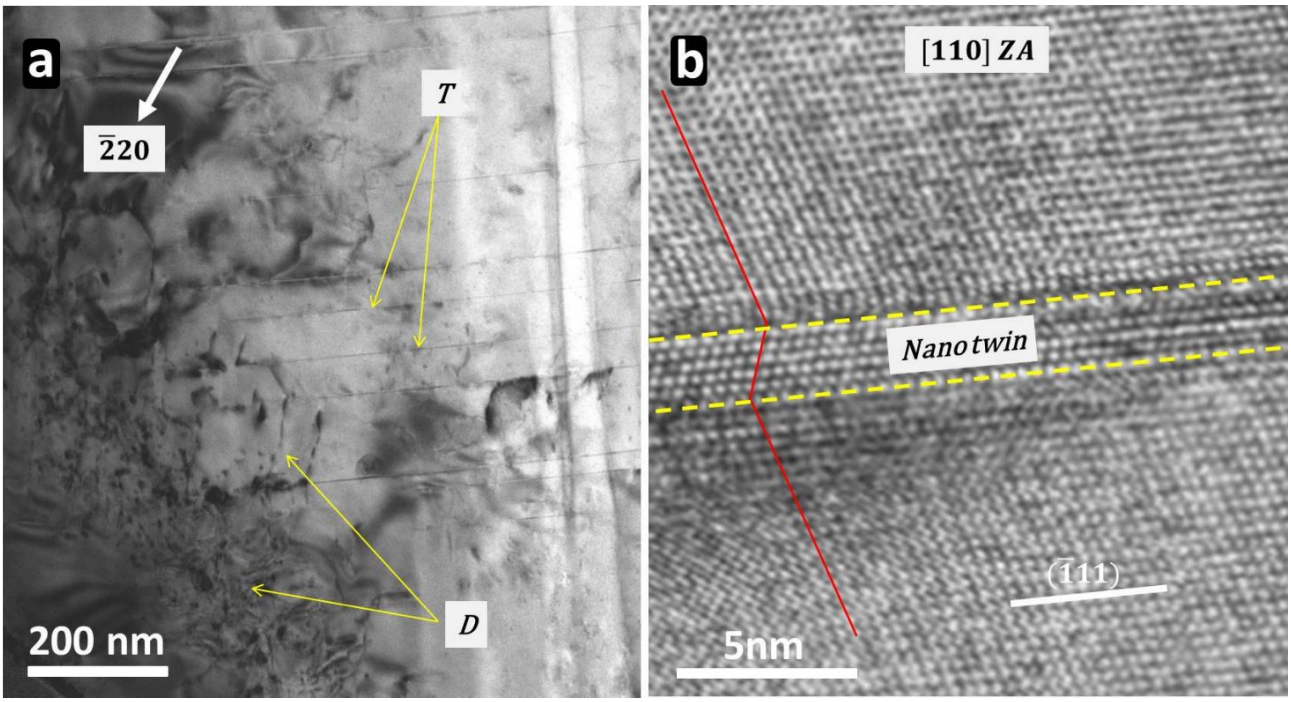


Figure III.17. *Micrographies MET d'une lame mince transverse obtenue à partir d'un micro-pilier d'InSb de 5 µm de diamètre et déformé à température ambiante : a) micrographie MET en champ clair d'une partie de la lame, b) micrographie haute résolution (HRTEM) d'une nano macle.*

Pour résumer, les observations MET et HRTEM rejoignent les conclusions des observations MEB de la partie précédente :

- Un premier régime plastique complexe (gonflement homogène) se développe dans la partie haute conduisant à une densité de dislocations élevée dans cette région correspondant aux défauts D sur la Figure III.17.a) ;

- Un deuxième régime plus conventionnel caractérisé par la succession de lignes de glissement d'orientation identique et concordant bien avec le système de glissement primaire. Ces fines lignes de glissement finissement par former des bandes de déformation plus ou moins larges. Ce régime est caractérisé par la présence de nano-macle (défauts T) visible en TEM haute-résolution sur la Figure III.17.b). C'est ce régime qui a été sondé par les essais de saut de vitesse de déformation.

III.2. Cas de Si

III.2.1. Essais de compressions monotones

III.2.1.a. Essais compressions suivant l'axe [110]

Il faut d'abord rappeler que le seuil associé à la transition fragile-ductile dimensionnelle des micro-piliers de silicium se situe, selon les différentes études, entre 0,5 µm et 3 µm de diamètre [36,41]. Par ailleurs, la gravure FIB peut, en théorie, permettre de réaliser des micro-piliers de 500 nm de diamètre. Cependant, ces dimensions sub-micrométriques conduisent à un *taper* trop important induisant, en cas de compression, une forte concentration de contrainte dans la partie haute des micro-piliers. Par conséquent, nous avons fait l'hypothèse qu'une dimension moyenne égale au micromètre devrait permettre d'atteindre le régime ductile.

Les caractéristiques géométriques de quatre micro-piliers de silicium sont présentées dans le Tableau III.8. Les hauteurs ont été ajustées et sont comprises entre 2,5 µm et 3 µm pour la plupart des micro-piliers, ce qui conduit à des rapports d'aspect compris entre 2 et 3. Les diamètres des sommets sont tous inférieurs à 1 µm (compris entre 0,6 µm et 1 µm), tandis que les diamètres à la base sont tous supérieurs à 1 µm (entre 1 µm et 1,3 µm). Cette différence induit un *taper* supérieur à 3°, pouvant aller jusqu'à 5° dans les cas les plus extrêmes. De nombreux essais ont été effectués sur une gamme importante de vitesse de déformation, allant de 10^{-4} s^{-1} à 5×10^{-3} s^{-1}. Seules les vitesses de déformation inférieures à 10^{-3} s^{-1} ont permis d'atteindre le régime ductile. Ce sont ces essais qui vont être présentés par la suite. De plus, il s'avère que la ductilité limitée de ces micro-piliers ne permet pas d'atteindre des déformations importantes, ce qui conduit à des régimes plastiques peu étendus. Par conséquent, il n'a pas été possible de réaliser des sauts de vitesse de déformation.

La Figure III.18 présente quatre courbes de *contrainte-déformation* obtenues avec les micro-piliers dont les *taper* sont les plus faibles. Les essais associés aux courbes verte, rouge et bleue ont été stoppés de façon prématurée afin d'éviter l'apparition de fissures. La courbe noire, quant à elle, présente l'un des cas où un essai complet a été réalisé (charge et décharge à vitesse lente). On peut observer un pied de courbe non linéaire provoqué par le désalignement entre le poinçon plat et le sommet des micro-piliers, à l'instar des micro-piliers d'InSb. Au-delà de ce pied de courbe, le régime élastique est bien linéaire suivi, dans la plupart des cas, d'un « crochet », mis en évidence par des

flèches noires. L'origine de ce crochet est généralement associée à des avalanches de dislocations se propageant soudainement au sein de l'échantillon afin d'accommoder la déformation. Les vitesses de déformation de chacune des quatre courbes de la Figure IV.17 sont relativement proches et expliquent la forte similarité des profils ($3{,}0 \times 10^{-4}$ s^{-1} pour la courbe noire, $3{,}1 \times 10^{-4}$ s^{-1} pour la courbe verte, $3{,}3 \times 10^{-4}$ s^{-1} pour la rouge et $3{,}5 \times 10^{-4}$ s^{-1} pour la bleue). La moyenne des limites d'élasticité relevées à 0,2% de déformation est de $7{,}1 \pm 0{,}2$ GPa. Enfin, la moyenne des contraintes relevée au niveau du crochet (lorsqu'il y en a un) vaut $7{,}3 \pm 0{,}2$ GPa.

Tableau III.8. *Caractéristiques géométriques d'une sélection de micro-piliers de Si dont l'axe est suivant la direction [110].*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
2,5	0,9	1,2	2,8	3,7°
2,4	0,9	1,2	2,9	3,9°
2,7	0,9	1,3	2,9	3,8°
2,7	0,9	1,0	3,0	3,8°

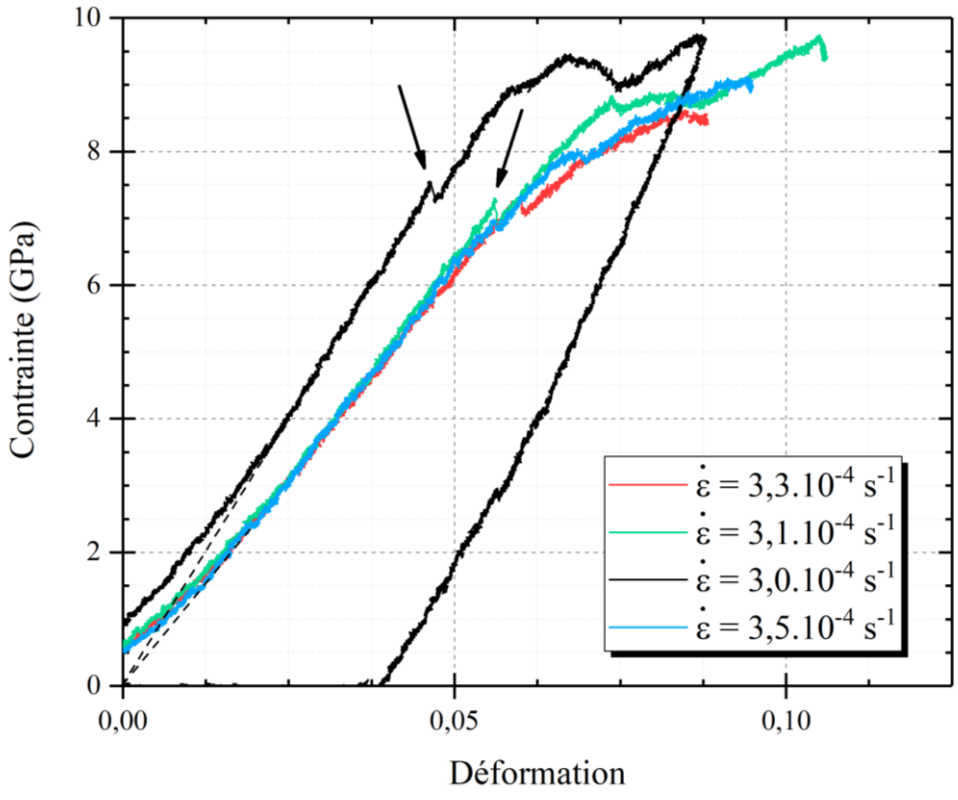


Figure III.18. *Courbes de contrainte-déformation de micro-piliers de Si de 1 µm de diamètre.*

III.2.1.a. Essais de compressions suivant l'axe [123]

Des essais de compressions suivant l'axe [123] ont été réalisés afin d'activer du glissement simple. Cette orientation a été choisie pour permettre une comparaison avec les résultats obtenus sur les micro-piliers d'InSb. Le Tableau III.9 présente les caractéristiques géométriques de trois micro-piliers de silicium : les dimensions permettent d'obtenir un rapport d'aspect idéal compris entre 2 et 3 mais, comme les micro-piliers de Si présentés dans la partie précédente, le *taper* reste supérieur à 3° (jusqu'à 4,7°), ce qui risque d'augmenter le phénomène de concentration de contrainte et limiter par la même occasion la propagation de la plasticité le long des micro-piliers.

Les courbes de *contrainte-déformation* des micro-piliers du Tableau III.9 sont présentées dans la Figure III.19 : dans l'ordre, courbe verte, courbe bleue et courbe noire. Les pieds de courbes et les régimes élastiques sont similaires aux courbes déjà commentées dans la partie III.2.2. Pour les courbes bleue et verte, un crochet indiqué par les flèches noires témoigne de l'amorce du régime plastique. Pour les courbes verte et noire, une chute soudaine et importante de la contrainte à la fin de l'essai (indiquée par les flèches rouges) témoigne de la rupture soudaine du micro-pilier. Un durcissement est nettement visible sur la courbe verte avant la fissuration. La moyenne de la limite d'élasticité mesurée à 0,2% de déformation vaut 8,0 ± 0,2 GPa. La moyenne des contraintes relevées au niveau du crochet au début du régime plastique vaut 8,4 ± 0,2 GPa. En dépit de la fragilité extrême présentée par les micro-piliers de Si à température ambiante, la plasticité a tout de même été déclenchée et ce, de façon significative au regard des taux de déformation atteints, ceux-ci étant comprises entre 4 % et 10 % de déformation plastique selon les micro-piliers.

Tableau III.9. *Caractéristiques géométriques de quelques micro-piliers de Si dont l'axe de compression est suivant la direction [123].*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
1,9	0,7	1,0	2,7	4,7°
2,0	0,9	1,2	2,1	3,8°
2,0	1,0	1,2	2,1	3,5°

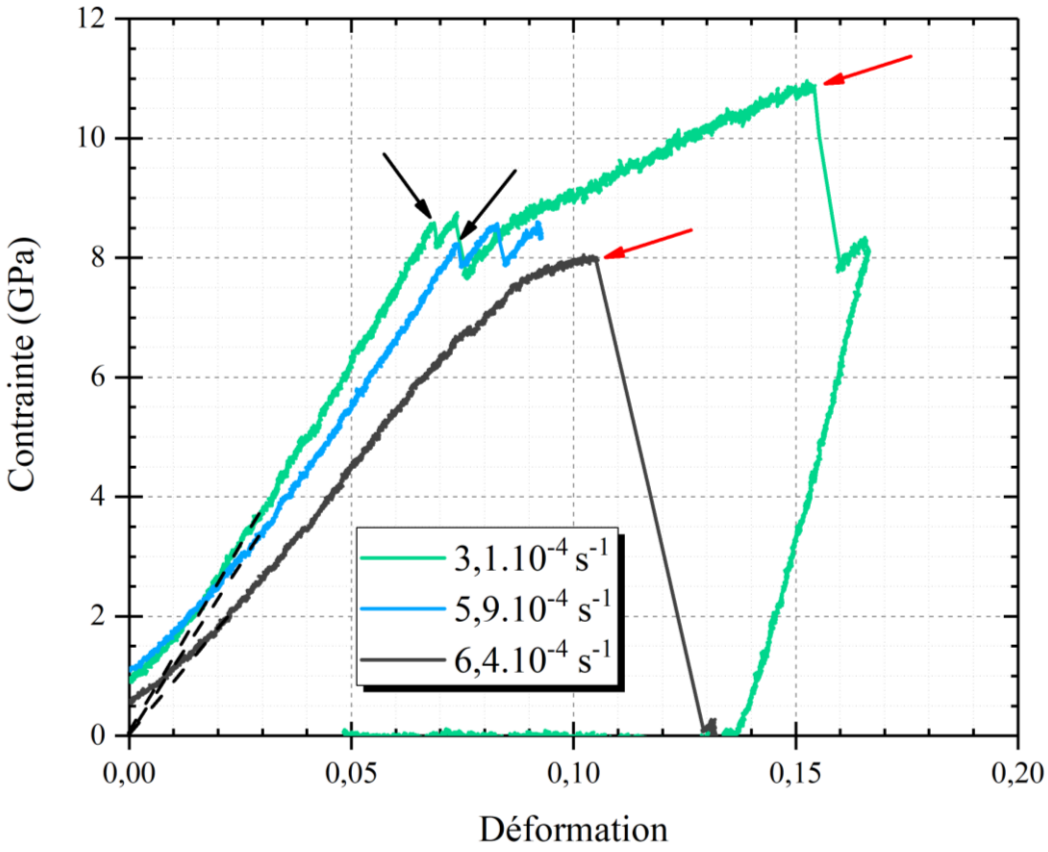


Figure III.19. *Courbes de contrainte-déformation de micro-piliers de Si ⟨123⟩.*

III.2.2. Observations par MEB

III.2.2.a. Cas des micro-piliers déformés suivant l'axe [110]

La Figure III.20 montre deux micro-piliers de Si avant et après déformation et dont les courbes *contrainte-déformation* sont présentées en Figure III.18 (respectivement, les courbes bleue et noire). Avant déformation (micrographies *a* et *c*), la qualité des micro-piliers semble satisfaisante avec peu de défauts en surface. Toutefois, le *taper* est nettement visible et bien plus marqué que pour InSb, tel que l'indique le Tableau III.8. A noter que ces deux micrographies ont été prises avant le contact avec le poinçon plat, nécessitant des conditions d'observation impliquant une distance de travail d'environ 15 mm au lieu de 4 mm pour la configuration idéale (cf. partie II.2). Cela explique la plus faible résolution de ces images.

Les micrographies b) et d) de la Figure III.20 montrent la même face des micro-piliers après déformation (mais selon un basculement de 52°). Des traces de glissement localisées au sommet sont

présentes à la surface et confirment l'activation de la plasticité. Cette localisation est directement liée à la concentration de contrainte au sommet induite par le *taper*. Un unique système de glissement est identifiable sur la micrographie d) de la Figure III.19 tandis que deux systèmes sont visibles sur la micrographie b). Contrairement à InSb, le glissement semble ici localisé dans quelques plans seulement, avec apparition de marches importantes en surface. Ce faciès de déformation suggère que le mécanisme de déformation est différent de celui observé dans InSb à 25°C, suggérant aussi que la nature des défauts est différente dans Si.

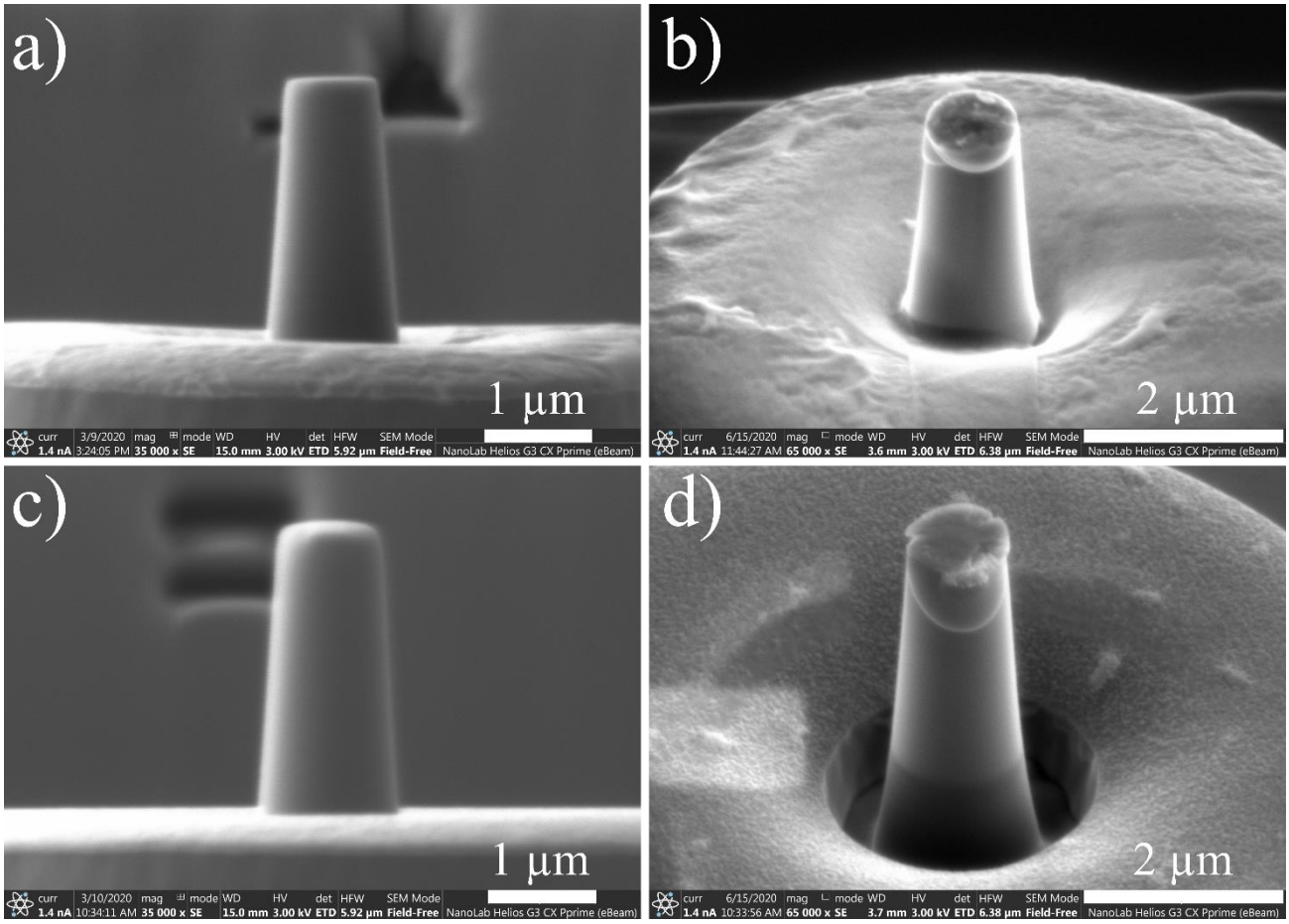


Figure III.20. *Micrographies MEB de micro-piliers de Si d'axe de compression ⟨110⟩ : a) et c) les micro-piliers avant déformation (le basculement vaut -2°) ; b) et d) les micro-piliers après déformation (le basculement vaut +52°).*

III.2.2.b. Cas des micro-piliers déformés suivant l'axe [123]

La Figure III.21 présente quatre micrographies de deux micro-piliers. Les micrographies a) et c) correspondent aux micro-piliers avant déformation qui sont imagés dans ce cas avec un basculement de -2° juste avant la mise en contact avec le poinçon plat. Aucun défaut particulier n'est relevé ici même si le *taper* est à nouveau important (cf. Tableau III.13). Les micrographies b) et d) présentent les mêmes micro-piliers après déformation, selon le même point de vue. Plusieurs lignes de glissement au contraste clair sont identifiables à la surface des micro-piliers. Contrairement aux micro-piliers de Si déformés suivant l'axe [110], plusieurs plans d'un même système de glissement ont été activés. Il s'agit bien du système primaire $[101](1\bar{1}\bar{1})$, de facteur de Schmid $m = 0{,}47$, puisque la grande diagonale de l'ellipse débouche en surface selon la « face » orientée suivant la direction ⟨111⟩. Il faut aussi noter que la déformation reste majoritairement contenue au sommet des micro-piliers du fait du *taper* important. Cependant, une comparaison rapide avec les micro-piliers d'axe [110] montre que dans le cas du glissement simple, la déformation réussit tout de même à se propager jusqu'à la mi-hauteur des micro-piliers, ce qui n'était pas le cas dans la partie III.2.2 où la déformation était exclusivement apparue au sommet. A l'instar des micro-piliers de la partie précédente, le glissement reste tout de même localisé dans un nombre limité de plans, suggérant un mécanisme de déformation identique pour tous les micro-piliers de Si à 25°C. Sur la Figure III.21, les lignes de glissement ne forment pas des ellipses parfaites en surface. Cela s'explique par la forme des micro-piliers qui n'est pas parfaitement cylindrique. Rappelons qu'il est difficile de contrôler avec précision la forme des micro-piliers à cette dimension. De plus, la face visible lors de l'ajustement des hauteurs semble impactée par le faisceau d'ions lors de l'acquisition d'images. Pour finir, l'analyse MET est indispensable ici pour conclure sur la nature des défauts qui se sont propagés au sein du cristal.

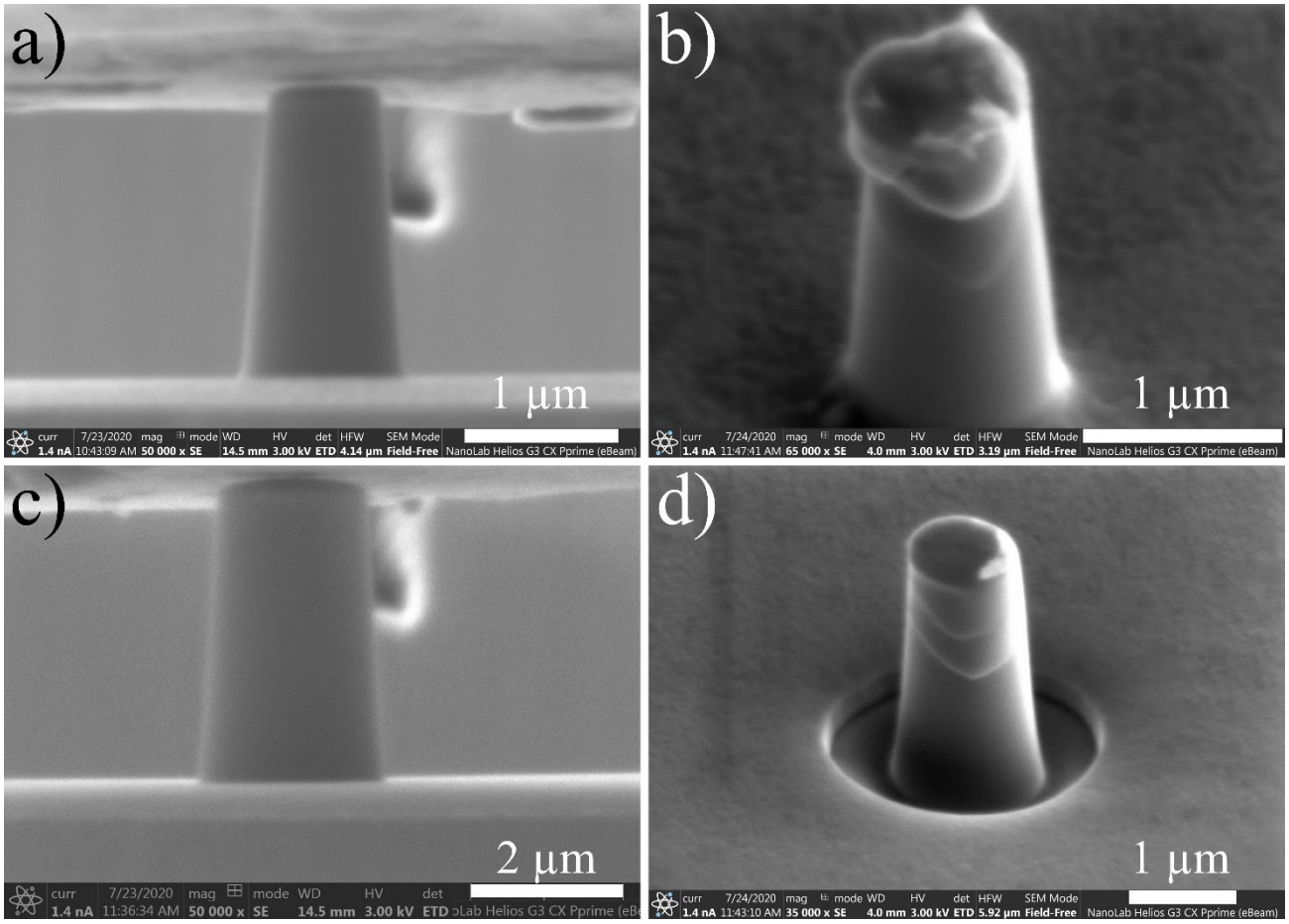


Figure III.21. *Micrographies MEB de micro-piliers de Si d'axe de compression ⟨123⟩ : a) et c) les micro-piliers avant déformation (le tilt -2°) ; b) et d) les micro-piliers après déformation (le tilt vaut +52°).*

III.2.3. Observations par MET

Plusieurs lames minces ont été réalisées pour caractériser la microstructure après déformation. La Figure III.22.a) montre un champ clair d'une lame longitudinale provenant du micro-pilier de la Figure III.21.d). La lame est visible en contraste clair au centre de l'image, entourée d'une couche protectrice de platine en contraste gris foncé. Le plan de la lame est proche du plan $(11\bar{1})$ comme en témoigne le diagramme de diffraction visible sur la Figure III.22.b) (obtenu pour un basculement de l'ordre de 4° autour de chacun des axes du porte-objet « double basculement »). L'image III.22.c) correspond à la projection stéréographique associée à l'orientation de l'échantillon et montre notamment que le plan de glissement activé est le plan $(1\bar{1}\bar{1})$.

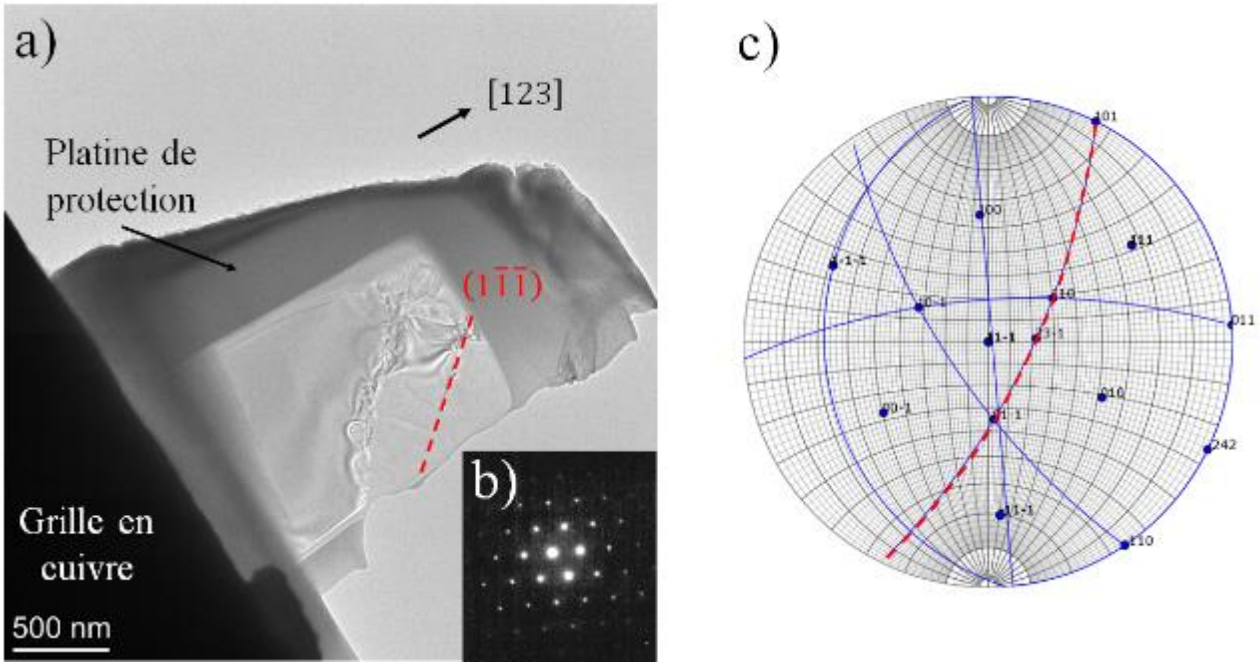


Figure III.22. *a) micrographie MET (champ clair) d'une lame de Si ⟨123⟩ déformé, b) diagramme de diffraction électronique et c) projection stéréographique associée à l'orientation de la lame mince [http://mompiou.free.fr/].*

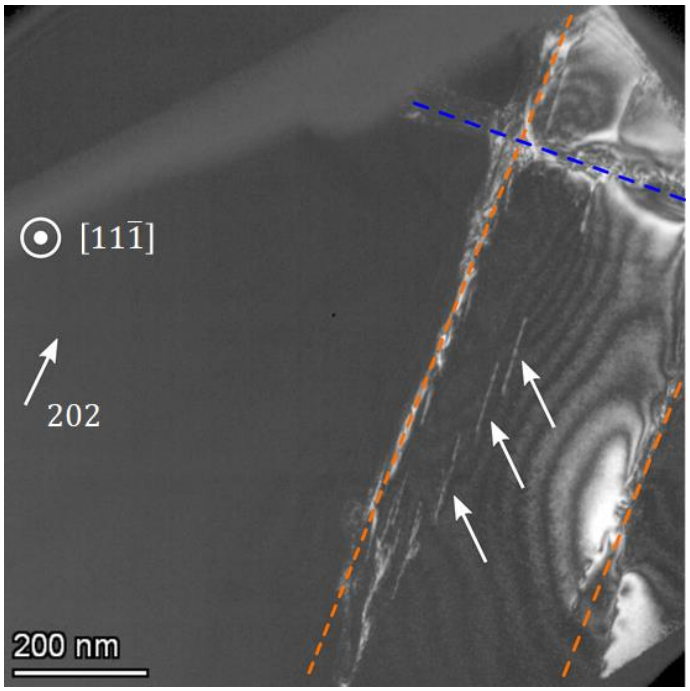


Figure III.23. *Micrographie MET en champ sombre (faisceau faible) de la zone déformée du micro-pilier de Si ⟨123⟩ présenté en Figure III.21.a). Les lignes oranges et bleue localisent les plans de glissement activés lors de la déformation.*

La Figure III.23 présente une micrographie MET en conditions de faisceau faible sur laquelle trois plans de glissement sont visibles : deux correspondent au système primaire de type $(1\bar{1}\bar{1})$ (en orange) et un autre correspond à l'activation d'un système secondaire (en bleu). Certains défauts, alignés suivant les traces des plans de glissement primaires, sont bien visibles en bas de l'image, il s'agit de dislocations indiquées par les flèches blanches. La caractérisation des défauts induits par la déformation a été réalisée principalement dans cette zone car ces dislocations présentent l'avantage d'être bien isolées et donc plus simples à caractériser.

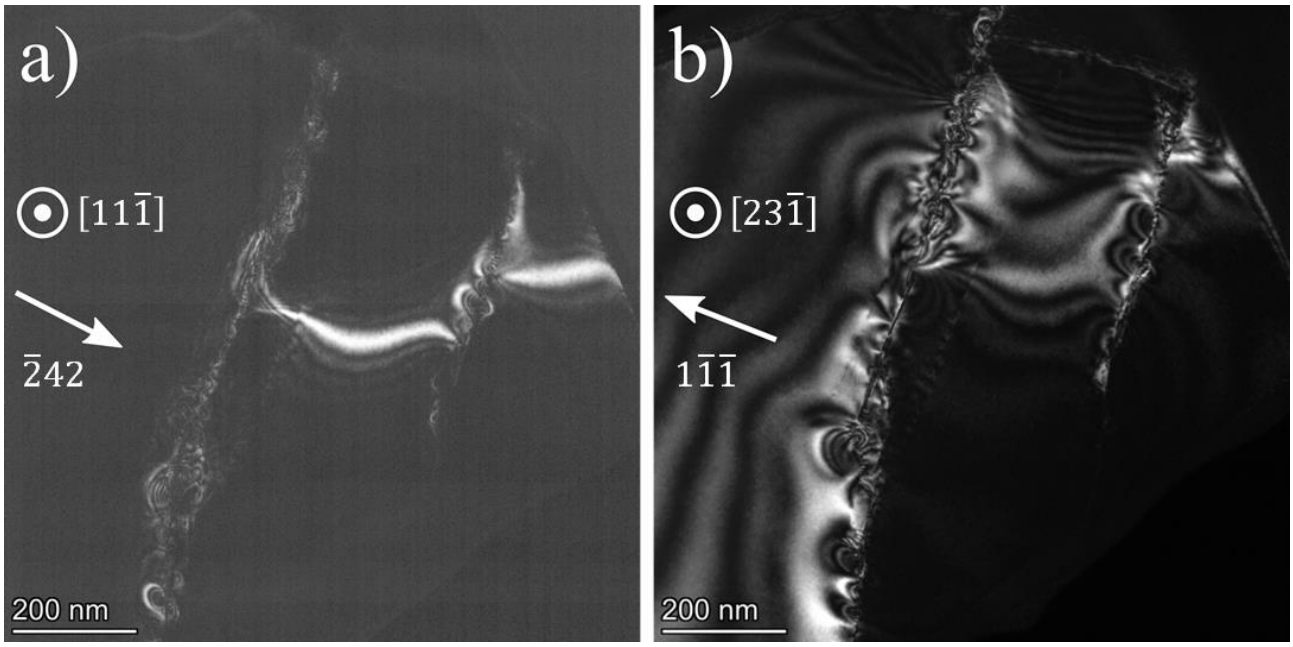


Figure III.24. *Micrographies MET en champ sombre (faisceau faible) de la zone déformée du micro-pilier de Si ⟨123⟩ présenté en Figure III.21.a). Deux conditions d'extinction des dislocations sont présentées.*

Deux configurations de mise hors contraste des dislocations ciblées sont mises en évidence dans les micrographies de la Figure IV.24. Ces configurations sont obtenues avec les vecteurs diffractant $g = \bar{2}42$ (Figure IV.24.a)) et $g = 1\bar{1}\bar{1}$ (Figure IV.24.b)). N'ayant pas obtenu de troisième condition de mise hors contraste, une configuration où les dislocations sont bien visibles a été exploitée (Figure IV.23). Dans ce cas, il s'agit du vecteur diffractant $g = 202$ pour lequel le produit $\vec{g} \cdot \vec{b}$ est non nul (égal à C). Associé aux deux conditions d'extinction trouvées, le système d'équations obtenu est le suivant :

$$\begin{cases} 2u + 2w = C \\ -2u + 4v + 2w = 0 \\ u - v - w = 0 \end{cases} \qquad \text{III.4}$$

Une solution cohérente (i.e. en accord avec la nature des dislocations possibles dans le Si) est seulement trouvée pour $C = 2$. Les composantes du vecteur de Burgers sont alors les suivantes : $u = \frac{1}{2}$, $v = 0$, $w = \frac{1}{2}$; soit un vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2}[101]$, correspondant à des dislocations parfaites. La direction de glissement déterminée est commune aux plans $(1\bar{1}\bar{1})$ et $(11\bar{1})$ mais ce dernier étant perpendiculaire à la direction de sollicitation mécanique, il ne peut pas être activé (Facteur de Schmid $m = 0$). Le système de glissement observé est donc identifié comme étant $[101](1\bar{1}\bar{1})$.

Enfin, la Figure III.25 met en avant une caractéristique particulière de la ligne de glissement la plus à droite dans la micrographie présentée en Figure III.23 : cette ligne semble se séparer en deux segments A et B. En particulier, le segment B semble dévier du plan de glissement primaire dont fait toujours partie le segment A. Des observations en haute-résolution ont été effectuées mais l'analyse n'est pas concluante en raison de la déformation locale de la lame.

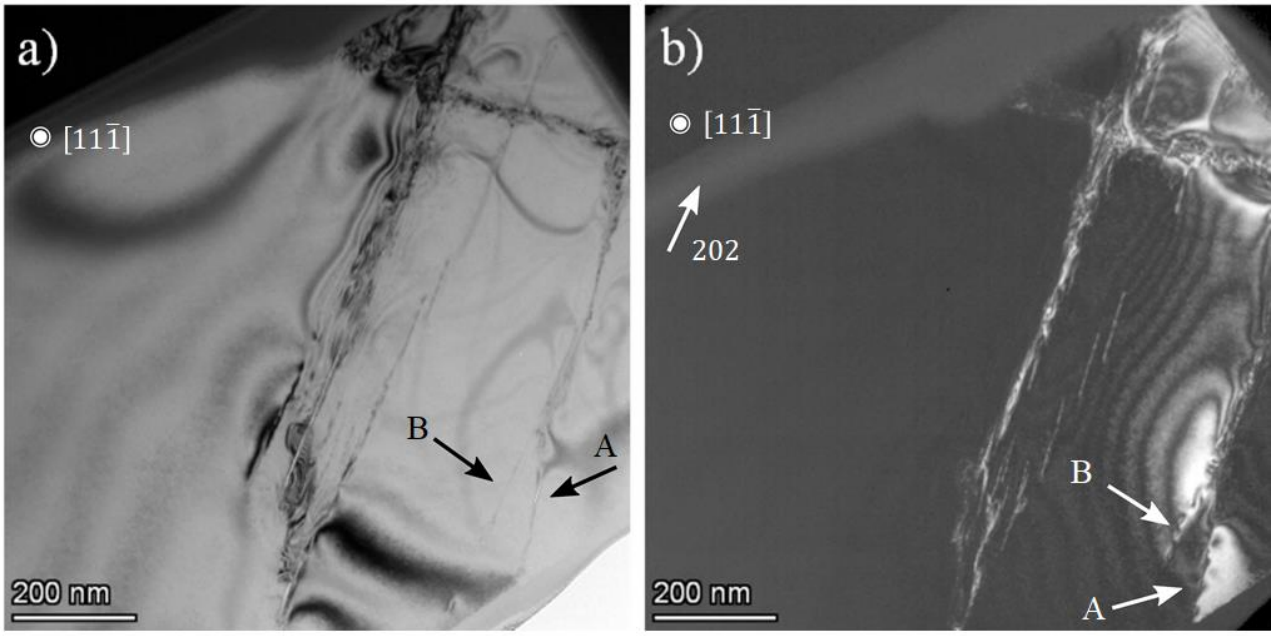


Figure III.25. *a) champ clair de la lame de Si et b) champ sombre en faisceau faible correspondant.*

De manière globale, les observations sont en accord avec celles réalisées au MEB où une forte localisation du cisaillement, accompagnée de marches importantes en surface, caractérisent le faciès après déformation des micro-piliers. Ce faciès suggérait la propagation de dislocations parfaites dans un nombre limité de plans, ce qui est confirmé ici : L'analyse par MET permet d'identifier la présence

de dislocations parfaites de vecteur de Burgers $^{a}/_{2}[101]$ appartenant au système de glissement primaire $[101](1\bar{1}\bar{1})$.

III.3. Cas de GaN

III.3.1. Compressions monotones

Initialement, des micro-piliers de GaN de diamètre 2 µm et 5 µm ont été envisagés. Si la dimension la plus faible n'a pas posé de problème, il s'est avéré particulièrement compliqué d'obtenir un piédestal suffisamment large pour accueillir les micro-piliers de 5 µm de diamètre. En effet, un endommagement important du piédestal a été constaté sur chacune des gravures, induisant une forme conique de plus en plus marquée à mesure que la profondeur de gravure augmentait. Ainsi, ce sont plutôt des micro-piliers de 4 µm de diamètre qui ont été élaborés, dont la géométrie du piédestal n'a pas posé problème. Par ailleurs, Wheeler *et al.* [68] a étudié la déformation de micro-piliers de GaN et a déterminé qu'un rapport d'aspect autour de 1,8 favorisait la plasticité tandis qu'au-dessus de 2,3 et en-dessous de 1,5 le matériau avait tendance à fissurer. Ainsi, une attention particulière a été apportée au rapport d'aspect des micro-piliers de GaN afin d'être compris entre 1,8 et 2,2. Le Tableau III.10 indique les caractéristiques géométriques finales de quatre micro-piliers de GaN de 2 µm de diamètre théorique. Les rapports d'aspect sont bien compris entre 1,8 et 2,2 et les *taper* sont proches de 3° ce qui est acceptable pour les micro-compressions.

Tableau III.10. *Caractéristiques géométriques de quatre micro-piliers de GaN de 2 µm de diamètre.*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
3,8	1,8	2,2	2,1	2,8°
3,7	1,9	2,2	2,0	2,8°
4,1	2,1	2,6	2,0	3,1°
4,1	2,2	2,7	1,9	3,4°

La Figure III.26 présente les courbes de *contrainte – déformation* des micro-piliers de GaN du Tableau III.10, respectivement dans l'ordre du tableau : courbe verte, courbe noire, courbe rouge et courbe bleue. Ces courbes montrent bien deux régimes distincts : un domaine élastique puis un régime plastique important. A l'instar des deux autres matériaux testés dans cette étude, les remarques concernant les pieds de courbe non linéaires et l'établissement des différents régimes sont à nouveau valables ici. Un ou plusieurs crochets sont visibles à l'amorce du régime plastique (flèches noires).

Les micro-piliers accommodent relativement bien la contrainte appliquée au regard des différentes vitesses de déformation testées et la déformation totale atteint même 18% dans le cas de la courbe bleue. Quelques chutes de contraintes sont présentes dans le domaine plastique des courbes rouge et noire (flèches rouges) et un durcissement est systématiquement observé. Ce dernier semble augmenter avec la vitesse de déformation.

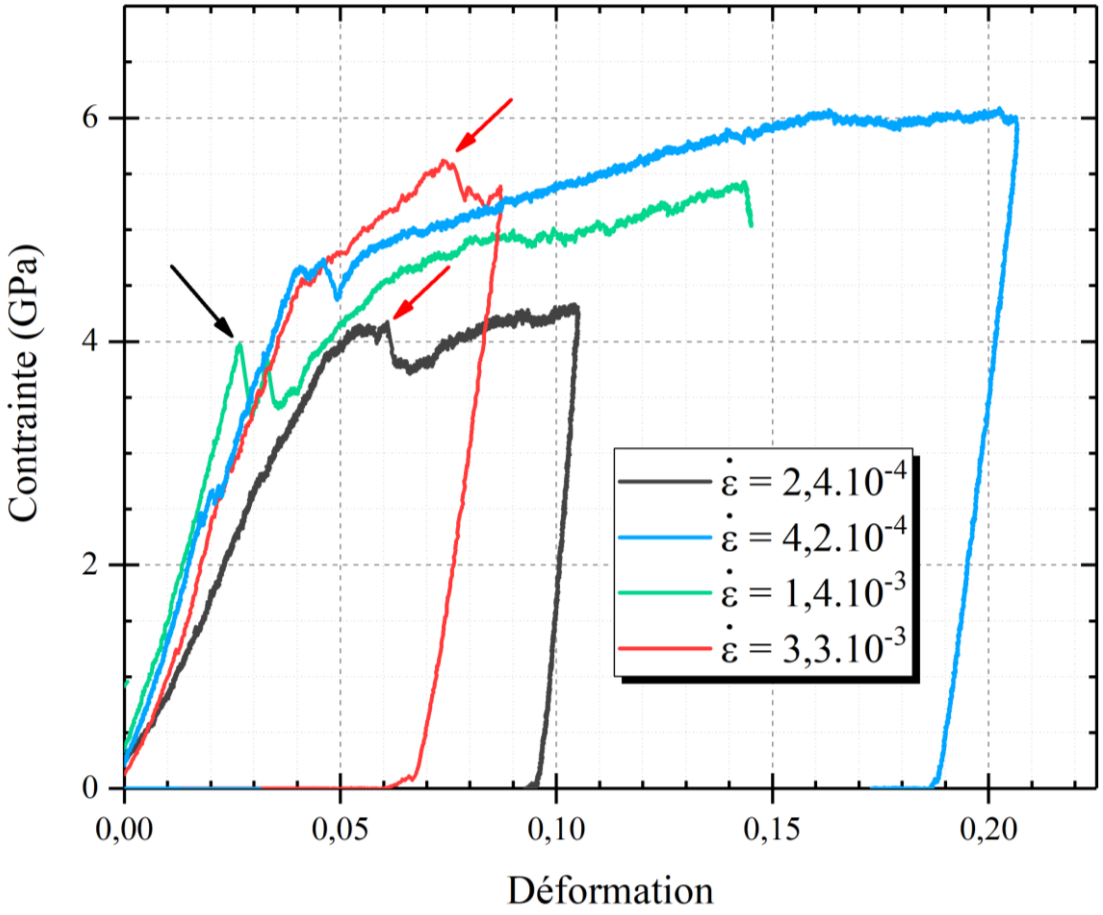


Figure III.26. *Courbes de contrainte-déformation de quatre micro-piliers de GaN de 2 µm déformés à vitesse constante.*

Les caractéristiques géométriques de quelques micro-piliers de GaN de 4 µm de diamètre sont indiquées dans le Tableau III.11. Les rapports d'aspect varient autour de 1,9, tandis que les *taper* sont compris entre 3° et 4°. La Figure III.27 montre les courbes *contrainte-déformation* des trois micro-piliers du Tableau III.11, respectivement dans l'ordre du tableau : courbe verte, courbe noire et courbe rouge. Les mêmes remarques peuvent être émises concernant le profil des différents régimes. Aucun crochet amorçant les régimes plastiques n'est observé ici et le durcissement semble moins prononcé que pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre et peu différent selon la vitesse de déformation. La

contrainte d'écoulement semble globalement augmenter avec la vitesse de déformation. Outre l'intérêt à démontrer la possibilité de déformer plastiquement les micro-piliers de GaN, ces essais monotones indiquent que des sauts de vitesse de déformation sont envisageables puisque le domaine plastique est assez étendu.

Tableau III.11. *Caractéristiques géométriques de trois micro-piliers de GaN de 4 µm de diamètre.*

H (µm)	D_s (µm)	D_b (µm)	Rapport d'aspect	Taper
7,1	3,9	4,6	1,8	3,1°
6,6	3,7	4,6	1,8	3,8°
7,4	4,0	4,9	1,9	3,4°

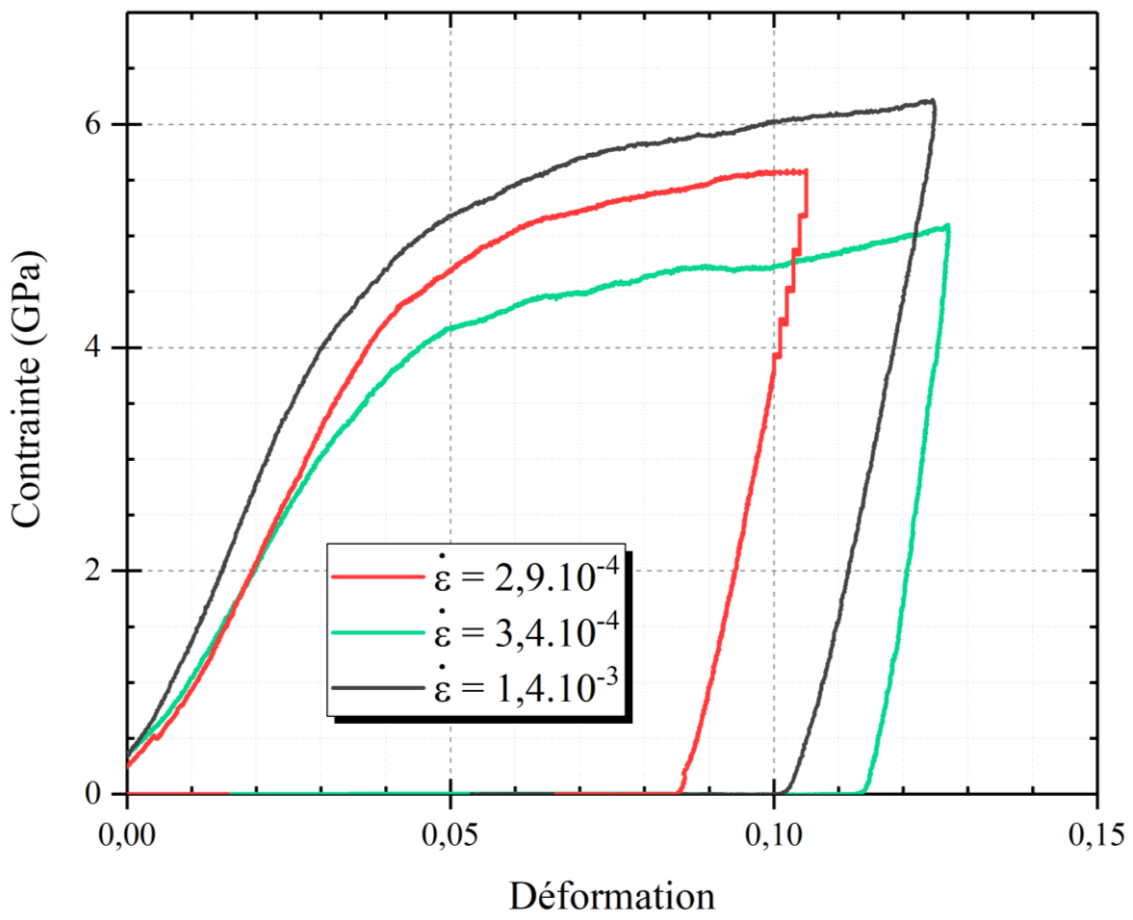


Figure III.27. *Courbes de contrainte-déformation de trois micro-piliers de GaN de 4 µm de diamètre ; déformés à vitesse constante.*

III.3.2. Sauts de vitesse

Comme pour InSb, des sauts de vitesse de déformation sont réalisés pour mieux caractériser les mécanismes de déformation plastique. Une procédure identique à celle décrite dans la partie III.1.2 est appliquée afin d'extraire la sensibilité à la vitesse de déformation et de pouvoir calculer les volumes d'activation apparent du matériau, ceci pour les deux tailles de micro-piliers (2 µm et 4 µm de diamètre). La Figure III.28 montre quatre courbe de *contrainte-déformation* provenant de la déformation par sauts de vitesse de micro-piliers de GaN de 2 µm de diamètre. Les séquences de sauts de vitesse sont répertoriées dans le Tableau III.12 avec les domaines de déformation associés. Notons qu'aucun évènement (chute de contrainte importante) ne vient perturber les sauts comme c'était le cas pour InSb. La mesure des contraintes d'écoulement en est alors simplifiée. Un durcissement est visible sur la plupart de ces courbes et correspond à celui observé sur les courbes obtenues avec des vitesses de déformation constantes. Le retrait de cette contribution apparaît nécessaire pour modéliser au mieux les différents sauts.

La Figure III.29 montre trois courbes associées à des micro-piliers de 4 µm de diamètre, dont les séquences de sauts de vitesse sont répertoriées dans le Tableau III.13. Globalement, les mêmes remarques peuvent être faites au sujet de l'allure de ces courbes. Les moyennes des limites d'élasticité relevées pour une vitesse de déformation de $4{,}1\times10^{-4}$ s^{1} sont les suivantes : $4{,}7 \pm 0{,}4$ GPa pour les micro-piliers de 2 µm et $4{,}1 \pm 0{,}5$ GPa pour la série de 5 µm. La différence est ainsi relativement faible entre les deux dimensions.

Tableau III.12. *Séquences de déformation par sauts de vitesse de quatre micro-piliers de 2 µm de diamètre avec pour chaque segment la vitesse de déformation* $\dot{\varepsilon}_i$ *en* s^{-1} *et le domaine de déformation* $[\varepsilon_i - \varepsilon_f]$, *i.e. début et fin du segment.*

Segment 1	Segment 2	Segment 3	Figure
$4{,}1\times10^{-4}$ $[0\% - 6{,}6\%]$	$4{,}0\times10^{-3}$ $[6{,}6\% - 10\%]$	$1{,}0\times10^{-3}$ $[10\% - 12{,}5\%]$	III.25.a)
$4{,}1\times10^{-4}$ $[0\% - 6{,}9\%]$	$4{,}1\times10^{-3}$ $[6{,}9\% - 10{,}4\%]$	$1{,}0\times10^{-3}$ $[10{,}4\% - 13\%]$	III.25.b)
$3{,}9\times10^{-4}$ $[0\% - 6\%]$	$2{,}7\times10^{-3}$ $[6\% - 9{,}3\%]$	$7{,}3\times10^{-4}$ $[9{,}3\% - 11{,}7\%]$	III.25.c)
$4{,}3\times10^{-4}$ $[0\% - 7\%]$	$4{,}0\times10^{-3}$ $[7\% - 11\%]$	$8{,}8\times10^{-4}$ $[11\% - 11{,}7\%]$	III.25.d)

Tableau III.13. *Séquences de déformation par sauts de vitesse de quatre micro-piliers de 5 µm de diamètre avec pour chaque segment la vitesse de déformation* $\dot{\varepsilon}_i$ *en* s^{-1} *et le domaine de déformation* $[\varepsilon_i - \varepsilon_f]$*, i.e. début et fin du segment.*

Segment 1	Segment 2	Segment 3	Figure
$2{,}7\times10^{-4}$ $[0\% - 6{,}4\%]$	$9{,}8\times10^{-4}$ $[6{,}4\% - 10\%]$	$2{,}9\times10^{-3}$ $[10\% - 10{,}6\%]$	III.26.a)
$2{,}4\times10^{-4}$ $[0\% - 5{,}3\%]$	$1{,}4\times10^{-3}$ $[5{,}3\% - 8{,}9\%]$	$7{,}9\times10^{-4}$ $[8{,}9\% - 9{,}5\%]$	III.26.b)
$1{,}3\times10^{-4}$ $[0\% - 6\%]$	$1{,}9\times10^{-3}$ $[6\% - 9{,}8\%]$	$4{,}4\times10^{-4}$ $[9{,}8\% - 10{,}4\%]$	III.26.c)

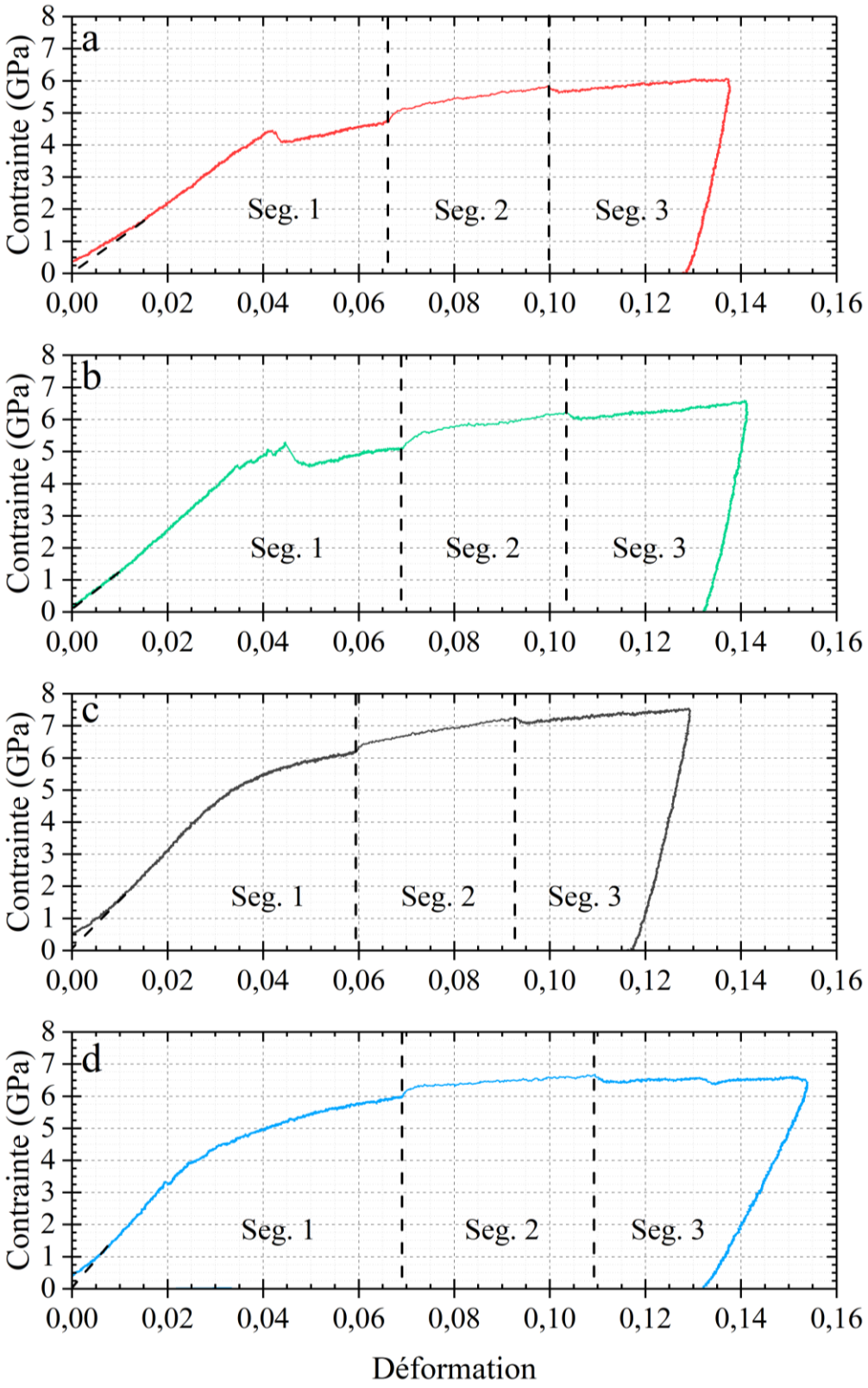


Figure III.28. *Courbes de contrainte-déformation d'essais de sauts de vitesse de déformation de quatre micro-piliers de GaN de 2 µm de diamètre déformés à 25°C.*

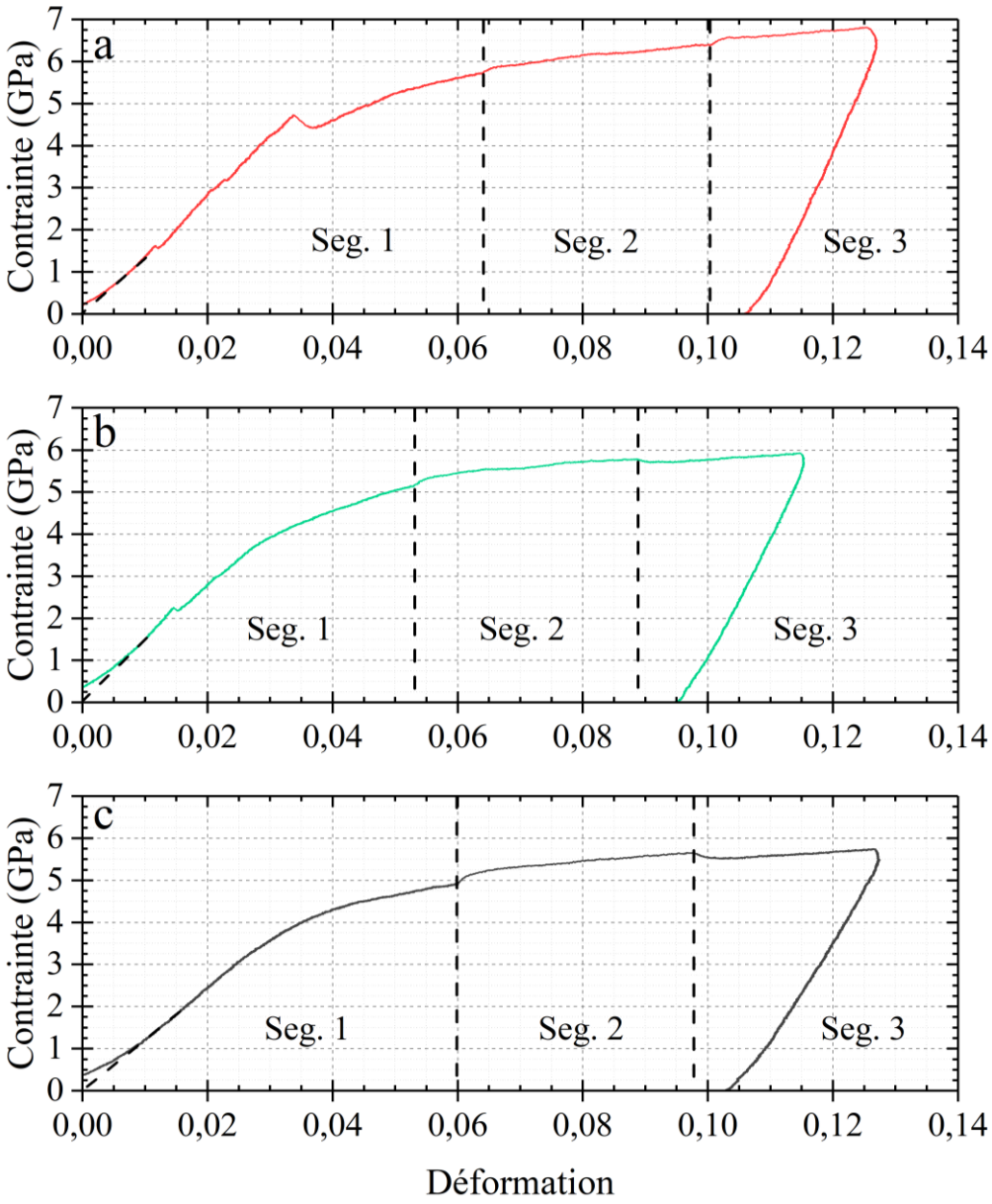


Figure III.29. *Courbes de contrainte-déformation d'essais de sauts de vitesse de déformation de trois micro-piliers de GaN de 4 µm de diamètre déformés à 25°C.*

III.3.2.a. Sensibilité à la vitesse de déformation

Les sensibilités à la vitesse de déformation sont déduites des essais de sauts de vitesse de déformation selon la méthode décrite dans la partie III.1.2.a. Le Tableau III.14 présente les sensibilités m pour la série de micro-piliers de 2 µm et de 4 µm : m (2 µm) = 0,027 ± 0,006 et m (4 µm) = 0,022 ± 0,003. Malgré une valeur légèrement plus élevée pour la série de 2 µm de diamètre, ces résultats sont très proches. Le Tableau III.14 permet de faire une comparaison avec les travaux de Wheeler *et al.* [68] : nous voyons des résultats similaires, ce qui conforte les valeurs obtenues ici. A noter que Wheeler ne précise pas les dimensions de ses micro-piliers mais les images présentées dans son article (voir partie I.2.4.c) montrent des diamètres compris entre 3 µm et 4 µm.

Tableau III.14. *Sensibilité à la vitesse de déformation pour les micro-piliers de GaN de 2 µm et 4 µm, ainsi que pour l'étude de Wheeler et al.*

Série de donnée	Sensibilité à la vitesse de déformation, m
Micro-piliers de 2 µm de diamètre	0,027 ± 0,006
Micro-piliers de 4 µm de diamètre	0,022 ± 0,003
Wheeler *et al.* 2013 [68]	0,023 ± 0,007

III.3.2.b. Volume d'activation

Les volumes d'activation sont calculés en utilisant les sensibilités à la vitesse de déformation présentées ci-dessus. Comme précédemment, deux hypothèses sont émises : soit la propagation de dislocations parfaites de type $^{a}/_{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$ dans l'un des deux plans de glissement primaire, soit la propagation de dislocations partielles de type $^{a}/_{3}\langle \bar{1}100\rangle$ dans ces mêmes plans. Le Tableau III.15 présente les volumes d'activation apparents pour les séries de 2 µm et de 4 µm de diamètre. L'hypothèse des dislocations parfaites conduit aux résultats suivants : 1,4 ± 0,1 b^3 pour les micro-piliers de 2 µm et 1,7 ± 0,2 b^3 pour les 4 µm. Dans le cas des dislocations partielles, les valeurs sont très similaires pour les deux séries : 7,5 ± 0,7 b^3 pour les micro-piliers de 2 µm et 8 ± 1 b^3 pour les 4 µm. Il est important de noter que les volumes d'activations sont supérieurs à 1b^3 quelle que soit l'hypothèse considérée. Il est donc bien a priori question d'un mécanisme de propagation de dislocations. D'un point de vue purement énergétique, le cas des dislocations parfaites serait le plus

favorable mais la différence avec les deux séries de valeurs de volume d'activation est trop faible pour pouvoir conclure ici quant à la nature des dislocations mobilisées. La caractérisation directe des dislocations par MET semble indispensable.

Notons que la comparaison avec l'étude de Wheeler est limitée puisque les axes de compression des micro-piliers sont différents : axe [0001]pour Wheeler (perpendiculaire au plan de base) et direction $[2\bar{1}\bar{1}0]$ pour cette étude (parallèle au plan de base). Wheeler considère ainsi la possibilité d'activer des systèmes de glissement pyramidaux de type $\langle c + a \rangle$, systèmes non considérés ici car défavorablement orientés vis-à-vis des plans prismatiques de type $\langle a \rangle$ (voir partie II.1.1.c).

Tableau III.15. *Volumes d'activations apparent pour les micro-piliers de 2 µm et de 4 µm de diamètre.*

Série de données	V_{app} (b^3) – dislocations parfaites	V_{app} (b^3) – dislocations partielles
Micro-piliers de 2 µm de diamètre	1,4 ± *0,1*	7,5 ± *0,7*
Micro-piliers de 4 µm de diamètre	1,7 ± *0,2*	8 ± *1*

III.3.3. Observations par MEB

Les micrographies MEB avant déformation des micro-piliers de GaN de 2 µm déformés par compression monotone sont présentées sur la Figure III.30.a), c), e) et g). Des défauts sont visibles en surface sur les micrographies des Figure III.30.c) et e) là où, sur les deux autres micrographies, la surface apparaît plus lisse. En plus de ces défauts, quelques particules très probablement liées à la redéposition occasionnée lors de l'ajustement des hauteurs sont visibles à la surface de certains micro-piliers. Néanmoins, l'aspect général de ces micro-piliers est très satisfaisant.

Les micrographies b), d), f) et h) sur la Figure III.30 montrent les micro-piliers après déformation. Sur ces images, la même face est constamment présentée pour faciliter la comparaison. Plusieurs lignes de glissement sont visibles sur les quatre micro-piliers. A l'instar des micro-piliers de Si, ces lignes sont localisées dans seulement quelques plans. Pour les micro-piliers en micrographies b) et h), plusieurs lignes de glissement rapprochées sont perceptibles sans toutefois vraiment former une bande de glissement comme observé pour InSb. A noter que le système de glissement principalement visible ici semble être identique pour ces quatre micro-piliers. Enfin, sur

les micrographies d) et f), on peut observer qu'un second système est activé dans la partie inférieure des micro-piliers. Des fissures sont aussi visibles au sommet de certains micro-piliers sur la Figure III.30 : elles apparaissent en cours d'essais et exclusivement dans le cas des déformations importantes.

La Figure III.31 présente des micrographies MEB des mêmes micro-piliers que ceux de la Figure III.30 (dans le même ordre de présentation) mais observés après une rotation de 90° vers la gauche par rapport à la Figure III.30. Ce point de vue permet de confirmer la localisation du cisaillement dans un nombre limité de plans. Aussi, les marches en surface sont assez importantes pour l'ensemble des micro-piliers. La Figure III.31 permet aussi de mettre en évidence l'activation des deux systèmes de glissement prismatiques attendus (facteur de Schmid $m = 0{,}43$ pour les deux, voire partie II.1.1.c). La Figure III.32 montre un agrandissement de la surface de l'un des quatre micro-piliers de GaN présentés jusqu'ici. Trois lignes de glissement y sont visibles : une ligne très marquée au milieu de deux autres moins intenses de part et d'autre. La ligne supérieure semble changer brusquement de direction et rejoindre la ligne centrale. Ce type d'observation est généralement attribué à un mécanisme de glissement dévié des dislocations.

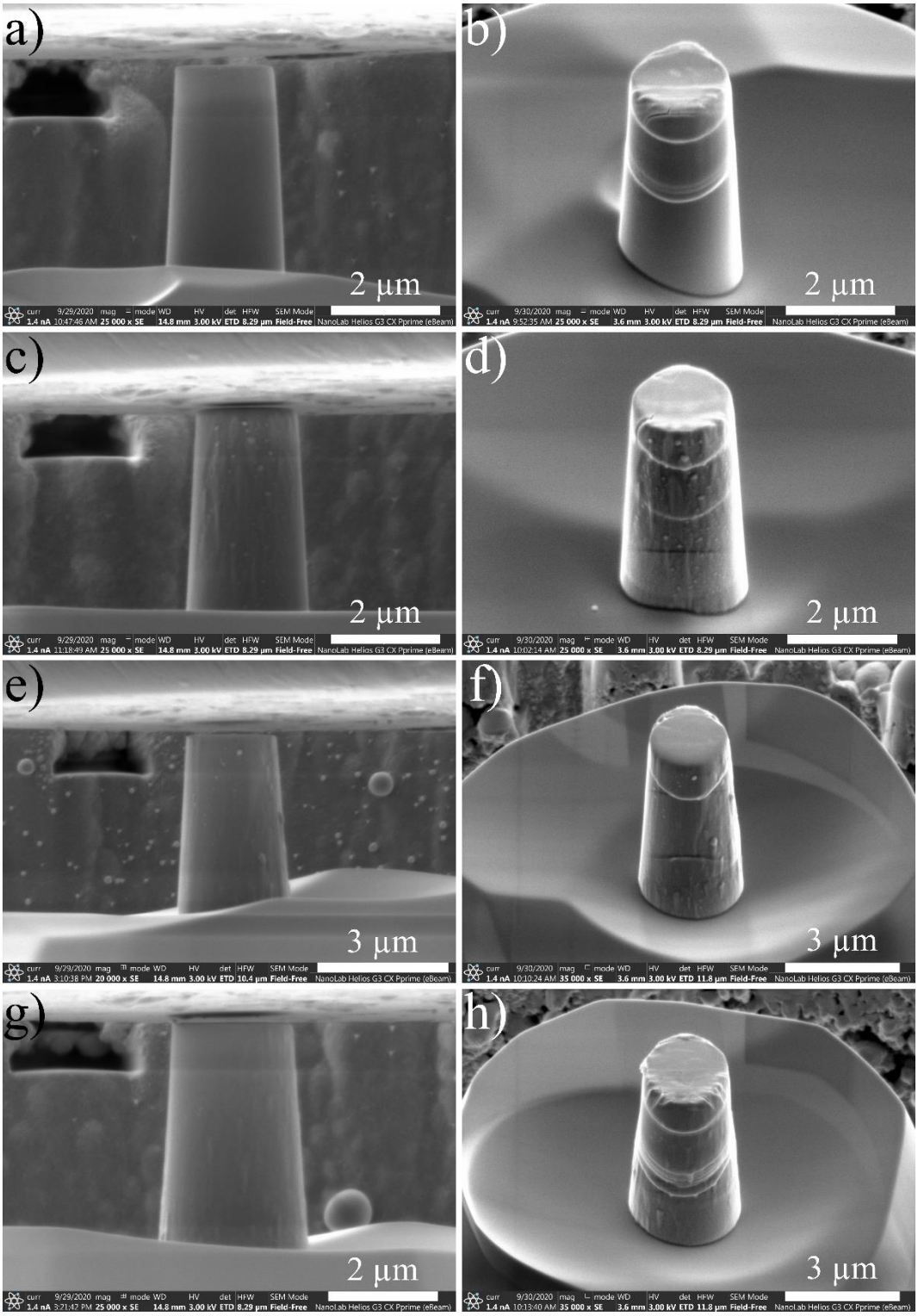


Figure III.30. *Micrographies MEB avant et après déformation monotone pour les micro-piliers de 2 µm de diamètre : a), c), e) et g) présentent un basculement de -2° tandis que b), d), f) et h) sont prises à +52°.*

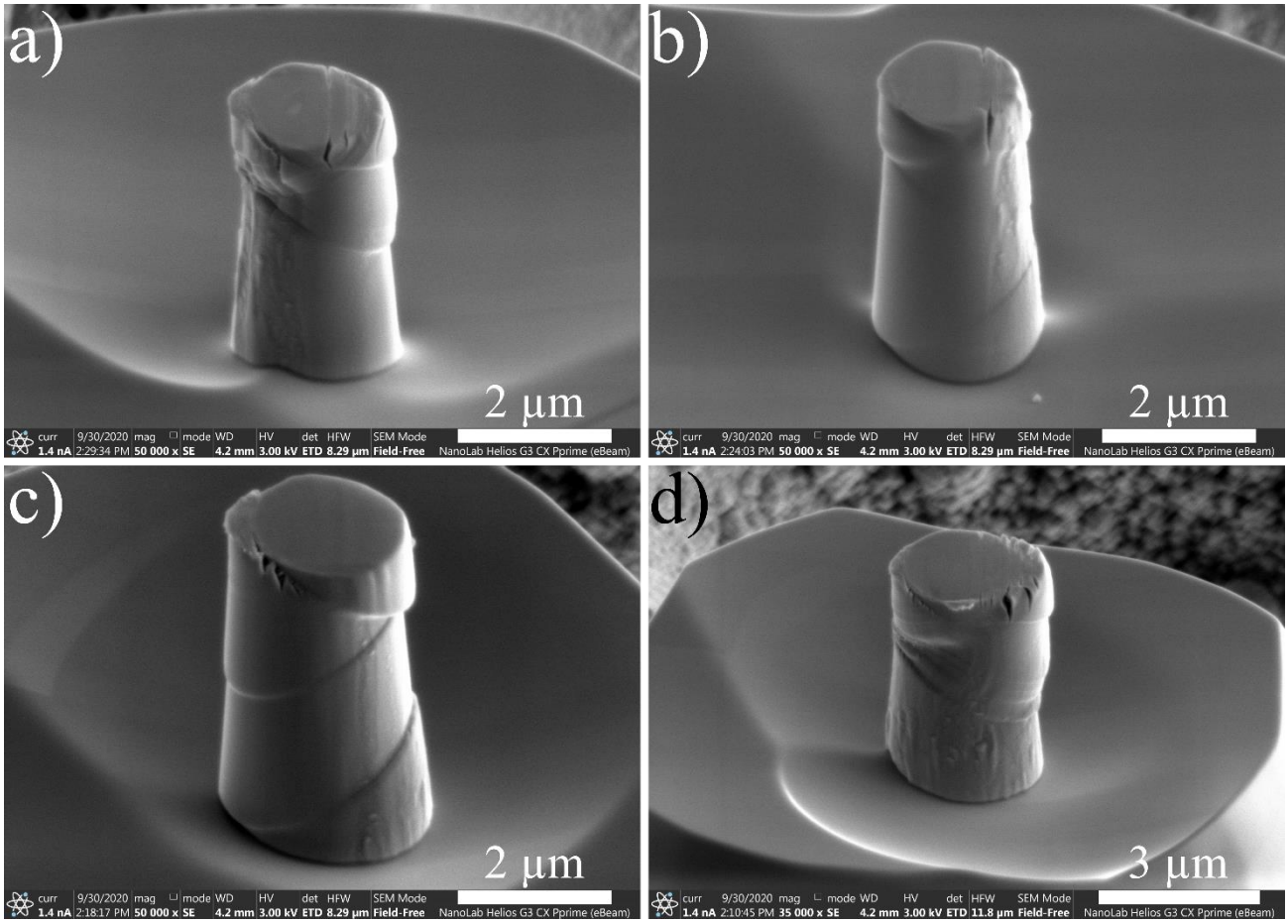


Figure III.31. *Micrographies MEB de micro-piliers de GaN déformés à 25°C et à vitesse de déformation constante. Prise de vue à +52° de basculement.*

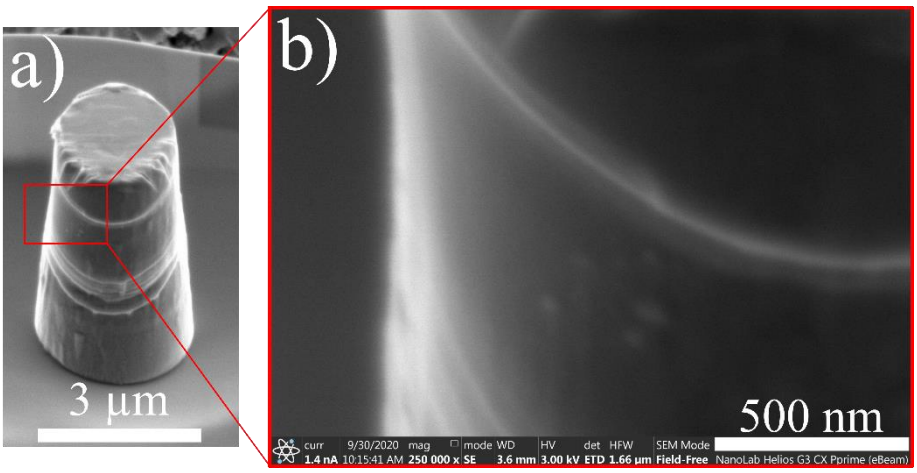


Figure III.32. *a) micrographie MEB du micro-pilier de GaN présenté dans la Figure III.22.h) et en b) un agrandissement de la zone délimitée en rouge (basculement de +52° dans les deux cas).*

La Figure III.33 présente trois micro-piliers de GaN de 4 µm de diamètre déformés à 25 °C. Les images a), c) et e) montrent les micro-piliers avant déformation : la géométrie est globalement respectée avec les micro-piliers présentant un piédestal, un rapport d'aspect et un *taper* satisfaisant. A noter qu'un défaut lié à la gravure a provoqué dans certains cas la pulvérisation de la partie du piédestal située du côté du bord de l'échantillon (visible sur les micrographies a) et c) avant déformation). Toutefois, nous avons jugé que la stabilité de ces micro-piliers était suffisante pour permettre des essais de compression. Par ailleurs, l'aspect des surfaces de ces micro-piliers apparaît meilleur que dans le cas des micro-piliers de GaN de 2 µm de diamètre : des effets de « drapé » sont certes encore présents mais il n'y a pas ou peu de particules redéposées sur la surface. Les micrographies b), d) et f) de la Figure III.33 montrent les micro-piliers après déformation. Des traces de glissement sont bien visibles et appartiennent au même système de glissement prismatique. Le second système prismatique équivalant se devine au sommet des micro-piliers mais n'est pas clairement identifiable sur ces micrographies. Tout porte à croire que les mêmes mécanismes de déformation sont à l'œuvre pour les micro-piliers de 2 µm et 4 µm de diamètre.

Afin de déterminer si les deux systèmes de glissement activés sur chacun des micro-piliers de GaN correspondent bien aux deux systèmes de glissement prismatiques attendus, $[11\bar{2}0](1\bar{1}00)$ et $[1\bar{2}10](10\bar{1}0)$, la mesure de l'angle entre la direction de compression et les deux plans activés a été effectuée. Théoriquement, cet angle vaut 60° pour les deux systèmes. La Figure III.34.a) présente une micrographie MEB d'un micro-pilier de GaN de 2 µm de diamètre faiblement déformé à vitesse constante à 25°C. Les deux plans sont bien activés mais peu visibles sur la micrographie : aussi, un schéma en Figure III.34.b) permet de mieux visualiser le faciès du micro-pilier. La mesure des angles conduit aux résultats suivants : 58,4° ± 2° pour le plan défini en rouge et 60,9° ± 2° pour le plan bleu. Ainsi, ces angles sont très proches de l'angle théorique de 60° et confirment qu'il s'agit bien des plans prismatiques attendus.

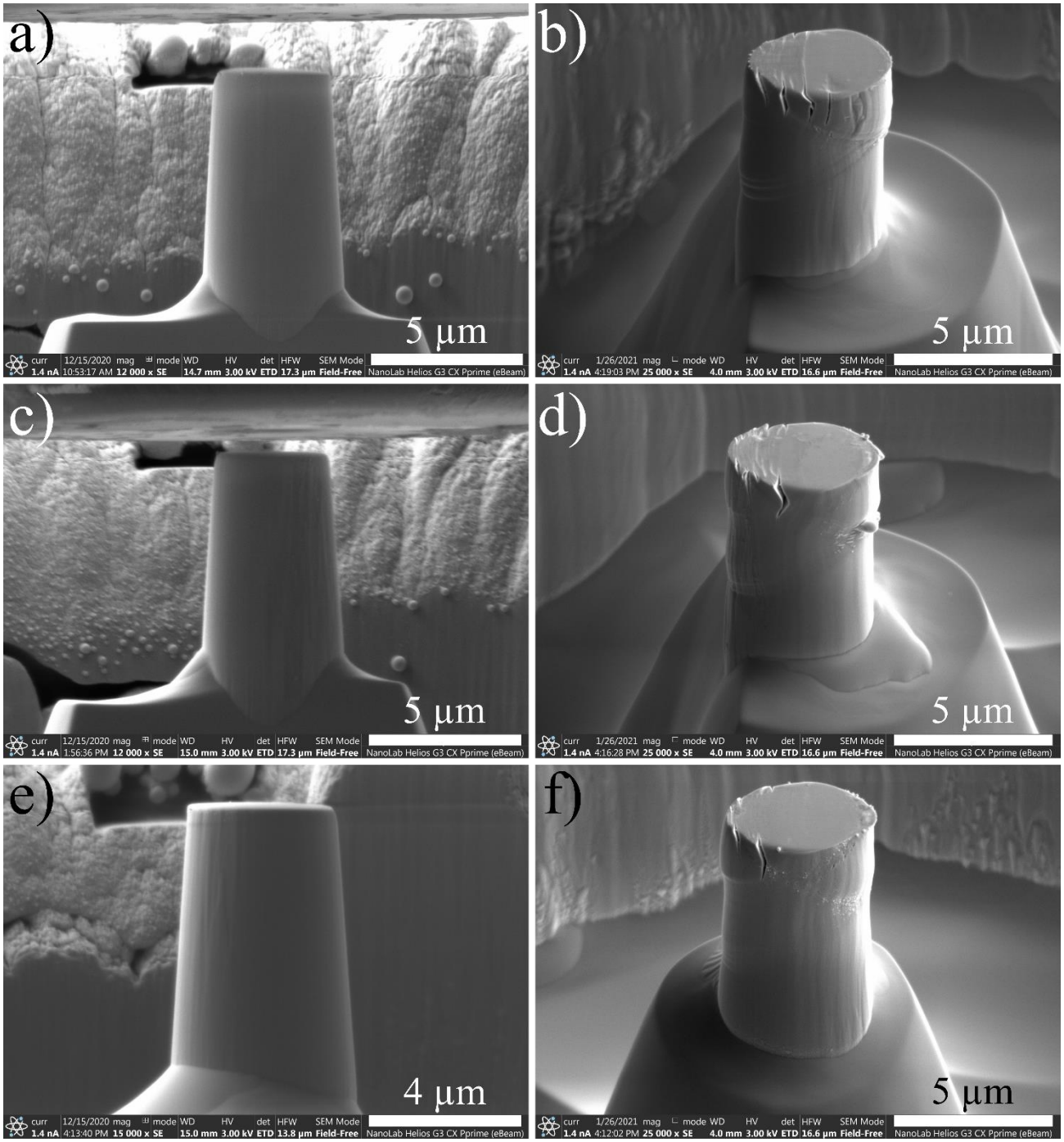


Figure III.33. *Micrographies MEB avant et après déformation monotone pour les micro-piliers de 4 µm de diamètre (basculement de -2°). Les micrographies après déformation sont prises à un basculement de +52° et avec une rotation de 90° par rapport à l'axe des micro-piliers.*

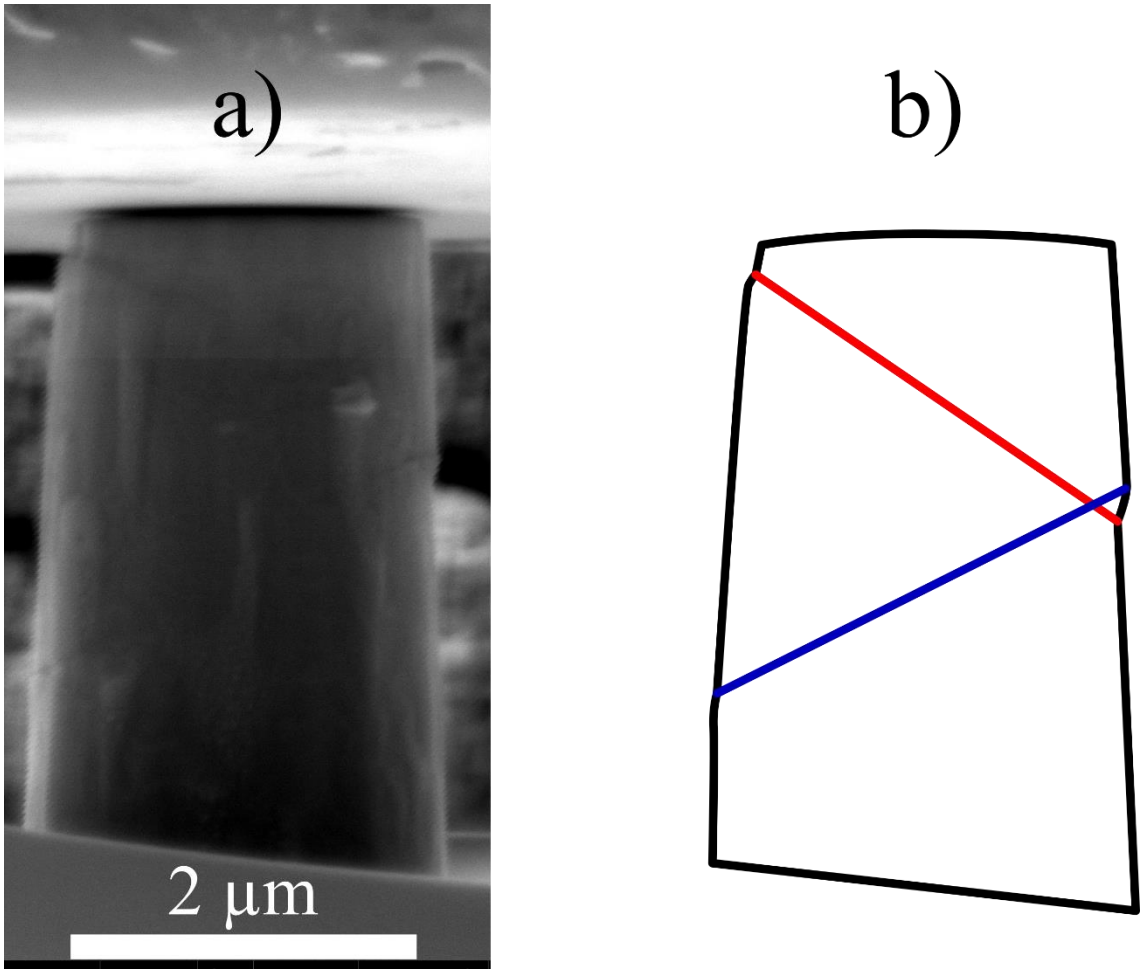


Figure III.34. *a) micrographie MEB d'un micro-pilier de GaN de 2 µm de diamètre après déformation à 25°C (prise à -2° de basculement), b) schéma du micro-pilier avec les deux traces de glissement en rouge et en bleu.*

III.3.4. Observations par MET

L'analyse des défauts est réalisée sur une seule lame MET. Celle-ci présente un amincissement optimal et elle semble bien préservée de tout dommage lié au faisceau ionique. Cette lame provient d'un micro-pilier de 2 µm de diamètre déformé à vitesse constante ($\dot{\varepsilon} = 4{,}5\times10^{-4}s^{-1}$) à 25°C et dont la déformation totale atteint environ 10,5%. Il s'agit d'une lame « longitudinale » extraite de façon à observer les deux plans de glissement selon une vue latérale. Deux micrographies MEB du micro-pilier après déformation sont présentées dans la Figure III.35. Les deux systèmes de glissement ont été activés lors de la déformation avec une possible interaction. Sur la micrographie a), il apparaît deux régions distantes qui présentent des traces de glissement associées à un premier

système de glissement. Un second système est bien activé mais dans une seule zone, comme l'illustre la micrographie b) (à titre indicatif, l'aspect granuleux au bas du micro-pilier sur la micrographie b) correspond à de la redéposition occasionnée lors du façonnage).

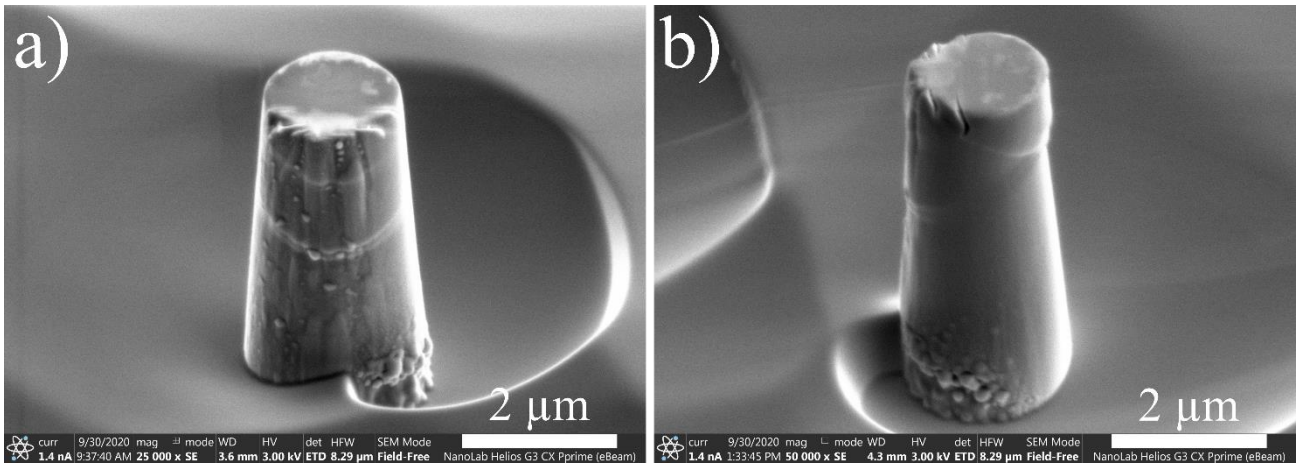


Figure III.35. *Micrographies MEB du micro-pilier de GaN de 2 µm de diamètre après déformation utilisé pour l'extraction d'une lame MET : a) prise de vue selon la direction* [$01\bar{1}0$] *et b) selon la direction* [*0001*].

Une vue globale de la lame MET extraite de ce micro-pilier est présentée dans la Figure III.36.a) où le sommet du micro-pilier est indiqué ainsi que la direction de compression. La lame est extraite le long de l'axe de compression selon la direction [$2\bar{1}\bar{1}0$] (ou [100] en notation à trois indices). L'examen des orientations cristallographiques au MET (Figure III.36.b).c)) montre que le plan de la lame finale est perpendiculaire à la direction [$\bar{1}45\bar{6}$] (ou [$\bar{2}3\bar{2}$]), correspondant à un plan situé à environ 40° du plan de base ($000\bar{1}$) par rapport à un axe proche de celui du micro-pilier, [$2\bar{1}\bar{1}0$]. La microstructure de déformation est mise en évidence dans la micrographie réalisée en champ clair avec le spot $\bar{1}2\bar{2}$ (Figure III.36.d)) autour de l'axe de zone [$\bar{2}3\bar{2}$] comme l'indique la simulation cinématique (Figure III.36.c)) associée au diagramme de diffraction en Figure III.36.b). Dans la Figure III.36.d), on distingue quatre zones en partant du sommet du micro-pilier. La zone I est très déformée en raison de la localisation de la contrainte au début de l'essai de compression, ce qui conduit à une très forte densité de défauts. Par conséquent, il est quasiment impossible de réaliser une caractérisation fine des défauts dans cette zone. En dessous, on distingue les zones II et III qui correspondent aux deux systèmes de glissement déjà observés en MEB (Figure III.35). La zone II est relativement épaisse et comporte un nombre de défauts assez élevé. Bien que la densité de ces défauts reste inférieure à celle observée dans la zone I, là encore il semble difficile d'entreprendre une caractérisation fine des défauts. La zone III débouche quant à elle sur le bord le plus fin de la lame,

et contient un nombre réduit de défauts. Dans la zone III, comme dans la zone II, la projection des défauts est alignée suivant la direction de cisaillement associé à l'un des deux systèmes de glissement. Des caractérisations basées sur la mise hors contraste des défauts ont été réalisées dans cette zone III mais elles n'ont pas été concluantes. Pour cette raison, la technique du faisceau convergent à grand angle (LACBED) a été exploitée afin de lever toute incertitude sur les vecteurs de Burgers des dislocations dans une zone d'intérêt identifiée par le rectangle rouge dans la Figure III.36.d). En plus des dislocations visibles dans les systèmes attendus, on observe entre les zones I et II quelques dislocations dont l'orientation est différente, c'est le cas notamment de la dislocation indiquée par la lettre γ. En-dessous de la zone déformée, la zone IV correspond à la partie non déformée près de la base du pilier : elle ne contient pas de défaut. A noter que la transition entre la partie déformée et la partie non déformée est abrupte.

La caractérisation avec la technique du LACBED (*Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction*) a été réalisée sur les dislocations indiquées par les lettres α, β et γ dans la Figure III.36.d) et la Figure III.37. Nous savons que la surélévation de l'échantillon dans le MET par rapport à sa position eucentrique donne lieu à une rotation de 180° de l'image de l'échantillon, ou plus précisément de sa « *shadow image* ». Pour faciliter la compréhension des caractérisations LACBED, on réalise donc, dans la Figure III.37, la rotation de 180° de l'image de la zone d'intérêt. Afin d'appliquer les règles de Cherns et Preston (voir partie II.3.2.b), les lignes de dislocations α, β et γ sont orientées de manière arbitraire et chaque orientation est indiquée par une flèche associée à la dislocation identifiée par sa lettre (Figure III.37). Il faut noter que toutes les caractérisations LACBED ont été réalisées autour de l'axe perpendiculaire au plan de la lame soit l'axe $[\bar{2}\bar{3}\bar{2}]$. L'identification des lignes de Bragg a été réalisée grâce à des simulations cinématiques des diagrammes de diffraction à l'aide du logiciel Electron Diffraction développé par J.P. Morniroli [http://www.electron-diffraction.fr]. En raison de la déformation de la lame dans la zone d'intérêt, la simulation des diagrammes de diffraction LACBED peut s'avérer fastidieuse. Pour éviter ce problème, un diagramme de diffraction est d'abord réalisé dans la zone IV (zone du cristal parfait, Figure III.38.a) avant de se placer sur la zone d'intérêt en veillant à conserver la même orientation de la lame. La simulation cinématique (Figure III.38.b)) permet d'indexer facilement les lignes de Bragg associées au diagramme expérimental.

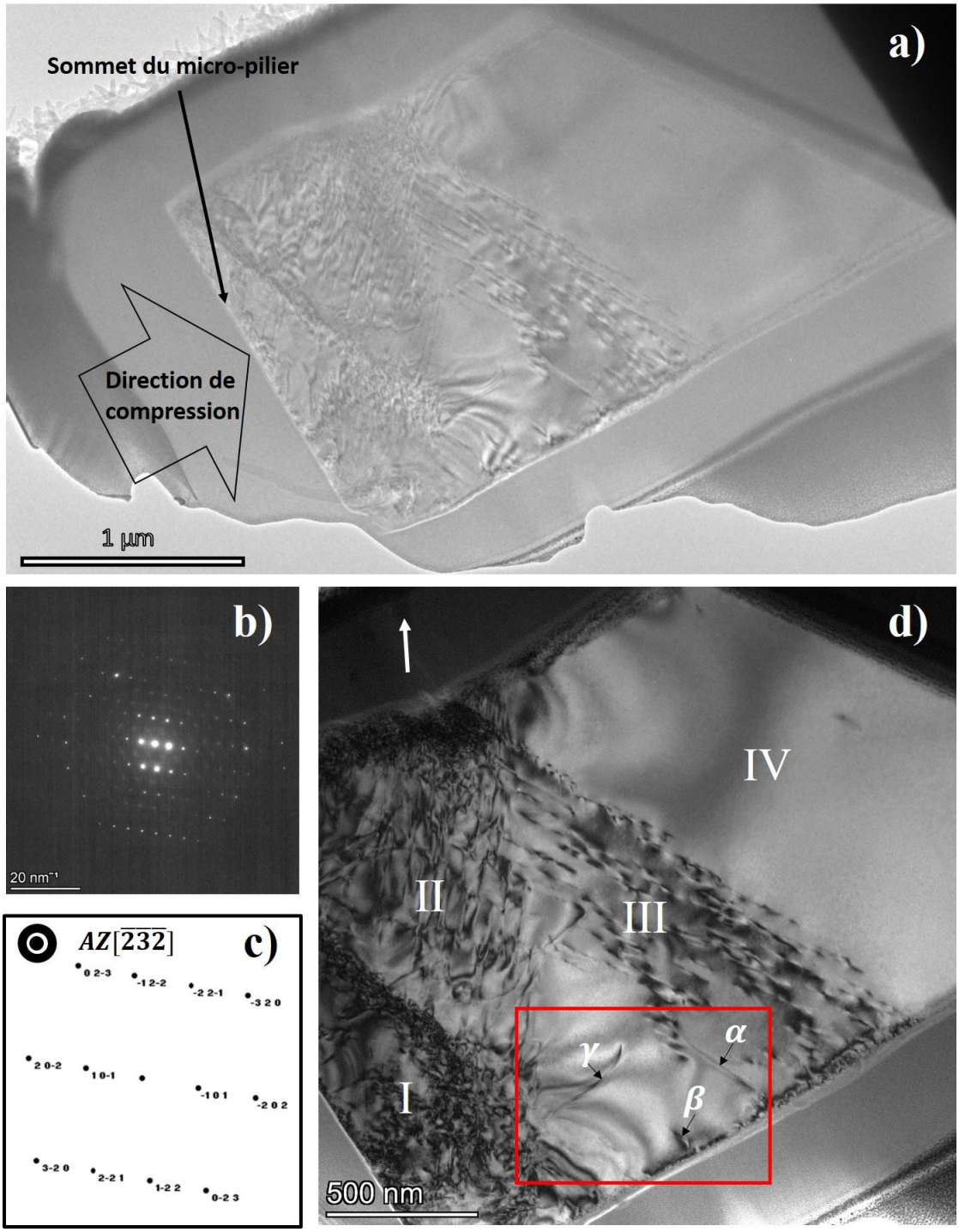


Figure III.36. *a) micrographie en champ clair montrant une vue globale de la lame longitudinale du micro-pilier de GaN déformé à 25°C, b) diagramme de diffraction associé à l'orientation de la lame c) simulation cinématique du diagramme de diffraction (axe de zone* $[\bar{2}\bar{3}\bar{2}]$*), d) champ clair réalisé avec le spot* $\bar{1}2\bar{2}$*.*

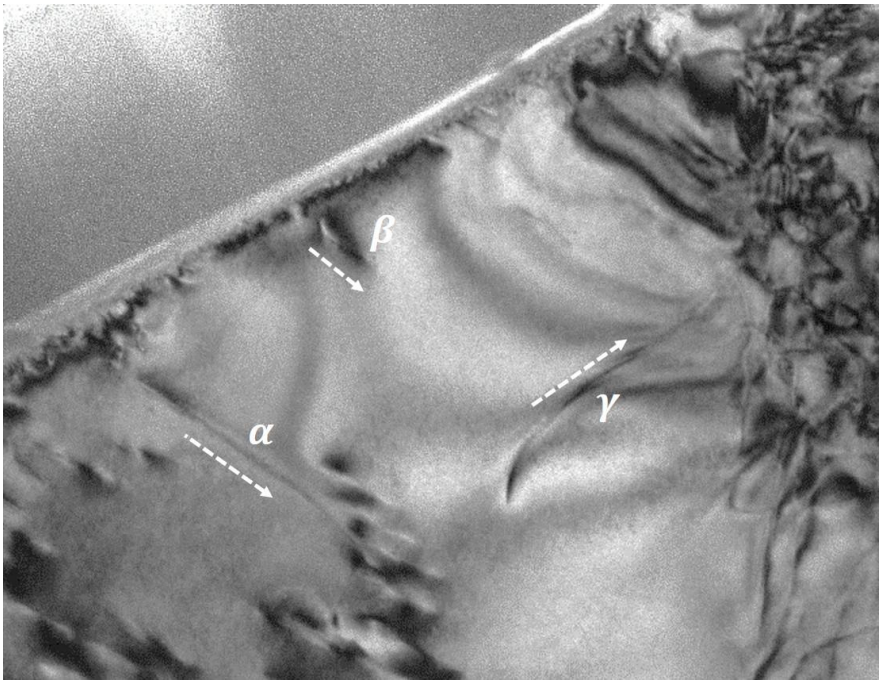


Figure III.37. *Rotation de l'image de la zone d'intérêt de 180° par rapport à sa configuration initiale. L'orientation arbitraire de chaque ligne de dislocation est indiquée avec sa flèche associée.*

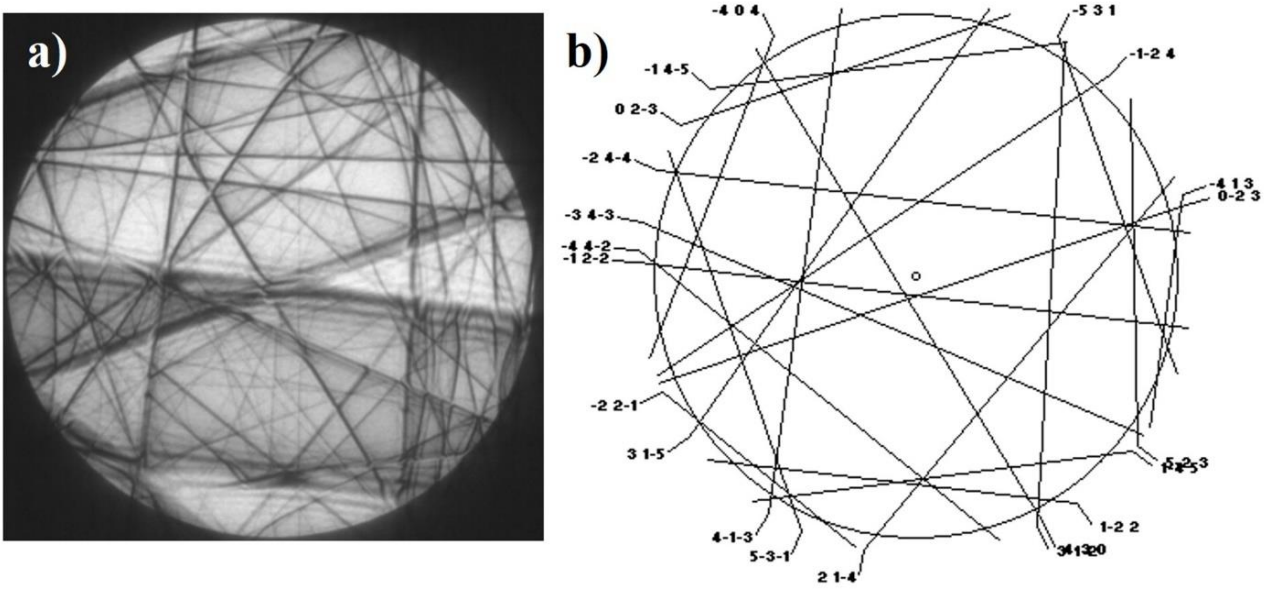


Figure III.38. *a) Diagramme de diffraction (LACBED) expérimental obtenu dans le cristal parfait (zone IV), b) Simulation cinématique du diagramme de diffraction dans une configuration proche de l'axe de zone* $[\bar{2}\bar{3}\bar{2}]$.

En se déplaçant vers la zone d'intérêt contenant les dislocations à caractériser, on peut, tour à tour, les faire interagir individuellement avec certaines lignes de Bragg. Ainsi, le diagramme de diffraction LACBED présenté dans la Figure III.39.a) montre l'interaction de la dislocation α avec trois lignes de Bragg d'indices linéairement indépendants (zone localisée par le cercle en pointillés). L'identification de ces trois lignes à l'aide de la simulation cinématique proposée dans la Figure III.39.b), combinée à l'application des règles de Cherns et Preston conduit à l'obtention du système d'équations suivant, dont la résolution permet de calculer les composantes (u, v, w) du vecteur de Burgers de la dislocation α :

$$\begin{pmatrix} 3 & 1 & \bar{5} \\ 4 & \bar{1} & \bar{3} \\ 0 & 2 & \bar{3} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 4 \\ 3 \\ 2 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{cases} u = 1 \\ v = 1 \\ w = 0 \end{cases} \qquad \text{III.5}$$

La conversion du vecteur [110] en notation à quatre indices conduit au vecteur de Burgers $\vec{b}_\alpha = \frac{a}{3}[11\bar{2}0]$. Ce vecteur appartient au système prismatique $[11\bar{2}0](\bar{1}010)$ dont l'activation est prédite par le facteur de Schmid $m = 0{,}43$.

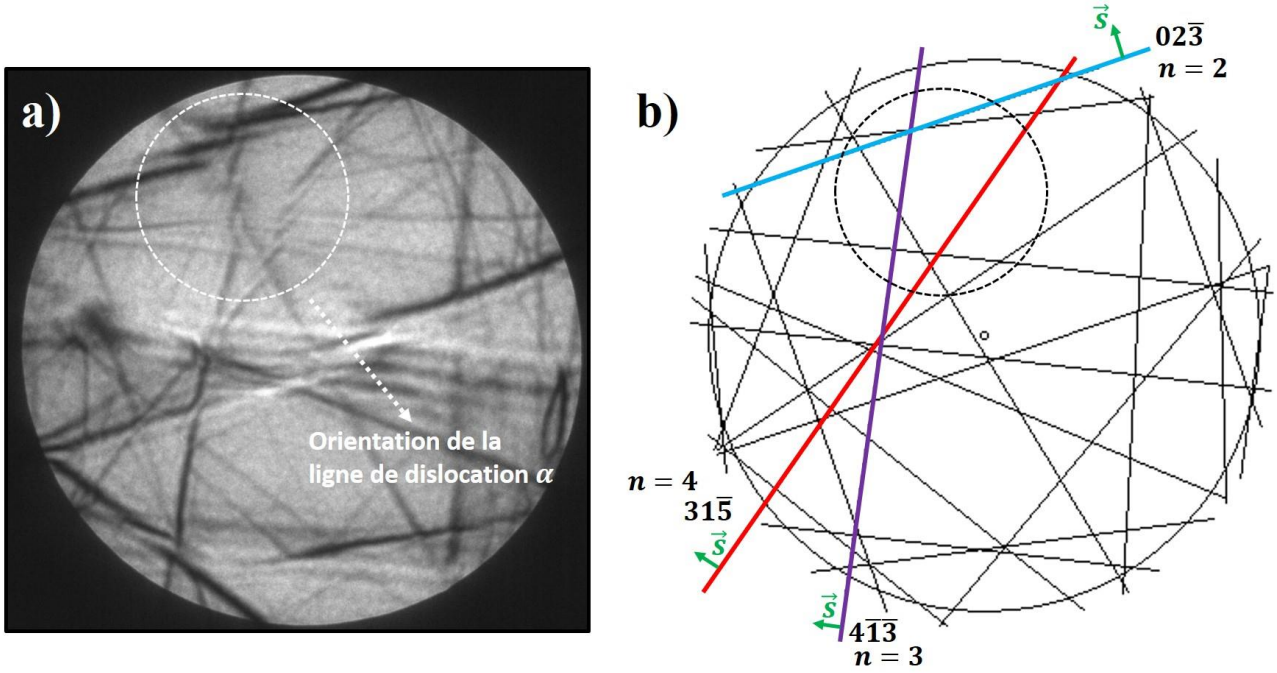


Figure III.39. *a) Diagramme de diffraction LACBED expérimental, b) Simulation cinématique du diagramme de diffraction. Le cercle en pointillés indique la zone d'interaction de la dislocation avec les lignes de Bragg.*

La caractérisation de la dislocation β ne sera pas détaillée car elle est similaire à celle de la dislocation α et conduit au même résultat soit un vecteur de Burgers $\vec{b}_\beta = \frac{a}{3}[11\bar{2}0]$. Ce résultat était prévisible dans la mesure où les dislocations α et β appartiennent au même système de glissement et où elles sont alignées suivant la même direction. On retiendra surtout que les dislocations appartenant à ce système sont des dislocations parfaites.

La dislocation γ présente, quant à elle, une longueur qui suggère une appartenance à un autre plan que les plans prismatiques discutés précédemment ; ce plan est probablement proche du plan de la lame. Le diagramme de diffraction LACBED (Figure III.40.a)) montre l'interaction de la dislocation γ avec trois lignes de Bragg d'indices linéairement indépendants (localisée par les cercles en pointillés). L'identification de ces trois lignes à l'aide de la simulation cinématique proposée dans la Figure III.40.b), combinée l'application des règles de Cherns et Preston conduit à l'obtention du système d'équations suivant, dont la résolution permet de calculer les composantes (u,v,w) du vecteur de Burgers de la dislocation γ :

$$\begin{pmatrix} \bar{2} & 2 & \bar{1} \\ \bar{3} & 4 & \bar{3} \\ 4 & \bar{3} & 0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 \\ 3 \\ -4 \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{cases} u = -1 \\ v = 0 \\ w = 0 \end{cases} \qquad \text{III.6}$$

Le vecteur $[\bar{1}00]$ s'écrit en notation à quatre indice $\frac{1}{3}[\bar{2}110]$ ce qui correspond au vecteur de Burgers $\vec{b}_\gamma = \frac{a}{3}[\bar{2}110]$. Il s'agit d'une dislocation parfaite située dans un plan proche du plan de la lame.

En outre, rappelons que la direction de compression est $[2\bar{1}\bar{1}0]$ (ou [100]) et que le plan de la lame est perpendiculaire à la direction $[\bar{2}\bar{3}\bar{2}]$. Ces données sont mises en évidence dans la projection stéréographique de la Figure III.40.a). Les projections des vecteurs de Burgers des dislocations α et γ sont indiquées sur cette projection stéréographique ainsi que sur la micrographie Figure III.40.b). Bien que les dislocations situées dans la zone II, notées δ, n'aient pas été caractérisées pour les raisons citées auparavant, il est logique de faire l'hypothèse que la projection de leur vecteur de Burgers, $\vec{b}_\delta$, soit orientée suivant la direction du glissement, comme schématisé sur la Figure III.40.b). En reportant cette direction dans la projection stéréographique associée (Figure III.40.a)), on constate qu'elle appartient au second plan prismatique $(1\bar{1}00)$. Le vecteur de Burgers associé à cette dislocation est $\vec{b}_\delta = a[0\bar{1}0]$, ce qui correspond en notation à quatre indices au vecteur $\vec{b}_\delta = \frac{a}{3}[1\bar{2}10]$, conformément à ce qui est attendu.

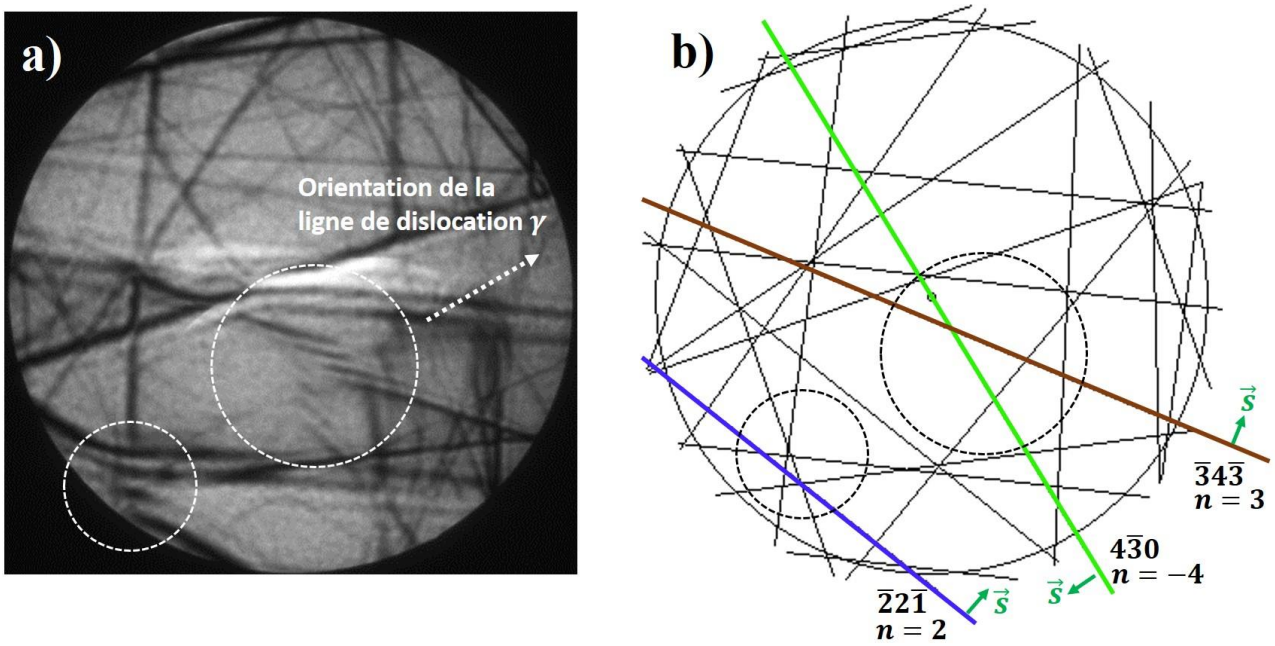


Figure III.40. *a) Diagramme de diffraction LACBED expérimental, b) Simulation cinématique du diagramme de diffraction. Les cercles en pointillés indiquent les zones d'interactions.*

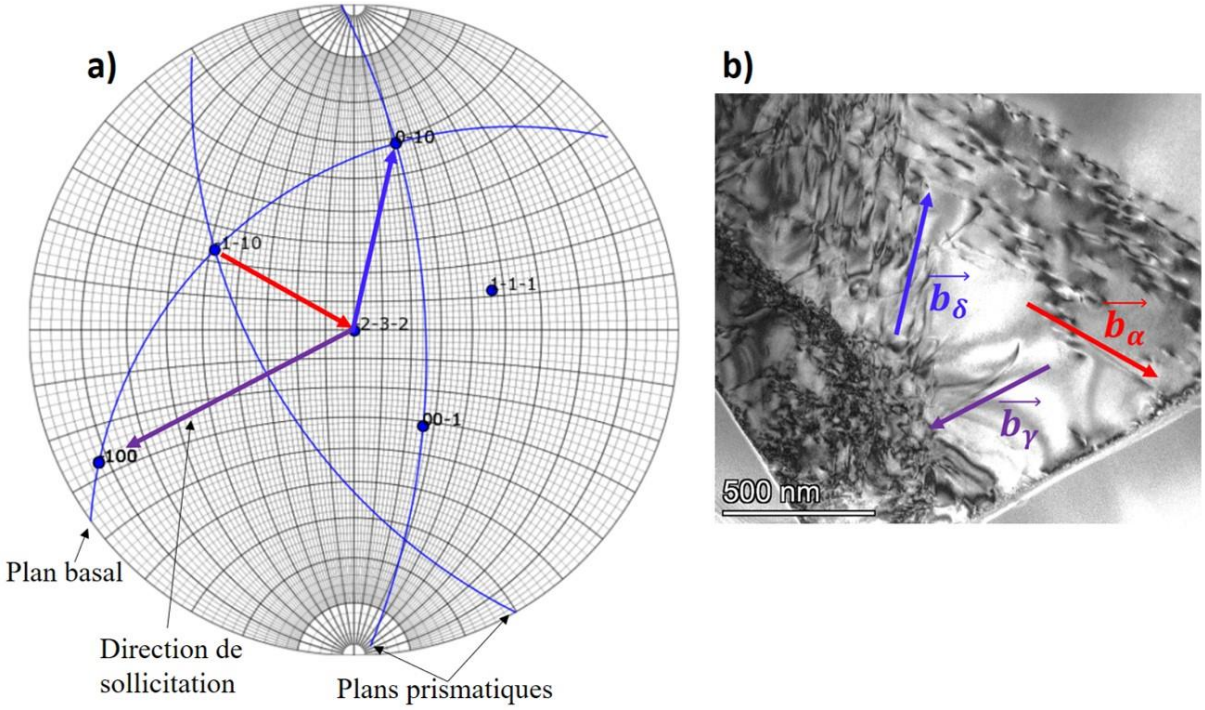


Figure III.40. *a) Projection stéréographique correspondant à l'orientation de la lame dont l'orientation est proche de celle ayant permis l'obtention de la micrographie b). La projection stéréographique est réalisée avec le programme « Stereo-proj » développé par F. Mompiou [http://mompiou.free.fr/].*

En résumé, la déformation des micro-piliers de GaN à 25°C de dimension comprises entre 2 et 4 µm de diamètre met en évidence le caractère ductile du matériau dans ces conditions. Les volumes d'activation apparents conduisent à des valeurs compatibles avec la propagation de dislocations parfaites ou partielles. Il n'est donc pas possible de déduire de ces données la nature des défauts comme c'était le cas pour InSb.

Les observations réalisées par MEB montrent une déformation plastique importante avec l'apparition de fissures au sommet uniquement pour les micro-piliers fortement déformés. Ces observations sont en accord avec les données mécaniques qui mettent en évidence des régimes de plasticité bien établis. La localisation du cisaillement selon quelques plans de glissement est marquée à l'instar des micro-piliers de Si. De plus, les plans activés correspondent bien aux deux plans prismatiques attendus et déterminés dans la partie II.1.1.c. Ces faciès de déformation se rapprochent fortement de ceux constatés dans Si : la présence de dislocations parfaites est donc fortement suspectée. Cela est confirmé par les observations réalisées par MET et l'analyse des diagrammes de diffraction LACBED qui démontrent la présence de dislocations parfaites dans les deux plans prismatiques activés. La présence de dislocations hors des plans prismatiques est observée et sera discutée ultérieurement.

III.4. Bilan du chapitre IV

Différentes techniques ont été utilisées afin de déterminer les mécanismes de déformation (et notamment la nature des dislocations) mis en jeu dans la déformation plastique de micro-piliers d'InSb, Si et de GaN. Des essais de compression monotones et des essais complexes avec sauts de vitesse ont été réalisés avec succès pour les trois matériaux. L'analyse des données mécaniques et le calcul des volumes d'activation apparents ont mis en évidences la présence de la déformation plastique et de la propagation de dislocations pour les trois matériaux. Des observations réalisées par MEB et par MET (conventionnelle, haute-résolution et LACBED) ont permis d'identifier les systèmes de glissement activés et les dislocations générées. Ces analyses ont donc permis dans l'ensemble des cas de déterminer la nature des défauts induits par la déformation et de mieux comprendre les mécanismes de déformation impliquées dans la déformation des micro-piliers de chaque matériau.

Dans le cas d'InSb, le calcul des volumes d'activation apparents suggère que la propagation de dislocations partielles de Shockley selon le système de glissement primaire est associée à la déformation du corps des micro-piliers. L'observation des faciès après déformation révèle la présence de bandes de déformation tout le long de la surface des micro-piliers, avec des lignes de glissement induisant des marches de hauteur très faible, en accord avec l'activation d'un grand nombre de dislocations partielles dans des plans parallèles. Enfin, l'observation par MET en haute-résolution met en évidence des nano-macles de quelques couches atomiques d'épaisseur au sein de ces bandes de déformation.

Pour Si, la grande fragilité des micro-piliers ne permet pas de réaliser des sauts de vitesse de déformation. Toutefois, la plasticité a bien été activée durant des essais monotones et une lame MET en particulier a permis d'identifier les défauts contenus dans le plan primaire. Ainsi, comme suggéré par les observations des faciès de déformation (fort cisaillement contenu dans seulement quelques plans), l'étude en MET révèle la présence de dislocations parfaites.

Enfin, dans le cas du GaN, les volumes d'activation ne permettent pas à eux seuls de déduire le mécanisme de déformation. Les observations réalisées par MEB mettent en évidence un faciès de déformation proche de celui de Si. Les plans de glissement activés correspondent aux plans prismatiques attendus et prédits par l'analyse des facteurs de Schmid. La caractérisation des dislocations est réalisée avec la technique du LACBED permettant d'identifier leurs vecteurs de Burgers sans ambiguïté. Ainsi, les dislocations mises en jeu dans la déformation des micro-piliers de GaN sont des dislocations parfaites appartenant aux deux systèmes prismatiques $(\bar{1}010)$ et $(1\bar{1}00)$.

PARTIE B

Simulations numériques

Cette partie concerne les travaux numériques effectuées durant ce projet de recherche. Ils ont été réalisés en collaboration avec l'équipe de recherche d'Irene BEYERLEIN de l'Université de Santa-Barbara en Californie (UCSB), comprenant un séjour de 3 mois sur place. Trois chapitres présentent la synthèse de ce travail, à commencer par une description théorique détaillée de la méthode de simulation de dynamique des dislocations en champ de phase, utilisée ici. Ensuite, un chapitre détaille les paramètres importants, la mise en place des simulations et la méthode d'analyse des résultats obtenus. Enfin, le troisième chapitre expose les résultats obtenus. A noter que seul des simulations sur l'antimoniure d'indium ont été effectuées.

Chapitre IV

Etat de l’art : simulations en champ de phase

IV.1. Contexte

Les simulations numériques sont apparues avec l'essor de l'informatique et le développement des capacités de calculs. Elles constituent une complémentarité importante vis-à-vis des travaux expérimentaux et permettent notamment une analyse très fine des phénomènes étudiés. En outre, elles offrent la possibilité de développer et tester des modèles théoriques à comparer avec la réalité expérimentale. Différents modèles sont nécessaires selon l'échelle considérée : en effet, la description des phénomènes physiques à l'échelle atomique utilise des théories et des approximations différentes par rapport à un système plus large (échelle intermédiaire ou *mesoscale*) ; il en va de même au regard des propriétés sondées par la simulation (optique, électronique, mécaniques…). De ce fait, les modèles sont le plus souvent associés aux propriétés dédiées et à l'échelle correspondante. A l'échelle atomique, la théorie de fonctionnelle de la densité (*Density Functional Theory*, abrégée DFT) est majoritairement utilisée pour explorer les propriétés électroniques, tandis que la dynamique moléculaire est largement répandue pour décrire le comportement d'un ensemble de particules au cours du temps, en prenant pour cadre la mécanique newtonienne en fonction de son environnement (champ magnétique, température, pression, contrainte mécanique…). Les forces d'interactions entre atomes peuvent être décrites de deux façons : en utilisant les premiers principes de la mécanique quantique (*Molecular Dynamics ab initio*) ou en utilisant des potentiels interatomiques (historiquement de type Lennard – Johns). A des échelles macroscopiques, la méthode par éléments finis [91] est particulièrement répandue puisqu'elle peut être adaptée à un grand nombre de domaines comme la mécanique du solide, la mécanique des fluides, la thermodynamique et bien d'autres domaines en physique. Celle-ci se base sur la résolution numérique de modèles mathématiques complexes axés sur des équations aux dérivées partielles. L'élément clé de cette méthode est le maillage d'objets structuraux ou fluides, permettant de représenter le volume et d'étudier l'évolution de ce volume en fonction des contraintes imposées.

En ce qui concerne la déformation des matériaux en général, et les dislocations en particulier, la DM est un bon outil pour analyser finement les mécanismes associés, à condition de disposer d'un potentiel interatomique rendant bien compte du comportement du matériau. Pour les matériaux modèles tel que le silicium dans le cas des semi-conducteurs, la DM peut apparaître particulièrement adaptée du fait de l'abondance de potentiels interatomiques disponibles. Cependant, dans le cas de matériaux plus exotiques ou simplement moins étudiés, il est parfois plus difficile d'obtenir des potentiels adaptés aux propriétés sondées. C'est notamment le cas pour InSb en ce qui concerne les

propriétés mécaniques : ceci empêche l'utilisation de la DM pour les simulations numériques. De plus, pour observer une réelle dynamique des dislocations et leurs interactions, le système doit être relativement grand, ce qui constitue une limite importante à la DM. En effet, la dynamique moléculaire est réputée pour considérer des systèmes de plusieurs milliers voire millions d'atomes au maximum en raison des ressources importantes requises pour le calcul. Ainsi, si en théorie la taille des systèmes n'est pas limitée, elle finit par le devenir au regard du temps nécessaire au calcul (un problème qui revient très souvent dans les simulations numériques).

Au cours des dernières décennies, plusieurs modèles complémentaires sont apparus pour des simulations de dynamiques des dislocations et basés sur l'évolution du déplacement des lignes de dislocations au sein du cristal. Pour bien rendre compte de la dynamique des dislocations, il faut bien décrire la façon dont celles-ci vont interagir avec leur environnement. Deux types d'interactions sont à considérer : une interaction à longue distance, propre à chaque dislocation et créant un champ de contrainte élastique décrit par l'équation de Peach – Koehler [92], et des interactions à courte distance provoquées par la microstructure locale. Ainsi, plusieurs modèles dynamiques sont apparus dans les années 1990 avec notamment les travaux de Kubin *et al*. [93], de Zbib *et al*. [94] ou encore de Schwaz [95]. Ce n'est que peu de temps après que les premiers modèles basés sur le champ de phase sont apparus avec notamment la micro-élasticité en champ de phase (*Phase Field Microelasticity*, abrégé PFM) [96,97] qui deviendra finalement la dynamique des dislocation en champ de phase (*Phase Field Dynamic Dislocations*, abrégé PFDD). Les bases du champ de phase traditionnel seront exposées dans la partie suivante avant de détailler la PFDD.

La simulation numérique de la déformation d'échantillons d'InSb a pour principaux objectifs de déterminer la nature des dislocations (parfaites ou partielles) selon le mode de glissement (GS et SS).

IV.2. Intérêt et principe

Le champ de phase fut initialement développé pour étudier les transformations de phase de premier ordre comme la solidification d'un matériau (notamment sous la forme de dendrites) et du second ordre comme la température de Curie dans le cas du ferromagnétisme. Le concept de paramètre d'ordre, notée Φ, est une notion centrale dans la simulation en champ de phase. Il est relié à la grandeur étudiée et met en évidence les changements de symétrie (translation, rotation) entre une

phase ordonnée et une phase désordonnée. Ainsi, toute modification de phase se manifeste par un changement de valeur du paramètre d'ordre. Traditionnellement, les variables d'états utilisées pour décrire le changement de phase d'un système sont de nature thermodynamique : la pression, le volume, la densité moyenne ou encore l'énergie interne du système. La notion d'ordre fait référence au nombre de symétries (rotation ou translation) applicables à la phase : dans le cas d'une phase cristalline solide, un nombre limité de symétries existe donnant lieu à une phase ordonnée tandis que dans le cas d'un gaz, un nombre infini de symétries est applicable témoignant d'une phase désordonnée. Dans certains cas, aucun changement de symétrie n'apparait lors de la transformation de phase et le paramètre d'ordre se base alors sur un changement de densité relative à la phase parente : c'est notamment le cas pour une transformation *vapeur → liquide* et vice-versa ou encore *vapeur → liquide + vapeur*. La valeur que prend le paramètre d'ordre permet alors de distinguer l'état d'une phase : $\Phi = 0$ dans le cas d'une phase désordonnée et $\Phi \neq 0$ pour une phase ordonnée.

L'autre notion essentielle du champ de phase est la minimisation de l'énergie totale du système qui est directement reliée au paramètre d'ordre. Ainsi, plusieurs fonctionnelles d'énergie basées sur l'énergie libre du système sont apparues pour décrire le comportement physique en champ de phase. En premier lieu, la fonctionnelle de l'énergie libre de Landau [98,99] constitue une première avancée dans le domaine mais ne permet pas de considérer des interfaces pourtant essentielles pour les alliages et composés en tout genre. Les interfaces sont introduites par la fonctionnelle de l'énergie libre de Ginzburg – Landau ou Cahn – Hilliard [100] et permettent d'accéder à l'étude de systèmes plus complexes :

$$F[\phi,T] = \int_V \left\{ \frac{1}{2} |W_0 \nabla \phi|^2 + f\left(\phi(\vec{x}),T(\vec{x})\right) \right\} d^3\vec{x} \qquad \text{IV.1}$$

Avec *F* la fonctionnelle de l'énergie libre de Ginzburg – Landau dépendant de la température T et du paramètre d'ordre ϕ, le coefficient $W_0 = \sqrt{\epsilon(\vec{x})/(\nu a)}$, ϵ est l'énergie moyenne d'une particule, ν représente les proches voisins et *a* la taille de la boîte. Enfin V est le volume et $f\left(\phi(\vec{x}),T(\vec{x})\right)$ est la densité d'énergie libre du matériau massif.

Toutes ces théories et les modèles de simulations sont pleinement détaillés par Provatas et Elder [99] ou encore par Steinbach [101]. La dynamique des dislocations en champ de phase reprend ainsi les notions centrales du champ de phase et les adapte à la plasticité des matériaux.

IV.3. Dynamique des dislocations en champ de phase

L'une des principales différences entre la PFDD et le champ de phase traditionnel porte sur le paramètre d'ordre qui, au lieu de suivre l'évolution d'une variable d'état thermodynamique, traque l'évolution des défauts de ligne dans le réseau cristallin. La PFDD considère le déplacement et l'interaction des dislocations comme étant le mécanisme de déformation expliquant la plasticité. La minimisation de l'énergie totale du système reste au cœur des modèles théoriques de PFDD puisqu'il s'agit d'un élément indissociable de la théorie du champ de phase classique. Tout l'intérêt ici est de justement utiliser cette fonction pour faire évoluer le système de dislocations.

IV.3.1. Principe général

L'intégration des dislocations partielles au modèle sera détaillée plus loin dans la mesure où un développement préalable du modèle avec dislocations parfaites est nécessaire pour comprendre les fondements de la PFDD. En considérant donc uniquement le cas des dislocations parfaites de type ⟨110⟩{111}, les variables de PFDD, notées $\zeta_\alpha(x,t)$, suivent l'évolution de chaque dislocation selon les différents plans de glissement α. Ainsi, le nombre de variables ζ dépend du nombre de plans de glissement activables selon le matériau étudié. La déformation plastique ϵ^p est directement dépendante du nombre de dislocations parfaites ayant glissé et peut s'écrire en fonction des paramètres d'ordre $\square_\square(x,t)$ [97,102–105] :

$$\epsilon_{ij}^{p}(x,t) = \frac{1}{2}\sum_{\alpha=1}^{N} b\,\zeta_\alpha(x,t)\,\delta_n\,(s_i^\alpha m_j^\alpha + s_j^\alpha m_i^\alpha) \qquad \text{IV.2}$$

Où N est le nombre de systèmes de glissement, *b* la longueur du vecteur de Burgers, s^α est la direction de glissement, m^α correspond à la normale au plan de glissement associée au système α et enfin δ_n est une distribution de Dirac associée au plan de glissement *n*. Les paramètres d'ordres sont utilisés dans l'expression d'une fonctionnelle d'énergie sensée décrire la physique nécessaire à l'évolution du système. L'énergie totale *E* est ainsi définie comme suit [96,97,102,105] :

$$E = E^{\text{contrainte}} + E^{\text{coeur}} \qquad \text{IV.3}$$

Où $E^{\text{contrainte}}$ correspond à l'énergie de déformation associée au système de glissement et E^{coeur} correspond à l'énergie de cœur de la dislocation décrivant la barrière d'énergie rencontrée par la dislocation lors de son déplacement dans le réseau cristallin (barrière de Peierls – Nabarro [106,107]).

A noter que le terme $E^{\text{contrainte}}$ prend en compte les interactions entre dislocations, qu'elles soient à courte ou longue distance, mais aussi les interactions provoquées par une contrainte appliquée externe au système. Ainsi, l'expression de $E^{\text{contrainte}}$ peut se décomposer en deux termes E^{int} et E^{ext}, associés respectivement aux contraintes internes et externes :

$$E^{\text{contrainte}} = E^{\text{int}} + E^{\text{ext}} \qquad \text{IV.4}$$

$$E^{\text{contrainte}} = \frac{1}{2}\int C_{ijkl}\,\epsilon^{e}_{ij}(x,t)\,\epsilon^{e}_{kl}(x,t)\,d^3x - \int \sigma^{\text{appl}}_{ij}\,\epsilon^{p}_{ij}\,d^3x \qquad \text{IV.5}$$

Avec C_{ijkl} le tenseur des contraintes élastiques, ϵ^e la déformation élastique et $\sigma^{\text{appl}}_{ij}$ la contrainte appliquée externe. La détermination de la déformation élastique peut être résolue en considérant la déformation totale comme une combinaison linéaire d'un terme élastique $\epsilon^{e}_{ij}(x,t)$ et d'un terme plastique $\epsilon^{p}_{ij}(x,t)$:

$$\epsilon_{ij}(x,t) = \epsilon^{e}_{ij}(x,t) + \epsilon^{p}_{ij}(x,t) \qquad \text{IV.6}$$

La composante ϵ^e peut être transformée en terme ϵ^p en utilisant une transformée de Fourrier et donne lieu à l'expression suivante [96,97,105,108] :

$$E^{\text{int}}(\zeta) = \frac{1}{(2\pi)^3}\int \frac{1}{2}\,\widehat{A}_{mnuv}(k)\;\hat{\epsilon}^{p}_{mn}(k)\,\hat{\epsilon}^{p*}_{uv}(k)\,d^3k \qquad \text{IV.7}$$

Où $\widehat{A}_{mnuv}(k) = C_{mnuv} - C_{kluv}\,C_{ijmn}\,\widehat{G}_{k_i}(k)\,k_j\,k_l$, k_i est le nombre d'onde et $\widehat{G}_{k_i}(k)$ est la transformée de Fourrier du tenseur d'élasticité linéaire de Green [109]. Le symbole (^) fait référence à la transformée de Fourrier, (*) désigne un élément complexe. L'énergie liée à la contrainte $E^{\text{contrainte}}$ peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$E^{\text{contrainte}}(\zeta) = \frac{1}{(2\pi)^3}\int \frac{1}{2}\widehat{A}_{mnuv}(k)\;\hat{\epsilon}^{p}_{mn}(k)\,\hat{\epsilon}^{p*}_{uv}(k)\,d^3k - \int \sigma^{\text{appl}}_{ij}\,\epsilon^{p}_{uv}\,d^3x \qquad \text{IV.8}$$

Ainsi, sous cette forme, l'énergie de déformation permet de décrire la façon dont l'environnement impacte le comportement des dislocations, que ce soit dans le cas de contraintes internes (dislocations – dislocations) ou externes via une force appliquée. L'expression de E^{coeur} dépend pour sa part de la barrière d'énergie nécessaire au déplacement d'une dislocation qui se produit en cassant puis en reformant la liaison atomique. Cependant, le champ de phase, et donc la PFDD, ne prend pas en compte la représentation des atomes individuels dans la simulation et une méthode alternative doit être trouvée pour contourner cette limite. Pour cela, l'utilisation d'un paysage énergétique dépendant du matériau (γ-surface) permet d'obtenir les barrières en énergie nécessaires. Le calcul de ces γ-

surfaces est réalisé via l'utilisation de méthodes atomistiques telle que la DFT par exemple et nécessite l'utilisation d'un potentiel adapté. Dans le cas des dislocations parfaites, cela est réalisé en considérant un potentiel de Peierls présentant une périodicité identique à celle du réseau cristallin. Ce calcul est réalisé en simulant le cisaillement d'un matériau donné en déplaçant la moitié du réseau cristallin d'une certaine quantité suivant un plan de cisaillement défini. Une relaxation de la structure est ensuite réalisée avant de répéter l'étape dans toutes les directions de cisaillement du plan en question. A chaque énergie obtenue lors d'un déplacement, l'énergie du cristal avant déplacement est retirée et la différence est ensuite divisée par la surface du plan. Les γ-surfaces sont alors exprimées en $J.m^{-2}$. L'expression de E^{coeur} s'établit alors comme une intégrale d'une série de Fourrier reproduisant la nature sinusoïdale du potentiel de Peierls [96,110] :

$$E^{coeur} = \sum_{\alpha=1}^{N} \int B \sin^2(n\pi\zeta_\alpha(x,t))\, \delta_n \, d^3x \qquad \text{IV.9}$$

Avec B l'amplitude de la barrière d'énergie qui doit impérativement être dépassée afin d'activer le glissement. Les valeurs entières du paramètre d'ordre correspondent alors aux zones du cristal qui ont été traversées par une ou plusieurs dislocations parfaites. Si le paramètre d'ordre vaut 0, aucune dislocation n'a glissé et le cristal est alors dans son état d'origine. L'emplacement où se trouve le cœur d'une dislocation est caractérisé par des liaisons atomiques brisées et le paramètre d'ordre prend alors une valeur comprise entre 0 et 1 correspondant au passage du cristal d'un état vierge à un état déformé suite au glissement d'une dislocation parfaite.

Comme indiqué plus haut, la minimisation de l'énergie totale du système est au centre du champ de phase (traditionnel ou PFDD). Celle-ci est gouvernée par l'équation cinétique de Ginzburg – Landau [100] qui dépend du temps. Cette équation permet de relier l'évolution du paramètre d'ordre $\zeta_\alpha(x,t)$ en fonction du temps à l'énergie totale du système $E(\zeta)$ [96,97,102] :

$$\frac{\partial\zeta_\alpha(x,t)}{\partial t} = - L \frac{\delta E(\zeta)}{\delta\zeta_\alpha(x,t)} \qquad \text{IV.10}$$

Avec L un coefficient cinétique définissant l'échelle de temps de la simulation. En intégrant l'expression IV.3 à la formule de minimisation d'énergie totale IV.10, la dérivée du paramètre d'ordre $\zeta_\alpha(x,t)$ peut être établie et permet de produire un ensemble d'équations intégro-différentielles couplées, décrivant précisément la dynamique des dislocations pour l'ensemble du système. Finalement, la résolution de ces équations donne la position de chaque dislocation dans le système. L'application d'une contrainte extérieure est considérée comme étant quasi-statique : cela implique

qu'après chaque pas de temps, c'est l'état d'équilibre du système qui importe. Cet équilibre est atteint lorsque le terme de gauche dans l'équation IV.10 devient nul (l'état d'équilibre est donc indépendant de L).

IV.3.2. Énergie de défaut d'empilement

La théorie décrite jusqu'ici est valable uniquement pour les dislocations parfaites susceptibles de glisser dans les systèmes de glissement ⟨110⟩{111}. Or, il apparaît nécessaire d'intégrer la dissociation de ces dislocations parfaites en dislocations partielles de Shockley pouvant glisser dans les systèmes ⟨112⟩{111}. Dans le cas des matériaux CFC, trois paramètres d'ordre sont nécessaires pour un seul plan de glissement. Comme les variables du champ de phase sont ici définies suivant les directions de glissement des dislocations parfaites, il est possible d'utiliser une combinaison linéaire des paramètres d'ordre afin de prendre en compte les dislocations partielles [102,108]. La valeur du paramètre d'ordre associée au passage d'une dislocation partielle de tête ou d'une dislocation partielle de queue n'est pas entière. Lorsqu'une partielle de tête et une partielle de queue traversent le même plan de glissement, cela revient en réalité au passage d'une dislocation parfaite et la PFDD le prend en compte puisque le paramètre d'ordre équivaudra dans ce cas à une valeur entière. L'expression IV.8 est toujours valable pour calculer les interactions entre une ligne de dislocation partielle et les autres dislocations partielles ou la contrainte externe appliquée. En revanche, l'équation IV.9 elle ne l'est plus puisqu'elle concerne exclusivement les dislocations parfaites traversant le réseau cristallin. En effet, la dissociation d'une dislocation parfaite en deux dislocations partielles conduit à l'introduction d'un défaut d'empilement délimité par la région du cristal entre la partielle de tête et la partielle de queue. Le défaut d'empilement doit donc être précisément modélisé par la PFDD afin de se rapprocher au mieux de la réalité et du comportement physique du matériau. Pour cela, l'énergie généralisée de défaut d'empilement ou E^{GSFE} (*Generalized Stacking Fault Energy*) vient remplacer le terme E^{coeur}. Comme pour le terme E^{coeur}, E^{GSFE} prend en compte l'énergie requise pour déplacer une dislocation au sein du réseau cristallin et utilise alors les γ-surfaces dans les trois directions de l'espace du matériau étudié. Le développement en séries de Fourrier permet de relier E^{GSFE} aux trois variables ζ_1, ζ_2 et ζ_3 :

$$
\begin{aligned}
E^{\mathrm{GSFE}}(\zeta_i) = {} & C_0 + C_1\left[\cos 2\pi(\zeta_1 - \zeta_2) + \cos 2\pi(\zeta_2 - \zeta_3) + \cos 2\pi(\zeta_3 - \zeta_1)\right] \\
& + C_2\left[\cos 2\pi(2\zeta_1 - \zeta_2 - \zeta_3) + \cos 2\pi(2\zeta_2 - \zeta_3 - \zeta_1)\right. \\
& \left. + \cos 2\pi(2\zeta_3 - \zeta_1 - \zeta_2)\right] \\
& + C_3\left[\cos 4\pi(\zeta_1 - \zeta_2) + \cos 4\pi(\zeta_2 - \zeta_3) + \cos 4\pi(\zeta_3 - \zeta_1)\right] \\
& + C_4\left[\cos 2\pi(3\zeta_1 - \zeta_2 - 2\zeta_3) + \cos 2\pi(3\zeta_1 - 2\zeta_2 - \zeta_3)\right. \\
& + \cos 2\pi(3\zeta_2 - \zeta_3 - 2\zeta_1) \\
& \left. + \cos 2\pi(3\zeta_3 - \zeta_1 - 2\zeta_2) + \cos 2\pi(3\zeta_3 - 2\zeta_1 - \zeta_2)\right] \\
& + a_1\left[\sin 2\pi(\zeta_1 - \zeta_2) + \sin 2\pi(\zeta_2 - \zeta_3) + \sin 2\pi(\zeta_3 - \zeta_1)\right] \\
& + a_3\left[\sin 4\pi(\zeta_1 - \zeta_2) + \sin 2\pi(\zeta_2 - \zeta_3) + \sin 2\pi(\zeta_3 - \zeta_1)\right]
\end{aligned}
\qquad \text{IV.11}
$$

Les coefficients C_0, C_1, C_2, C_3, C_4, a_1 et a_3 sont déterminés en utilisant la DFT ou la DM et sont dépendants de paramètres provenant directement des minima et extrema d'énergie issus des calculs de γ-surfaces. Dans le cas d'InSb, les données nécessaires à la détermination de E^{GSFE} sont apportées par Kumar *et al.* [49] pour le cas du mode GS et du mode SS. Cette étude a en effet déterminé les GSFE dans le cas d'InSb en utilisant la DFT et la DM. Les prédictions apportées par Kumar *et al.* indiquent que la dissociation est effectivement envisageable mais uniquement dans le mode GS : cela est visible sur la courbe rouge de la Figure IV.1 où un minima d'énergie est présent autour de 0,33. En comparant les contraintes de cisaillement pour les deux plans (GS ou SS), il apparaît aussi que l'activation du mode SS semble privilégiée à basse température, tandis que le mode GS n'est activé qu'à plus haute température. Cela rejoint les résultats expérimentaux de Kedjar *et al.* [46,47] (détaillés dans la partie I.2.3).

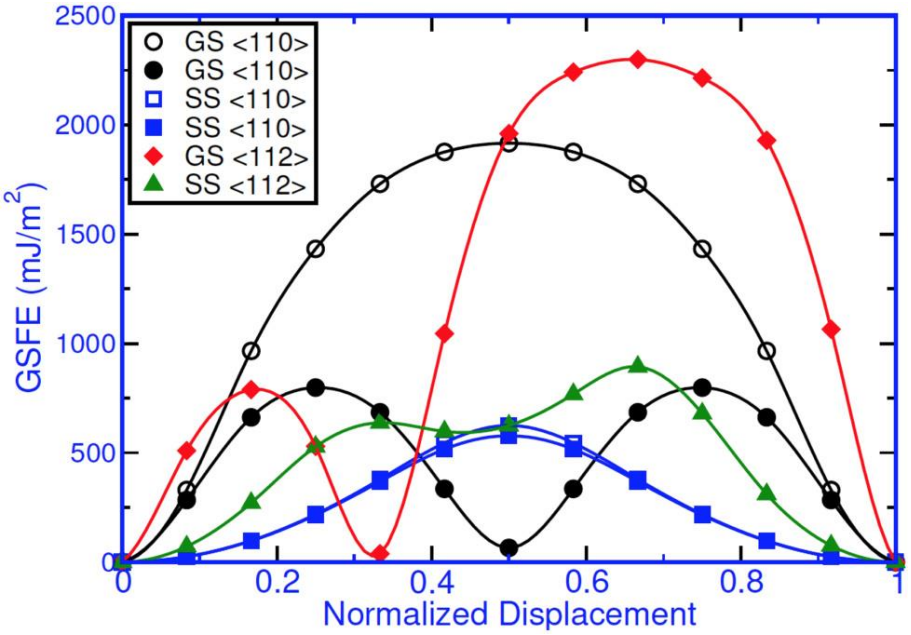


Figure IV.1. *Courbes GSFE d'InSb le long du plan* (*111*) *pour le GS et le SS selon les directions* ⟨*110*⟩ *et* ⟨*112*⟩ *(dislocations parfaites et partielles)* [49].

IV.3.3. Code de simulation : possibilités et limitations

Comme indiqué en préambule, le code de simulation utilisé dans cette étude provient d'une collaboration avec l'équipe de recherche d'Irene Beyerlein de l'Université de Santa Barbara en Californie (UCSB pour *University of California – Santa Barbara*). Le code est installé sur le cluster nommé BRAID situé à UCSB et se compose de 206 nœuds chacun constitué de 12, 20 ou 24 cœurs.

Plusieurs fichiers sont nécessaires au lancement d'un calcul de simulation : le code PFDD à proprement parler contient toute la partie calculatoire, ainsi que quelques paramètres de base comme le paramètre de maille ; un fichier permettant la soumission du calcul auprès du cluster et contenant tous les paramètres de la simulation ; et enfin les fichiers annexes de données telles que les γ-surfaces indispensables au calcul. Différents modes de génération de dislocations sont accessibles allant du traditionnel dipôle de dislocations à une encoche permettant la génération automatique des défauts linéaires. Certaines caractéristiques des dislocations sont aussi modifiables notamment leurs caractères vis ou coin ou encore le mode de cisaillement souhaité : le GS ou le SS. L'application de la contrainte s'effectue sur les bords latéraux de la boîte numérique par une incrémentation dont la valeur est initialement paramétrée par l'utilisateur.

En revanche, si le code permet de simuler le glissement de dislocations dans l'un des deux modes considérés et de vérifier pour chacun d'eux la possibilité d'obtenir des dislocations partielles, plusieurs limitations importantes sont à garder en tête. Premièrement, la température du système n'est pas prise en compte avec cette version du code aussi les simulations s'effectuent-elles à 0 K. Pourtant, la température joue un rôle important dans la mobilité des défauts et dans la transition fragile-ductile au cœur de l'étude. Ensuite, les conditions aux limites de la boîte de simulation sont définies comme étant périodiques par le code sans que cela ne puisse être modifié. Des conditions aux limites non-périodiques auraient pu permettre la simulation du cisaillement du cristal d'InSb sous la forme d'un micro-pilier, par exemple. Enfin, cette version du code n'a pas la capacité de modifier en cours de simulation les paramètres initialement configurés par l'utilisateur. Concrètement, cela signifie que les paramètres tels que le caractère de la dislocation et le mode de cisaillement (GS ou SS) ne peuvent pas changer au cours de la simulation, même si cela serait énergétiquement favorable. Une évolution dynamique de ces paramètres est impossible avec ce code PFDD.

IV.4. Bilan du chapitre II

La simulation numérique basée sur la dynamique des dislocations en champ de phase est une adaptation de la théorie initiale du champ de phase permettant l'étude de la déformation d'un système via l'obtention d'informations quantitatives sur le mouvement des dislocations. Elle permet notamment de prendre en compte un grand nombre de configurations comme le mode de cisaillement, le caractère des dislocations ou encore le paramétrage de la contrainte appliquée. Cependant, plusieurs limitations intrinsèques au code utilisé viennent limiter l'optimisation du système étudié afin qu'il se rapproche au mieux de l'expérience : en premier lieu, les conditions aux limites périodiques et non modifiables, ainsi que de l'impossibilité « d'auto-ajustement » des paramètres selon les configurations calculées les plus stables, et enfin la température imposée à 0 Kelvin.

En résumé, ces simulations seront utiles pour vérifier la nature des dislocations dans chacun des deux modes de glissement (GS et SS) et pour étudier leur mobilité dans ces modes. Une comparaison avec les observations expérimentales permettra cependant de déduire le mode activé et d'aider à la compréhension du ou des mécanismes de déformation impliqués dans la déformation des micro-piliers.

Chapitre V

Paramètres, méthode et analyse des simulations

V.1. Préparation des échantillons numériques

Les échantillons numériques se présentent sous la forme d'une boîte de simulation dont la taille est exprimée en un nombre de points formant une grille. Une première relaxation est réalisée après chaque initialisation de boîte. Cela permet de débuter la simulation avec un système dont l'énergie est minimisée. Il est utile de rappeler que les conditions en bord de boîte sont périodiques : cela implique que la boîte initialisée est reproduite à l'infini à chacune de ses extrémités. Par conséquent, des forces entre dislocations sont susceptibles d'apparaître lorsque celles-ci se rapprochent des bords de la boîte, pouvant aller jusqu'à leur annihilation en cas de vecteurs de Burgers opposés.

Dans un premier temps, une paire de dislocations parfaites (vis ou coin), de vecteurs de Burgers opposés, est insérée au sein de la grille suivant l'axe *Y* aux positions $\frac{N}{4}$ et $\frac{3N}{4}$ selon l'axe *X*, où N est le nombre total de points de grille, comme le montre la Figure V.1. L'opposition des vecteurs de Burgers de ces deux dislocations induit leur déplacement (s'il y en a un) vers les bords de la boîte de simulation lors de l'application de la contrainte (elles s'écartent l'une de l'autre). Un schéma de la boîte de simulation est présenté en Figure V.1 où le plan bleu représente le plan d'observation de l'évolution du paramètre d'ordre pour les résultats de simulation. Les deux dislocations parfaites de vecteurs de Burgers opposés sont visibles en rouge aux positions *X* évoquées plus haut. Les résultats sont présentés sous forme de graphiques qui donnent l'évolution du paramètre d'ordre Δ et sa dérivée $\Delta\zeta$, le long de l'axe *X*.

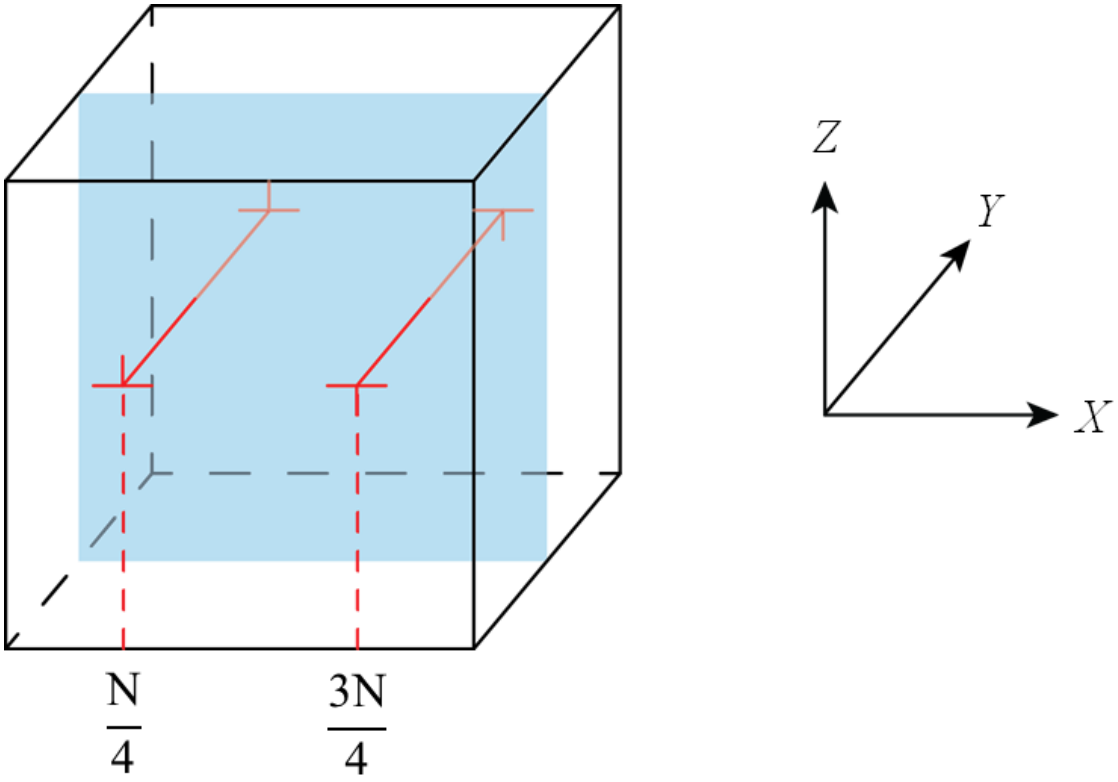


Figure V.1. *Schéma de la boîte de simulation initialisée dans le cas d'une paire de dislocations parfaites (en rouge) de vecteurs de Burgers opposés. Le plan bleu correspond à la coupe suivant laquelle les résultats sont exploités.*

V.2. Paramètres de simulation

Différents paramètres sont accessibles pour la simulation à commencer par la taille de la boîte qui peut aller jusqu'à 256 points de grille. Le type de dislocations peut être défini entre dislocation purement vis et dislocation purement coin. De plus, il est possible de passer du mode GS au mode SS en modifiant le code. Cela permet d'étudier les deux cas de figure et de visualiser le comportement des dislocations (dissociation ou non).

Par ailleurs, une attention particulière doit être portée au temps de relaxation du système après chaque étape de simulation : c'est le *time step* (T_{step}). En effet, un temps suffisant doit être défini pour obtenir une minimisation complète de l'énergie du système. Il faut noter qu'un changement de valeur de la contrainte totale appliquée à la boîte de simulation nécessite une modification du temps de relaxation, T_{step}. Par exemple, il faut augmenter le T_{step} si la contrainte appliquée est augmentée (un temps plus long est nécessaire à la relaxation du système).

V.3. Protocole de déformation

L'application d'une contrainte sur la boîte de simulation est générée par une série d'incrémentations prédéfinies. Chaque incrémentation est suivie d'une étape de relaxation de la boîte permettant au système de minimiser son énergie. Les paramètres nécessaires pour configurer l'application d'une contrainte sont les suivants : la contrainte initiale σ_0, la contrainte appliquée à chaque étape σ_{step}, le temps de relaxation du système après chaque étape de cisaillement T_{step} et enfin le nombre d'étape de cisaillement N_{step}. Il faut noter que σ_0 et σ_{step} sont définis comme des fractions du module de cisaillement G, module calculé par le code automatiquement.

La contrainte initiale s'écrit alors :

$$\sigma_0 = x_0 \times G \qquad \text{V.1}$$

De même pour la contrainte appliquée à chaque étape :

$$\sigma_{step} = x_{step} \times G \qquad \text{V.2}$$

Avec x_0 et x_{step} les valeurs à renseigner dans le code de simulation.

La contrainte totale appliquée σ_{step} s'écrit alors :

$$\sigma_{tot} = \sigma_0 + (\sigma_{step} \times N_{step}) \qquad \text{V.3}$$

Lors de chaque simulation, une première relaxation du système est effectuée après l'initialisation de la boîte de simulation. La Figure V.2 montre l'effet de cette étape avec la configuration initiale en a) et la configuration relaxée en b) : à l'emplacement des dislocations, le paramètre d'ordre présente un changement plus graduel dans la configuration relaxée en comparaison de l'état initial, où la transition est abrupte. La simulation de l'essai mécanique peut ensuite débuter : une première incrémentation de contrainte suivi d'une relaxation du système, puis une seconde incrémentation suivie d'une relaxation, et ainsi de suite jusqu'à la fin de la simulation (voir Figure V.3).

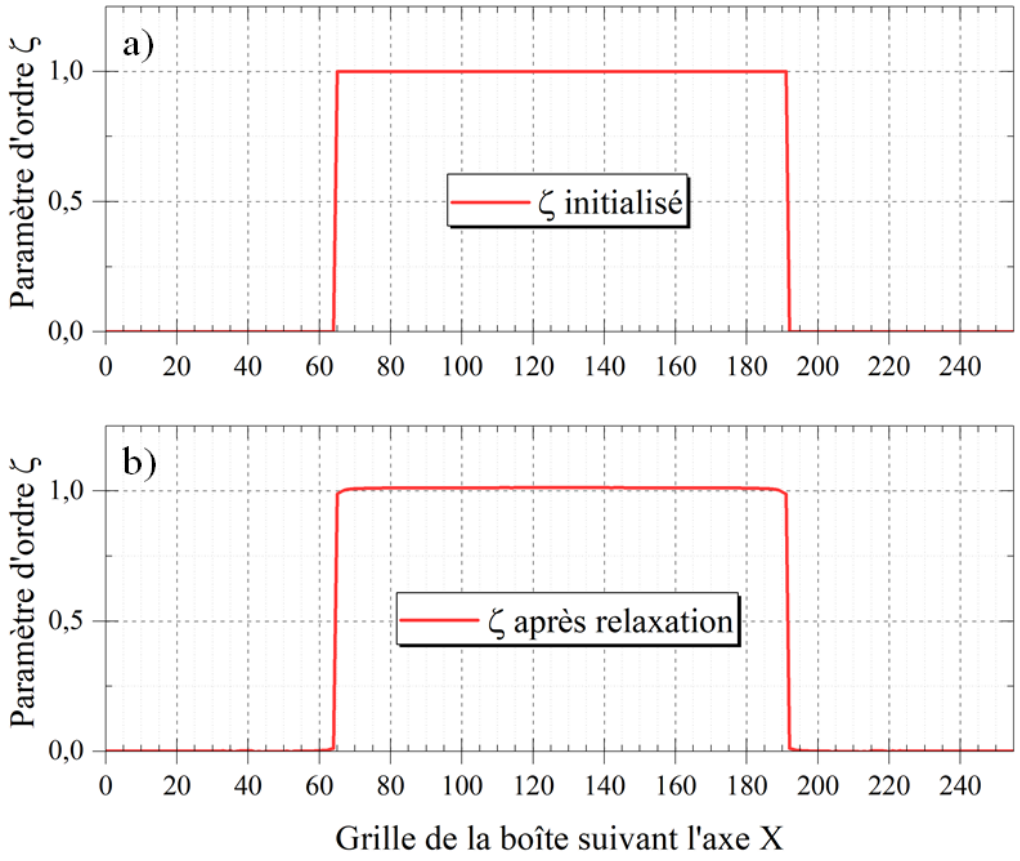


Figure V.2. *a) configuration après l'initialisation et b) configuration après une première relaxation du système.*

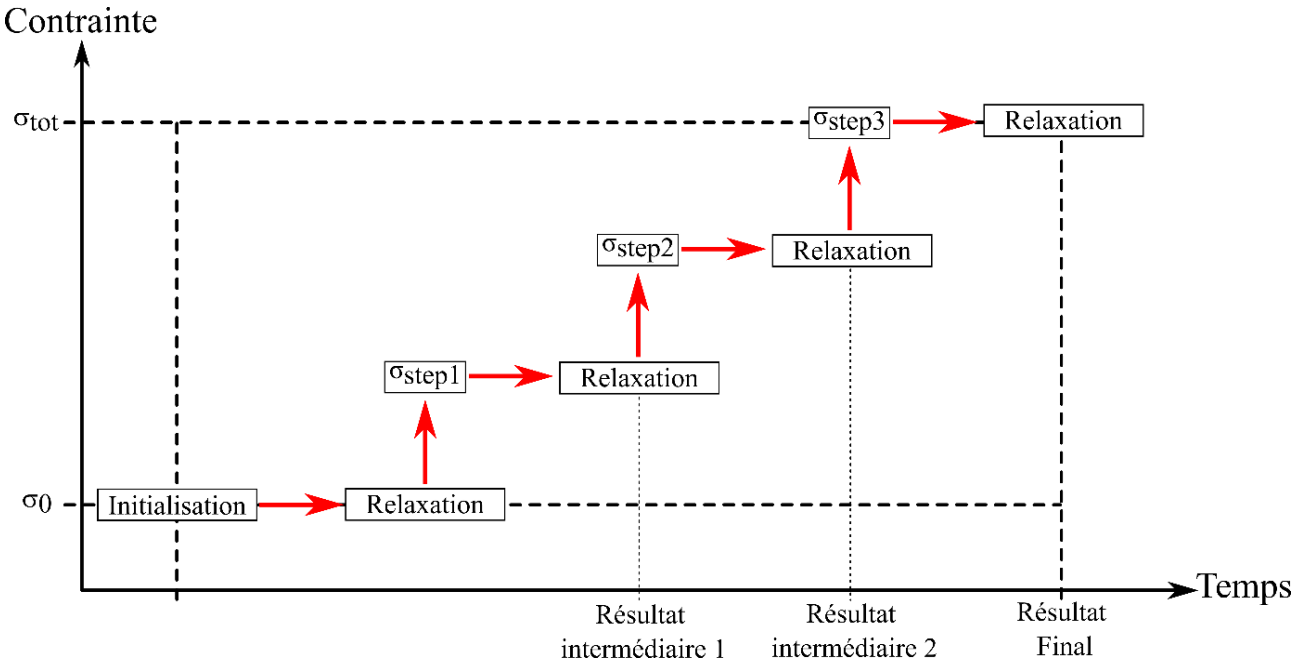


Figure V.3. *Schéma présentant le déroulement d'une simulation pour 3 étapes de compression.*

V.4. Analyse des résultats

Les résultats des simulations incluent la distribution du paramètre d'ordre le long de la grille de la boîte dans les trois directions de l'espace. A chaque passage d'une dislocation, le paramètre d'ordre d'un point de la grille est incrémenté suivant le type de dislocation : + 1 pour une dislocation parfaite (vis ou coin) et + 0,5 pour une dislocation partielle. Dans le cadre de cette étude, l'évolution du paramètre d'ordre est tracée en fonction de la grille, orientée dans la direction du cisaillement. Il est aussi possible de tracer la dérivée du paramètre d'ordre pour obtenir une meilleure compréhension de la nature et de la position exacte des dislocations. A titre d'illustration, la Figure V.4 montre le résultat d'un cisaillement associé à une contrainte de 8 GPa pour un σ_{step} de 245 MPa (soit $N_{step} = 33$) et un T_{step} de 2001 ($\sigma_0 = 0$). Il s'agit ici de la déformation d'InSb avec des dislocations initiales de type coin et parfaites non-dissociées. Le résultat montre la présence d'une dissociation des deux dislocations parfaites initiales avec un paramètre d'ordre valant 0,5 entre les deux dislocations partielles. De plus, la dérivée du paramètre d'ordre, selon la grille de point, donne accès à la position exacte de ces dislocations partielles.

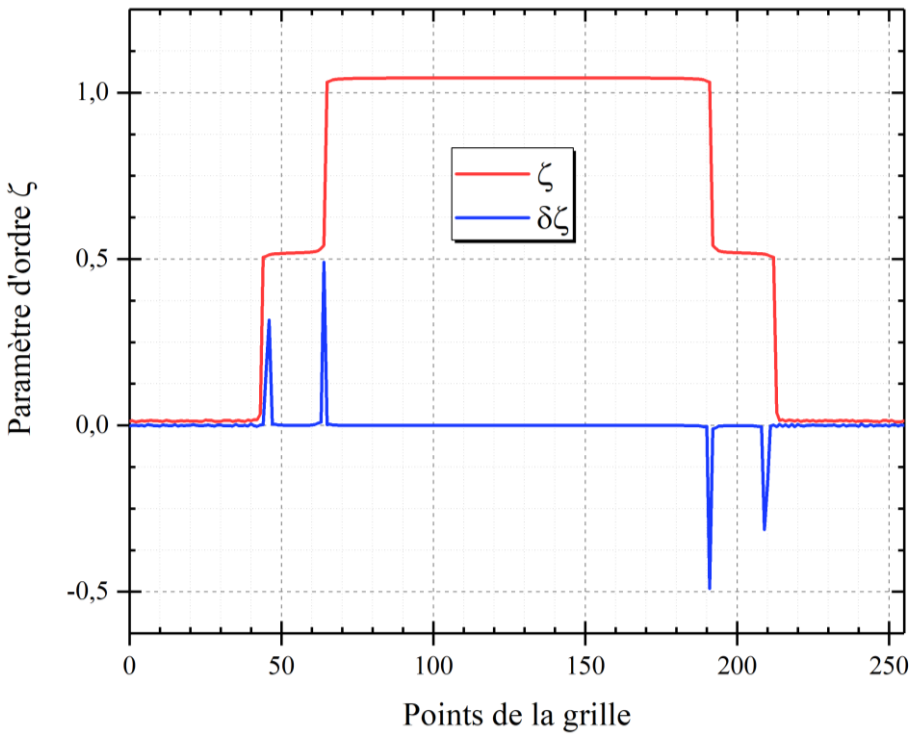


Figure V.4. *Exemple d'un résultat de simulation d'une compression de la boîte faisant apparaître des dislocations dissociées :* $\sigma_{tot} = 8$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 33$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

Chapitre VI

Résultats des simulations de dynamique des dislocations en champ de phase

Pour compléter les travaux expérimentaux réalisés sur InSb, des simulations de dynamique des dislocations en champ de phase ont été réalisées selon différentes configurations. L'objectif premier est d'étudier la possibilité de dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles de Shockley, afin de pouvoir enrichir la compréhension des mécanismes de déformation découlant des résultats expérimentaux. Les configurations de dislocations étudiées ici sont simples afin de comparer le glissement des dislocations parfaites vis ou coin dans le mode SS et dans le mode GS, ainsi que leur possible dissociation.

Dans un premier temps, une optimisation du temps de relaxation T_{step} est réalisée pour chaque configuration afin de s'assurer que l'énergie totale du système après une étape de déformation est bien minimale. Ce temps augmente avec l'amplitude du cisaillement et doit donc être adapté lorsque la contrainte totale σ_{tot} est modifiée. La taille du système est ici la plus grande possible (256 points de grille) pour limiter au maximum les phénomènes de force-image liés aux conditions périodiques de la boîte de simulation.

VI.1. Glide Set

Une première simulation est présentée en Figure VI.1 sur un système de deux dislocations parfaites coins, localisées dans le GS et pour une contrainte totale correspondant à 7,1 GPa. Ce graphique présente trois étapes de la simulation : l'état initial après relaxation, l'état où la dissociation apparaît (en cours de déformation) et l'état final après application de la contrainte maximale. Au début, le système présente bien les deux dislocations parfaites dans leur état initial : le paramètre d'ordre ζ vaut 1 dans la partie du cristal entre les deux dislocations signifiant que cette zone a bien subit le cisaillement d'une dislocation parfaite. Pour un cisaillement correspondant à la contrainte maximale de 7,1 GPa, le paramètre d'ordre chute à 0,5 dans le voisinage des dislocations, indiquant la présence de dislocations partielles. Une analyse plus fine des étapes intermédiaires de la simulation montre que la dissociation s'amorce pour une contrainte de 6 GPa (courbe rouge). En détails, la Figure VI.2 montre la dérivée du paramètre d'ordre correspondant au graphique de la Figure VI.1. La dérivée permet de mieux localiser l'emplacement des dislocations dans la grille, sous la forme d'un maximum local (positif ou négatif). Le grossissement en b) montre bien l'étape où la dissociation apparaît (courbe rouge) avec une dérivée valant 0,5 sur deux points de grille successifs. En fin de simulation, seule la dislocation partielle de tête s'est déplacée. Le défaut d'empilement créé atteint, à la fin de la simulation, une largeur équivalant à 4 points de grille, soit environ 1,8 nm.

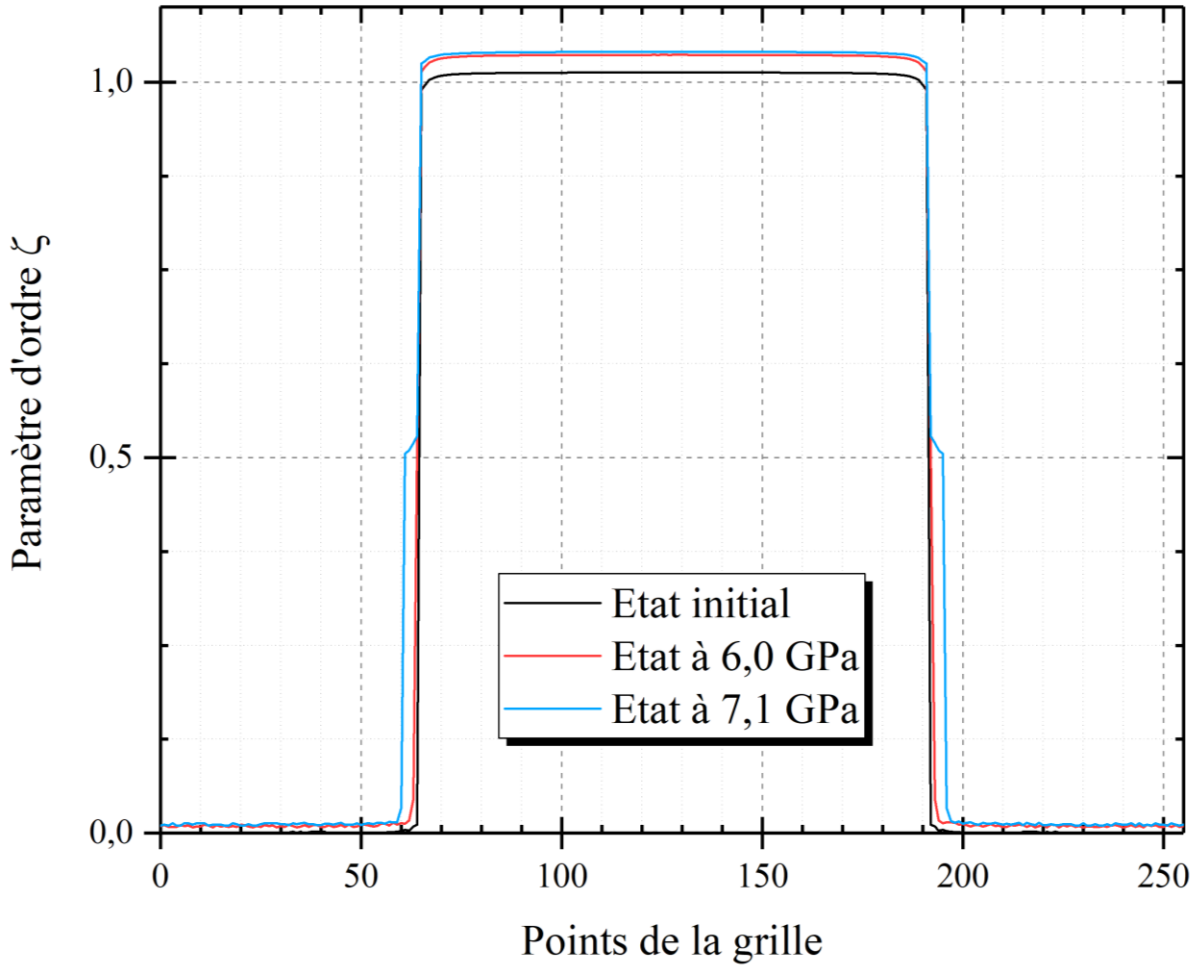


Figure VI.1. *Simulation PFDD de deux dislocations coins de vecteurs de Burgers opposés en mode GS et présentant trois étapes de la simulation. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 7{,}1$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 29$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

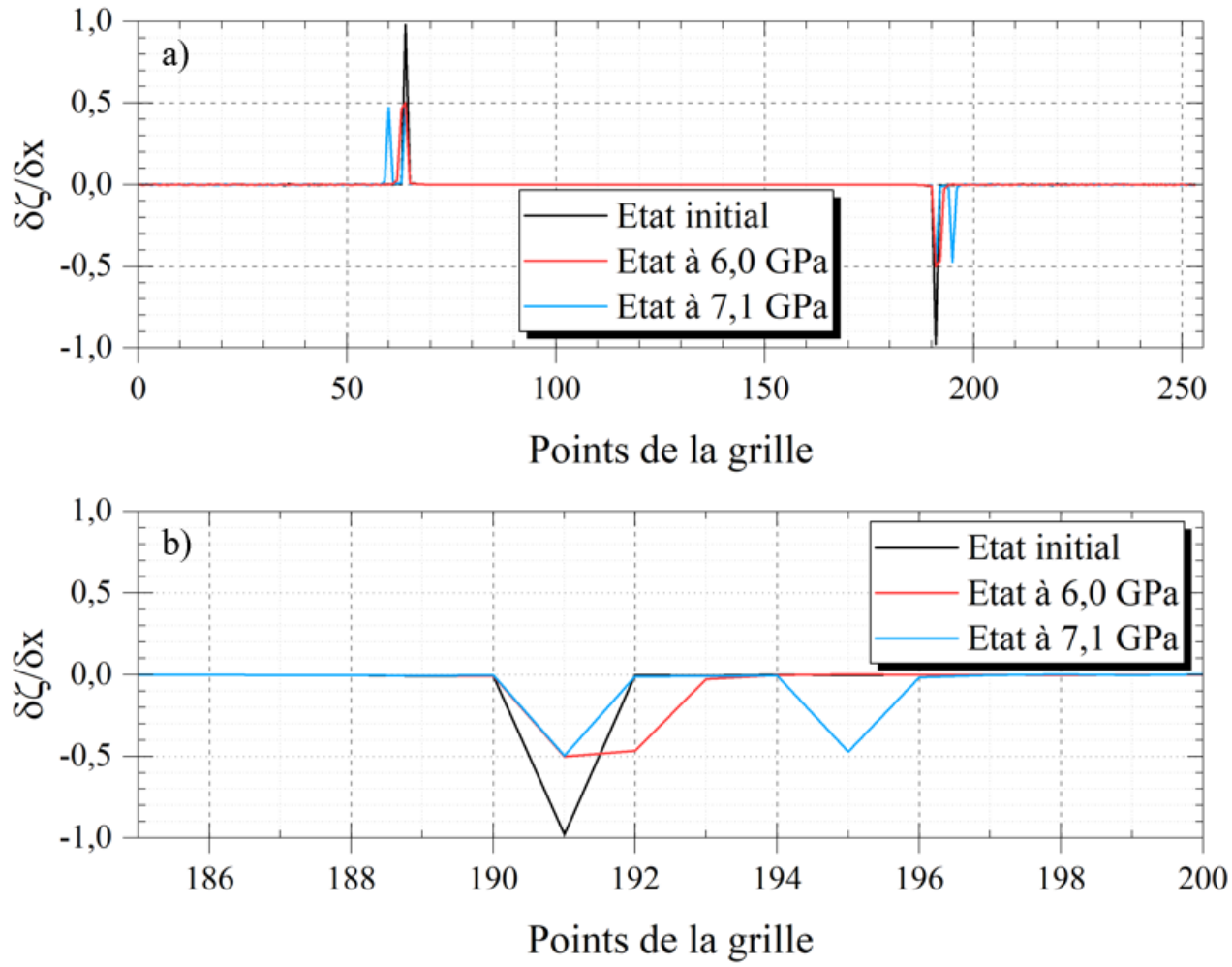


Figure VI.2. *a) dérivée du paramètre d'ordre montrant la position des dislocations et b) grossissement de la zone entre 185 et 200 points de grille. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 7{,}1$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 29$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

La même simulation est réalisée mais en considérant cette fois-ci des dislocations parfaites de caractère « vis ». La Figure VI.3. montre le résultat obtenu : ici aussi, la dérivée du paramètre d'ordre, sur la Figure VI.4, met en évidence la dissociation des dislocations parfaites initiales en dislocations partielles. Toutefois, le défaut d'empilement qui en résulte est légèrement plus étendu que dans le cas des dislocations coins. Ceci est visible sur la Figure VI.4.b) puisque le défaut d'empilement présente une largeur équivalente à 8 points de grille, soit environ 3,6 nm. Là encore, aucun mouvement de la dislocation partielle de queue n'est apparu. Dans cette simulation, la contrainte de cisaillement induisant la dissociation est d'environ 4 GPa. Cette contrainte est inférieure de 2 GPa au cas de la configuration incluant des dislocations coins ce qui tend à indiquer que le caractère « vis » requiert moins d'énergie pour générer la dissociation. Toutefois, dans les deux cas,

le mode GS est très favorable à la dissociation. Il convient de rappeler que ces simulations ne prennent pas en compte les effets de la température puisque ces résultats sont obtenus pour 0 K. La dissociation intervient sans déplacement préalable des dislocations parfaites initiales et il apparaît, d'après les états finaux, que seule la dislocation partielle de tête se déplace. Ce résultat est identique pour chacune des deux dislocations initiales et quel que soit le caractère des dislocations.

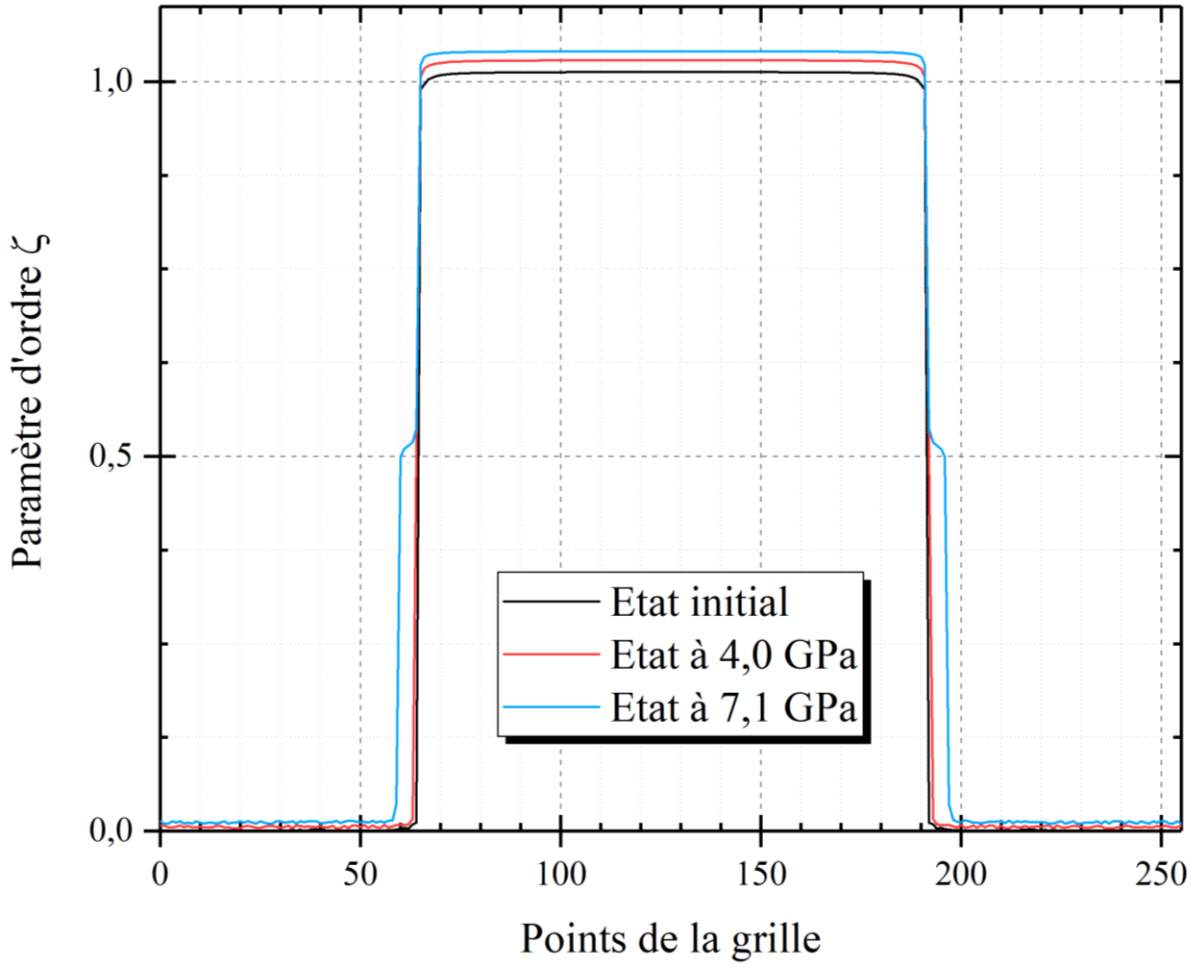


Figure VI.3. *Simulation PFDD de deux dislocations vis de vecteur de Burgers opposé en mode GS et présentant trois étapes de la simulation. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 7{,}1$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 29$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

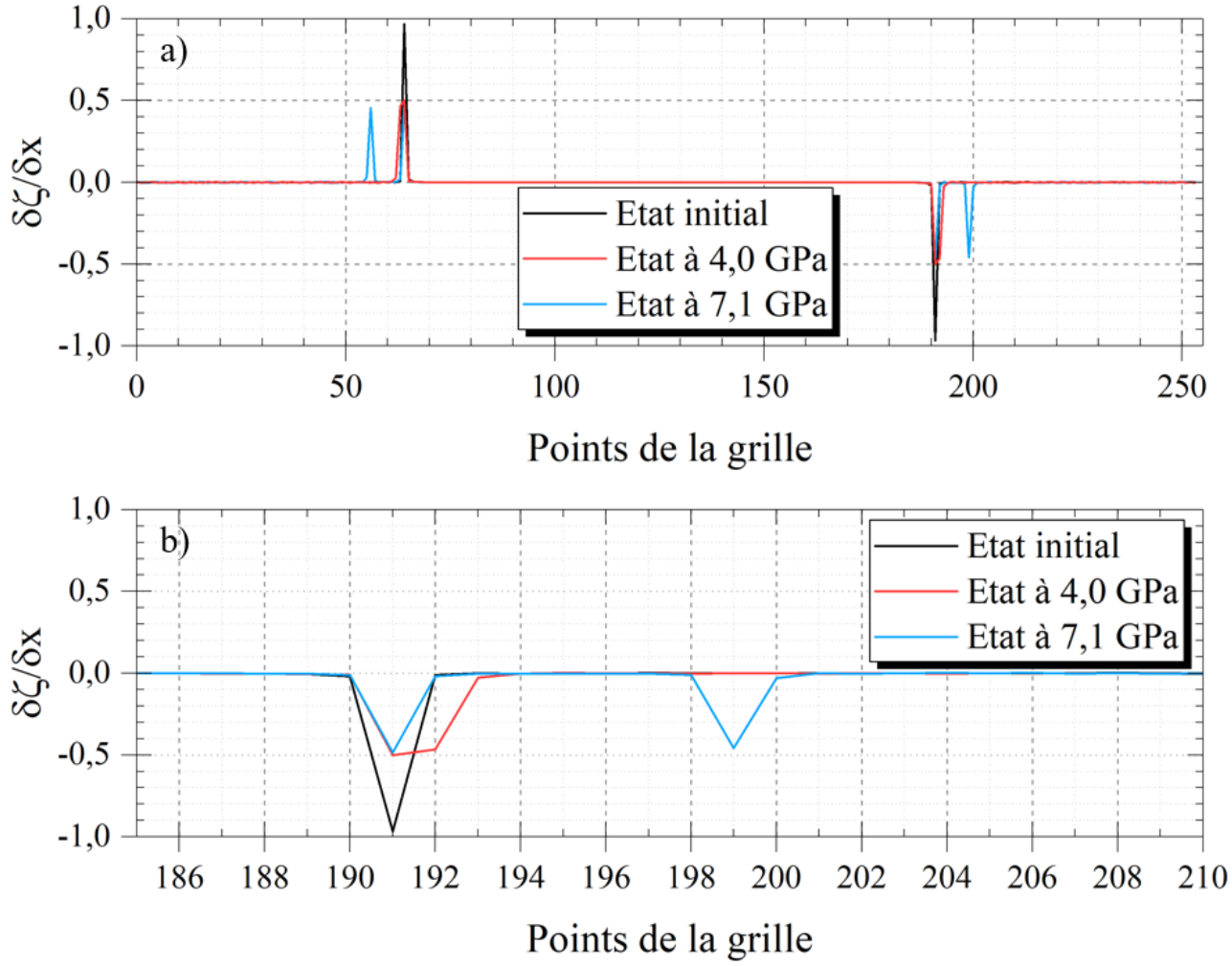


Figure VI.4. *a) dérivée du paramètre d'ordre montrant la position des dislocations et b) grandissement de la zone entre 185 et 200 points de grille. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 7{,}1$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 29$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

VI.2. Shuffle Set

La Figure VI.5 présente les résultats de simulation pour le cas de deux dislocations parfaites de caractère coin. Trois étapes sont exposées ici : l'état initial en noir, l'état lorsque les dislocations deviennent mobiles en rouge et l'état final en bleu. Ici, aucune dissociation n'est observée et seul le déplacement des dislocations parfaites permet d'accommoder la contrainte. Cette mobilité est effective pour une contrainte de cisaillement correspondant à environ 2,1 GPa. Dès lors, les dislocations parfaites se propagent de part et d'autre de la boîte de simulation et ce, sans dissociation jusqu'à leur recombinaison aux bords de la boîte du fait des conditions périodiques. Une

augmentation homogène de la courbe du paramètre d'ordre est constatée sur la Figure VI.5 et semble provenir d'un artefact de simulation. Cela se vérifie avec la courbe rouge qui présente une variation verticale du paramètre d'ordre de + 0,1 du cristal non cisaillé et également de + 0,1 pour le cristal cisaillé.

La même simulation mais cette fois-ci dans le cas de deux dislocations parfaites de caractère vis est présentée dans la Figure VI.6. Le résultat est sensiblement identique avec le déplacement des dislocations parfaites sans dissociation jusqu'aux bords de la boîte de simulation. La mobilité est effective pour une contrainte de cisaillement d'environ 2,5 GPa, également supérieure au cas montré en Figure VI.6. La contrainte de cisaillement vaut environ 4,9 GPa, ce qui est supérieur au cas des dislocations parfaites de caractère coin.

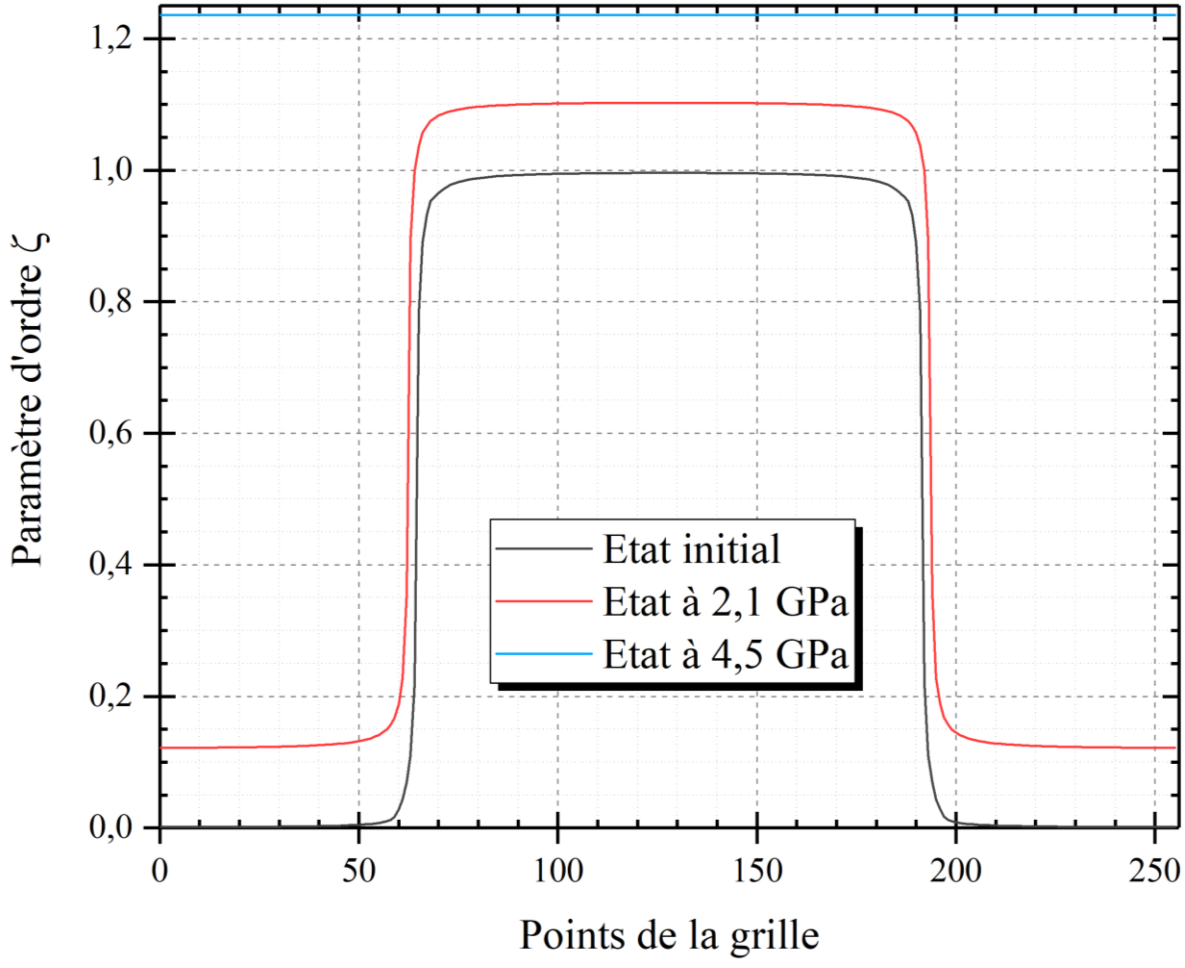


Figure VI.5. *Simulation PFDD de deux dislocations coins de vecteur de Burgers opposé en mode SS et présentant trois étapes de la simulation. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 4{,}5$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 18$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

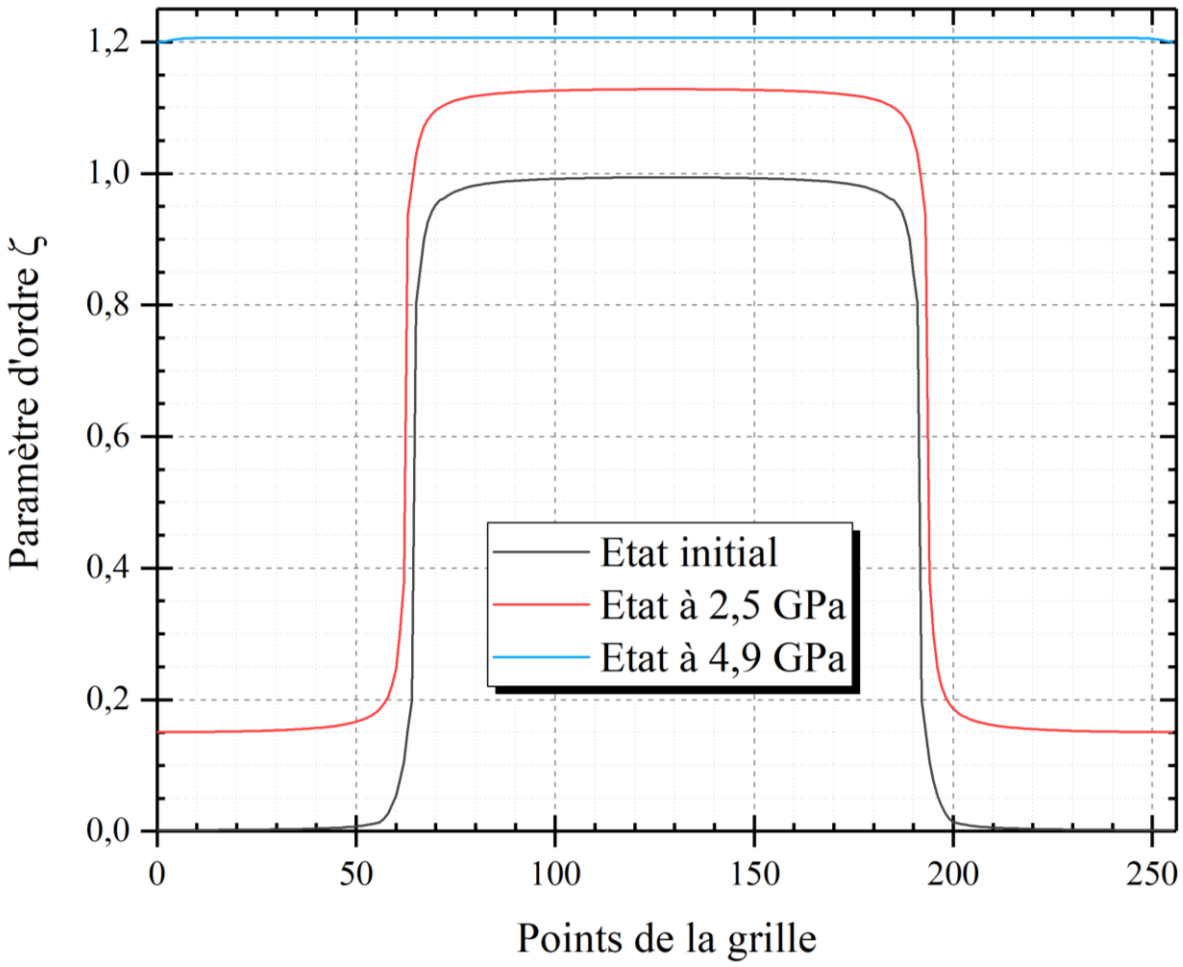


Figure VI.6. *Simulation PFDD de deux dislocations vis de vecteur de Burgers opposé en mode SS et présentant trois étapes de la simulation. Conditions de la simulation :* $\sigma_{tot} = 4{,}5$ *GPa ;* $\sigma_{step} = 245$ *MPa ;* $N_{step} = 18$ *;* $T_{step} = 2001$ *;* $\sigma_0 = 0$.

VI.3. Bilan du chapitre VI

Plusieurs simulations de PFDD ont été réalisées ici pour déterminer la nature des dislocations selon le mode de glissement (GS ou SS) et selon leur caractère (coin ou vis). Le mode GS apparaît très favorable à la dissociation des dislocations parfaites. En effet, la dissociation en dislocations partielles de Shockley intervient directement lorsque la mobilité est activée. Il s'agit d'un mécanisme énergétiquement favorable dans ce mode et ce, même pour une température de 0 K. Aucun mouvement de la dislocation partielle de queue n'est constaté sur ces simulations, indiquant que la distance d'équilibre du défaut d'empilement n'est pas atteinte. Ces remarques sont identiques quel

que soit le caractère des dislocations parfaites initiales et sont en accords avec la littérature qui prévoit la dissociation uniquement dans le mode GS [47,49].

Le mode SS n'est pas favorable à la dissociation puisque les dislocations parfaites se déplacent jusqu'aux bords de la boîte pour se recombiner du fait des conditions périodiques. Ici aussi, mis à part le niveau des contraintes, aucune différence notable n'est constatée en modifiant le caractère des dislocations initiales. D'un point de vue énergétique, une contrainte de cisaillement plus importante est nécessaire pour déclencher la dissociation dans le mode GS en comparaison de la contrainte de cisaillement nécessaire à l'activation de la mobilité des dislocations parfaites dans le mode SS, et ce à 0 K. Ce constat est aussi cohérent avec les résultats de la littérature puisqu'à basse température, le mode SS est activé tandis que le mode GS est favorisé uniquement lorsque la température augmente [31,47,49]. Tous ces résultats seront par la suite discutés et mis en relation avec les données expérimentales.

PARTIE C

Discussion, conclusions et perspectives

Dans cette partie, l'ensemble des résultats obtenus sont repris afin d'être comparés à la littérature et discutés, ceci pour les trois matériaux. Enfin, une conclusion générale et des perspectives viennent clore ce travail.

C.1. Rappel des résultats et discussion : InSb

Les essais de compression à 25°C appliqués aux micro-piliers d'InSb de diamètre de 2 µm et 5 µm induisent une déformation plastique importante, et ce avec un nombre très limité de fissures. Ces fissures apparaissent presque exclusivement lorsque le micro-pilier est entièrement déformé, c'est-à-dire lorsque les bandes de déformation atteignent la base du micro-pilier. Ces observations sont cohérentes avec les études existantes : Thilly *et al.* [50] ont montré que la transition fragile-ductile dimensionnelle des échantillon d'InSb se situait autour de 15 µm de diamètre à température ambiante. En-dessous de cette taille, la plasticité est activée systématiquement [50,51].

Une comparaison entre la contrainte d'écoulement du matériau massif et celle des micro-piliers est proposée en Figure III.6 (page 99), ceci en fonction de la vitesse de déformation. Il apparaît que la contrainte d'écoulement de l'échantillon massif est inférieure à celles mesurées pour les micro-piliers mais il est important de noter que les vitesses de déformation sont différentes. Une extrapolation vers les faibles vitesses des courbes associées aux micro-piliers (i.e. vers le cas du matériau massif) suggère que si les micro-piliers avaient pu être déformés à très faible vitesse, leur contrainte d'écoulement serait peu différente du cas massif.

Les limites d'élasticité $\sigma_{0,2}$ relevées dans le cas du massif et des micro-piliers (dans cette étude et dans la littérature), sont répertoriées dans le Tableau C.1 : les contraintes résolues dans le plan de glissement τ_{CRSS} (*Critical Resolved Shear Stress*) que l'on peut déduire sont ajoutées à ce tableau. Premièrement, les valeurs de τ_{CRSS} sont du même ordre de grandeur dans les différents échantillons, avec une légère augmentation de la contrainte dans le cas des micro-piliers. Cette différence est d'abord attribuée aux vitesses de déformation utilisées, plus faible dans le cas des déformations des échantillons massifs. Ensuite, un autre aspect à prendre en compte est la baisse statistique du nombre de défauts contenu dans le volume des micro-piliers associée à la réduction dimensionnelle des échantillons. Cette réduction induit une augmentation du rapport *surface/volume* qui tend à accentuer fortement le rôle joué par les surfaces vis-à-vis de la nucléation des dislocations.

Tableau C.1. *Limites d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et contraintes résolues dans le plan de glissement τ_{CRSS} dans le cas d'InSb : résultats de la présente étude comparés à quelques résultats de la littérature.*

Echantillon	Orientation	$\sigma_{0,2}$	τ_{CRSS}	Remarques
Micro-piliers de 2 µm	⟨123⟩	0,67 GPa	0,31 GPa	$1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}
Micro-piliers de 5 µm	⟨123⟩	0,76 GPa	0,36 GPa	$1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}
Massif	⟨123⟩	-	0,25 GPa	Suzuki *et al.* [12] $5{,}6.10^{-5}$ s^{-1}
Massif	⟨123⟩	-	0,31 GPa	Kedjar *et al.* [47] 2.10^{-5} s^{-1}
Micro-piliers de 2 µm	⟨123⟩	-	0,45 GPa	Wheeler *et al.* [51] 4.10^{-4} s^{-1}

Durant le régime plastique, de nombreuses chutes de contrainte d'amplitude variable sont observées sur les courbes de *contrainte-déformation* (Figure III.1, III.2, III.3 et III.4). Ces évènements de plasticité peuvent être attribués à des phénomènes d'avalanches de dislocations connus pour produire ce type de profil dans des cristaux initialement sans défaut et déformés en mode « déplacement imposé » [88]. Ces observations permettent d'affirmer que les micro-piliers fabriqués dans cette étude par gravure FIB sont de bonne qualité cristalline.

L'analyse des micrographies MEB (Figures III.9, III.10, III.11 et III.12) combinée aux vidéos *in situ* des déformations (Figures III.13) permet de faire le constat qu'aucune différence dans les faciès de déformation des micro-piliers n'apparaît entre les séries de 2 µm de diamètre et les séries de 5 µm de diamètre. De même, le faciès après déformation est identique quel que soit le type d'essais mécanique réalisé (compression monotone ou avec de sauts de vitesse). Par ailleurs, deux régimes de déformation distincts sont identifiés (expliqués plus en détails dans la partie Partie AIII.1.3) :

- Un premier régime de déformation située au sommet du micro-pilier et caractérisé par l'apparition d'un gonflement homogène associé à un volume déformé de façon complexe.

- Un second régime de déformation caractérisé par l'apparition successive de lignes de glissement fines et rapprochées, formant des bandes de déformation tout le long du micro-pilier.

C'est ce deuxième régime qui est sondé lors des essais de compression avec sauts de vitesse de déformation : par conséquent, les mécanismes de déformation qui y sont associés sont ceux qui sont considérés comme régissant la déformation plastique des micro-piliers d'InSb à 25 °C.

La détermination de la nature des dislocations associées à ces mécanismes principaux est effectuée dans un premier temps de manière indirecte par le calcul des volumes d'activation apparents V_{app}, eux-mêmes déduits des sensibilités à la vitesse de déformation *m* obtenues par sauts de vitesse. Les valeurs de *m* obtenues sont : $0{,}124 \pm 0{,}001$ pour les micro-piliers de 2 µm et $0{,}081 \pm 0{,}005$ pour les micro-piliers de 5 µm. Une approche de ce type a déjà été réalisée par Wheeler *et al*. [51] sur des micro-piliers de 2 µm de diamètre d'InSb déformé à 25°C. Les auteurs ont ainsi établi à partir de leurs essais mécaniques une sensibilité $m = 0{,}090 \pm 0{,}005$ qui est du même ordre de grandeur que nos résultats. La légère différence entre la série de 2 µm et de 5 µm n'est pas expliquée mais n'est pas attribuable à une différence de mécanisme de déformation puisque les faciès après déformation sont sensiblement identiques quelques soit la taille du micro-pilier. Les volumes d'activation apparent*s* V_{app} sont calculés à partir de ces valeurs de sensibilité et selon deux hypothèses : la propagation de dislocations parfaites et la propagation de dislocations partielles de Shockley. Le cas des dislocations parfaites présente une incompatibilité entre la valeur trop faible du volume d'activation qui en découle ($V_{app} < 1\ b^3$) et le mécanisme de déformation associé (la propagation de défauts linéaires) pour lequel le volume d'activation apparent est théoriquement compris entre 1 b^3 et 10 b^3 [52]. Il apparaît que seule l'hypothèse des dislocations partielles de Shockley est cohérente avec la valeur V_{app} obtenue, celle-ci étant comprise entre 3 et 5 b^3 selon le diamètre des micro-piliers. Ce résultat est d'ailleurs en bon accord avec les données trouvées par Wheeler *et al*. [51] ($V_{app} = 4{,}4\ b^3 \pm 0{,}5$). Notons que les auteurs écartent eux aussi l'hypothèse des dislocations parfaites.

La caractérisation directe des dislocations est réalisée via des analyses TEM et HRTEM à partir d'une lame mince de type « transverse » (Figure III.17). Celle-ci est extraite à l'intersection des zones associées aux deux régimes de déformation décrits plus haut. Les défauts associés à ces deux régimes de déformation se retrouvent naturellement au sein de cette lame avec, d'un côté, une forte densité de dislocations témoignant d'une activité plastique complexe (zone de gonflement homogène) et, de l'autre, une succession de défauts parfaitement rectilignes liés aux bandes de glissement. Une

analyse en haute résolution de ces défauts rectilignes révèle qu'ils sont en fait constitués de nano-macles de quelques couches atomiques d'épaisseur. Ces nano-macles sont le résultat du glissement de dislocations partielles (de têtes) dans des plans atomiques voisins. Celles-ci ont nucléé en surface et se sont propagées jusqu'à aboutir à la surface opposée. Il semble que la plupart de ces nano-macles s'étendent d'un bout à l'autre de la lame ce qui suggère l'absence de nucléation de dislocations partielles de queue. Ceci est cohérent avec l'observation des bandes de glissement dont les marches en surface sont de hauteur trop faible pour être observables par MEB. En outre, les observations réalisées par MET sont en accord avec les valeurs du volume d'activation apparent compatible avec le glissement de dislocations partielles de Shockley. Dans la littérature, seule l'étude de Thilly *et al*. [50] présente une analyse MET d'un micro-pilier d'InSb déformé à 20°C : dans un pilier très peu déformé (3%), des défauts d'empilement avaient été observés dans la lame, ce qui reste en accord avec les résultats obtenus ici en considérant que ces observations de 2012 sont associées aux premiers stades de la formation des nano-macles.

Le glissement d'un grand nombre de dislocations partielles dans des plans parallèles nécessite un grand nombre de sources de dislocations. Comme indiqué dans la partie Partie AII.1.2.d.ii, la gravure FIB induit un endommagement non négligeable à la surface des micro-piliers, conduisant à l'amorphisation de la proche surface. Cette zone est susceptible de contenir des sites de nucléation de dislocations. En effet, Guénolé *et al*. [111] ont notamment démontré que l'interface entre une couche de Si amorphe et un monocristal de Si contient naturellement des défauts atomiques jouant le rôle de site privilégié de nucléation de dislocations. Ces résultats peuvent probablement être extrapolés au cas des micro-piliers d'InSb.

L'observation des nano-macles confirme que la déformation des micro-piliers d'InSb à 25 °C est gouvernée par la nucléation et la propagation de dislocations partielles de Shockley et ceci selon le mode GS. Plusieurs études avaient déjà évoqué ce mécanisme de déformation à température ambiante, à la fois dans le cas d'échantillons massif [47] et dans des micro-piliers [50,51]. Cela a été aussi démontré par les calculs des énergies de défauts d'empilement de Kumar *et al.* [49], et confirmé par les simulations de dynamique des dislocations en champ de phase (PFDD) réalisées dans cette étude. En effet, malgré les nombreuses limitations du code de PFDD utilisé, la dissociation des dislocations parfaites n'est obtenue que dans le cas du mode GS (Partie AChapitre VI). Cette dissociation intervient par ailleurs sans mouvement des dislocations parfaites initiales ce qui traduit un mécanisme favorable dans ce mode, et ce même à 0 K. La formation des nano-macles nécessite que les dislocations partielles nucléent préférentiellement dans des plans atomiques adjacents. Cela

suggère d'une part que les sources ne sont activées qu'une fois puisqu'elles n'émettent qu'une dislocation partielle (de tête). Si la contrainte continue à augmenter, il semble plus favorable de nucléer une nouvelle dislocation partielle de tête dans le proche voisinage plutôt que de nucléer la dislocation partielle de queue dans le même plan de glissement ; et ceci, malgré le coût énergétique lié au défaut d'empilement qui se propage dans tout le micro-pilier. La réduction de la taille des échantillons est supposée être responsable de ce mécanisme, comme une conséquence de l'augmentation du ratio *surface/volume* et des contraintes appliquées plus élevée que dans les échantillons massifs. En effet, l'augmentation de la proportion de surface conduit à l'augmentation statistique du nombre de sources de dislocations dans un micro-pilier, rendant la nucléation plus simple à activer dans des plans différents.

La présence de nano-macles dans la structure d'un matériau cristallin peut avoir un impact sur certaines de ces propriétés comme le rapporte Uttam *et al*. [112]. Dans le cas des semiconducteurs, plusieurs propriétés peuvent être impactées, à commencer par les propriétés optiques. Ainsi, Liu *et al*. [113] ont réalisé des calculs DFT afin de mesurer l'impact des macles sur un cristal de Si. Leur travail conduit à une augmentation du coefficient d'absorbance dans le domaine du visible du matériau en présence de macles. Expérimentalement, Wang *et al*. [114] ont démontré une diminution importante du spectre de photoluminescence de nanoparticules de Si contenant des nano-macles par rapport au nanoparticules sans défaut. Pour les structures « zinc blende », Bao *et al*. [115] ont montré une modification du spectre de photoluminescence dans des nano-fils d'InP en présence de nano-macles. Par ailleurs, les nano-macles peuvent influer sur les propriétés thermoélectriques des semiconducteurs. C'est ce que suggère Zhou *et al.* [116] qui ont intégré des nano-macles au sein d'hétérostructures de nano cristaux de Si, qui ont conduit à l'augmentation de la conductivité électrique et à la réduction de la conductivité thermique. Pour InSb, deux études indiquent que les joints de macles ont une influence sur la mobilité des électrons [117–119] dans des systèmes de très faibles dimensions. L'apparition de nano-macles dans des échantillons d'InSb de très faibles dimensions déformés à 25 °C, comme le démontre cette étude, a donc très probablement un impact sur les propriétés opto-électroniques du matériau. La déformation à température ambiante de composants électroniques miniaturisés à base d'InSb pourrait donc impacter leur fonctionnement.

C.2. Rappel des résultats et discussion : Si

Des essais de compressions ont aussi été réalisés sur des micro-piliers de Si à température ambiante pour des diamètres d'environ 1 µm. Deux axes de compressions ont été testés : une direction favorisant le glissement multiple de type ⟨110⟩ et une direction favorisant le glissement simple de type ⟨123⟩. Ces essais ont révélé un comportement mécanique différent de celui des micro-piliers d'InSb, avec une fragilité accrue qui a conduit à la rupture de beaucoup de micro-piliers de Si. Une déformation totale assez limitée a donc été appliquée pour limiter la ruine prématurée des micro-piliers. La transition fragile-ductile dimensionnelle du matériau est estimée entre 0,5 µm et 2 µm de diamètre selon les études ce qui signifie que les micro-piliers testés ici sont très proches, dimensionnellement, du domaine fragile. Toutefois, une activité plastique est constatée lors des essais avant la rupture de certains micro-piliers. Cela se retrouve sur les courbes de *contraintes-déformation* (Figures III.18 et III.19) qui montrent un régime plastique bien établi pour les deux orientations.

Les limites d'élasticité relevées pour les deux orientations sont présentées dans le Tableau C.2. Les valeurs trouvées sont en accord avec celles de la littérature malgré des vitesses de déformation et des orientations différentes, avec un ordre de grandeur compris entre 6 GPa et 8 GPa selon les études. Une comparaison directe peut être établie avec les données de Merabet *et al*. [38] dans le cas des micro-piliers d'axe ⟨110⟩. Une hausse de 1,2 GPa de $\sigma_{0,2}$ est constatée pour Merabet *et al.* pouvant s'expliquer par les dimensions des micro-piliers dix fois plus faibles et par une vitesse de déformation un peu plus de trois fois plus importante. La détermination des contraintes résolues dans le plan de glissement (contrainte CRSS) conduit aux valeurs suivantes : $2{,}91 \pm 0{,}08$ GPa pour les micro-piliers de Si d'axe ⟨110⟩ et $3{,}62 \pm 0{,}09$ GPa pour les micro-piliers de Si d'axe ⟨123⟩. La Figure C.1 présente un graphique provenant de l'article de Chen *et al*. [41] et répertoriant les contraintes CRSS issues de plusieurs études [14,33,36–38,120], en fonction des diamètres des micro-piliers. Les valeurs obtenues dans la présente étude y sont rajoutées (carré rouge plein et carré rouge vide). Les valeurs de contraintes CRSS (Tableau C.2), obtenues à partir de la Figure C.1, sont comprises entre 3 GPa et 4 GPa selon les études et ce, indépendamment de la technique de façonnage utilisée pour fabriquer les micro-piliers. Seules les données de Chen *et al*. (*« current work »* sur la Figure C.1) sont inférieures à nos valeurs ($\tau_{CRSS} \approx 2{,}3$ GPa), pour les micro-piliers réalisés par gravure FIB. Ce graphique montre que nos valeurs de contraintes CRSS sont en accord avec la littérature. Par ailleurs, Chen *et al.* [41] n'ont pas réussi à déclencher la plasticité dans des micro-piliers de Si de

diamètre supérieur à 0,5 µm fabriqués par gravure FIB et expliquent cela par la mauvaise qualité de surface des micro-piliers créés à partir de cette technique. A contrario, nos résultats montrent qu'il est possible de déclencher de la plasticité dans des micro-piliers de Si de 1 µm de diamètre façonné par gravure FIB, sous réserve d'un soin particulier appliqué à leur fabrication pour limiter l'introduction de défauts.

Tableau C.2. *Limites d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et contraintes résolues dans le plan de glissement τ_{CRSS} dans le cas de Si : résultats de la présente étude comparés à quelques résultats de la littérature.*

Echantillon	Orientation	$\sigma_{0,2}$	τ_{CRSS}	Remarques
Micro-piliers de 1 µm	⟨110⟩	7,1 GPa	2,9 GPa	$1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}
Micro-piliers de 1 µm	⟨123⟩	7,7 GPa	3,6 GPa	$1{,}5.10^{-4}$ s^{-1}
Micro-piliers de 250 nm à 300 nm	⟨100⟩	5 à 7 GPa	2,4 GPa	Östlund *et al.* [36]
Micro-piliers de 500 nm	⟨100⟩	6 à 7 GPa	2,5 GPa	Chen *et al.* [41] 5.10^{-5} s^{-1}
Micro-piliers de 100 nm	⟨110⟩	8,3 GPa	3,4 GPa	Merabet *et al.* [38] $5{,}4.10^{-4}$ s^{-1}

Des chutes de contraintes sont visibles sur les courbes *contrainte-déformation* de nos micro-piliers de Si et ceux-ci s'apparentent vraisemblablement à des avalanches de dislocations. Comme expliqué pour InSb, ces évènements sont caractéristiques des cristaux avec une densité de défauts très faible, voire nulle, avant déformation.

Les micrographies MEB réalisées sur les micro-piliers de Si mettent en évidences des lignes de glissement à la surface (Figures III.20 et III.21). Dans le cas des micro-piliers d'axe ⟨110⟩, plusieurs lignes de glissement d'orientation différentes sont présentes, confirmant l'activation d'un glissement multiple. Dans le cas des micro-piliers d'axe ⟨123⟩, l'orientation des différentes lignes de glissement est identique ce qui est cohérent avec l'activation d'un seul système de glissement. Dans les deux cas, le faciès après déformation est similaire et peut se résumer selon les remarques suivantes :

- La déformation est confinée au sommet des micro-piliers et ne se propage pas sur toute la hauteur des micro-piliers. Cela est principalement dû au *taper* important (> 3,5°) induit par la gravure FIB.
- Les lignes de glissement se révèlent être localisées dans quelques plans de glissement seulement, donnant lieu à des marches marquées en surface et visibles sur les micrographies MEB.

Le mécanisme conduisant à la localisation du cisaillement est généralement associé à la présence d'une source de défauts (ici préférentiellement localisée en surface) générant un grand nombre de dislocations dans le même plan de glissement. Cela conduit ainsi à une accumulation du cisaillement dans un seul plan de glissement, produisant une marche importante en surface. Une telle observation plaide donc en faveur de la nucléation de dislocations parfaites.

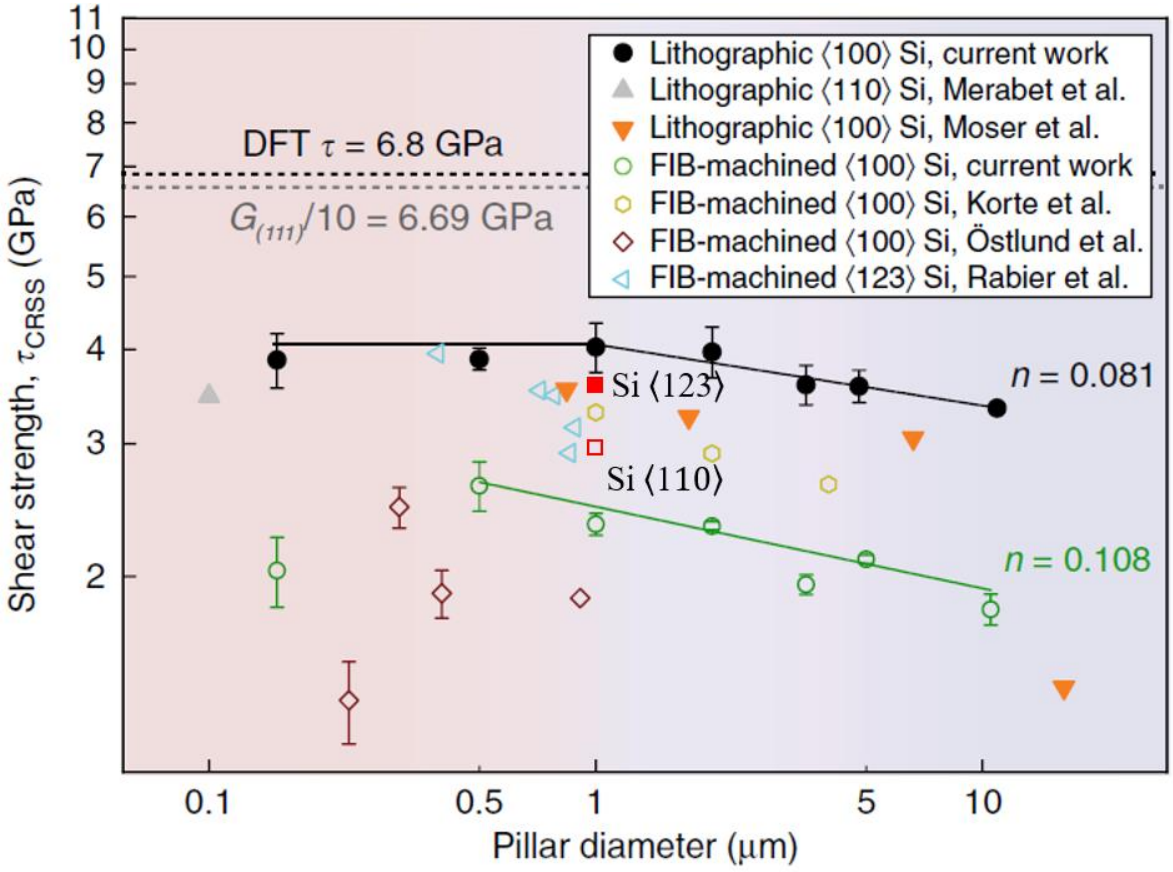


Figure C.1. *Contrainte critique résolue dans le plan de glissement en fonction de la dimension des dimensions des micro-piliers de Si déformé à température ambiante. Ce graphique est extrait de l'article de Chen et al.* [41]. *Références citées :* [14,33,36–38,120]. *Nos valeurs sont localisées par le carré rouge plein et le carrés rouge vide.*

La lame mince de type « longitudinale » réalisée sur un micro-pilier déformé suivant une direction ⟨123⟩ met en évidence le cisaillement occasionné par le glissement des dislocations dans les plans primaires de type ⟨111⟩ (Figure III.22). L'analyse réalisée par MET confirme que la déformation est induite par la nucléation et la propagation de dislocation parfaites selon le système de glissement de type ⟨110⟩{111} (Figure III.23). Ce résultat est cohérent avec les résultats de Chen *et al*. [41] où des dislocations parfaites ont été observées pour des micro-piliers d'environ 1 μm de diamètre fabriqués par lithographie. A noter que la présence de défauts d'empilements est rapportée pour toutes les dimensions testées dans les travaux de Chen *et al.* alors qu'aucun défaut de ce type n'est observé dans notre étude. Les auteurs suggèrent que la présence de dislocations parfaites est favorisée dans le cas des petites tailles de micro-piliers et pour des régimes de contraintes élevées, ce qui est applicable à notre cas. Merabet *et al*. [38] ont aussi montré la présence de dislocations parfaites faiblement dissociées dans Si à température ambiante, pour des micro-piliers de plus petite taille (100 nm de diamètre). Nos résultats sont donc cohérents avec toutes les études similaires faisant état d'une plasticité induite par la propagation de dislocations parfaites.

Enfin, la Figure C.2 montre la séparation en deux segments A et B du plan de glissement primaire {111}. Le segment B semble ainsi dévier et glisser dans un autre plan non identifié. Ce type de défaut semble très similaire à ceux observés par Merabet *et al.* [38] et présentés dans la Figure C.3. Ces défauts sont identifiés par les auteurs comme étant des régions désordonnées appartenant au plan {115} qui sont systématiquement nucléés depuis les plans primaires {111}. Un mécanisme de cisaillement, additionné à une possible transformation de phase, est alors suggéré par les auteurs pour expliquer cette morphologie particulière. Par ailleurs, l'étude de Tan *et al*. [40] a montré l'existence d'un réarrangement des atomes de silicium dans des plans {115} lors de la compression uni-axiale d'un wafer de Si orienté ⟨110⟩. Dans ce cas, une transformation de phase apparaît, faisant passer le Si d'une structure cubique à une structure hexagonale. Dans notre étude, le plan de ce défaut singulier n'est pas identifié mais le mécanisme pourrait être similaire puisqu'il semble issu d'une déviation depuis le plan primaire {111}. Cependant, il faut préciser que l'étude de Tan *et al*. a été réalisée en température et non à 25 °C. La forte augmentation de la contrainte induite par la réduction de la taille de l'échantillon pourrait être une piste afin d'expliquer l'apparition de ces défauts dans les micro-piliers, à température ambiante.

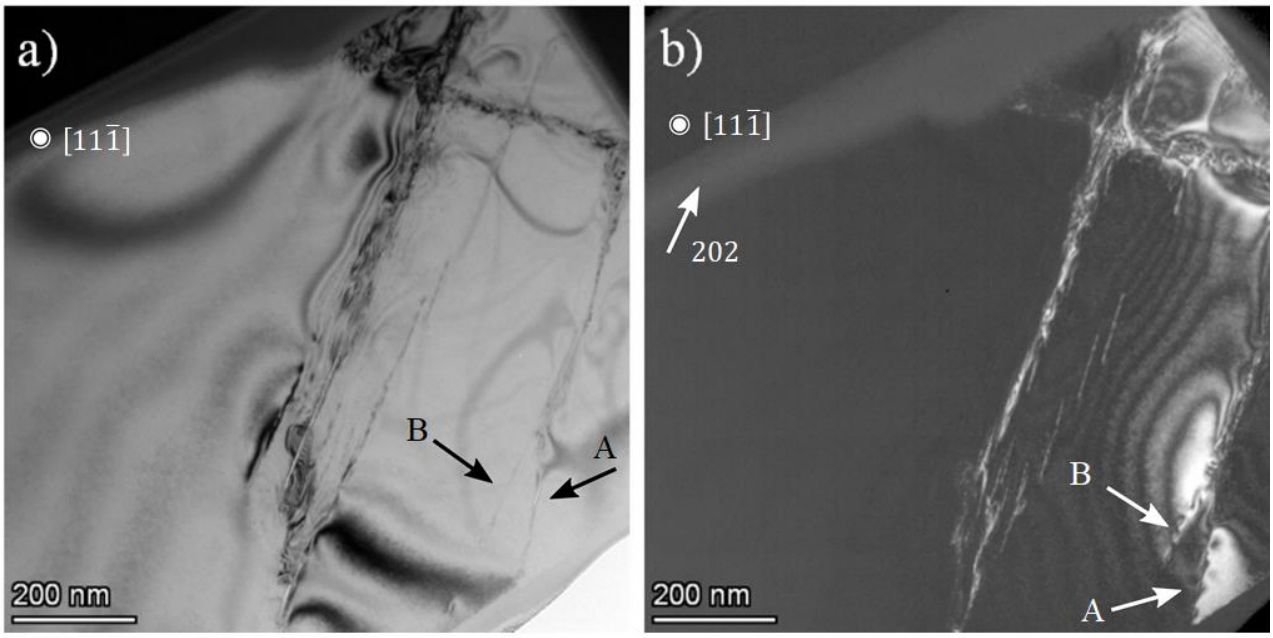


Figure C.2. *Micrographies MET en faisceau faible de la zone déformée du micro-pilier de Si ⟨123⟩ présenté en Figure III.21.a). a) champ clair et b) champ sombre avec identification des deux segments A et B.*

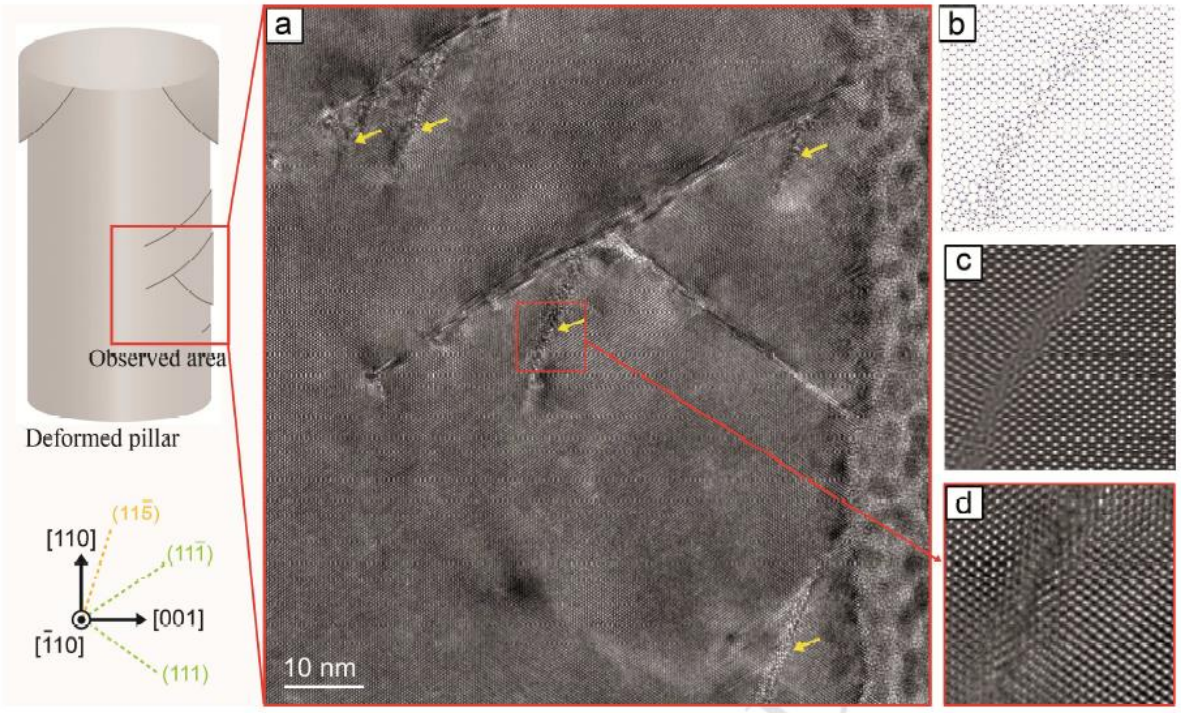


Figure C.3. *a) micrographie HRTEM de défauts de transition observés dans un micro-piliers de Si déformé, b) simulation de dynamique moléculaire d'un défaut de transition, c) image HRTEM simulée à partir de la simulation en b) et d) image HRTEM expérimental du défaut* [38].

C.3. Rappel des résultats et discussion : GaN

Des essais de compressions ont été réalisés à température ambiante sur des micro-piliers de GaN de 2µm et 4 µm de diamètre. Une déformation importante a pu être atteinte, supérieure à 10%, et cela avec un nombre très limité de fissures. Ces résultats sont en accord avec les études de Sung *et al*. [67] et de Wheeler *et al.* [68] dans lesquelles des micro-piliers de GaN de diamètre compris entre 1 µm et 4 µm ont été déformés à température ambiante. Les limites d'élasticité relevées dans ces études sont reportées dans le Tableau C.3, ainsi que les contraintes résolues dans les plans de glissement associées. Une comparaison avec les données issues de la littérature montre que nos valeurs sont inférieures mais il convient de préciser que les axes des micro-piliers ne sont pas les mêmes. Par conséquent, les systèmes de glissement sont différents : il s'agit des plans pyramidaux avec des dislocations de type $\langle c + a \rangle$ dans les références [67] et [68] alors qu'il s'agit des plans prismatiques avec des dislocations de type $\langle a \rangle$ dans notre cas. Cette différence implique une nature différente des dislocations avec notamment des vecteurs de Burgers de norme plus élevée dans le cas des plans pyramidaux. En somme, la propagation des dislocations de type $\langle c + a \rangle$ nécessite une énergie d'activation supérieure en comparaison des dislocations de type $\langle a \rangle$, ce qui entraine une augmentation de la contrainte à appliquer pour déclencher la plasticité.

Tableau C.3. *Limites d'élasticité $\sigma_{0,2}$ et contraintes résolues dans le plan de glissement τ_{CRSS} dans le cas de GaN : résultats de la présente étude comparés à quelques résultats de la littérature.*

Echantillon	Orientation	$\sigma_{0,2}$	τ_{CRSS}	Remarques
Micro-piliers de 2 µm	$(\bar{2}110)$	4,7 GPa	2,0 GPa	$4{,}1.10^{-4}$ s^{-1}
Micro-piliers de 4 µm	$(\bar{2}110)$	4,1 GPa	1,8 GPa	$4{,}1.10^{-4}$ s^{-1}
Micro-piliers de 1 µm	(0001)	10 GPa	-	Sung *et al.* [67] 10^{-3} s^{-1}
Micro-piliers de 3 à 4 µm	(0001)	7,85 GPa	2,7 GPa	Wheeler *et al.* [68] 2.10^{-3} s^{-1}

Les micrographies des faciès après déformation, ainsi que les vidéos *in situ* des essais mécaniques montrent des lignes de glissement se propageant le long des micro-piliers de GaN (Figures III.30, III.31 et III.33). Ces lignes sont localisées dans quelques plans de glissement,

occasionnant des marches en surface importantes. Aucune différence notable n'est visible entre les faciès associés aux deux tailles de diamètre testées. Deux systèmes de glissement sont activés et une analyse des angles entre la direction de compression et le plan de glissement permet de confirmer que le cisaillement intervient bien selon les deux systèmes de glissement prismatiques attendus. Le faciès caractéristique des micro-piliers de GaN rappelle celui constaté sur les micro-piliers de Si, à la différence près que, pour GaN, la plasticité a été déclenchée le long des micro-piliers. A noter que des fissures verticales apparaissent aux sommets des micro-piliers ayant subi une déformation importante. Celles-ci sont probablement une conséquence de cette forte déformation, qui entraine un déplacement latéral du sommet du fait du frottement occasionné avec le poinçon plat : cela peut ainsi provoquer l'ouverture de ces fissures verticales.

Des essais de sauts de vitesse de déformation (Figures III.28 et III.29 pages 133 et 134) ont permis d'accéder à la sensibilité *m* : 0,027 ± 0,006 pour la série de 2 µm de diamètre et 0,022 ± 0,003 pour la série de 4 µm. Ces résultats sont en accords avec la sensibilité calculée par Wheeler *et al.* qui vaut 0,023 ± 0,007. Les volumes d'activation apparents calculés selon l'hypothèse des dislocations parfaites à partir de ces sensibilités sont les suivants : 1,4 ± 0,1 b^3 pour la série de 2 µm et 1,7 ± 0,2 b^3 pour la série de 4 µm. En parallèle, ces volumes sont aussi calculés pour l'hypothèse des dislocations partielles : 7,5 ± 0,7 b^3 pour les micro-piliers de 2 µm et 8 ± 1 b^3 pour les micro-piliers de 4 µm. Premièrement, toutes ces valeurs de volumes d'activation sont compatibles avec les mécanismes de déformation qui leur sont associés [52]. Ainsi, les deux hypothèses semblent valables à ce stade. Notons que Wheeler *et al.* [68] calcule des volumes d'activations de l'ordre de 0,17 ± 0,05 b^3 ce qui n'est, à priori, pas compatible avec la propagation de dislocations. Cependant, la comparaison entre nos résultats et cette étude doit être effectuée avec précaution puisque les systèmes de glissement déclenchés ne sont pas de même nature.

Une lame mince de type « longitudinale » a permis la caractérisation des dislocations présentes dans un micro-pilier déformé. En premier lieu, les deux systèmes de glissement prismatiques attendus sont bien activés. Une densité importante de dislocations est visible sur la Figure III.36 (page 145) : cette difficulté a été contournée en utilisant la technique de LACBED, combinée à une étude de la projection stéréographique de la lame, afin de caractériser les défauts dans chacun des deux plans de glissement prismatiques. Ainsi, la déformation des micro-piliers de GaN à température ambiante est associée à la nucléation et la propagation de dislocations parfaites, ici de vecteur de Burgers $^{a}/_{3}\,[11\bar{2}0]$ et $^{a}/_{3}\,[1\bar{2}10]$ correspondant bien aux plan prismatiques $(\bar{1}010)$ et

$(\bar{1}100)$. Des dislocations hors de ces plans prismatiques sont aussi visibles : elles apparaissent quasiment parallèles à la direction de compression. L'analyse par LACBED permet de conclure qu'il s'agit de dislocations parfaites de vecteur de Burgers $^{a}/_{3}\,[\bar{2}110]$ correspondant effectivement à la direction de compression. Le plan de glissement de cette dislocation n'est pas clairement établi mais pourrait correspondre au plan basal. Un premier mécanisme impliquant du glissement dévié depuis l'un des plans prismatiques vers le plan basal pourrait donc être impliqué. Cependant, il faut rappeler que le plan basal est initialement parallèle à la direction de compression et qu'il n'est donc initialement pas possible de le déclencher. Seule une modification des conditions de contrainte en cours d'essais pourrait faire augmenter la valeur du facteur de Schmid associée au plan basal et ainsi expliquer la présence de cette dislocation. Un deuxième mécanisme pourrait relever de l'interaction entre les deux plans de glissement prismatiques donnant lieu à une réaction induisant le glissement de cette dislocation dans le plan basal. Des analyses complémentaires sont nécessaires afin de déduire le mécanisme associé à l'apparition de cette famille de dislocations.

C.4. Conclusion générale

La déformation plastique de micro-piliers de semiconducteurs a été étudiée ici afin de déterminer les mécanismes de déformation associés à la transition fragile-ductile dimensionnelle de ces matériaux. Trois matériaux ont été sélectionnés : le silicium, l'antimoniure d'indium, et le nitrure de gallium. Ce travail a nécessité la combinaison de moyens expérimentaux et numériques variés.

En premier lieu, il a été nécessaire de mettre en œuvre différents protocoles de gravure des micro-piliers, ainsi que des protocoles d'extraction et d'amincissement pour produire les lames de MET indispensables à la caractérisation des défauts. La mise au point de ces protocoles a nécessité un grand nombre d'essais ainsi qu'un temps important afin d'obtenir des résultats satisfaisants. Ensuite, les déformations ont été réalisées à l'aide d'un nano-indenteur *in situ* permettant de combiner les essais mécaniques avec l'acquisition de vidéos des déformations, utiles à la compréhension des mécanismes macroscopiques de déformation. Pour cela, l'intégration du nano-indenteur au sein du FIB, ainsi que la mise en place d'un protocole de déformation *in situ* ont été développés pour répondre aux besoins de l'étude. De plus, des essais de sauts de vitesse de déformation ont été mis en œuvre afin d'identifier de manière indirecte les mécanismes de déformation mis en jeu. Ensuite, plusieurs techniques d'analyses ont permis de caractériser les dislocations selon le matériau :

- L'observation des faciès des micro-piliers après déformation en association avec les vidéos de compression,
- L'observation de lames minces par microscopie électronique en transmission selon plusieurs techniques : la méthode de mise hors contraste des défauts, l'observation en haute-résolution et la diffraction LACBED.

En complément des travaux expérimentaux sur InSb, des simulations de PFDD ont été réalisées en collaboration avec l'équipe de recherche d'Irene BEYERLEIN de l'Université de Santa-Barbara en Californie, afin d'améliorer la compréhension des mécanismes de déformation associés à la déformation de ce matériau.

Pour InSb, la déformation des micro-piliers a confirmé la possibilité de déclencher un comportement ductile, avec un régime plastique bien établi et associé à des déformations importantes. Des essais incluant des sauts de vitesse de déformation ont permis la détermination du volume d'activation apparent, qui est compatible avec la propagation de dislocations partielles de Shockley. L'analyse par MET révèle la présence de nano-macles dont le mécanisme de formation implique

effectivement la nucléation et la propagation dans des plans atomiques voisins de dislocations partielles (de tête).

Dans le cas du Si, la déformation plastique des micro-piliers fabriqués par gravure FIB est clairement démontrée à température ambiante, même pour des diamètres de 1 µm. Le comportement ductile du matériau reste cependant combiné à une fragilité importante qui restreint la réalisation d'essais mécaniques variés (notamment avec sauts de vitesse). De ce fait, seules des vitesses de déformation faibles associées à des déformations limitées ont été réalisées. Une activité plastique a néanmoins été observée dans la plupart des micro-piliers dont les faciès témoignent d'une forte localisation du cisaillement. L'analyse par MET confirme la présence de dislocations parfaites se propageant selon les systèmes de glissement attendus, occasionnant un cisaillement localisé important.

Enfin, la déformation des micro-piliers de GaN à température ambiante a mis en évidence le comportement ductile du matériau. L'analyse des faciès après déformation montre une localisation importante du cisaillement similaire au cas du Si, ce qui laisse penser à la propagation de dislocations parfaites. Le calcul des volumes d'activation ne permet cependant pas de trancher entre la propagation de dislocations parfaites et la propagation de dislocations partielles. En outre, l'analyse par LACBED de plusieurs dislocations contenues dans une lame mince provenant d'un micro-piliers déformé permet de trancher à la faveur de la nucléation et la propagation de dislocations parfaites selon les deux plans de glissement prismatiques attendus.

Pour les trois matériaux, les mécanismes mis en évidence ont été comparés à la littérature, venant confirmer l'état de nos connaissances (cas du Si), le compléter (cas de l'InSb) voire le renseigner pour la première fois (cas du GaN).

C.5. Perspectives

Pour compléter ce travail, quelques pistes d'études sont données ici :

Pour InSb, il serait intéressant d'étudier plus en détail la structure des nano-macles pour mieux saisir leur évolution au fur et à mesure que la contrainte augmente. En particulier, la lame présentée dans cette étude n'a pas permis d'effectuer des analyses HRTEM plus poussées alors qu'elle révèle un contraste particulier au voisinage du joint de macle. Ce contraste pourrait être lié à la présence de dislocations partielles en cours de propagation, faisant ainsi croître la macle. De plus, l'intégration de la prise en compte de la température pour les simulations PFDD permettrait de se rapprocher des conditions expérimentales et une comparaison des contraintes nécessaires pour déclencher la dissociation serait intéressante.

Concernant le silicium, une étude plus poussée comprenant de la microscopie en haute-résolution pourrait être envisagée afin de caractériser finement la déviation hors du plan de glissement primaire associée au défaut identifié dans la Figure III.23. De plus, d'autres lames devraient être fabriquées afin de confirmer l'absence de défauts d'empilement constatée dans cette étude, contrairement à d'autres travaux.

Concernant GaN, d'autres lames mines seraient aussi nécessaires pour étudier plus finement par MET les dislocations labélisés γ afin de déterminer leur plan de glissement et par conséquent le mécanisme à l'origine de leur présence hors des plans de glissement primaires.

Annexe

Annexe 1

Cette annexe présente les simulations SRIM (*Stopping and Range of Ions in Matter*) réalisées pour évaluer l'impact du faisceau d'ions sur les échantillons de Si, InSb et GaN. Deux configurations de gravure sont à considérer dans le cas du protocole de fabrication des micro-piliers établi dans la partie Partie AII.1.2.c : un faisceau accéléré à 30 kV positionné à 90° par rapport à la surface (façonnage du pilier) et une configuration à 16 kV alignée à 0° par rapport à la surface (ajustement de la hauteur). La Figure 1.1 offre une représentation schématique de l'angle α paramétrable dans les simulations SRIM. Dans le cas de la fabrication d'une lame mince de microscopie, l'échantillon présente un faible basculement (environ 3° maximum) ce qui permet de considérer cette étape très proche d'un angle de 90° pour les simulations SRIM suivantes. Pour une meilleure compréhension de la géométrie, il est plus simple de considérer la surface définie par le logiciel comme étant le bord cylindrique du micro-pilier, le sommet du micro-pilier correspondant ainsi à la surface de l'échantillon. Le logiciel utilisé pour évaluer qualitativement l'endommagement est le logiciel SRIM [121,122], dans sa version de 2008 [123]. Ce logiciel, assez répandu, est basé sur la simulation de type Monte Carlo, définissant des tirs d'ions au hasard sur une couche de matière définie. Cette couche est déterminée par les atomes la constituant, par sa densité volumique et sa stœchiométrie. Le paramètre le plus important reste l'énergie seuil à communiquer à un atome cible pour l'éjecter de son site définitivement (création de défauts ponctuels). Il faut noter que la structure cristallographique du matériau n'est pas prise en compte par la simulation, le logiciel considérant uniquement l'énergie d'éjection des atomes cibles et la densité du matériau. Par conséquent, la couche de l'échantillon définie est considérée comme amorphe et respecte par ailleurs la stœchiométrie indiquée. Tout phénomène impliquant une orientation particulière du cristal ne peut pas être considéré par ces simulations (endommagement plus important suivant une direction par exemple).

Ici, deux études distinctes par matériau (InSb, Si et GaN) ont été réalisées : une première évaluant l'influence de l'angle d'incidence α pour 6 valeurs d'angle à 30 kV (0°, 20°, 40°, 60°, 80° et 89,9°) ; une seconde étude montrant l'influence de l'énergie des ions incidents pour un angle de 0° et pour 5 valeurs distinctes d'énergie (30 kV, 16 kV, 8 kV, 5 kV et 2 kV) correspondant aux valeurs accessibles au sein du FIB. La simulation est paramétrée en mode « *Detailed Calculation with full Damage Cascades* » et sans graphique affiché afin d'augmenter la vitesse de calcul. Une épaisseur de matériau cible de 80 nm est paramétrée et les densités volumiques de chaque matériau sont

entrées : 5,78 g.cm^{-3} pour InSb, 2,33 g.cm^{-3} pour Si et enfin 6,15 g.cm^{-3} pour GaN. Les fichiers comprenant la distribution des ions Ga dans l'échantillon et les dommages subis par le matériau sont récupérés après la simulation de 99 999 ions. L'endommagement du matériau se présente alors sous l'unité *Vacancies/(Angström.Ion)*, abrégée $^{N_d}/_{N_i \times Å}$ où N_d est le nombre de déplacement, N_i le nombre d'ions et *e* l'épaisseur (à convertir en cm), qu'il faut transformer en déplacement par atome cible (DPA ou DPA.s^{-1} ici), abrégé $\frac{N_d}{N_a}$ où N_a est le nombre d'atomes cibles. La formule suivante permet cette conversion afin d'obtenir des DPA, avec σ la densité atomique en at.cm^{-3} ($^{N_a}/_{cm^{-3}}$) et Φ la fluence en ions.cm^{-2}.s^{-1} ($^{N_i}/_{cm^{-2}}$) :

$$\frac{N_d}{N_a} = \frac{N_d}{N_i \times e} \times \frac{\Phi}{\sigma} \qquad 1.1$$

La fluence est le seul paramètre dépendant de l'expérience elle-même : il s'agit en fait de la dose ionique sur un intervalle de temps défini. Ce paramètre reste difficile à estimer au FIB et comme les temps de gravure varient selon les tailles de micro-piliers souhaitées, une normalisation à l'unité des DPA.s^{-1} a été réalisée (correspondant à une fluence de 10^{15} ions.cm^{-2}.s^{-1}). Finalement, seule la profondeur de pénétration des ions est importante ainsi que le parcours moyen projeté R_p définissant la profondeur de plus forte concentration en ions et son écart-type ΔR_p. L'objectif est donc de minimiser ces deux paramètres, se traduisant par une minimisation de l'endommagement des couches atomiques à la proche surface.

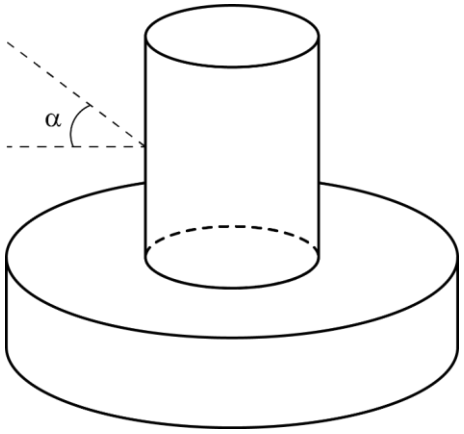


Figure 1.1. *Schéma d'un micro-pilier sur son piédestal avec l'angle d'incidence α du faisceau d'ions définie dans les simulations SRIM : les simulations se rapprochent des conditions expérimentales lorsque l'angle α se rapproche de 90°.*

Les simulations concernant InSb sont présentées sur la Figure 1.2. La profondeur d'endommagement relevée en DPA en fonction de l'énergie des ions incidents (Figure 1.2.a) diminue fortement à mesure que l'énergie baisse : celle-ci passe alors d'un endommagement sur un peu plus de 40 nm pour 30 kV à seulement 5 nm pour une énergie de 2 kV. Le parcours moyen projeté R_p et son écart-type ΔR_p (Figure 1.2.b) confirment cette tendance passant respectivement de 13 et 22 nm pour 30 kV à 2,5 et 4 nm pour 2 kV. L'intensité de l'endommagement est fortement réduite par la diminution de l'énergie des ions incidents (Figure 1.2.a) passant de 5 pour une énergie de 30 kV à un peu moins de 2 pour 2 kV. Sur la Figure 1.2.c) est présentée l'évolution de la profondeur d'endommagement en DPA en fonction, cette fois-ci, de l'angle d'incidence du faisceau d'ions pour une énergie constante de 30 kV. L'endommagement reste largement contenu dans les couches de surface pour les angles supérieurs à 80° avec une profondeur bien inférieure à 20 nm. En augmentant l'angle petit à petit, la profondeur se concentre à la surface de l'échantillon avec une intensité de l'endommagement qui augmente elle aussi. Pour un angle de 89,9°, soit quasiment les conditions de façonnage des micro-piliers, l'intensité de l'endommagement est pratiquement divisée par trois par rapport à l'angle de 80°. Cela conforte l'idée que l'impact sur les bords cylindriques des micro-piliers d'InSb est très faible avec le protocole établi plus haut. Enfin, cette tendance est à nouveau vérifiée par l'analyse du R_p et du ΔR_p qui diminuent tous les deux lorsque l'angle se rapproche de 90°.

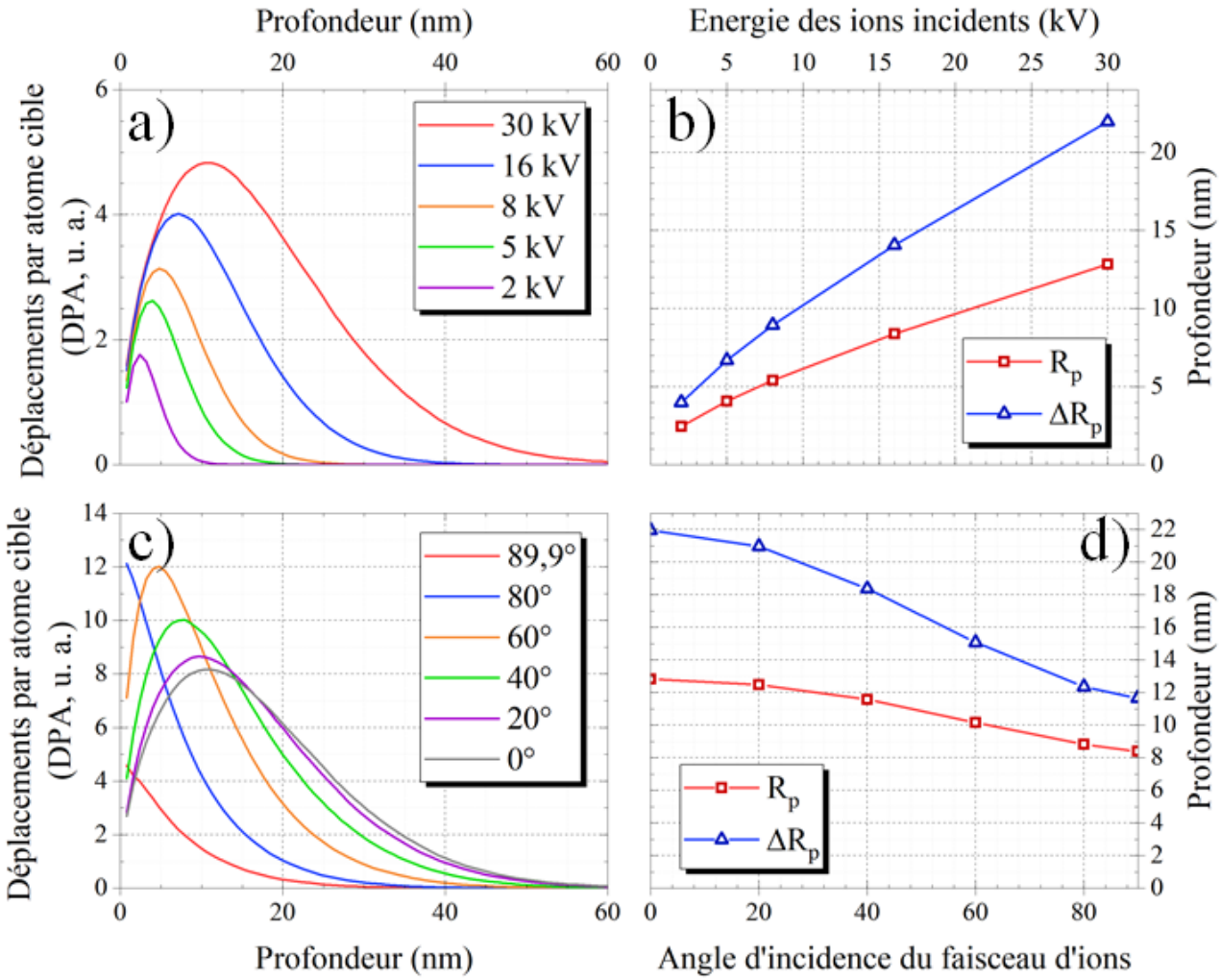


Figure 1.2. *Simulations SRIM concernant l'endommagement d'un échantillon d'InSb : a) DPA suivant l'énergie des ions, b) Rp et ΔRp suivant l'énergie des ions, c) DPA suivant l'angle d'incidence du faisceau d'ions et d) Rp et ΔRp suivant l'angle d'incidence du faisceau.*

La Figure 1.3.a) montre la profondeur d'endommagement en fonction de l'énergie des ions incidents pour Si : à l'instar d'InSb, en réduisant l'énergie, la profondeur de pénétration diminue passant d'un peu moins de 60 nm pour 30 kV à 10 nm pour 2 kV. Le R_p et ΔR_p en Figure 1.3.b) confirment l'évolution décrite et rejoignent les conclusions apportées pour InSb. De même en ce qui concerne l'évolution selon l'angle d'incidence (Figure 1.3.c), l'endommagement est drastiquement réduit et contenu à la surface lorsque l'incidence approche 90°. L'évolution montre un endommagement profond mais peu intense pour les angles inférieurs à 80°. L'intensité augmente alors pour 80° avant de diminuer pour 89,9°, indiquant qu'un angle proche de la tangente à la surface

a peu d'impact. Cela est nettement visible sur le parcours projeté et son écart type en Figure 1.3.d) : le R_p passe de 10 nm à 5,5 nm et le ΔR_p de 28 nm à 8 nm.

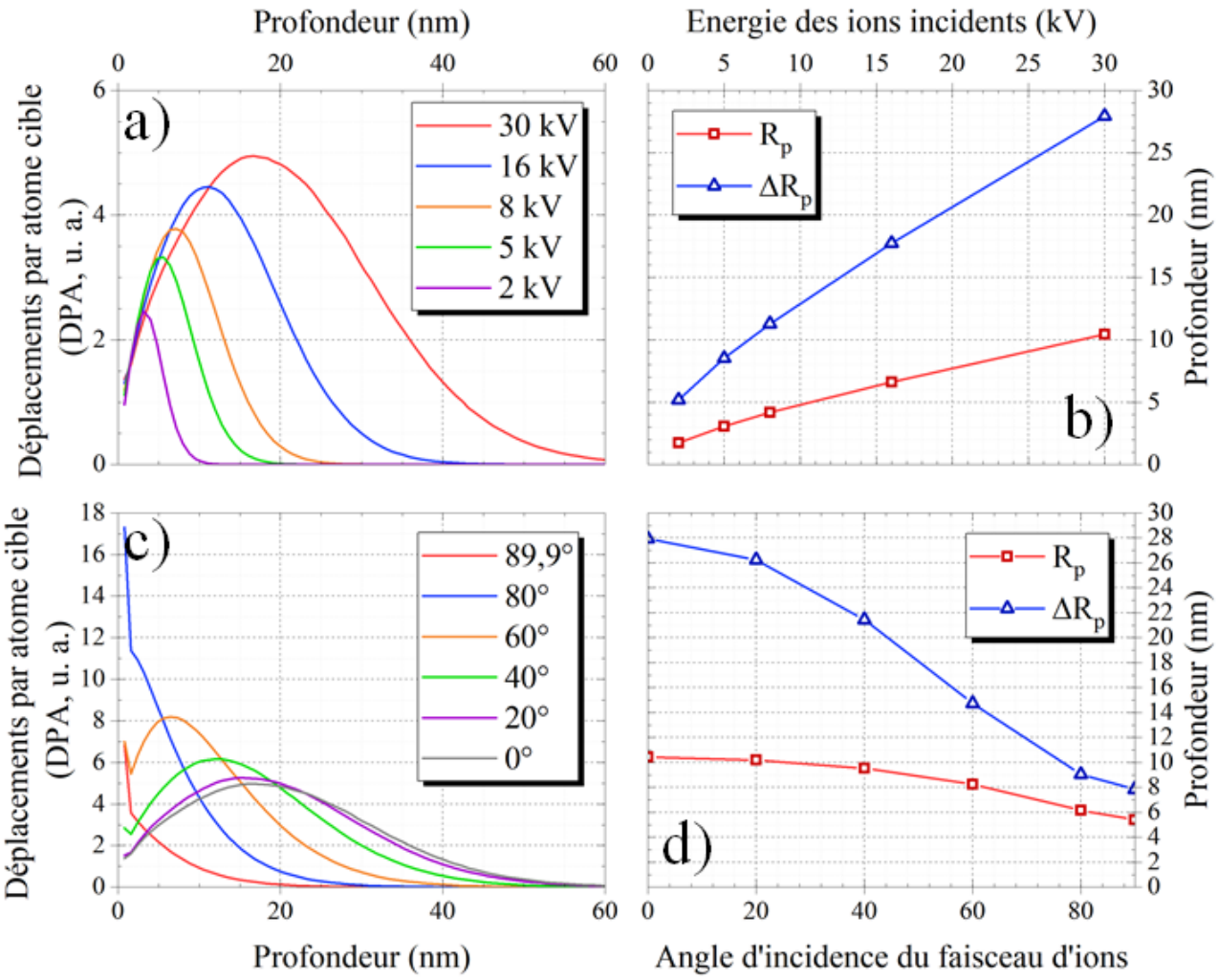


Figure 1.3. *Simulations SRIM concernant l'endommagement d'un échantillon de Si : a) DPA suivant l'énergie des ions, b) Rp et ΔRp suivant l'énergie des ions, c) DPA suivant l'angle d'incidence du faisceau d'ions et d) Rp et ΔRp suivant l'angle d'incidence du faisceau.*

Les simulations pour GaN sont présentées sur la Figure 1.4 et des tendances très similaires à InSb et au Si sont observées ici. Sur la Figure 1.4.a), la profondeur d'endommagement passe de 30 nm pour 30 kV à 5 nm pour 2 kV. L'intensité en DPA est aussi réduite passant de 3,5 à 1,5. Le R_p et ΔR_p correspondant illustrent l'impact important de cette réduction d'énergie (Figure 1.4.b) avec un passage de 6,5 à 1 et de 14 à 2,5 respectivement. La Figure 1.4.c) montre l'influence de l'angle d'incidence du faisceau d'ions : au-dessus de 80°, l'endommagement est limité aux couches atomiques de la proche surface et l'intensité est la plus faible pour un angle de 89,9°. De même, le R_p

et ΔR_p passent respectivement de 6,5 à 3,5 et de 14 à 5,5 environ (Figure 1.4.d). Il faut noter que les profondeurs d'endommagement dans le cas du GaN sont plus faibles que pour InSb et Si, se positionnant autour de 20 nm dans les cas les plus extrêmes alors que cette profondeur atteint largement 40 nm pour les deux autres matériaux. Cela peut s'expliquer par la présence de Ga dans la structure du GaN qui tend à réduire les défauts induits de type lacunes, atomes interstitiels ou de substitution. En effet, les atomes de substitution interviennent nécessairement dans le cas de l'azote N, tandis que les lacunes et les atomes interstitiels sont fortement réduits par la possibilité d'annihilation des défauts provoqués par l'implantation d'un élément commun à la structure initiale.

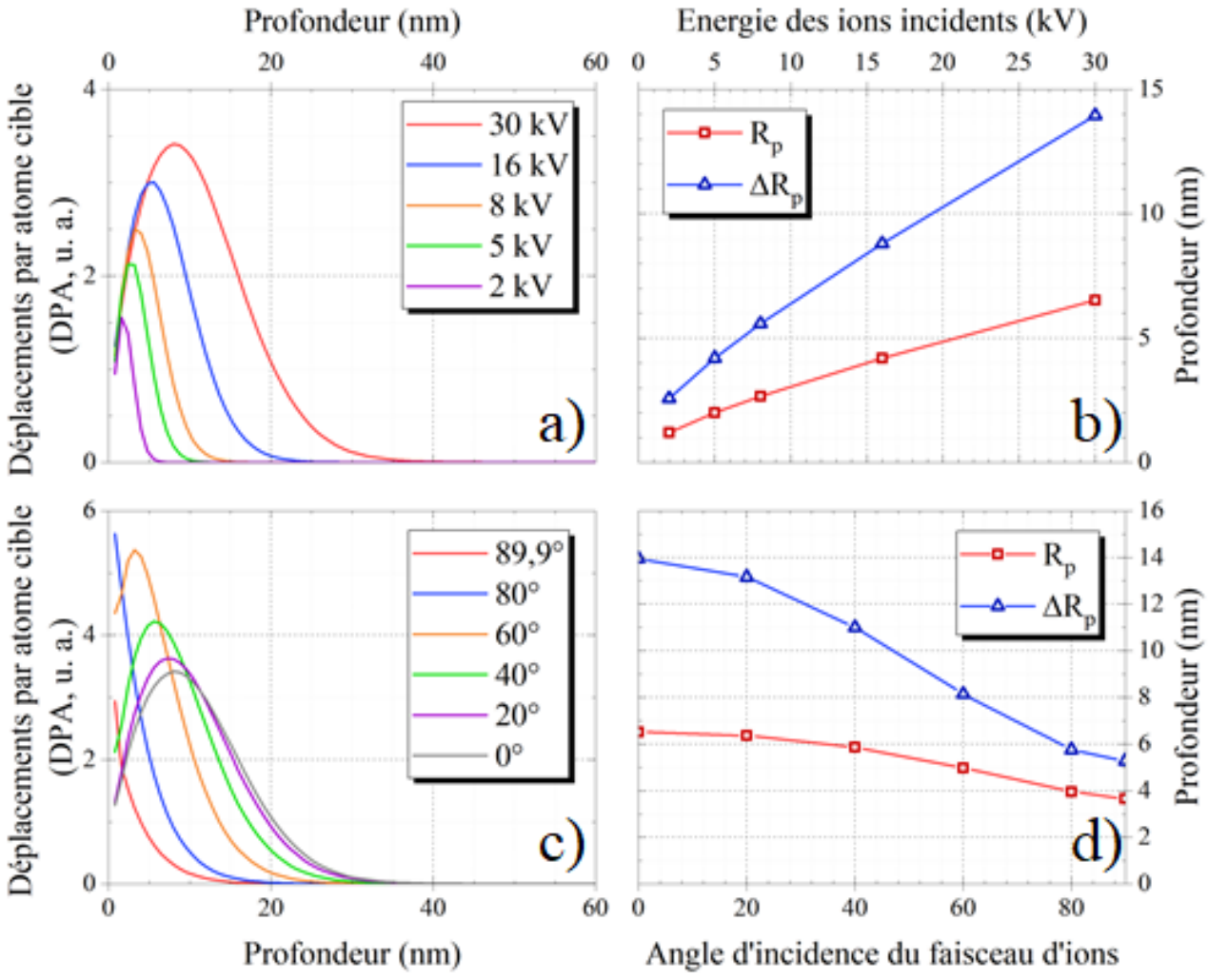


Figure 1.4. *Simulations SRIM concernant l'endommagement d'un échantillon de GaN : a) DPA suivant l'énergie des ions, b) Rp et ΔRp suivant l'énergie des ions, c) DPA suivant l'angle d'incidence du faisceau d'ions et d) Rp et ΔRp suivant l'angle d'incidence du faisceau.*

Ces simulations montrent l'impact de l'angle d'incidence du faisceau et de la tension d'accélération des ions sur l'endommagement subit par l'échantillon. Cet endommagement est minimisé lorsque l'angle, entre la normale à la surface et le faisceau d'ions, se rapproche de 90° ; ainsi que pour des tensions faibles. Ces conclusions sont valables pour chacun des trois matériaux.

Références

[1] J. Friedel, *Dislocations* (Pergamon Press Ltd., 1964).

[2] P. Pirouz, *Deformation Mode in Silicon, Slip or Twinning?*, Scr. Metall. **21**, 1463 (1987).

[3] A. S. Côté, R. Darkins, and D. M. Duffy, *Deformation Twinning and the Role of Amino Acids and Magnesium in Calcite Hardness from Molecular Simulation*, Phys. Chem. Chem. Phys. **17**, 20178 (2015).

[4] M. D. Uchic, *Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity*, Science **305**, 986 (2004).

[5] T. Csanádi, M. Bľanda, A. Duszová, N. Q. Chinh, P. Szommer, and J. Dusza, *Deformation Characteristics of WC Micropillars*, J. Eur. Ceram. Soc. **34**, 4099 (2014).

[6] T. Csanádi, P. Szommer, N. Q. Chinh, S. Grasso, J. Dusza, and M. Reece, *Plasticity in ZrB_2 Micropillars Induced by Anomalous Slip Activation*, J. Eur. Ceram. Soc. **36**, 389 (2016).

[7] S. Korte-Kerzel, S. Sandlöbes, T. Klöffel, and B. Meyer, *Plasticity of an Atomically Layered Crystal: A Combined Nanomechanical and Ab Initio Study on Mo_2BC*, Nanomechanical Test. Mater. Res. Dev. VI (2017).

[8] Z. M. T. Chen, N. L. Okamoto, M. Demura, and H. Inui, *Micropillar Compression Deformation of Single Crystals of $Co_3(Al,W)$ with the L12 Structure*, Scr. Mater. **121**, 28 (2016).

[9] D. Janda, H. Ghassemi-Armaki, E. Bruder, M. Hockauf, M. Heilmaier, and K. S. Kumar, *Effect of Strain-Rate on the Deformation Response of $D0_3$-Ordered Fe_3Al*, Acta Mater. **103**, 909 (2016).

[10] S. Korte-Kerzel, *Microcompression of Brittle and Anisotropic Crystals: Recent Advances and Current Challenges in Studying Plasticity in Hard Materials*, MRS Commun. **7**, 109 (2017).

[11] H. Gottschalk, G. Patzer, and H. Alexander, *Stacking Fault Energy and Ionicity of Cubic III–V Compounds*, Phys. Status Solidi A **45**, 207 (1978).

[12] T. Suzuki, T. Yasutomi, T. Tokuoka, and I. Yonenaga, *Plasticity of III—V Compounds at Low Temperatures*, Phys. Status Solidi A **171**, 47 (1999).

[13] I. Yonenaga and T. Suzuki, *Indentation Hardnesses of Semiconductors and a Scaling Rule*, Philos. Mag. Lett. **82**, 535 (2002).

[14] 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*, Phys. Status Solidi C **4**, 3110 (2007).

[15] I. Yonenaga, *High-Temperature Strength of III V Nitride Crystals*, J. Phys. Condens. Matter **14**, 12947 (2002).

[16] I. Yonenaga, *Hardness of Bulk Single-Crystal GaN and AlN*, Mater. Res. Soc. Internet J. Nitride Semicond. Res. **7**, (2002).

[17] Y. Okada and Y. Tokumaru, *Precise Determination of Lattice Parameter and Thermal Expansion Coefficient of Silicon between 300 and 1500 K*, J. Appl. Phys. **56**, 314 (1984).

[18] J. Hornstra, *Dislocations in the Diamond Lattice*, J. Phys. Chem. Solids **5**, 129 (1958).

[19] J. Z. Hu, L. D. Merkle, C. S. Menoni, and I. L. Spain, *Crystal Data for High-Pressure Phases of Silicon*, Phys. Rev. B **34**, 4679 (1986).

[20] V. Domnich, Y. Gogotsi, and S. Dub, *Effect of Phase Transformations on the Shape of the Unloading Curve in the Nanoindentation of Silicon*, Appl. Phys. Lett. **76**, 2214 (2000).

[21] J. E. Bradby, J. S. Williams, and M. V. Swain, *In Situ Electrical Characterization of Phase Transformations in Si during Indentation*, Phys. Rev. B **67**, 085205 (2003).

[22] I. Yonenaga, *Upper Yield Stress of Si Crystals at High Temperatures*, J. Electrochem. Soc. **143**, L176 (1996).

[23] J. Castaing, P. Veyssière, L. P. Kubin, and J. Rabier, *The Plastic Deformation of Silicon between 300°C and 600°C*, Philos. Mag. A **44**, 1407 (1981).

[24] E. Kaxiras and M. S. Duesbery, *Free Energies of Generalized Stacking Faults in Si and Implications for the Brittle-Ductile Transition*, Phys. Rev. Lett. **70**, 3752 (1993).

[25] B. Joós, Q. Ren, and M. S. Duesbery, *Peierls-Nabarro Model of Dislocations in Silicon with Generalized Stacking-Fault Restoring Forces*, Phys. Rev. B **50**, 5890 (1994).

[26] Q. Ren, B. Joós, and M. S. Duesbery, *Test of the Peierls-Nabarro Model for Dislocations in Silicon*, Phys. Rev. B **52**, 13223 (1995).

[27] M. J. Hill and D. J. Rowcliffe, *Deformation of Silicon at Low Temperatures*, J. Mater. Sci. **9**, 1569 (1974).

[28] J. Rabier, P. Cordier, J. L. Demenet, and H. Garem, *Plastic Deformation of Si at Low Temperature under High Confining Pressure*, Mater. Sci. Eng. A **309–310**, 74 (2001).

[29] J. Rabier and J. L. Demenet, *On a Change in Deformation Mechanism in Silicon at Very High Stress: New Evidences*, Scr. Mater. **45**, 1259 (2001).

[30] J. Rabier, M. F. Denanot, J. L. Demenet, and P. Cordier, *Plastic Deformation by Shuffle Dislocations in Silicon*, Mater. Sci. Eng. A **387–389**, 124 (2004).

[31] M. S. Duesbery, *Dislocation Motion in Silicon: The Shuffle-Glide Controversy*, Philos. Mag. Lett. **74**, 253 (1996).

[32] 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*, Philos. Mag. **91**, 1190 (2011).

[33] S. Korte, J. S. Barnard, R. J. Stearn, and W. J. Clegg, *Deformation of Silicon – Insights from Microcompression Testing at 25–500°C*, Int. J. Plast. **27**, 1853 (2011).

[34] A. A. Griffith and G. I. Taylor, *VI. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*, Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character **221**, 163 (1921).

[35] H. Gao, B. Ji, I. L. Jäger, E. Arzt, and P. Fratzl, *Materials Become Insensitive to Flaws at Nanoscale: Lessons from Nature*, Proc. Natl. Acad. Sci. **100**, 5597 (2003).

[36] 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*, Adv. Funct. Mater. **19**, 2439 (2009).

[37] J. Rabier, A. Montagne, J. M. Wheeler, J. L. Demenet, J. Michler, and R. Ghisleni, *Silicon Micropillars: High Stress Plasticity*, Phys. Status Solidi C **10**, 11 (2013).

[38] A. Merabet, M. Texier, C. Tromas, S. Brochard, L. Pizzagalli, L. Thilly, J. Rabier, A. Talneau, Y.-M. Le Vaillant, O. Thomas, and J. Godet, *Low-Temperature Intrinsic Plasticity in Silicon at Small Scales*, Acta Mater. **161**, 54 (2018).

[39] F. Louchet and J. Thibault-Desseaux, *Dislocation Cores in Semiconductors. From the « shuffle or Glide » Dispute to the « glide and Shuffle » Partnership*, Rev. Phys. Appliquée **22**, 207 (1987).

[40] T. Y. Tan, H. Föll, and S. M. Hu, *On the Diamond-Cubic to Hexagonal Phase Transformation in Silicon*, Philos. Mag. A **44**, 127 (1981).

[41] M. Chen, L. Pethö, A. S. Sologubenko, H. Ma, J. Michler, R. Spolenak, and J. M. Wheeler, *Achieving Micron-Scale Plasticity and Theoretical Strength in Silicon*, Nat. Commun. **11**, 2681 (2020).

[42] J. Godet, P. Hirel, S. Brochard, and L. Pizzagalli, *Dislocation Nucleation from Surface Step in Silicon: The Glide Set versus the Shuffle Set*, Phys. Status Solidi A **206**, 1885 (2009).

[43] E. Peissker, P. Haasen, and H. Alexander, *Anisotropic Plastic Deformation of Indium Antimonide*, Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys. **7**, 1279 (1962).

[44] H. Shimizu and K. Sumino, *Polarity in Bending Deformation of InSb Crystals*, Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys. **32**, 123 (1975).

[45] K. Sumino and H. Shimizu, *Polarity in Bending Deformation in InSb Crystals*, Philos. Mag. J. Theor. Exp. Appl. Phys. **32**, 143 (1975).

[46] B. Kedjar, L. Thilly, J.-L. Demenet, and J. Rabier, *Plasticity of Indium Antimonide between −176 and 400°C under Hydrostatic Pressure. Part I: Macroscopic Aspects of the Deformation*, Acta Mater. **58**, 1418 (2010).

[47] B. Kedjar, L. Thilly, J.-L. Demenet, and J. Rabier, *Plasticity of Indium Antimonide between −176°C and 400°C under Hydrostatic Pressure. Part II: Microscopic Aspects of the Deformation*, Acta Mater. **58**, 1426 (2010).

[48] B. Kedjar, Etude Des Mécanismes de Plasticité Des Semiconducteurs Sous Pression Hydrostatique : Cas de l'antimoniure d'indium InSb, Thèse de doctorat, Poitiers, 2007.

[49] A. Kumar, B. Kedjar, Y. Su, L. Thilly, and I. J. Beyerlein, *Atomic-Level Calculations and Experimental Study of Dislocations in InSb*, J. Appl. Phys. **127**, 135104 (2020).

[50] L. Thilly, R. Ghisleni, C. Swistak, and J. Michler, *In Situ Deformation of Micro-Objects as a Tool to Uncover the Micro-Mechanisms of the Brittle-to-Ductile Transition in Semiconductors: The Case of Indium Antimonide*, Philos. Mag. **92**, 3315 (2012).

[51] J. M. Wheeler, L. Thilly, A. Morel, A. A. Taylor, A. Montagne, R. Ghisleni, and J. Michler, *The Plasticity of Indium Antimonide: Insights from Variable Temperature, Strain Rate Jump Micro-Compression Testing*, Acta Mater. **106**, 283 (2016).

[52] W. M. Mook, M. S. Lund, C. Leighton, and W. W. Gerberich, *Flow Stresses and Activation Volumes for Highly Deformed Nanoposts*, Mater. Sci. Eng. A **493**, 12 (2008).

[53] S. Fanget, Matériaux et Hétérostructures à Base de Nitrures d'éléments III En Phase Cubique et Hexagonale Pour l'optoélectronique, These de doctorat, Lyon, INSA, 2002.

[54] N. Thompson, *Dislocation Nodes in Face-Centred Cubic Lattices*, Proc. Phys. Soc. Sect. B **66**, 481 (1953).

[55] A. Berghezan, A. Fourdeux, and S. Amelinckx, *Transmission Electron Microscopy Studies of Dislocations and Stacking Faults in a Hexagonal Metal: Zinc*, Acta Metall. **9**, 464 (1961).

[56] D. Hull and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations* (Butterworth-Heinemann, 2001).

[57] A. F. Wright and J. S. Nelson, *Explicit Treatment of the Gallium 3d Electrons in GaN Using the Plane-Wave Pseudopotential Method*, Phys. Rev. B **50**, 2159 (1994).

[58] A. F. Wright and J. S. Nelson, *Consistent Structural Properties for AlN, GaN, and InN*, Phys. Rev. B **51**, 7866 (1995).

[59] M. Leszczynski, H. Teisseyre, T. Suski, I. Grzegory, M. Bockowski, J. Jun, S. Porowski, K. Pakula, J. M. Baranowski, C. T. Foxon, and T. S. Cheng, *Lattice Parameters of Gallium Nitride*, Appl. Phys. Lett. **69**, 73 (1996).

[60] R. Nowak, M. Pessa, M. Suganuma, M. Leszczynski, I. Grzegory, S. Porowski, and F. Yoshida, *Elastic and Plastic Properties of GaN Determined by Nano-Indentation of Bulk Crystal*, Appl. Phys. Lett. **75**, 2070 (1999).

[61] M. D. Drory, J. W. Ager, T. Suski, I. Grzegory, and S. Porowski, *Hardness and Fracture Toughness of Bulk Single Crystal Gallium Nitride*, Appl. Phys. Lett. **69**, 4044 (1996).

[62] I. Yonenaga, T. Hoshi, and A. Usui, *Hardness of Bulk Single-Crystal Gallium Nitride at High Temperatures*, Jpn. J. Appl. Phys. **39**, L200 (2000).

[63] I. Yonenaga and K. Motoki, *Yield Strength and Dislocation Mobility in Plastically Deformed Bulk Single-Crystal GaN*, J. Appl. Phys. **90**, 6539 (2001).

[64] Z. Wang, X. Zu, F. Gao, and W. J. Weber, *Atomistic Simulation of Brittle to Ductile Transition in GaN Nanotubes*, Appl. Phys. Lett. **89**, 243123 (2006).

[65] Z. G. Wang, X. T. Zu, F. Gao, and W. J. Weber, *Atomistic Level Studies on the Tensile Behavior of GaN Nanotubes under Uniaxial Tension*, Eur. Phys. J. B **61**, 413 (2008).

[66] Z. Wang, X. Zu, L. Yang, F. Gao, and W. J. Weber, *Atomistic Simulations of the Size, Orientation, and Temperature Dependence of Tensile Behavior in GaN Nanowires*, Phys. Rev. B **76**, 045310 (2007).

[67] T. H. Sung, J. C. Huang, J. H. Hsu, and S. R. Jian, *Mechanical Response of GaN Film and Micropillar under Nanoindentation and Microcompression*, Appl. Phys. Lett. **97**, 171904 (2010).

[68] J. M. Wheeler, C. Niederberger, C. Tessarek, S. Christiansen, and J. Michler, *Extraction of Plasticity Parameters of GaN with High Temperature, in Situ Micro-Compression*, Int. J. Plast. **40**, 140 (2013).

[69] H. Zhang, B. E. Schuster, Q. Wei, and K. T. Ramesh, *The Design of Accurate Micro-Compression Experiments*, Scr. Mater. **54**, 181 (2006).

[70] J. Mayer, L. A. Giannuzzi, T. Kamino, and J. Michael, *TEM Sample Preparation and FIB-Induced Damage*, MRS Bull. **32**, 400 (2007).

[71] J. Yu, J. Liu, J. Zhang, and J. Wu, *TEM Investigation of FIB Induced Damages in Preparation of Metal Material TEM Specimens by FIB*, Mater. Lett. **60**, 206 (2006).

[72] D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, and G. Dehm, *FIB Damage of Cu and Possible Consequences for Miniaturized Mechanical Tests*, Mater. Sci. Eng. A **459**, 262 (2007).

[73] S. Rubanov and P. R. Munroe, *FIB-induced Damage in Silicon*, J. Microsc. **214**, 213 (2004).

[74] S. Rubanov and P. R. Munroe, *Damage in III–V Compounds during Focused Ion Beam Milling*, Microsc. Microanal. **11**, 446 (2005).

[75] Z. Wang, T. Kato, T. Hirayama, N. Kato, K. Sasaki, and H. Saka, *Surface Damage Induced by Focused-Ion-Beam Milling in a Si/Si p–n Junction Cross-Sectional Specimen*, Appl. Surf. Sci. **241**, 80 (2005).

[76] H.-H. Jin, C. Shin, D. H. Kim, K. H. Oh, and J. H. Kwon, *Irradiation Induced Dislocation Loop and Its Influence on the Hardening Behavior of Fe–Cr Alloys by an Fe Ion Irradiation*, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. **266**, 4845 (2008).

[77] K. G. Field, S. A. Briggs, K. Sridharan, Y. Yamamoto, and R. H. Howard, *Dislocation Loop Formation in Model FeCrAl Alloys after Neutron Irradiation below 1 Dpa*, J. Nucl. Mater. **495**, 20 (2017).

[78] M. Khafizov, J. Pakarinen, L. He, and D. H. Hurley, *Impact of Irradiation Induced Dislocation Loops on Thermal Conductivity in Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. **102**, 7533 (2019).

[79] C. H. Chu, Y. F. Hsieh, L. R. Harriott, and H. H. Wade, *Structural Damage Induced by Ga+ Focused Ion Beam Implantation in (001) Si*, J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom. **9**, 3451 (1991).

[80] M. Tanaka, K. Furuya, and T. Saito, *TEM Observation of FIB Induced Damages in Ni2Si/Si Thin Films*, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. **127–128**, 98 (1997).

[81] S. W. Chee, M. Kammler, P. Balasubramanian, M. C. Reuter, R. Hull, and F. M. Ross, *Microstructural Changes in Silicon Induced by Patterning with Focused Ion Beams of Ga, Si and Au*, Ultramicroscopy **127**, 126 (2013).

[82] S. Shim, H. Bei, M. K. Miller, G. M. Pharr, and E. P. George, *Effects of Focused Ion Beam Milling on the Compressive Behavior of Directionally Solidified Micropillars and the Nanoindentation Response of an Electropolished Surface*, Acta Mater. **57**, 503 (2009).

[83] J. A. El-Awady, C. Woodward, D. M. Dimiduk, and N. M. Ghoniem, *Effects of Focused Ion Beam Induced Damage on the Plasticity of Micropillars*, Phys. Rev. B **80**, 104104 (2009).

[84] E. Guo, S. S. Singh, C. Mayer, X. Meng, Y. Xu, L. Luo, M. Wang, and N. Chawla, *Effect of Gallium Addition on the Microstructure and Micromechanical Properties of Constituents in NbSi Based Alloys*, J. Alloys Compd. **704**, 89 (2017).

[85] J.-P. Morniroli, *Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction (LACBED): Applications to Crystal Defects* (Taylor & Francis / Societe Francaise des Microscopies, 2002).

[86] L. A. Giannuzzi and F. A. Stevie, *A Review of Focused Ion Beam Milling Techniques for TEM Specimen Preparation*, Micron **30**, 197 (1999).

[87] D. Caillard and J. L. Martin, *Thermally Activated Mechanisms in Crystal Plasticity* (Elsevier, 2003).

[88] U. Messerschmidt, *Dislocation Dynamics During Plastic Deformation* (Springer Science & Business Media, 2010).

[89] G. I. Taylor and C. F. Elam, *Bakerian Lecture: The Distortion of an Aluminium Crystal during a Tensile Test*, Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character **102**, 643 (1923).

[90] G. I. Taylor, *The Distortion of Crystals of Aluminium under Compression. Part II.—Distortion by Double Slipping and Changes in Orientation of Crystals Axes during Compression*, Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character **116**, 16 (1927).

[91] K.-J. Bathe, *Finite Element Method*, in *Wiley Encyclopedia of Computer Science and Engineering* (American Cancer Society, 2008), pp. 1–12.

[92] M. Peach and J. S. Koehler, *The Forces Exerted on Dislocations and the Stress Fields Produced by Them*, Phys. Rev. **80**, 436 (1950).

[93] L. P. Kubin, G. Canova, M. Condat, B. Devincre, V. Pontikis, and Y. Bréchet, *Dislocation Microstructures and Plastic Flow: A 3D Simulation*, Solid State Phenom. **23–24**, 455 (1992).

[94] H. M. Zbib, M. Rhee, and J. P. Hirth, *On Plastic Deformation and the Dynamics of 3D Dislocations*, Int. J. Mech. Sci. **40**, 113 (1998).

[95] K. W. Schwarz, *Simulation of Dislocations on the Mesoscopic Scale. I. Methods and Examples*, J. Appl. Phys. **85**, 108 (1998).

[96] Y. U. Wang, Y. M. Jin, A. M. Cuitiño, and A. G. Khachaturyan, *Nanoscale Phase Field Microelasticity Theory of Dislocations: Model and 3D Simulations*, Acta Mater. **49**, 1847 (2001).

[97] M. Koslowski, A. M. Cuitiño, and M. Ortiz, *A Phase-Field Theory of Dislocation Dynamics, Strain Hardening and Hysteresis in Ductile Single Crystals*, J. Mech. Phys. Solids **50**, 2597 (2002).

[98] J.-L. Barrat and J.-P. Hansen, *Basic Concepts for Simple and Complex Liquids* (Cambridge University Press, Cambridge, 2003).

[99] N. Provatas and K. Elder, *Phase-Field Methods in Material Science and Engineering*, 264 (n.d.).

[100] J. E. Hilliard and J. W. Cahn, *On the Nature of the Interface between a Solid Metal and Its Melt*, Acta Metall. **6**, 772 (1958).

[101] I. Steinbach, *Phase-Field Models in Materials Science*, Model. Simul. Mater. Sci. Eng. **17**, 073001 (2009).

[102] A. Hunter and I. J. Beyerlein, *Stacking Fault Emission from Grain Boundaries: Material Dependencies and Grain Size Effects*, Mater. Sci. Eng. A **600**, 200 (2014).

[103] Y. Zeng, A. Hunter, I. J. Beyerlein, and M. Koslowski, *A Phase Field Dislocation Dynamics Model for a Bicrystal Interface System: An Investigation into Dislocation Slip Transmission across Cube-on-Cube Interfaces*, Int. J. Plast. **79**, 293 (2016).

[104] X. Peng, N. Mathew, I. J. Beyerlein, K. Dayal, and A. Hunter, *A 3D Phase Field Dislocation Dynamics Model for Body-Centered Cubic Crystals*, Comput. Mater. Sci. **171**, 109217 (2020).

[105] I. J. Beyerlein and A. Hunter, *Understanding Dislocation Mechanics at the Mesoscale Using Phase Field Dislocation Dynamics*, Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci. **374**, 20150166 (2016).

[106] R. Peierls, *The Size of a Dislocation*, Proc. Phys. Soc. **52**, 34 (1940).

[107] F. R. N. Nabarro, *Dislocations in a Simple Cubic Lattice*, Proc. Phys. Soc. **59**, 256 (1947).

[108] A. Hunter and I. J. Beyerlein, *Relationship between Monolayer Stacking Faults and Twins in Nanocrystals*, Acta Mater. **88**, 207 (2015).

[109] T. Mura, *General Theory of Eigenstrains*, in *Micromechanics of Defects in Solids*, edited by T. Mura (Springer Netherlands, Dordrecht, 1987), pp. 1–73.

[110] M. Koslowski, D. W. Lee, and L. Lei, *Role of Grain Boundary Energetics on the Maximum Strength of Nanocrystalline Nickel*, J. Mech. Phys. Solids **59**, 1427 (2011).

[111] J. Guénolé, J. Godet, and S. Brochard, *Plasticity in Crystalline-Amorphous Core-Shell Si Nanowires Controlled by Native Interface Defects*, Phys. Rev. B **87**, 045201 (2013).

[112] P. Uttam, V. Kumar, K.-H. Kim, and A. Deep, *Nanotwinning: Generation, Properties, and Application*, Mater. Des. **192**, 108752 (2020).

[113] X. X. Liu, L. Z. Liu, X. L. Wu, and P. K. Chu, *Electronic Structures and Optical Properties Induced by Silicon Twin Boundaries: The First-Principle Calculation*, Phys. Lett. A **379**, 1384 (2015).

[114] Y. Q. Wang, R. Smirani, and G. G. Ross, *Nanotwinning in Silicon Nanocrystals Produced by Ion Implantation*, Nano Lett. **4**, 2041 (2004).

[115] J. Bao, D. C. Bell, F. Capasso, J. B. Wagner, T. Mårtensson, J. Trägårdh, and L. Samuelson, *Optical Properties of Rotationally Twinned InP Nanowire Heterostructures*, Nano Lett. **8**, 836 (2008).

[116] Y. Zhou, X. Gong, B. Xu, and M. Hu, *Decouple Electronic and Phononic Transport in Nanotwinned Structures: A New Strategy for Enhancing the Figure-of-Merit of Thermoelectrics*, Nanoscale **9**, 9987 (2017).

[117] T. D. Mishima, J. C. Keay, N. Goel, M. A. Ball, S. J. Chung, M. B. Johnson, and M. B. Santos, *Effect of Micro-Twin Defects on InSb Quantum Wells*, J. Vac. Sci. Technol. B Microelectron. Nanometer Struct. Process. Meas. Phenom. **23**, 1171 (2005).

[118] T. D. Mishima, M. Edirisooriya, and M. B. Santos, *Electron Scattering by Structural Defects in InSb Quantum Wells: Analysis with Simplified Mayadas-Shatzkes Equation*, J. Appl. Phys. **110**, 093705 (2011).

[119] M. de la Mata, R. Leturcq, S. R. Plissard, C. Rolland, C. Magén, J. Arbiol, and P. Caroff, *Twin-Induced InSb Nanosails: A Convenient High Mobility Quantum System*, Nano Lett. **16**, 825 (2016).

[120] B. Moser, K. Wasmer, L. Barbieri, and J. Michler, *Strength and Fracture of Si Micropillars: A New Scanning Electron Microscopy-Based Micro-Compression Test*, J. Mater. Res. **22**, 1004 (2007).

[121] J. F. Ziegler and J. P. Biersack, *The Stopping and Range of Ions in Matter*, in *Treatise on Heavy-Ion Science: Volume 6: Astrophysics, Chemistry, and Condensed Matter*, edited by D. A. Bromley (Springer US, Boston, MA, 1985), pp. 93–129.

[122] J. F. Ziegler, J. P. Biersack, and M. D. Ziegler, *SRIM - The Stopping and Range of Ions in Matter* (Ion Implantation Press, 2008).

[123] J. F. Ziegler, M. D. Ziegler, and J. P. Biersack, *SRIM – The Stopping and Range of Ions in Matter (2010)*, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. Mater. At. **268**, 1818 (2010).