



**HAL**  
open science

# Etude des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium pour leur intégration dans les microsystemes

Pierre Allain

► **To cite this version:**

Pierre Allain. Etude des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium pour leur intégration dans les microsystemes. Autre [cond-mat.other]. Université Paris Sud - Paris XI, 2012. Français. NNT : 2012PA112242 . tel-00749756

**HAL Id: tel-00749756**

**<https://theses.hal.science/tel-00749756v1>**

Submitted on 8 Nov 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Comprendre le monde,  
construire l'avenir®

UNIVERSITE PARIS-SUD

ÉCOLE DOCTORALE : Sciences et Technologies de l'Information des Télécommunications  
et des Systèmes

DISCIPLINE : PHYSIQUE

THÈSE DE DOCTORAT

Présentée par :

**Pierre ALLAIN**

Sujet :

**Etude des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium pour leur intégration dans les microsystemes**

*Soutenue le 16 octobre 2012 devant les membres du jury :*

M. Alain BOSSEBOEUF	Directeur de recherche (CNRS, IEF, Orsay)	(Directeur de thèse)
M. Olivier THOMAS	Professeur (IM2NP, Université Aix-Marseille)	(Rapporteur)
Mme. Anne-Claire SALAUN	Maître de conférences (HDR) (IETR, Université de Rennes 1)	(Rapporteur)
M. Alistair ROWE	Chargé de recherche (CNRS, École Polytechnique)	(Examineur)
M. Oliver PAUL	Professor Doctor (IMTEK, Universität Freiburg)	(Examineur)
M. Benoît CHARLOT	Chargé de recherche (CNRS, IES, Montpellier)	(Examineur)
M. Daniel BOUCHIER	Directeur de recherche (CNRS, IEF, Orsay)	(Examineur)
M. Fabien PARRAIN	Maître de conférences (IEF, Univ. Paris Sud, Orsay)	(Membre invité)



衷心地感謝愛妻  
梁露茜女士在我  
攻讀博士學位的  
三年期間裡，在  
生活和工作上給  
予我無私的關  
愛、支持與付出

*Je dédicace cette thèse à mes quatre  
grands-parents et mes parents qui sont  
grandement responsables de cette victoire!*

## Remerciements

Je tiens, dans un premier temps, à remercier les trois directeurs successifs de l'Institut d'électronique fondamentale qui m'ont autorisé à travailler au sein de leur laboratoire : Jean-Michel Lourtioz, Claude Chappert et André De Lustrac. Je voudrais aussi chaleureusement remercier le directeur adjoint de l'IEF : Daniel Bouchier pour avoir accepté d'être examinateur de ma thèse et d'avoir présider le jury de soutenance. Merci aux deux rapporteurs : Olivier Thomas et Anne-Claire Salaün pour avoir accepté de lire de fond en comble mon manuscrit de thèse. Merci aussi aux membres examinateurs du jury : Alistair Rowe, Oliver Paul et Benoît Charlot.

Mes plus chaleureux et intenses remerciements reviennent à mon directeur de thèse Alain Bosseboeuf qui fut pour moi un maître à penser, un mentor, un vénérable sage, une encyclopédie vivante sur le microsystème et bien au delà; ainsi qu'à Fabien Parrain, co-encadrant de ma thèse, puissant micro-électronicien, qui est l'incarnation vivante qu'on peut faire de la science de haute voltige dans la bonne humeur.

Merci aux membres du projet ARIANE en particulier à Arnaud Walther.

Un merci particulier à Philippe Coste qui m'a bien éduqué dans l'espace de fourrier. Johan Moulin pour ses nombreux conseils et pour son café fort de café, Aux autres membres de l'équipe avec qui j'ai beaucoup appris sur de nombreux domaines: Xavier Leroux, Samson Edmond, Nathalie Isaac, Mehdi Ammar, Elisabeth Dufour-Gergam, Filippo Fabbri, Pierre-Yves Joubert, Elie Lefevre, Emile Martincic, Hervé Mathias, Gilles Raynaud, Marion Woytasik, Sylvain Perrot, Zhang Ming

Merci à tout le personnel de l'IEF qui m'a collectivement tant aidé : Koro Sokhona, Ingrid Frey, Julie Roy, Marie Pierre Carron, Sylvie Durant, André Thémelin, Annie Charrier, Zouhire Laoudihi, Paul Tran et Martial Bazin, Alain Clément, Chantal Jamot, Patricia Polselli et Cyrielle Michineau

Merci aux membres de l'atelier SAREM qui m'ont aidé à fabriquer et concevoir le système de flexion 4 points : Alexis Poizat, Claude Sellos, Abdel Boulkrit et Serge Jacob

Merci à l'équipe de la CTU et des autres départements avec qui j'aurai voulu interagir plus : Marie-Paule Planté, Jean-Luc Perrosier, David Bouville, Cedric Villebasse, Jean-Luc Perrosier, François Maillard, Fabien Bayle, Jean-René Coudeville, Benoît Bellier, Dominique Débarre, Frédéric Fossard, Eric Cassan

Merci à l'équipe de l'IFIP/Polytech Paris-Sud et aux étudiants : Laurent Daniel, Anne-Laure Helbert, Claude Pasquier, Marino Marsi, Florian Le Cadre et Alain Sarfati.

Merci à mes coéquipiers avec qui j'ai eu la chance de travailler, j'espère ne pas avoir été trop pénible : Messieurs Seiffedine Maaroufi et Stéphane David-Grignot.

Merci à Thu-Trang Nghiem-Thi, Philippe Dollfus et Arnaud Bournel du département nanoelectronique pour m'avoir donné des petite piqûres de rappel théorique durant la thèse.

Merci aux supers thésards/pôtes que j'ai côtoyé qui ont constitué une matrice de bonne ambiance, Iman Shahhoiessini, Guillaume Scherlcher pour leurs dévouements et humanités reconnus, JC Guisinao, avec qui nous nous sommes mutuellement motivé, Olivier Garel, Vincent Beix, Seb. Brault, les (Ex)-« KFM boys » qui iront loin, Mériam Azzouz et Katia Chouarbi mes sorcières bien aimées, les uniques Olivier Legendre et Hervé Bertin, ainsi que Alexandre Houdouin, Martin Deterre, Nhung Dinh, Cao Hong Ha, Ngat et Hoa, Irchraf, Feyza, Seb. Nazeer, Magdalena Couty, Zhou Yifan, Peng Tao, Fériel Hamdi, Xu Wei, Ishraf Ayed

Une accolade aux nombreux autres stagiaires qui passaient par là et thésards airant des autres départements: Mélanie, Khaola, Ignaki, Nicolas, Charia, Myline, Koceila, Nicolas, Charia, Myline Fatma, Yanan Aymerick, Ahmed, Charles, Vincent, Van, Fenqi, Shi Ming, Djamal, Fulvio, Daniele, Rym, Hanna, Ivanka, Papichaya e il commendatore italiano Francesco.

Je voudrais également remercier les membres de l'école doctorale pour leur suivit: Véronique Véque, Eric Cassan, Abdel Razec, Dominique Martin et Laurence Stephen.

## Remerciements

Enfin merci à tout les scientifiques, ingénieurs, artistes et penseurs du passé qui ont rendu notre habitat moins maussade.

Pierre ALLAIN, Orsay le 6/11/2012

PS : Pour les physionomistes voici quelques têtes des personnes citées:



# Liste des abréviations

---

AFM: *Atomic Force Microscopy*

ARIANE : *Angular rate sensor with integrated nano gage and dedicated electronics*

BHF : *Buffered Hydrofluoric acid*

CAL2 : nom de code de procédé de fabrication au LETI

CEA-LETI : Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives -Laboratoire d'électronique des technologies de l'information

CMOS : *Complementary metal-oxide-semiconductor*

Deep-RIE : gravure ionique réactive profonde

DUV: *Deep Ultraviolet*

EENW: *Electroless etching nanowires*

FET: *Field-effect transistor*

GDSII : *Graphic Database System 2*

M&NEMS: *Nano&Microelectromechanical systems*

MEB : Microscope à balayage électronique

MEMS : *Microelectromechanical systems*

MIF: *Metal Ion Free*

SOI : *Silicon on insulator*

TLM: *Transition line method*

# TABLE DES MATIÈRES

---

Liste des abréviations

Introduction

**Chapitre 1 : Les nanofils en silicium, propriétés et applications**

**Chapitre 2 : Fabrications mono-épaisseurs des nanofils et flambage induit.**

**Chapitre 3 : Mesures électriques et mesures électromécaniques avec chargement mécanique ex situ des nanofils**

**Chapitre 4 : Chargement mécanique *in situ* de nanofils avec actionneur MEMS**

**Chapitre 5 : Transport de chaleur dans les nanofils de silicium**

Conclusion générale et perspectives

**Annexe A : Calcul du Module de Young effectif d'une poutre composite Si/SiO<sub>2</sub>/Si**

**Annexe B : Constante de raideur du ressort de type double poutres repliées**





# Introduction

---

L'étude des phénomènes physiques aux dimensions nanométriques est un thème de recherche qui fait l'objet, depuis au moins une dizaine d'années, d'un nombre considérable de travaux théoriques et expérimentaux. Les nanofils, qui peuvent maintenant être fabriqués dans un très grand nombre de matériaux et avec une large gamme de dimensions, sont des nanodispositifs de choix pour ces travaux. Les nanofils de silicium en particulier peuvent présenter des propriétés de transport, des propriétés optiques, des réactivités de surface et des propriétés multi-physiques qui se démarquent fortement du silicium massif. Ces caractéristiques en font des nanostructures prometteuses pour de nombreuses applications : transistors, cellules photovoltaïques, jauges de déformation, capteurs chimiques et biologiques, □

Une bonne maîtrise des propriétés multiphysiques des nanofils est donc primordiale tant du point de vue théorique que pour les applications. Ces travaux de thèse, de nature fortement expérimentale, visent à donner une meilleure connaissance des propriétés électro-thermo-mécaniques des nanofils suspendus en silicium monocristallin fabriqués par approche dite descendante (*top-down*), c'est-à-dire par micro et nano usinage de surface. Bien qu'ils soient potentiellement plus faciles à intégrer dans des capteurs ou des micro ou nano systèmes électromécaniques (MEMS/NEMS), ces nanofils ont été beaucoup moins étudiés que les nanofils obtenus par approche ascendante (*bottom-up*), c'est-à-dire obtenue chimiquement par auto assemblage.

Les travaux de recherche relatifs à cette thèse, la première à l'Institut d'Electronique Fondamentale (IEF) sur la caractérisation des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium, ont été effectués dans le cadre d'une bourse de thèse financée du ministère de la recherche et du projet « ARIANE » financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR). Ce projet ANR, coordonné par le CEA-LETI et impliquant également trois partenaires industriels (THALES, TRONICS et ASYGN), avait pour but de développer un gyromètre MEMS utilisant des nanofils comme jauges de contrainte piézorésistives. Une des missions de l'IEF, dans ce projet, était de caractériser les propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium monocristallins dopés, fabriqués au CEA-LETI, et de nanofils de plus petites tailles et peu dopés, fabriqués à l'IEF. Dans ce cadre, j'ai pu explorer les propriétés de ces nanofils en vue de leur application comme jauge de contrainte piézorésistive intégrée dans un Micro Système ElectroMécanique (MEMS) C'est pourquoi, une attention toute particulière a été donnée à l'étude de la piézorésistance des nanofils.

En plus des applications industrielles des nanofils, cette thèse a été motivée par la compréhension de la physique des petites échelles. La découverte en 2002 au Japon puis en 2006 à l'université de Berkeley du phénomène de piézorésistivité géante a déclenché de nombreuses passions et discordes et a été l'une des motivations scientifiques principales de cette thèse.

On peut arguer que le nombre d'études, d'articles ou de thèses sur les nanofils, particulièrement sur le silicium, sont abondantes et ne cesse de croître depuis une dizaine d'années. Cependant, il est difficile de trouver à l'heure actuelle un consensus clair sur les propriétés des nanofils, en particulier en silicium. En effet, les travaux expérimentaux sur les propriétés des nanofils de silicium (conductivité thermique, coefficients piézorésistifs, limite de rupture, élasticité, conductivité électrique) restent en nombre limité et les valeurs mesurées sont encore très fortement dispersées, voir contradictoires. L'étude de ces nanostructures est donc encore émergente et cette thèse avait pour objectif d'apporter une contribution significative à la connaissance des propriétés des nanofils en silicium.

Ce mémoire de thèse est articulé en cinq chapitres.

Le premier chapitre est un chapitre bibliographique qui fait l'état de l'art sur les propriétés et applications des nanofils en silicium. L'accent sera donné sur les nanofils monocristallins. Dans ce chapitre seront évoquées les principales méthodes de fabrications des nanofils, les propriétés mécaniques, les propriétés électriques et accessoirement d'autres propriétés notables. Dans chaque cas, des applications notoires illustreront ces propriétés. Dans ce chapitre, une sous-partie plus importante sera consacrée à la piézorésistivité du silicium et des nanofils.

Le second chapitre détaillera les étapes de conception puis de réalisation des dispositifs de test qui ont servi à l'étude de la piézorésistivité et de la conductivité thermique des nanofils. Les procédés de fabrication du CEA-LETI et de l'IEF seront décrits. Nous analyserons également le flambage statique de nanofils qui a été observé dans certains cas.

Le troisième chapitre décrira les bancs expérimentaux de mesures électriques et mécaniques, les méthodes de caractérisations et les modélisations associées. Nous discuterons des difficultés à évaluer de manière reproductible la résistance des nanofils et les effets de taille associés. Ensuite, nous détaillerons la méthode de flexion 4 points directe de puce qui a été développée pour appliquer des contraintes mécaniques de manière *ex situ* sur des nanofils. A la fin de ce chapitre, nous présenterons les résultats de piézorésistance obtenus grâce à cette méthode de mesure.

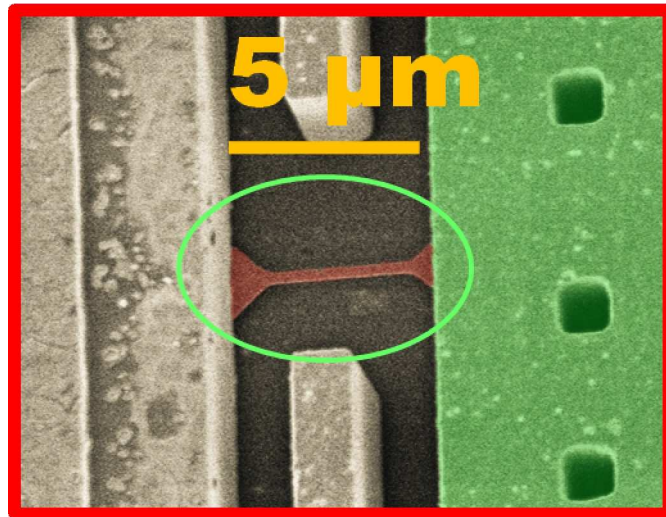
Le quatrième chapitre sera consacré à la conception et la caractérisation d'un dispositif MEMS/NEMS constitué d'un nanofil attaché à un microactionneur. Le but de ce dispositif est double. Il permet premièrement de pouvoir appliquer des contraintes de manière *in situ* dans les nanofils attachés. Mais ce dispositif est également un prototype permettant de démontrer la possibilité de détecter grâce à une nanojauge piézorésistive un mouvement ample du MEMS avec une très bonne résolution.

Le dernier chapitre de cette thèse concerne les travaux récents effectués sur la nanothermique des nanofils. Grâce à la méthode  $3\omega$ , nous avons pu mesurer la conductivité thermique de quelques nanofils avec et sans contrainte mécanique. Dans une première partie bibliographique succincte, les principales méthodes de

## Introduction

---

mesure existantes des propriétés thermiques à petite échelle seront décrites. Ensuite, nous donnerons des éléments théoriques permettant la compréhension de la méthode de mesure  $3\omega$ . Enfin nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus par cette méthode avec et sans chargement mécanique.



# Chapitre 1 : Les nanofils en silicium, propriétés et applications

---

1.1.	Fabrication des nanofils.....	5
1.1.1	Fabrication par approche ascendante ( <i>bottom-up</i> ) .....	5
1.1.2	Fabrication par approche descendante ( <i>top-down</i> ) .....	7
1.2.	Propriétés mécaniques et électromécaniques des nanofils .....	10
1.2.1	Constantes élastiques des nanofils.....	10
1.2.2	Limite d'élongation et de rupture des nanofils .....	11
1.2.3	Piézorésistivité.....	12
1.2.3.1	Historique .....	12
1.2.3.2	Piézorésistance et piézorésistivité : Définitions.....	14
1.2.3.3	Coefficients piézorésistifs du silicium .....	19
1.2.3.4	Origine de la piézorésistivité dans le silicium massif.....	23
1.2.3.5	La piézorésistivité des nanofils de silicium.....	25
1.2.3.1	Application des jauges piézorésistive à nanofils .....	30
1.2.3.2	Conclusion sur la piézorésistivité.....	32
1.3.	Propriétés électriques et applications associées.....	32
1.3.1	Capteurs chimiques ou biologiques .....	33
1.3.2	Transistors à nanofils pour la nanoélectronique.....	34
1.4.	Autres propriétés et applications .....	35
1.4.1	Propriétés thermiques .....	35
1.4.2	Propriétés électrochimiques .....	35
1.4.3	Propriétés optiques .....	36
1.5.	Conclusion du chapitre .....	36
1.6.	Références bibliographiques .....	37

Ce chapitre bibliographique recense une partie de l'état de l'art des propriétés et des applications des nanofils de silicium semi-conducteurs. La littérature sur les nanofils étant très abondante, il n'est pas possible d'être exhaustif sur l'état de l'art des nanofils. Nous tenterons simplement de donner au lecteur un panorama des propriétés et des utilisations marquantes des nanofils en silicium.

Les nanofils sont strictement des nanostructures de rapports d'aspect longueur sur largeur, et longueur sur épaisseur, élevés et dont les dimensions de la section sont inférieures au micromètre. En fait le terme de nanofil désigne aussi souvent, dans la

littérature des nanostructures dont seulement la largeur ou l'épaisseur est submicronique. De nombreux types de nanofils ont été fabriqués, comme des nanofils métalliques (par exemple, Ni, Pt, Au) [ELM 12][YAN 12][HAR 12], semi-conducteurs (Si, InP, GaN, etc.) [WAL 11][CON 12][DEL 10], diélectriques (SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>) [CHA 08][HAO 12], piézorésistifs (ZnO)[ZHO 08], etc. Le silicium étant le matériau le plus utilisé dans l'industrie du semi-conducteur, notamment pour la micro/nanoélectronique et les capteurs, beaucoup de travaux ont naturellement été consacrés aux nanofils dans ce matériau. À l'échelle nanométrique, les propriétés physiques du silicium changent fortement à la fois en raison du confinement du transport et de la valeur élevée du rapport surface/volume de telles nanostructures. Dans ce chapitre, et plus généralement dans cette thèse, nous allons nous intéresser aux nanofils en silicium monocristallin qui, comme nous le verrons, s'avèrent être des outils idéaux pour la compréhension de la technologie et de la physique à l'échelle nanométrique. Une partie plus importante sera consacrée aux propriétés électromécaniques, tout particulièrement à la piézorésistance, du silicium et des nanofils.

### 1.1. Fabrication des nanofils

Les procédés de fabrication des nanostructures se divisent habituellement en deux grandes catégories. La méthode ascendante (*bottom-up*) où les constituants élémentaires des nanostructures (les atomes) sont assemblés chimiquement et la fabrication descendante (*top-down*) où les structures sont « sculptées » à partir de matériau massif. Dans la communauté le terme de nanofil est très souvent associé exclusivement aux nanofils *bottom-up*. L'étude des nanofils *top-down* représente un sous-domaine moins couvert ce qui renforce l'intérêt de cette thèse.

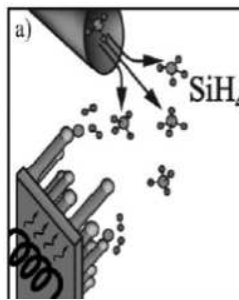
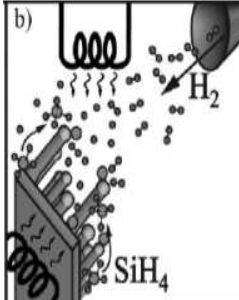
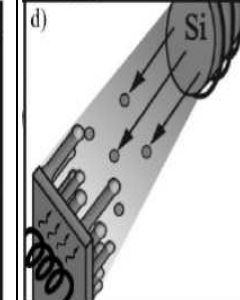
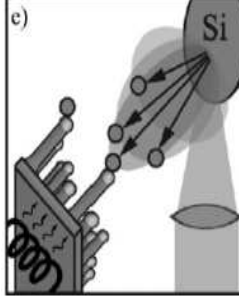
#### 1.1.1 Fabrication par approche ascendante (*bottom-up*)

Les nanofils de silicium sont le plus souvent fabriqués par méthode ascendante (*bottom-up*). En particulier, les premiers nanofils furent fabriqués par cette méthode. En 1957, Treuting and Arnold fabriquèrent les premières « vibrisses » ou aiguilles (*whiskers*) en silicium selon la direction  $\langle 111 \rangle$  [TRE 57]. Traditionnellement, les termes aiguilles (*whiskers*), tige (*rod*), filament ou fil (*wire*) sont souvent interchangeables pour désigner les nanofils.

Inventé en 1964, la méthode ascendante la plus utilisée pour fabriquer des nanofils est la méthode Vapeur-Liquide-Solide [WAG 64] (Figure 1) [SCH 09][BAN 10]. Plusieurs catalyseurs métalliques sont utilisés comme zone de nucléation sélective permettant une croissance localisée: l'or, l'indium, l'aluminium etc. Ces catalyseurs se présentent sous forme de gouttelettes à la surface d'un substrat de silicium. Du silicium environnant véhiculé par un précurseur gazeux, souvent sous la forme moléculaire de silane SH<sub>4</sub> ou de tétrachlorure SiCl<sub>4</sub>, vient se décomposer sur ces gouttelettes ce qui permet aux atomes de silicium de diffuser à travers elles. Cet ajout de silicium sature le contenu de la gouttelette en silicium ce qui provoque la

précipitation du silicium à l'interface gouttelette/substrat. La cristallisation du silicium à l'interface amorce la croissance du fil. Différentes méthodes existent pour apporter le silicium à la surface de la goutte. Elles sont résumées dans le [Tableau 1](#). On notera que la méthode la plus utilisée parmi ces exemples est le dépôt chimique en phase vapeur (CVD).

Tableau 1: méthodes de croissance de nanofils en silicium [SCH 09]

Méthodes	CVD	Recuit dans atmosphère réactif	Evaporation par jet moléculaire	Ablation laser
Principe				
Précurseur	SiH <sub>4</sub> /SiCl <sub>4</sub>	SiH <sub>4</sub>	Si	Si

D'une manière générale, la croissance de nanofils permet d'obtenir une bonne cristallisation des nanofils de silicium et de fabriquer des nanofils de très petite taille [MAX 07]. Le « diamètre » de leur section varie typiquement de 5 nm à 200 nm. Suivant leur direction de croissance, les nanofils *bottom-up* sont souvent facettés sur les cotés ([Figure 1](#)) avec un facettage variable le long du nanofil. Les nanofils *bottom-up* n'ont donc pas une section rectangulaire. De plus des agrégats d'or peuvent rester le long de leurs surfaces. La [Figure 2](#) montre une image en microscopie électronique d'un nanofil ([Figure 2a](#)) et une coupe d'une section ([Figure 2b](#)) permettant de mettre en évidence les facettes et les clusters d'or. De part leur mode de formation, ce type de nanofils a peu de chance de présenter des contraintes longitudinales. Certains groupes ont réussi à faire croître des nanofils *bottom-up* parallèlement au substrat et à les connecter électriquement ([Figure 1](#)) [HE 06]. Un autre exemple récent est celui du consortium comprenant l'IETR<sup>1</sup> à Rennes, l'école polytechnique, le GPM<sup>2</sup> à Rouen et le LPN<sup>3</sup> à Marcoussis qui ont proposé une méthode de fabrication *bottom-up* où des fils sont fabriqués par croissance Solide-Liquide-Solide [YU 11]. Ces nanofils sont utilisés pour fabriquer des prototypes de transistors à effet de champ. Malgré les contributions très prometteuses de ces travaux, le contact électrique des nanofils *bottom-up* ainsi que la croissance horizontale restent globalement des difficultés majeures.

<sup>1</sup> Institut d'Electronique et des Télécommunications de Rennes

<sup>2</sup> Groupe de Physique des Matériaux

<sup>3</sup> Laboratoire de Photonique et de Nanostructures

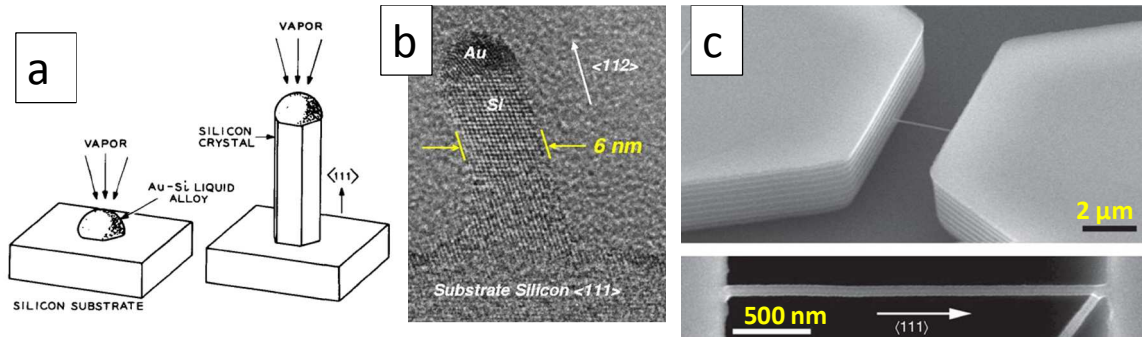


Figure 1: a) Principe de fabrication d'un nanofil par la méthode VLS [WAG 64] b) photographie TEM d'amorce de croissance d'un nanofil [MAX 07] c) Image MEB d'un nanofil horizontal d'orientation  $\langle 111 \rangle$  et contacté aux extrémités [HE 2006].

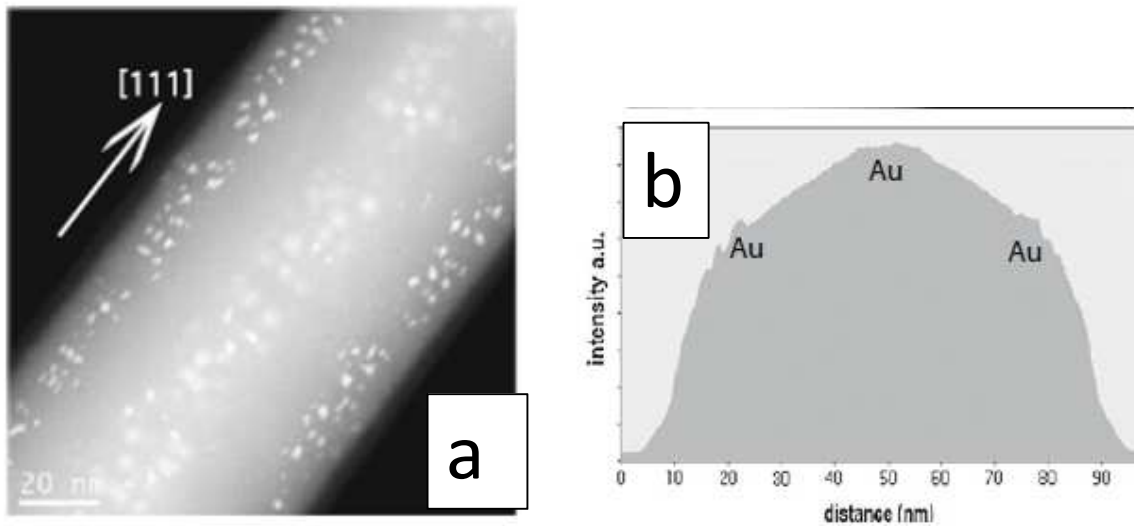


Figure 2: a) Zoom sur un nanofil bottom-up fabriqué par croissance VLS b) Coupe selon une section [VIN 12].

### 1.1.2 Fabrication par approche descendante (*top-down*)

Il est aussi possible de fabriquer des nanofils en silicium par méthode descendante (*top-down*) c'est-à-dire par nano-usinage de surface. Cette méthode permet de bien contrôler la position des nanofils sur le substrat et ainsi de d'obtenir un bon alignement vis-à-vis de la connectique. Dans ce cas, le nanofil est gravé dans une des couches d'un substrat. Les nanofils nanostructurés peuvent être soit des nanofils horizontaux ou plus rarement verticaux [CHE 12] et dans ce dernier cas ils sont plutôt nommés « nanopiliers » [WAL 10]. La structuration verticale est, par exemple, utilisée dans le domaine photovoltaïque. Les nanofils horizontaux en silicium monocristallin, sont typiquement fabriqués à partir de substrat SOI<sup>4</sup>, où la couche de silicium superficiel fixe leur épaisseur [DUR 11]. La Figure 3 présente une description simplifiée d'un procédé de fabrication typique de nanofils *top-down*. Afin

<sup>4</sup> Silicon-on-Insulator : Si/SiO<sub>2</sub>/Si



de garantir une bonne nanostructuration horizontale, un processus comprenant des étapes de lithographie électronique et de gravure RIE<sup>5</sup> est typiquement utilisé. Un dopage éventuel de la couche de silicium superficielle peut être réalisé par implantation ionique. Il est possible de finaliser la préparation de nanofils *top-down* par une étape d'oxydation qui permet de diminuer encore la taille du nanofil. C'est grâce à cette dernière étape que des nanofils *top-down* avec des diamètres<sup>6</sup> inférieurs à 10 nm ont été fabriqués [SUK 08]. Pour les applications CMOS et pour certains capteurs, les nanofils *top-down* ne sont pas libérés. Avec une étape supplémentaire de gravure de libération, souvent en vapeur HF, il est possible de suspendre les nanofils. Les nanofils suspendus trouvent leurs intérêts dans le domaine des NEMS [DUR 11]. Comme la méthode de fabrication *top-down* fait appel à des techniques bien maîtrisées issues de l'industrie microélectronique, elle permet la fabrication en masse de dispositifs à nanofils sur des grandes surfaces.

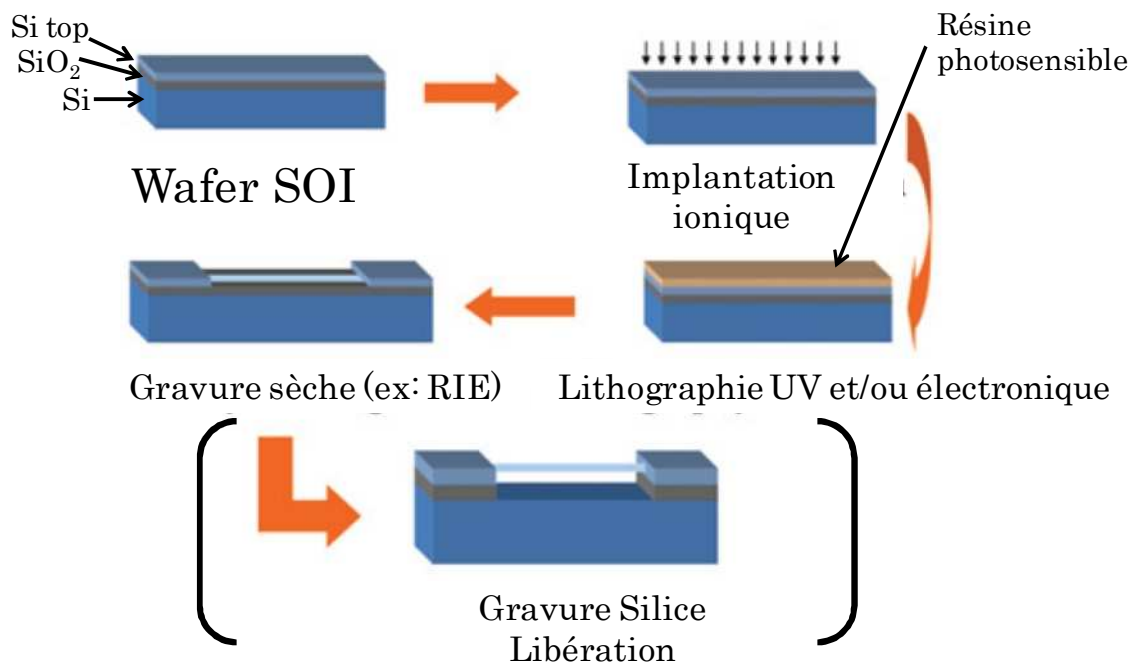


Figure 3: Exemple typique de procédé de fabrication d'un nanofil *top-down*. [DUR 11]

Il existe d'autres méthodes alternatives à la fabrication de nanofils sur SOI. Par exemple, l'équipe de Beom Joon Kim de l'université de Tokyo a proposé en 2009, une nouvelle méthode pour fabriquer des nanofils monocristallins suspendus. Elle utilise l'anisotropie de la gravure humide à l'hydroxyde de potassium et une oxydation thermique [KIM 09]. Un film de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est d'abord déposé sur le substrat monolithique (Figure 5a et b). Les nanolignes sont définies par lithographie et gravure RIE (Figure 5c et d). La largeur des nanofils est définie par gravure chimique au KOH qui révèle les plans de gravure lente (111) (Figure 5e). Ils procèdent ensuite à une oxydation locale du silicium formant ainsi une couche de protection (Figure 5f). Une deuxième lithographie et une gravure au BHF est

<sup>5</sup> Reactive ion etching : Gravure ionique réactive

<sup>6</sup> Dans le cas de nanofil *top-down* dont la section est rectangulaire on peut aussi parler de largeur.

réalisée pour venir enlever la couche d'oxyde non protégée (Figure 5g et h). Une gravure KOH libère les nanofils (Figure 5i et j). Enfin, la couche de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  est dissoute dans un bain de BHF (Figure 5k). La Figure 4 montre le résultat du procédé. Malgré le nombre important d'étapes, ce procédé a pour avantage de créer des fils de dimensions submicrométriques ( $\sim 500$  nm) sans nécessiter une lithographie électronique.

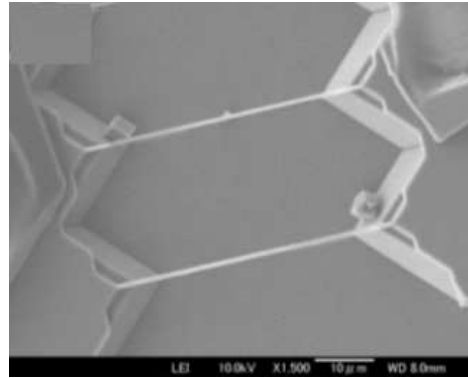


Figure 4: Nanofils fabriqués par gravure sélective au KOH [KIM 09]

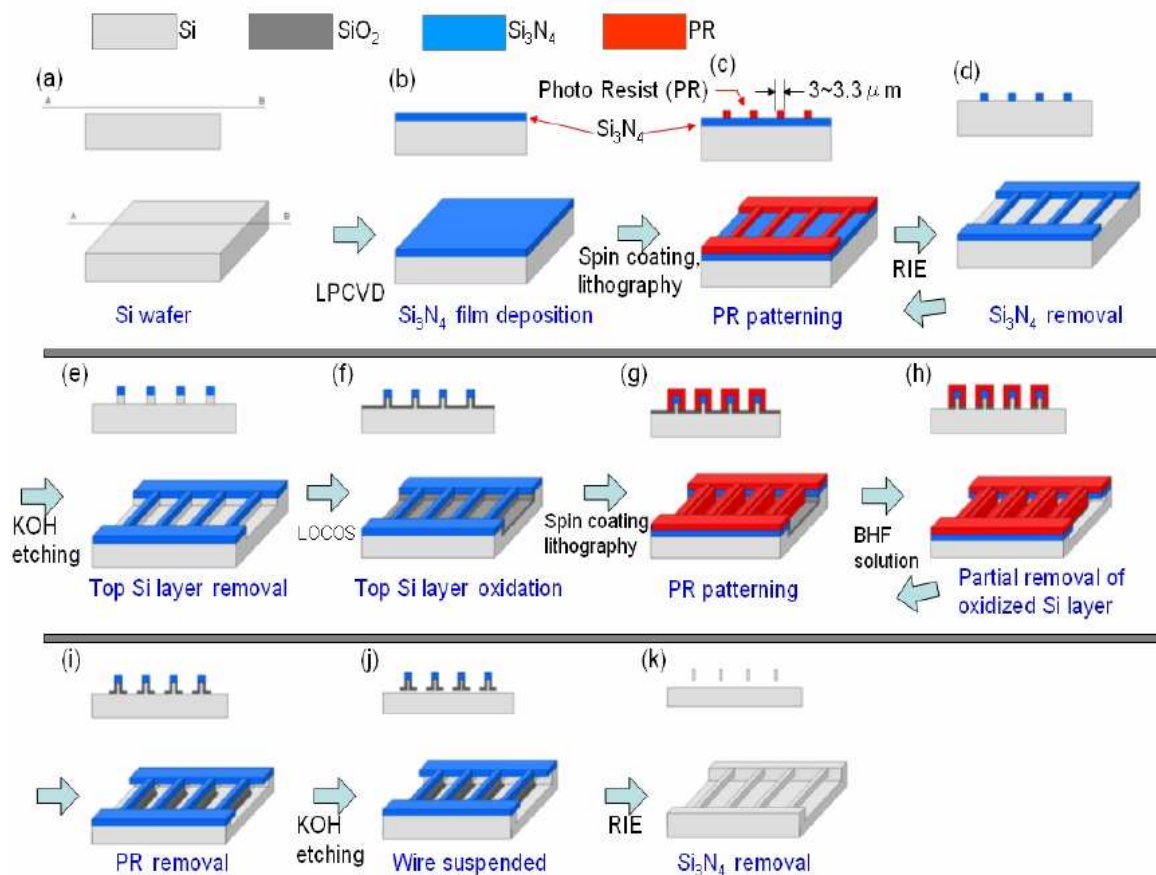


Figure 5: Procédé de fabrication de nanofil top-down par gravure KOH [KIM 09]

## 1.2. Propriétés mécaniques et électromécaniques des nanofils

Cette partie sera consacrée aux propriétés mécaniques et électromécaniques des nanofils en silicium monocristallin. Comme une grande partie de la thèse est consacrée à la piézorésistivité nous séparerons l'examen de cette propriété remarquable dans une sous-partie plus détaillée.

### 1.2.1 Constantes élastiques des nanofils

A part les effets de piézorésistivité, les nanofils de silicium présentent des modules d'élasticité effectifs différents de ceux du matériau massif [SAD 10]. Cet effet est principalement dû à la présence de l'oxyde natif du silicium qui transforme le nanofil en matériau composite. Dans une moindre mesure les élasticités de surface modifient également la rigidité du nanofil. Cet effet sera détaillé au Chapitre 2. La Figure 6a montre que les nanofils de dimensions supérieures à 50 nm ont un module d'élasticité proche de celui du matériau massif. Les courbes d'ajustement utilisent plusieurs jeux de paramètres pour l'épaisseur de la silice  $t_{ox}$  et son module de Young  $E_{ox}$ .

D'une manière générale, la caractérisation mécanique des nanofils est souvent réalisée par flexion avec un microscope à force atomique (AFM) ce qui permet de déterminer leurs modules d'élasticité (ex. module de Young) et leurs limites de rupture [SOH 09]. Q. Jin *et al.* recensent plusieurs valeurs de module de Young mesurées selon 3 méthodes : par résonance, par élongation, par flexion (Figure 6 b). Pour un nanofil de 20 nm, le module de Young est quasiment divisé par 10 par rapport à celui du matériau massif.

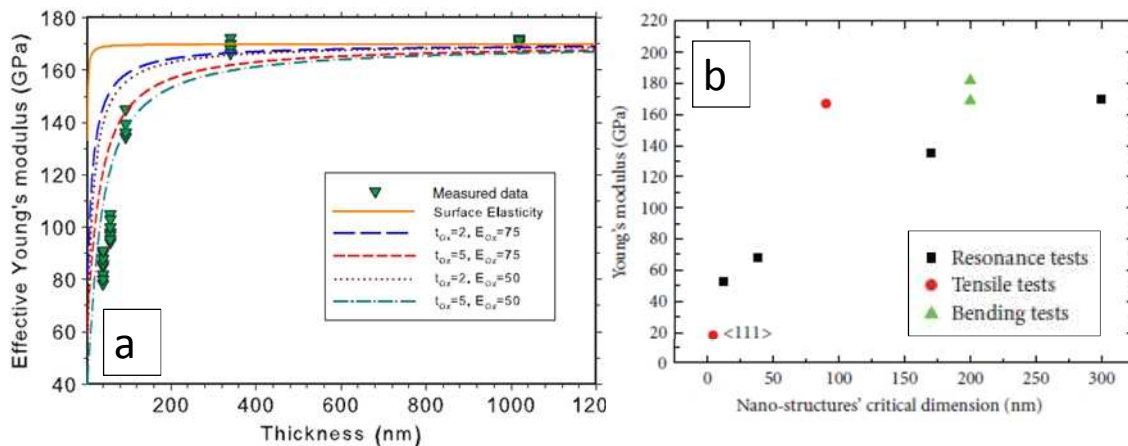


Figure 6: a) Modules de Young effectifs de nanopoutres en silicium en fonction de leur épaisseur. [SAD 10] b) compilation de modules de Young effectifs de nanofils [JIN 09]

### 1.2.2 Limite d'allongement et de rupture des nanofils

Comme pour la mesure de l'élasticité, une méthode couramment utilisée pour caractériser mécaniquement les nanofils est l'utilisation d'un AFM qui vient directement appliquer des contraintes sur des nanofils. Dai-Ming Tang *et al.* [TAN 12] ont utilisé cette technique pour mesurer la limite de rupture de nanofils *bottom-up* (croissance VLS). La Figure 7a montre le principe de la mesure. La Figure 7b montre des images de l'allongement d'un nanofil en fonction du temps. La Figure 7c montre que plus le nanofil est fin, plus la limite de rupture est élevée : le silicium perd son caractère fragile et semble devenir plus plastique. D'après la Figure 7, la limite de rupture peut atteindre 11 GPa, valeur très supérieure à celle du silicium massif (7 GPa).

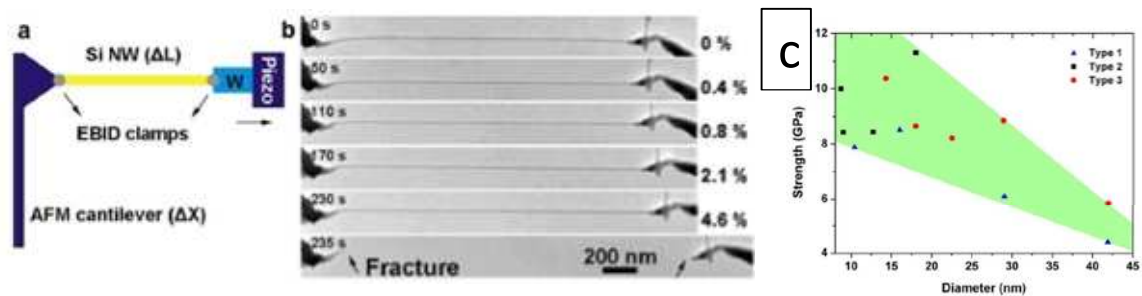


Figure 7: Caractérisation *in situ* de nanofils de type *bottom-up* par cantilever AFM. [TAN 12] Voir texte

M. S. Steighner *et al.* [STE 11] ont utilisé un micro actionneur MEMS électrothermique à chevrons pour étirer des nanofils *bottom-up* (croissance VLS). Ils ont montré que l'allongement maximum avant rupture varie de 2 à 8 % de la longueur suivant les orientations des nanofils. L'épaisseur de leurs nanofils est comprise entre 250 et 840 nm. Pour les nanofils qui nous intéressent, orientés selon la direction [110], la déformation à la rupture se situe autour de 5%.

S. S. Walavalakar *et al.* [WAL 10] qui ont utilisé un film de PMMA pour fléchir des nanofils *bottom-up*, ont trouvé un allongement à la rupture allant jusqu'à 24 % de la longueur pour des nanofils de 30 nm d'épaisseur. Ce résultat est en accord avec les résultats de M.S. Steighner *et al.* car pour les nanofils de plus grande épaisseur la limite de rupture diminue bien en dessous de 5%

Récemment V. Passi *et al.* de l'EMN<sup>7</sup> et de l'Université Catholique de Louvain ont également mesuré la limite de rupture par chargement mécanique *in situ* en utilisant la contrainte résiduelle d'un film de SiN<sub>x</sub>. La Figure 8 confirme la tendance de l'effet de taille: plus le nanofil est fin, plus sa limite de rupture est élevée [PAS 11].

La limite d'allongement des nanostructures est bien supérieure à celle du silicium massif qui est de 0.4 % de la longueur.

<sup>7</sup> Institut d'Electronique de Microelectronique et de Nanotechnologie

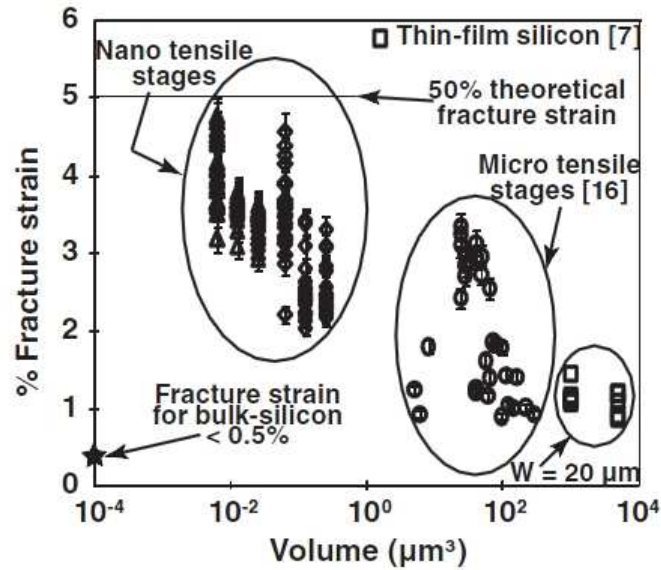


Figure 8: Variation de la limite de rupture de différentes micro et nanostructures en fonction de leurs volumes. Données compilées par [PAS 11]

Grace à une étude reposant sur une observation de nanofils par microscopie électronique à transmission, Xiaodong Han *et al.* [HAN 07] attribuent ce changement de limite de rupture à une plasticité accrue des nanofils due à une augmentation du nombre de dislocations dans le cristal par rapport au silicium massif.

### 1.2.3 Piézorésistivité

La piézorésistivité géante est une des propriétés les plus remarquables des nanofils de silicium. L'étude de cet effet a été la première motivation de cette thèse. C'est pourquoi nous analyserons en détail cette propriété dans cette partie à la fois dans le cas du silicium massif et dans le cas des nanofils en silicium.

Après un bref historique des découvertes relatives à la piézorésistivité, nous rappellerons les définitions et principales équations de base décrivant la piézorésistance des jauges de déformation et la piézorésistivité des matériaux cristallins. Dans la suite un survol des mécanismes physiques à l'origine de la piézorésistivité sera présenté, puis nous recenserons les valeurs publiées des coefficients piézorésistifs du silicium massif et des nanofils en silicium monocristallin.

#### 1.2.3.1 Historique

Avec le développement du télégraphe au 19<sup>ème</sup> siècle, des problématiques de propagation du signal et de conductivité changeante en fonction du temps, ont motivé l'observation du changement de conductivité/résistivité sous contraintes mécaniques [BAR 09]. En 1856, le physicien britannique William Thomson, mieux connu sous le nom de Lord Kelvin, a remarqué pour la première fois un changement de résistance électrique avec l'élongation du fer et du cuivre [THO 56].

La même année, Lord Kelvin donna une conférence (la Bakerian Lecture) devant la Société Royale de Londres, où il présenta une expérience dans laquelle des fils en fer et de cuivre étaient étirés à l'aide de poids et leur changement de résistance était mesuré grâce à un pont de Wheatstone. Lord Kelvin conclut que puisque l'élongation des deux fils était la même, « l'effet observé devait vraiment dépendre d'une variation de conductivité » [BAR 09].

A la suite des travaux de Lord Kelvin, Herbert Tomlinson confirma le changement de la conductivité en présence d'une contrainte mécanique. Il effectua des mesures sur différents métaux en faisant varier, cette fois, l'orientation. [TOM 76][TOM 83]. Pour la première fois en 1932, Mildred Allen proposa des expériences pour mesurer la conductivité en fonction de la direction cristallographique de cristaux de bismuth, antimoine, cadmium, zinc et étain [ALL 32][ALL 33][ALL 36][ALL 37]. En 1935, le terme de piézorésistance apparaît dans l'article de John W. Cookson qui distingue le changement de la conductivité avec les contraintes et le changement total de résistance [COO 35]. Le terme de piézoélectricité, quant à lui, est apparu bien plus tôt avec Hermann Hankel en 1881 (Figure 9).

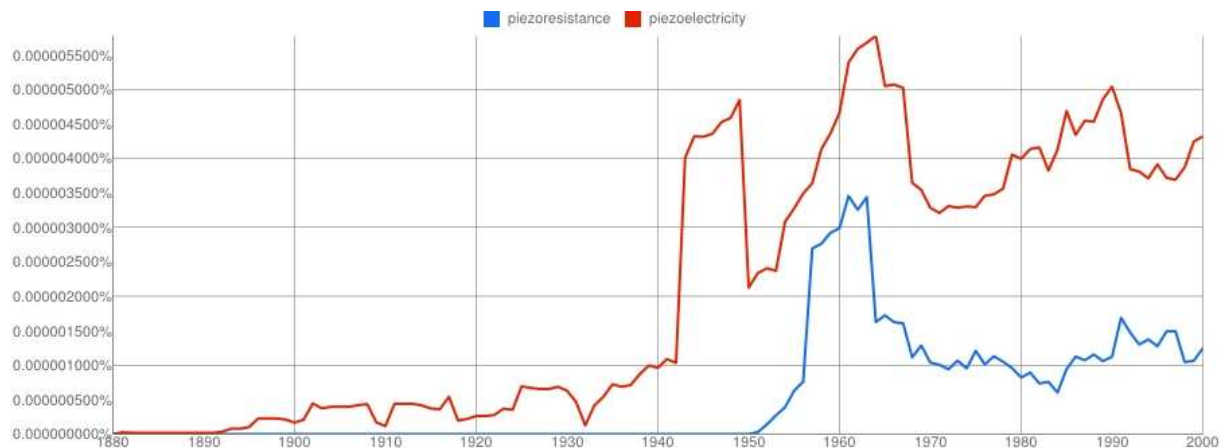


Figure 9: Fréquence d'apparition en pourcentage des mots « piezoresistance » et « piezoelectricity » dans le corpus de textes scannés par Google. Données prises sur <http://books.google.com/ngrams> Juin 2012

Les deux phénomènes, bien que proches sémantiquement, ne sont pas liés<sup>8</sup>. En 1910, Woldemar Voigt formalise l'expression tensorielle des contraintes et des déformations dans un cristal ainsi que l'expression tensorielle généralisée de la loi de Hooke [VOI 10]. En 1950, John Bardeen et William Shockley, co-inventeurs du transistor<sup>9</sup>, prévoient des changements de conductivité relativement importants dus à la déformation de cristaux semi-conducteurs. [BAR 50]. Dès 1954, Charles S. Smith mesure des coefficients piézorésistifs «exceptionnellement grands» sur le silicium et germanium [SMI 54]. Aujourd'hui, cet article constitue la référence de base historique sur la piézorésistivité du silicium et du germanium.

<sup>8</sup> On rappelle que la piézoélectricité est la propriété que possède un corps de se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique. Le silicium n'est pas piézoélectrique.

<sup>9</sup> Avec Walter Brattain

Les premières jauges de contraintes en silicium ont été fabriquées par gravure chimique, elles étaient considérées comme une grande avancée technologique avec leur sensibilité au moins 50 fois supérieure à celle des jauges métalliques [SAN 62]. Les premières applications commerciales de ces jauges virent le jour à la fin des années 1950 avec leur utilisation dans des capteurs de pression. Dès 1960, il y avait deux sociétés vendant des jauges piézorésistives à base de silicium massif : Kulite-Bytrex and Microsystems [NIE 85]. L'invention de la technologie planaire par Jean Hoerni en 1959 améliora également la construction de capteurs piézorésistifs. Le premier capteur de pression intégré fut réalisé par Tufte *et al.* à Honeywell Research en 1962 [TUF 62]. Quand les MEMS ont émergé dans les années 1980, les capteurs piézorésistifs étaient prépondérants [BAR 09]. Dans la publication célèbre « *Silicon as a Mechanical Material*, » de Kurt E. Petersen en 1982 les capteurs piézorésistifs et leurs méthodes de fabrication sont décrits [PET 82]. Depuis, les améliorations des technologies de microfabrication en termes de résolution, de dopage, de gravure et de dépôt de couches minces ont permis aux capteurs piézorésistifs de gagner en performances, et bien sûr, en miniaturisation. Les nanotechnologies et la piézorésistivité n'ont pas tardé à se rencontrer lorsque, en 2002-2003, T. Toriyama, Y. Tanimoto et S. Sugiyama furent les premiers à mesurer un coefficient piézorésistif longitudinal de nanofils en silicium jusqu'à 60% plus élevé que celui du silicium massif [TOR 02, TOR 03]. Mais ce n'est qu'en 2006 que cet effet de piézorésistivité dite « géante » a trouvé sa notoriété, quand RongHui He et PeiDong Yang de Berkeley, publient dans Nature leurs mesures montrant que les nanofils de silicium peu dopés de type p pouvaient avoir un coefficient piézorésistif apparent jusqu'à 37 fois supérieur aux valeurs du silicium massif [HE 06]. A la différence des nanofils de Toriyama qui ont été fabriqués par approche descendante (lithographie, gravure), les nanofils de He et Yang ont été fabriqués par approche ascendante (croissance VLS). Cette découverte de la piézorésistance géante a motivé de nombreux travaux sur les propriétés électromécaniques des nanofils et parmi eux cette thèse. Depuis 2006, des travaux ont confirmé les résultats de He et Yang [REC 08] [YAN 08] alors que d'autres travaux ont remis en cause l'existence d'une piézorésistance géante d'origine volumique [ROW 10] [DUR 11].

### 1.2.3.2 Piézorésistance et piézorésistivité : Définitions

Pour introduire la notion de piézorésistance, considérons un barreau parallélépipédique de longueur  $L$  et de section  $S=wh$ , constitué d'un matériau de résistivité  $\rho$  (Figure 10). Soit  $\Delta R$  la variation de sa résistance lorsqu'il est soumis à une contrainte axiale  $\sigma$ . Les lignes de courants sont supposées parallèles à  $L$ . En différentiant l'expression de la résistance  $R = \rho L/wl$ , on obtient :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta L}{L} - \frac{\Delta w}{w} - \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta \rho}{\rho} \quad (1)$$

Les trois premiers termes correspondent à la variation relative de la résistance liée aux changements de la géométrie de la structure induit par la contrainte et le dernier terme à la variation de la résistance due à la piézorésistivité du matériau.

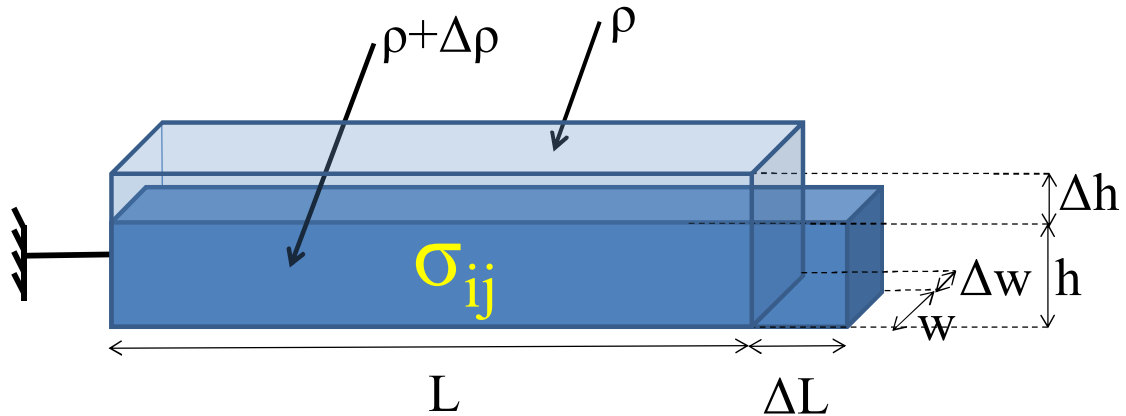


Figure 10: Illustration des changements géométriques d'une résistance parallélépipédique après application de contrainte quelconque.

Dans le cas d'un chargement axial appliqué sur le barreau de la Figure 10, si on substitue la définition du coefficient de poisson,  $\nu = -(\Delta w/w)/(\Delta L/L) = -(\Delta h/h)/(\Delta L/L)$ , la variation relative de résistance s'écrit :

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta L}{L} (1 + 2\nu) + \frac{\Delta \rho}{\rho} \quad (2)$$

#### Facteur de jauge

On définit alors le facteur de jauge en déformation comme étant :

$$GF = \frac{\Delta R/R}{\Delta L/L} = (1 + 2\nu) + \frac{\Delta \rho/\rho}{\Delta L/L} \quad (3)$$

Dans le cas d'une jauge métallique, la variation de résistivité avec la contrainte est négligeable<sup>10</sup> et le facteur de jauge est approximativement égal à :

$$GF_{\text{métal}} \approx (1 + 2\nu) \quad (4)$$

Il est donc inférieur ou égal à 2 (car  $\nu \leq 0.5$ ) et peu dépendant du type de métal.

En revanche, les propriétés électriques des semi-conducteurs sont très dépendantes de la symétrie du cristal. Une déformation mécanique a pour effet de briser cette symétrie cristalline, ce qui modifie fortement la résistivité du semi-conducteur. Deux ordres de grandeur séparent la variation de résistivité de la variation géométrique [SUN 10]. Le facteur de jauge est alors déterminé essentiellement par la piézorésistivité du matériau :

$$GF_{\text{semi-conducteur}} = \frac{\Delta R/R}{\Delta L/L} \approx \frac{\Delta \rho/\rho}{\Delta L/L} \quad (5)$$

<sup>10</sup> La résistivité d'un métal est peu affectée par le paramètre de maille qui peut changer avec la contrainte.



### Représentation tensorielle de la piézorésistivité

La piézorésistivité des semi-conducteurs cristallins est fortement anisotrope [SMI 54]. Nous rappelons dans cette partie la représentation tensorielle de la piézorésistivité qui permet de rendre compte de cette anisotropie. Pour lier la variation de résistivité avec la contrainte, on introduit le tenseur de piézorésistivité. C'est un tenseur de rang 4, puisqu'il lie deux tenseurs de rang 2 symétriques qui sont le tenseur de résistivité et le tenseur de contrainte. Dans le cas d'une relation linéaire entre la résistivité et la contrainte :

$$\frac{\Delta\rho_{ij}}{\rho} = \sum_{k,l} \pi_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (6)$$

Les indices sont à remplacer par 1→x, 2→y, 3→z. En tenant compte des symétries, il est possible d'utiliser des notations condensées de Voigt [VOI 10]. 11→1, 22→2, 33→3, 23→4, 13→5, 12→6 et l'expression (6) prend la forme simplifiée suivante :

$$\frac{\Delta\rho_i}{\rho} = \sum_{k=1}^6 \pi_{ik} \sigma_k \quad (7)$$

Où  $\pi_{ik}$  est une matrice 6x6. Dans la suite nous ne considérerons que le cas de matériaux cubiques. Pour un cristal de maille cubique diamant, il n'y a que trois termes indépendants et le tenseur de piézorésistivité devient :

$$\pi_{ik} = \begin{pmatrix} \pi_{11} & \pi_{12} & \pi_{12} & & & \\ \pi_{12} & \pi_{11} & \pi_{12} & & & \\ \pi_{12} & \pi_{12} & \pi_{11} & & & \\ & & & \pi_{44} & 0 & 0 \\ & & & 0 & \pi_{44} & 0 \\ & & & 0 & 0 & \pi_{44} \end{pmatrix} \quad (8)$$

Des termes de rang supérieur peuvent être néanmoins être ajoutés dans l'expression (7) pour rendre compte des non linéarités de la piézorésistivité qui peuvent ne plus être négligeables pour de fortes contraintes appliquées.

$$\frac{\Delta\rho_i}{\rho} = \sum_{k=1}^6 \pi_{ik} \sigma_k + \sum_{k,l=1}^6 \pi_{ikl} \sigma_k \sigma_l \quad (9)$$

Dans toute la suite nous assimilerons les directions x, y, z aux 3 directions cristallographiques [100], [010] et [001]. Voyons maintenant le changement de résistance induite par la contrainte. Le champ électrique  $\mathbf{E}$  et la densité de courant  $\mathbf{J}$  sont liés par la loi d'ohm locale :

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \rho_{xx} & \rho_{xy} & \rho_{xz} \\ \rho_{yx} & \rho_{yy} & \rho_{yz} \\ \rho_{zx} & \rho_{zy} & \rho_{zz} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} J_x \\ J_y \\ J_z \end{pmatrix} \quad (10)$$

Le changement de champ électrique  $\Delta\mathbf{E}$  dû à la piézorésistance s'écrit donc :

$$\begin{pmatrix} \Delta E_x \\ \Delta E_y \\ \Delta E_z \end{pmatrix} = \rho \begin{pmatrix} \frac{\rho_{xx}}{\rho} & \frac{\rho_{xy}}{\rho} & \frac{\rho_{xz}}{\rho} \\ \frac{\rho_{yx}}{\rho} & \frac{\rho_{yy}}{\rho} & \frac{\rho_{yz}}{\rho} \\ \frac{\rho_{zx}}{\rho} & \frac{\rho_{zy}}{\rho} & \frac{\rho_{zz}}{\rho} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} J_x \\ J_y \\ J_z \end{pmatrix} \quad (11)$$

En combinant les équations (7), (8) et (11) on peut relier la variation des champs électriques aux composantes du tenseur de contrainte :

$$\begin{cases} \frac{\Delta E_x}{\rho} = [\pi_{11}\sigma_x + \pi_{12}(\sigma_y + \sigma_z)]J_x + [\pi_{44}\sigma_{xy}]J_y + [\pi_{44}\sigma_{xz}]J_z \\ \frac{\Delta E_y}{\rho} = [\pi_{11}\sigma_y + \pi_{12}(\sigma_z + \sigma_x)]J_y + [\pi_{44}\sigma_{xy}]J_x + [\pi_{44}\sigma_{yz}]J_z \\ \frac{\Delta E_z}{\rho} = [\pi_{11}\sigma_z + \pi_{12}(\sigma_x + \sigma_y)]J_z + [\pi_{44}\sigma_{xz}]J_x + [\pi_{44}\sigma_{yz}]J_y \end{cases} \quad (12)$$

Les équations (12) et la Figure 11 permettent de comprendre le rôle des différents coefficients piézorésistifs.

$\pi_{11}$  est le coefficient entre une contrainte et une tension électrique mesurées selon la direction cristalline [100].

$\pi_{12}$  est le coefficient entre une contrainte selon [100] et une tension mesurée selon [010].

$\pi_{44}$  représente est le coefficient entre une contrainte de cisaillement et une mesure où la tension et le courant sont perpendiculaires.

### Cas général d'une orientation quelconque

En pratique la piézorésistance peut avoir une orientation différente des axes du cristal cubique. On peut alors définir des coefficients piézorésistifs longitudinaux et transversaux définis par :

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

Où  $\pi_l$   $\pi_t$  sont les coefficients longitudinaux et transverse et  $\sigma_l$   $\sigma_t$  les contraintes longitudinales et transversales.

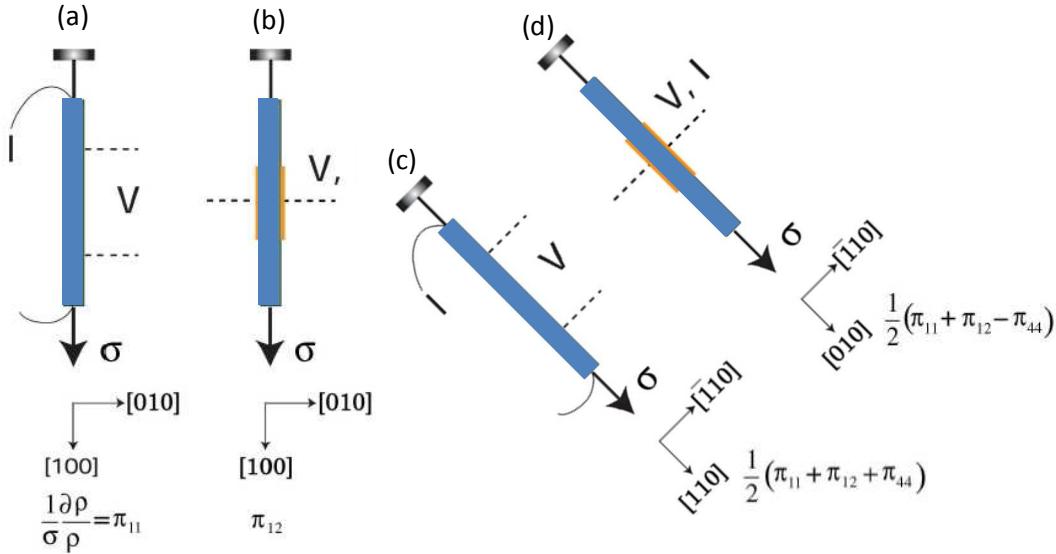
Dans le cas particulier où z est la direction [001], Mason et Thurston (1957) montrent que les coefficients longitudinaux et transversaux s'expriment par [MAS 57]:

$$\begin{cases} \pi_l = \pi_{11} + 2(\pi_{44} + \pi_{12} - \pi_{11})\cos^2(\varphi)\sin^2(\varphi) \\ \pi_t = \pi_{12} - 2(\pi_{44} + \pi_{12} - \pi_{11})\cos^2(\varphi)\sin^2(\varphi) \end{cases} \quad (14)$$

Où  $\varphi$  est l'angle depuis la direction <100> autour de l'axe [001] (Cet angle est illustré plus loin en Figure 13).

La [Figure 11](#) montre la relation entre les coefficients piézorésistifs longitudinaux et transverses d'une part et les coefficients  $\pi_{ij}$  d'autre part dans des configurations typiques de jauges de déformation ainsi que les coefficients piézorésistifs correspondants au cas où la surface est le plan cristallin (100). Pour nos nanofils, seuls les cas (a) et (c) et une orientation intermédiaire ont été considérés.

Les [Figure 11a](#) et [Figure 11b](#) correspondent au cas  $\varphi=0$  et les [Figure 11c](#) et [Figure 11b](#) correspondent à des jauges orientées selon la direction  $\langle 110 \rangle$  soit  $\varphi=45^\circ$ .



*Figure 11 : Schéma du principe de mesure des coefficients piézorésistifs. (a) et (c) sont des cas longitudinaux. (b) et (d) sont des cas transversaux. D'après Smith [SMI 54]*

Il est possible de généraliser davantage la représentation des coefficients piézorésistifs pour une orientation cristalline quelconque dans l'espace. Pour cela il faut transformer la matrice, définie dans le repère cartésien tel que  $(x,y,z)=([100], [010], [001])$ , donnée en (8) à l'aide d'une matrice de passage représentant le changement de coordonnées [KAN 82]:

$$\begin{pmatrix} l_1 & m_1 & n_1 \\ l_2 & m_2 & n_2 \\ l_3 & m_3 & n_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c(\varphi)c(\theta)c(\Psi) - s(\varphi)s(\Psi) & s(\varphi)c(\theta)c(\Psi) - c(\varphi)s(\Psi) & -s(\theta)c(\Psi) \\ -c(\varphi)c(\theta)s(\Psi) - s(\varphi)c(\Psi) & -s(\varphi)c(\theta)s(\Psi) + c(\varphi)c(\Psi) & s(\theta)s(\Psi) \\ c(\varphi)s(\theta) & s(\varphi)s(\theta) & c(\theta) \end{pmatrix} \quad (15)$$

Où  $c$  et  $s$  désignent les cosinus et sinus des angles d'Euler définis dans la [Figure 12](#).

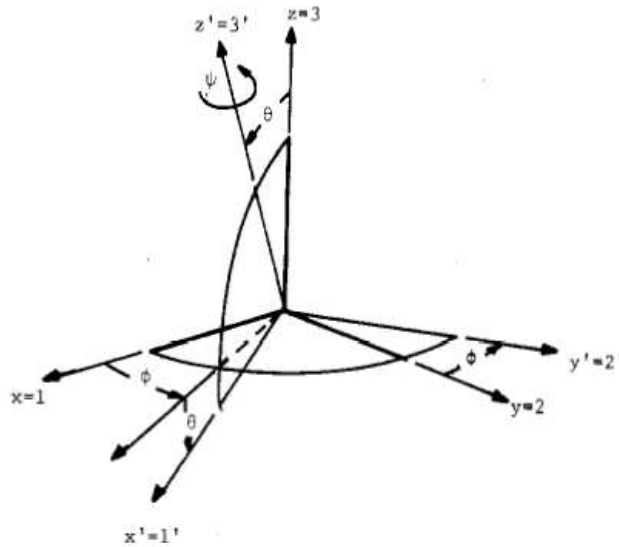


Figure 12: Angles d'Euler [KAN 82]

Par souci de concision, le détail des calculs ne sera pas décrit. On peut cependant donner, à titre d'exemple représentatif, le coefficient piézorésistif longitudinal dans une orientation quelconque [KAN 82]:

$$\pi_l = \pi_{11} + 2(\pi_{44} + \pi_{12} - \pi_{11})[l_1^2 m_1^2 + m_1^2 n_1^2 + n_1^2 l_1^2] \quad (16)$$

Où  $m_1, l_1, n_1$  sont les cosinus directeurs des axes.

### 1.2.3.3 Coefficients piézorésistifs du silicium

#### Coefficients piézorésistifs du silicium massif

Pour le silicium massif monocristallin peu dopé, les coefficients piézorésistifs linéaires dans le système d'axes d'un cristal cubique sont listés dans le Tableau 2<sup>11</sup>.

Tableau 2: Coefficients piézorésistifs du silicium monocristallin dans le système d'axes du cristal

Type de dopage et résistivité associée	Coefficients piézorésistifs ( $10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ )		
	$\pi_{11}$	$\pi_{12}$	$\pi_{44}$
Type N ( $\rho=11.7 \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ )	-102.2	53.7	-13.6
Type P ( $\rho=7.8 \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ )	6.6	-1.1	138.1

Il est important de remarquer que le coefficient  $\pi_{44}$  domine dans le cas du silicium de type P.

<sup>11</sup> Pour les lecteurs intéressés, les coefficients de piézorésistivité non linéaires  $\pi_{111}, \pi_{112}, \pi_{122}, \pi_{123}$  du silicium de type n ont été établis par K. Matsuda *et al.* [HUL 99].

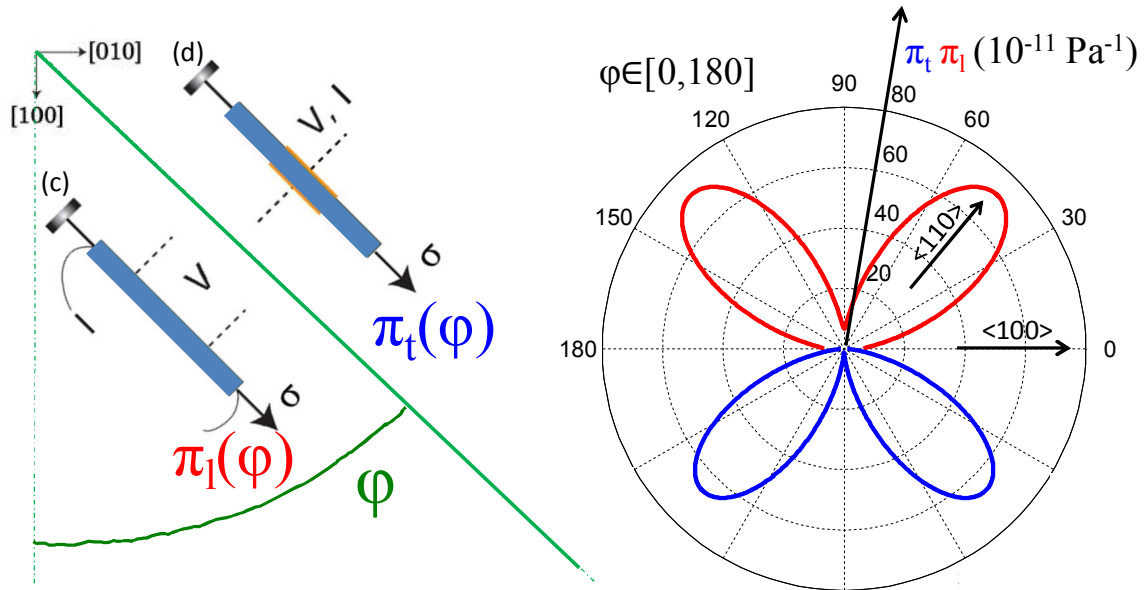


Figure 13: Coefficients piézorésistifs longitudinaux et transversaux pour différentes orientations cristallines sur un substrat (100) de silicium dopé p.  $\pi_l$  est positif  $\pi_t$  est négatif pour  $\varphi$  balayé entre 0 et 180 [SMI 54] [KAN 82]

A la manière de Kanda [KAN 82] la Figure 13 représente les coefficients piézorésistifs dans une direction quelconque du plan (100) pour le silicium de type p calculés à partir des valeurs du Tableau 2 et de l'équation (14). Cette visualisation permet de retrouver le résultat bien connu que les directions optimales des jauges de contraintes sur silicium (100) sont les directions équivalentes  $\{110\}$ .

En complément de cette visualisation 2D, la Figure 14 représente le coefficient de piézorésistivité longitudinal du silicium de type p dans l'espace. Cette représentation est pratique pour visualiser rapidement l'anisotropie de la piézorésistivité dans le silicium. On constate que le coefficient longitudinal est le plus fort selon les directions de famille  $\langle 111 \rangle$  et est le plus faible selon les directions de famille  $\langle 100 \rangle$ . On peut également redécouvrir les symétries de la maille cristalline du silicium. Ce « cuboïde » présente 8 « sommets » selon les directions de famille  $\langle 111 \rangle$  (en rouge vif). Il présente 8 arrêtes selon les directions de familles  $\langle 110 \rangle$  (en orange). Et 6 « faces » selon les directions de famille  $\langle 100 \rangle$  (en bleu foncé). On peut enfin remarquer que si on coupe le cube en deux à mi-hauteur, on retrouve la courbe rouge de la Figure 13.

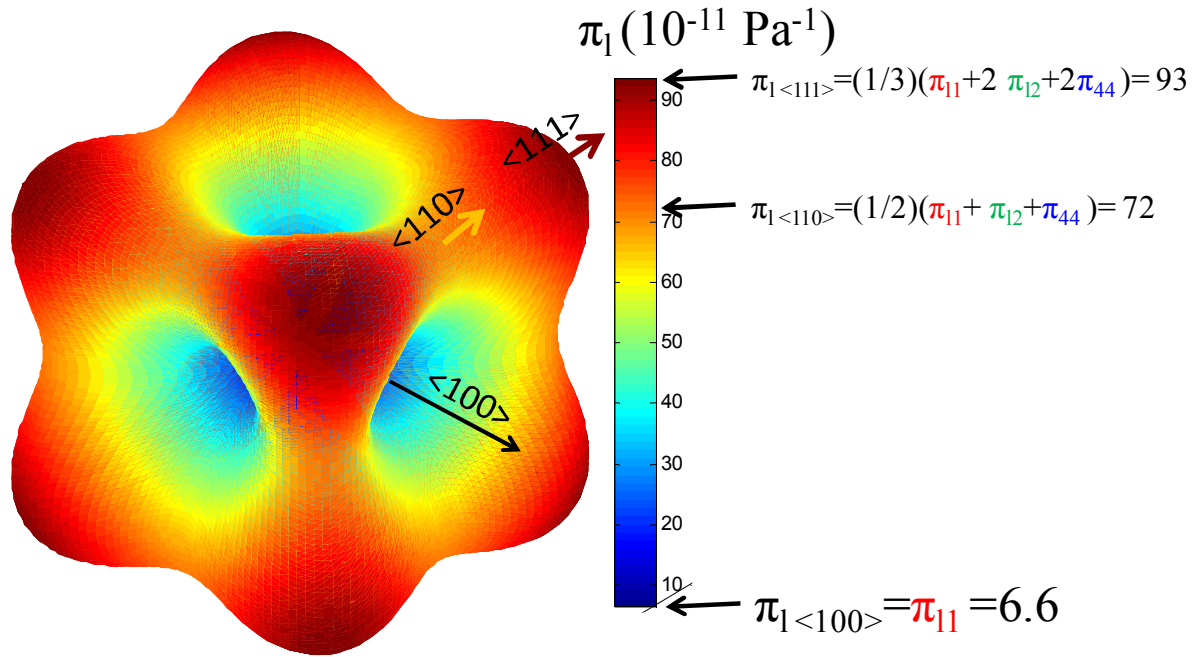


Figure 14: Représentation 3D de l'anisotropie du coefficient piézorésistif longitudinal du silicium de type p. La barre de couleur représente la valeur absolue du coefficient. Quelques valeurs particulières d'orientations cristallines ont été rajoutées.

Dans la suite nous ne considérerons que le cas de wafers de silicium d'orientation (100). Pour des wafers d'orientation (111), le coefficient piézorésistif est isotrope.

#### Variation du coefficient piézorésistif en fonction du dopage

Les Figure 15 à Figure 16 donnent les valeurs compilées récemment des coefficients piézorésistifs du silicium de type p en fonction du dopage [CHO 08] [RIC 08]. Notons que souvent seul le coefficient  $\pi_{44}$  est donné car c'est le coefficient le plus important sur le silicium de type P. On notera la forte dispersion des valeurs publiées (par exemple >30% pour  $\pi_{44}$  dans la gamme de dopages entre  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$  et  $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ). Ceci est sans doute en partie lié aux procédures de mesure généralement utilisées (mesures indirectes).

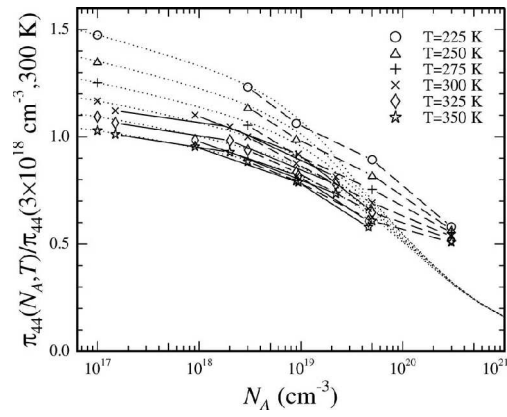


Figure 15: Valeurs expérimentales et théoriques (courbes pointillées) du coefficient piézorésistif  $\pi_{44}$  du silicium de type  $p$  en fonction du dopage pour différentes températures. [RIC 08]

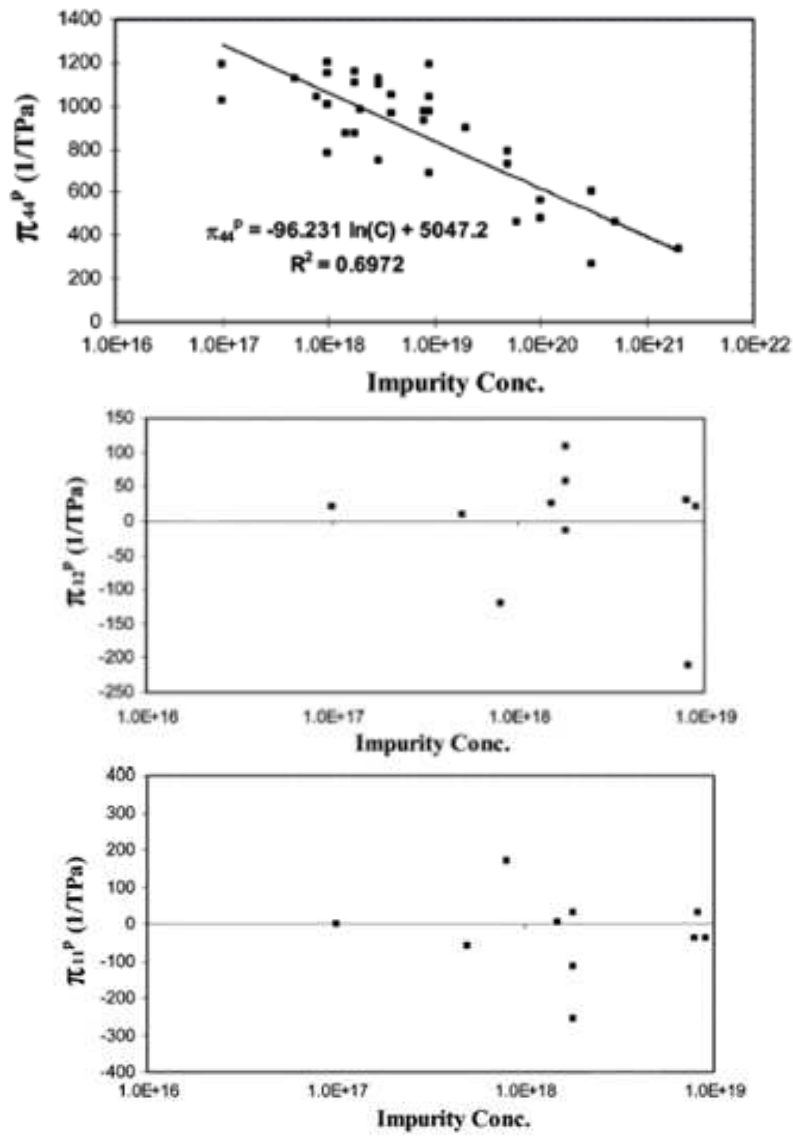


Figure 16: Coefficient piézorésistif  $\pi_{11}$ ,  $\pi_{12}$  et  $\pi_{44}$  du silicium de type  $p$  en fonction du dopage. [CHO 08]

*Variation du coefficient piézorésistif en fonction de la température*

La Figure 17 montre l'évolution de  $\pi_{44}$  du silicium dopé p avec la température pour différents dopages. Le coefficient en température est négatif et diminue avec le dopage avec une variation d'un facteur 2 lorsque le dopage croit de  $1 \times 10^{18}/\text{cm}^3$  à  $1 \times 10^{19}/\text{cm}^3$ .

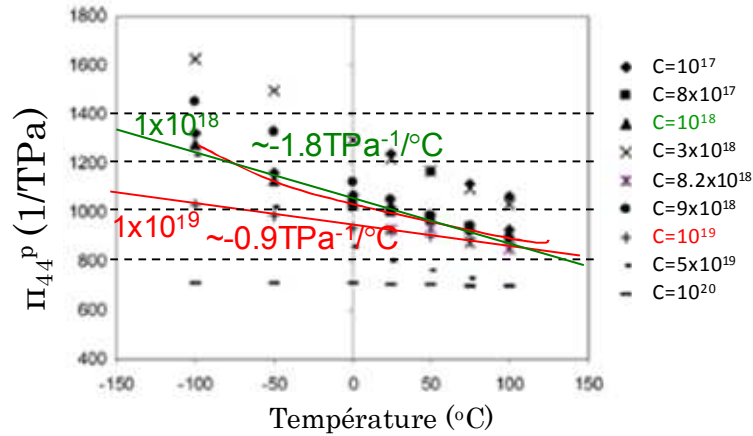


Figure 17: Coefficient piézorésistif  $\pi_{44}$  du silicium de type p en fonction de la température pour différents dopages. Les concentrations en porteurs à droite sont données en atomes/cm<sup>3</sup> [CHO 08]

**1.2.3.4 Origine de la piézorésistivité dans le silicium massif**

La piézorésistivité du silicium intrinsèque peut s'expliquer simplement par le fait que le transport électrique dans un semi-conducteur est conditionné par sa structure de bande d'énergie. La structure de bande résulte, quant à elle, de la géométrie du cristal considéré (structure diamant pour le silicium). La contrainte mécanique qui déforme le cristal déforme donc également la structure des bandes d'énergie. Le transport électrique, en particulier la mobilité des porteurs et la distribution des porteurs dans les bandes est alors modifiée. La Figure 18 montre l'effet de la contrainte sur les bandes de valence du silicium. On peut y voir la déformation des bandes dans l'espace réciproque dans les directions 100 et 110. Que la contrainte soit compressive ou extensive, elle a pour effet de lever la dégénérescence de la bande de valence.



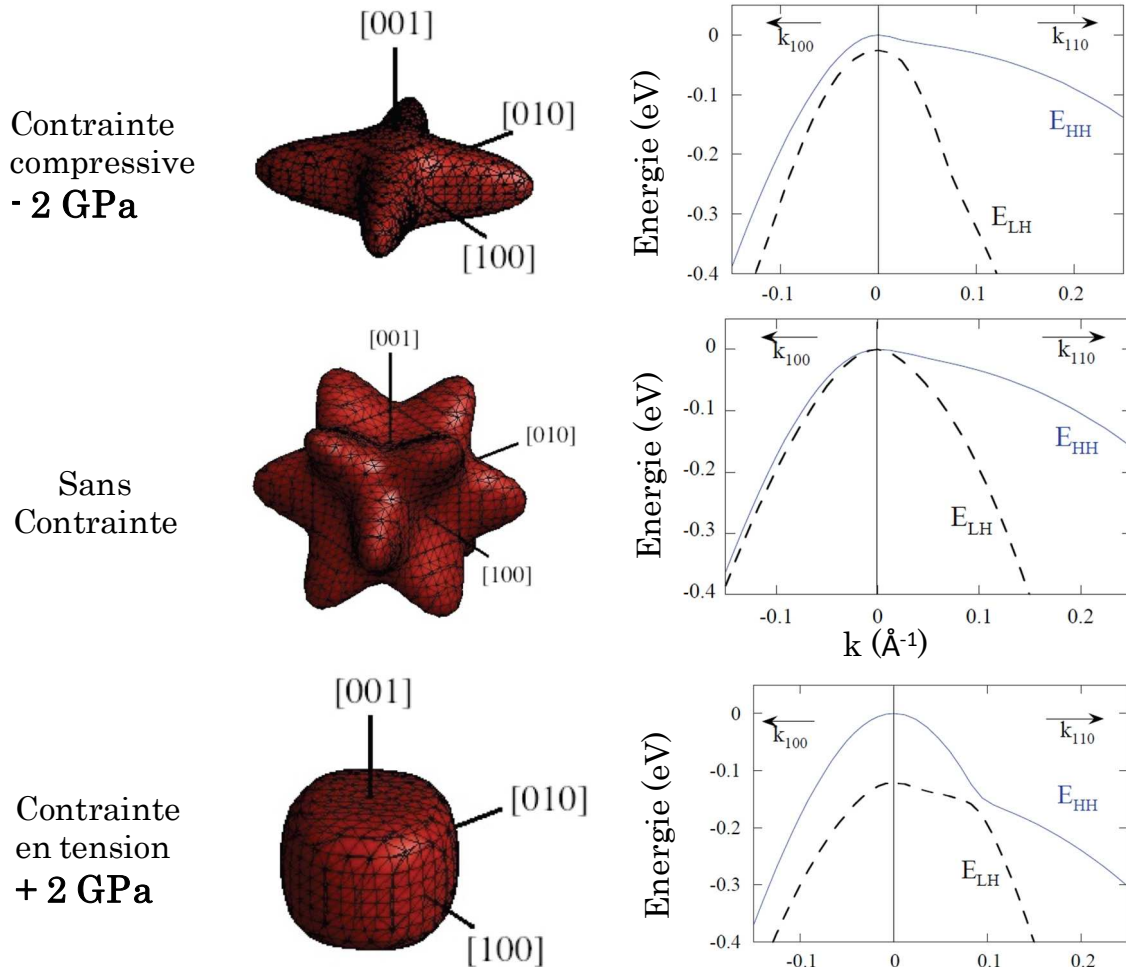


Figure 18: Déformation des surfaces iso énergie (rouge) et des bandes de valence sur le silicium après déformation biaxiale compressive ou en tension [NGH 11].

Les premiers modèles expliquant la piézorésistivité du silicium n et p montrent que les interactions entre les porteurs à travers le cristal peuvent varier avec la contrainte (ou plus précisément la déformation microscopique) car 1) la déformation du cristal change la population de porteurs dans chacune des 6 vallées<sup>12</sup> du silicium 2) la déformation modifie les interactions inter vallées. [HUL 99].

Contrairement au silicium de type n, la piézorésistivité du silicium de type p n'est bien prédite par la théorie qu'avec les modèles les plus récents et les plus sophistiqués [CAO 07] [RIC 08].

Dans le silicium de type p de nouveaux phénomènes viennent s'ajouter à ceux décrits plus haut et modifie davantage la mobilité des porteurs donc la résistivité. Un des phénomènes est la déformation des surfaces d'énergie (changement de la masse effective et donc de la mobilité des trous) et l'effet de repopulation des bandes d'énergie due à leur décalage induit par la contrainte. Dans la bande de valence, les bandes d'énergie ne sont pas parfaitement paraboliques<sup>13</sup> et sont dégénérées entre

<sup>12</sup> On appelle vallée les surfaces iso-énergies des bandes dans l'espace réciproque.

<sup>13</sup> La notion de masse effective est moins vraie pour des bandes non paraboliques

les trous légers et les trous lourds. La déformation du cristal vient lever cette dégénérescence, modifiant les interactions inter vallées [HUL 99].

### 1.2.3.5 La piézorésistivité des nanofils de silicium

Cette section synthétise les principaux résultats publiés concernant la piézorésistance des nanojauges de silicium et la piézorésistivité des nanofils de silicium. Nous nous limiterons au cas du silicium monocristallin. Il convient cependant de préciser que la piézorésistivité dans d'autres nanostructures en silicium a été étudiée: une équipe portugaise et allemande a publié un article détaillé sur la piézorésistivité de couches minces constituées de nanocristaux en silicium [ALP 11]. Contrairement au silicium monocristallin, à cause de l'orientation aléatoire des cristaux, l'effet de piézorésistance est isotrope.

Le confinement 3D du transport électrique dans des nanofils de silicium de type p conduit à une augmentation du coefficient piézorésistif longitudinal. Cet effet dit de piézorésistivité géante croit lorsque la section ou/et le dopage du nanofil diminue.

D'après He [HE 06], pour des nanofils élaborés par croissance VLS, il devient notable que pour des fils de diamètre inférieur à  $\sim 200$  nm et de dopage inférieur à  $2 \times 10^{19}/\text{cm}^3$  (Figure 19). Pour des fils cylindriques orientés selon  $\langle 111 \rangle$ , le gain peut atteindre 37 pour un fil peu dopé (quelques  $10^{15}/\text{cm}^3$ ) et un diamètre de  $\sim 70$  nm. Pour des fils cylindriques orientés selon  $\langle 110 \rangle$  et dopés à  $\sim 1.2 \times 10^{18}/\text{cm}^3$ , le gain est de 9.4 pour un diamètre de 75 nm.

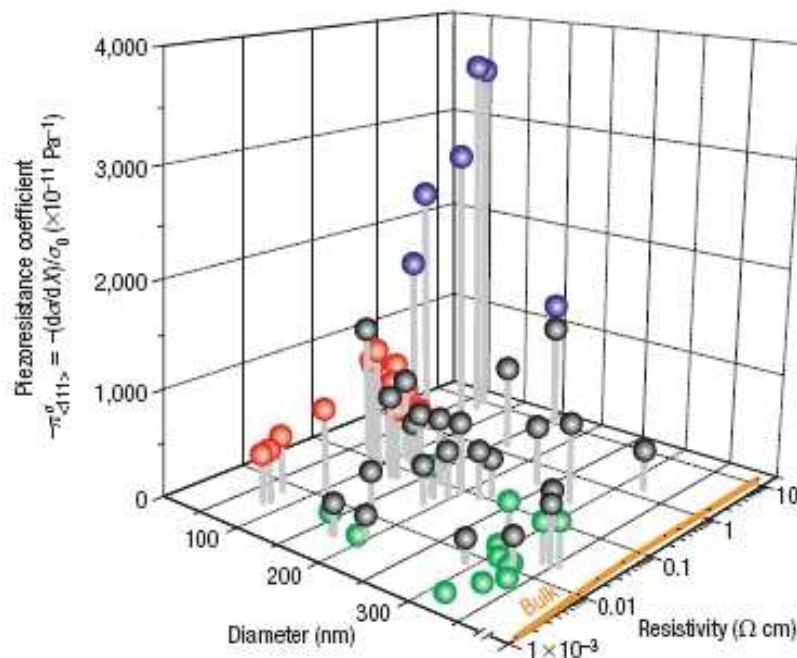
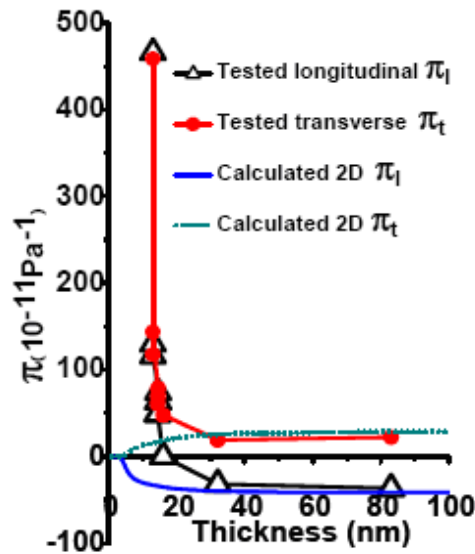


Figure 19: Coefficient piézorésistif longitudinal de nanofils bottom-up de silicium de type p et d'orientation  $\langle 111 \rangle$  de différents diamètres et de différents dopages [HE 06]

La [Figure 20](#) montre également un gain de piézorésistance pour des nanofils de type N, d'épaisseur 13 nm [[YAN 09](#)]. Ces nanofils de type N sont orientés selon la direction  $\langle 110 \rangle$ .



*Figure 20: Coefficients piézorésistifs longitudinaux et transverses de nanofils de Si-n tracés en fonction de l'épaisseur des nanofils [[YAN 09](#)]*

Le cas qui nous intéresse plus particulièrement dans cette thèse, est le cas de nanofils en silicium de type p de section rectangulaire fabriqués sur substrat (100) et orientés selon  $\langle 110 \rangle$ . Pour ce type de nanofil les résultats publiés ne sont pas toujours cohérents, probablement parce que, non seulement la taille de la section doit être considérée mais aussi les 2 dimensions de la section. Pour le dopage prévu pour les gyromètres du projet ARIANE ( $5 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ ), une section  $< 10^4 \text{ nm}^2$  semble nécessaire pour bénéficier de l'effet de piézorésistivité géante ([Figure 21](#)) [[TOR 02](#)]. Ceci correspond à des largeurs inférieures à  $\sim 60 \text{ nm}$  pour une épaisseur de 160 nm (épaisseur des substrats SOI du projet ARIANE).

Pour des nanofils passivés assez larges (confinement 2D) et dopés P à  $10^{19} / \text{cm}^3$ , un gain de piézorésistivité de 10.8 a été mesuré mais pour une épaisseur de seulement 9 nm et pour des nanofils non libérés. [[YAN 09](#)]

Pour des dopages plus faibles, un gain de piézorésistivité est observable pour des sections  $< 1 \times 10^5 \text{ nm}^2$  ([Figure 22](#)) [[REC 08](#)].

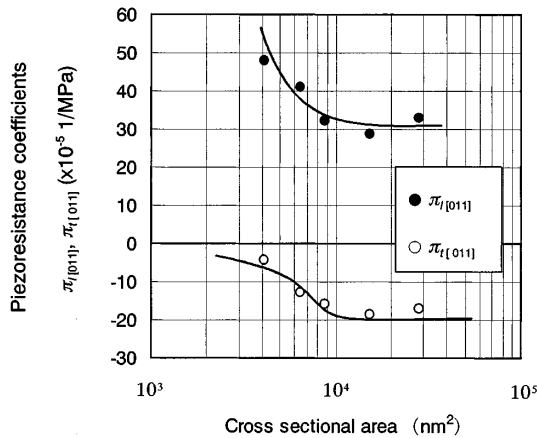


Figure 21: Coefficients piézorésistifs longitudinaux et transverses de nanofils de silicium de section rectangulaire orientés <110> sur Si(100). Epaisseur 53-64 nm, dopage  $5 \times 10^{19}/\text{cm}^3$  [TOR 02]

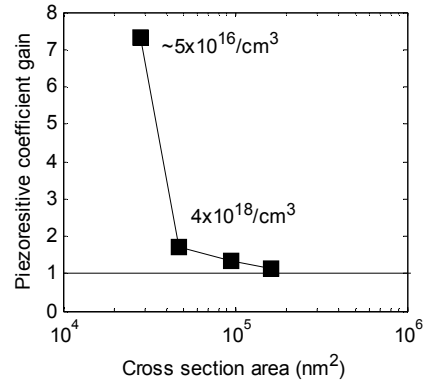


Figure 22: Gain du coefficient piézorésistif longitudinal de nanofils Si-p en fonction de l'aire de la section du fil. Adapté de [REC 08]

Les coefficients piézorésistifs publiés des nanofils de silicium sont en général linéaires pour de niveau de contraintes inférieurs à la valeur maximum visée dans le projet ARIANE (100 MPa) [CHE 04] [REC 08], mais pas toujours : ils peuvent aussi être non linéaires même pour des niveaux de contraintes de quelques dizaines de MPa [HE 2006]. Ceci semble dépendre du mode de préparation de la surface.

En effet, une variation du coefficient piézorésistif d'un facteur 2 a été observée en fonction de la préparation de surface pour des nanofils de Si-p orientés <111> de 90 nm de diamètre [HE 2008]. On peut penser que ceci est dû à une déplétion variable du nanofil selon la quantité de charges positives dans les états de surface. Pour des nanofils de faible diamètre, il faudrait donc passer les nanofils pour avoir des valeurs reproductibles des coefficients piézorésistifs.

### Origine de la piézorésistivité géante des nanofils

Pour expliquer la piézorésistivité géante des nanofils, il est d'abord naturel de penser à un confinement quantique de la fonction d'onde électronique sur les nanostructures. Cependant les effets quantiques liés au confinement ne devraient pas se manifester au-delà de 5-20 nm [CAO 07].

En 2008, Alistair C.H. Rowe de l'école Polytechnique a proposé un modèle simple et élégant pour expliquer les résultats de He and Yang sur la piézorésistivité géante [ROW 08]. La piézorésistivité géante apparente ne serait pas un effet volumique mais un effet de surface lié à la présence de zones de déplétion tout autour du nanofil d'épaisseurs modulées par la contrainte. Le potentiel de surface induisant ces zones de déplétion est attribué à des charges piégées dans l'oxyde natif. Comme nous le verrons par la suite, l'épaisseur de ces zones de déplétion réduit le canal effectif de conduction des porteurs dans le semi-conducteur ce qui a pour effet de modifier la résistance totale de la structure. En supposant que le potentiel de surface varie avec la contrainte selon la loi empirique:

$$\frac{d\phi}{d\sigma} = 0.5 \text{ meV/MPa} \quad (17)$$

Où  $\sigma$  est la contrainte appliquée, le modèle proposé a permis d'expliquer les résultats de He et Yang.

T.T. Trang Nghiêm *et al.* de l'IEF ont repris le modèle d'Alistair Rowe en y ajoutant l'effet de modification directe de la courbure des bandes d'énergie par la contrainte. Les bandes d'énergie sont calculées par la méthode k.p avec 30 bandes [NGH 11]. Pour étudier le transport des porteurs et en déduire la conductivité électrique, la méthode Monte Carlo a été utilisée. Comme illustré par la Figure 23, Ils montrent que l'effet de courbure des bandes induite seulement par la contrainte est négligeable par rapport à l'effet de modulation du potentiel de surface.

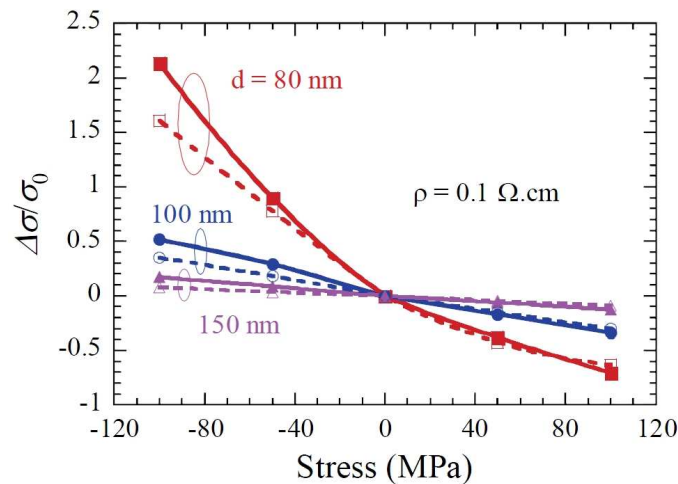


Figure 23: Variation relative de la conductivité électrique  $\sigma$ <sup>14</sup> en fonction de la contrainte pour plusieurs nanofils d'épaisseurs variables avec (trait plein) ou sans (trait pointillé) l'effet de courbure des bandes d'énergie. [NGH 11]

Des résultats d'expériences complémentaires ont été publiés en Septembre 2010 par l'École polytechnique (Jason S. Milnes et Alistair Rowe), l'EMN (S. Arscott) et l'université de Genève (Ch. Renner) [ROW 10]. Ils ont démontré que la dépendance des résultats avec l'humidité et les caractéristiques électriques des pièges étaient cohérentes avec des pièges dans l'oxyde natif reliés à la vapeur d'eau comme dans les transistors MOS. Ce piégeage qui dérive dans le temps expliquerait l'apparition d'une piézorésistivité apparente. En d'autres termes, le changement important de résistivité souvent mesurée serait une dérive reflétant le piégeage des porteurs et l'augmentation de la zone de déplétion et non un effet direct et volumique de la contrainte. Cette conclusion repose sur une modulation temporelle de la contrainte et la mesure simultanée de la résistivité afin de décorrélérer les phénomènes de volume (la piézorésistivité réelle) et de surface (effet des charges dans l'oxyde): La Figure 24 illustre la technique de la modulation de la contrainte décrite dans l'article.

<sup>14</sup> Seulement ici  $\sigma$  désigne la conductivité électrique.

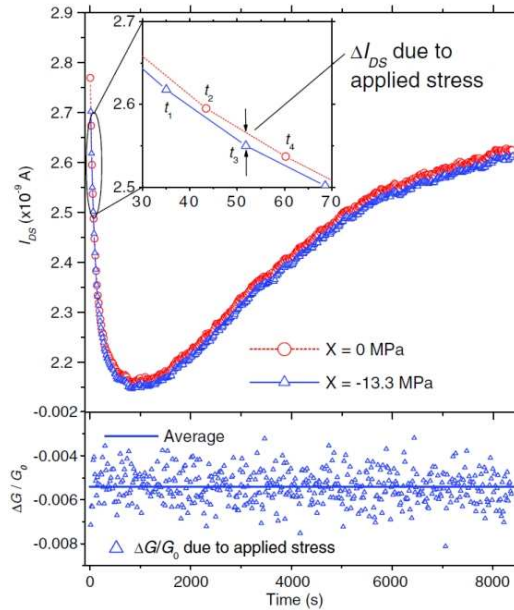


Figure 24: *En haut*: Mesure du courant à travers un nanofil de  $200 \text{ nm} \times 2 \text{ }\mu\text{m} \times 30 \text{ }\mu\text{m}$  de type  $n$  au cours du temps. Une contrainte de 0 et  $-13.3 \text{ MPa}$  est appliquée alternativement. Indépendamment de la contrainte, le courant (donc la conductance) aux bornes du fil dérive. *En bas*: Variation de la conductance avec la dérive compensée. [ROW 10].

Les mesures avec cette méthode ont démontré sans ambiguïté que la variation de conductance simplement due à la contrainte donne un coefficient piézorésistif proche de celui du silicium massif. Ceci laisse penser que la piézorésistivité géante des nanofils de silicium ne serait que la traduction d'un effet de surface: la piézorésistance géante se manifesterait donc par un effet transitoire dû au piégeage ou la libération de charges à la surface du nanofil.

Ces travaux ont eu une forte répercussion internationale et ont induit une réorientation de cette thèse. En effet, il devenait clair que des mesures avec un chargement mécanique dynamique étaient requises pour effectuer une caractérisation fiable de la piézorésistance de nanofils. C'est pourquoi nous avons alors entrepris, dès fin 2010, le développement d'un système de flexion 4 points dynamique de puces.

Sur le site de physicsworld.com, Peidong Yang, le coauteur de l'article phare sur la piézorésistivité géante [HE 2006] et de nombreux articles sur les nanofils [SAN 05][YAN 08][HE 08], a remis en cause cette explication en argumentant que les nanofils testés par Alistair Rowe et ses collègues avaient été fabriqués par approche descendante alors que ses résultats avaient été obtenus pour des nanofils fabriqués par approche ascendante. La différence importante d'états de surface, des déformations internes et des concentrations de dopants n'impliquerait pas que l'effet de piézorésistivité géante n'existe pas dans les fils fabriqués par approche ascendante. Ceci n'est pas pleinement cohérent avec ses propres résultats qui ont montrés une forte dépendance de la piézorésistance géante avec l'environnement et la préparation de surface des nanofils.

D'autres groupes ont confirmés l'analyse d'Alistair Rowe en mesurant les coefficients piézorésistifs de nanofils *top-down* de dopage P [BAR 10][DUR 11]. Dans les deux cas, l'essai mécanique est effectué par un système de flexion 4 points à température ambiante. Dans leur article, l'équipe de Laurent Durrafourg au CEA-LETI montre que les coefficients piézorésistifs trouvés étaient bien réels car ils n'ont pas observé de dérive comme Alistair Rowe. Un point intéressant est l'augmentation de 100% du coefficient entre des nanofils suspendus par rapport à des nanofils non-suspendus. Cet écart est attribué à une différence de concentration de charges sur la surface du nanofil. [DUR 11]

Très récemment, une équipe taïwanaise a, de nouveau, revendiqué la présence d'un effet de piézorésistance géante dans des nanofils de type N utilisés comme transistor à effet de champ [KAN 12]. Cette équipe a également utilisé la flexion 4 points comme méthode de caractérisation.

### 1.2.3.1 Application des jauges piézorésistive à nanofils

C'est dans le monde des nanosystèmes électromécaniques (NEMS) que les nanofils trouvent une bonne partie de leurs applications. Grâce à leur faible rapport d'aspect, ils constituent des jauges piézorésistives très sensibles aux contraintes. Nous donnons ici quelques exemples représentatifs.

Le CEA-LETI, en collaboration avec différents laboratoires et industriels, a étudié différents dispositifs exploitant une détection différentielle à l'aide de nanofils *top-down* piézorésistifs. :

En 2010, L'équipe de Laurent Durrafourg au CEA-LETI et des collègues du CalTech ont proposé un résonateur NEMS avec une détection du mouvement avec des nanojagues piézorésistives de part et d'autre du résonateur. [MIL 10]. (Figure 25)

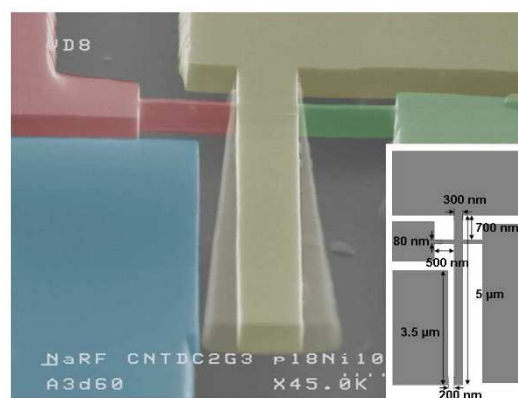


Figure 25: Résonateur NEMS intégrant deux nanojagues piézorésistives pour la détection des vibrations [MIL 10]

Dans le cadre du projet ARIANE, en parallèle aux recherches effectuées à IIEF dans le cadre de cette thèse, une collaboration entre le CEA-LETI et des industriels<sup>15</sup> a permis le développement d'un gyromètre MEMS 3-axes utilisant des nanojauges de contrainte piézorésistives [WAL 12]. (Figure 26)

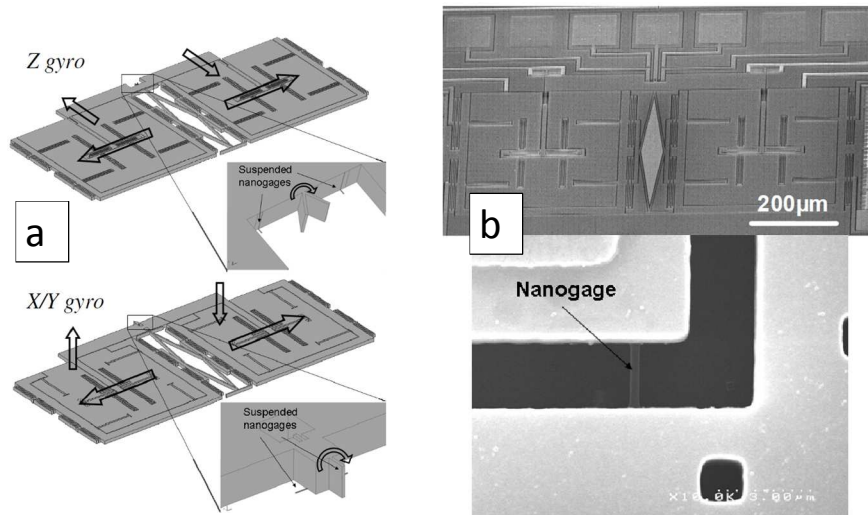


Figure 26: Gyromètre MEMS 3-axes utilisant une détection par nanojauges piézorésistives. a : principe de fonctionnement. b : images MEB du dispositif [WAL 12]

Le CEA-LETI a également étudié ces dernières années, en collaboration avec des laboratoires grenoblois (G2eLab et Néel), des magnétomètres avec détection intégré à l'aide de nanofils piézorésistifs [ETT 12]. La Figure 27 explique le principe de détection d'un de ces magnétomètres : a) Un masse suspendue sensible au champ magnétique est attaché à deux jauges piézorésistives (b) les deux jauges de déformations ont la même résistance en l'absence de champ magnétique. (c) si un champ magnétique est appliqué, la structure tourne autour d'un pivot et déforme les jauges et donc leurs résistances.

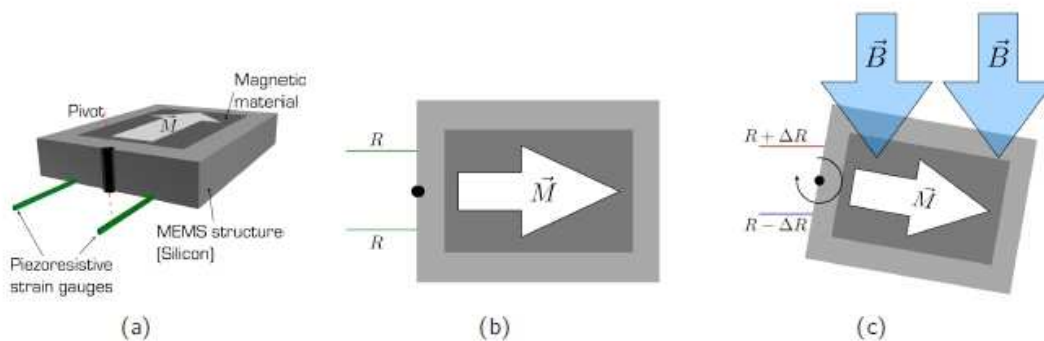


Figure 27: Principe du magnétomètre M&NEMS. [ETT 12]

Beaucoup de travaux sur les résonateurs NEMS sont à base de nanofils. En effet les nanofils ont une faible masse, une fréquence de résonance élevée et sont donc

<sup>15</sup> THALES, ASYGN SAS et Tronics SA.



adaptés à la détection de masse. Ces caractéristiques ont été utilisées pour fabriquer des dispositifs résonants à plusieurs centaines de MHz pour détecter un changement de masse avec une sensibilité approchant les 10 zeptogrammes [FEN 07]. Les nanofils de ce résonateur ont un facteur de qualité d'environ 13 000. Le principe de fonctionnement d'un tel capteur est résumé dans le diagramme de la Figure 28 : la fréquence de résonance du nanofil est décalée lorsqu'une masse  $\delta m$  est rajoutée au nanofil. Plus le facteur de qualité est grand, plus un faible décalage de la fréquence de résonance devient mesurable: le capteur est plus sensible.

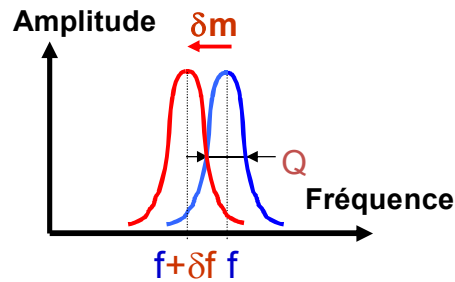


Figure 28 : Décalage de la fréquence de résonance.

### 1.2.3.2 Conclusion sur la piézorésistivité

Dans cette partie, nous avons rappelé les principales connaissances actuelles sur la piézorésistivité du silicium. Nous avons évoqué les éléments théoriques expliquant la piézorésistivité dans le silicium massif et aux faibles dimensions. Nous avons montré qu'il y a controverse dans la littérature sur l'origine voire l'existence de la piézorésistivité géante. Il convient de remarquer ici que les nanofils étudiés dans cette thèse sont tous des nanofils *top-down* et majoritairement dopés de type P (Bore). Enfin, quelques applications des nanofils piézorésistifs ont été présentées.

## 1.3. Propriétés électriques et applications associées

Pour les nanofils les plus fins, le gap indirect en énergie entre la bande de conduction et la bande de valence est modifié en un gap direct dû au confinement quantique [BAN 10]. En outre, la largeur de la bande interdite augmente lorsque le diamètre du nanofil diminue. La Figure 29 illustre cette variation. On voit clairement que les effets purement quantiques n'interviennent plus pour les nanofils de diamètre supérieur à 5 nm. En plus de cet effet de taille intrinsèque au silicium, les effets de surfaces notamment les effets de charges, jouent un rôle prépondérant dans la modification des propriétés électriques des nanofils de Silicium [MAR 06]. Les niveaux d'énergie de ces états de surfaces, suivant s'ils sont placés en haut ou en bas de la bande d'énergie, peuvent jouer le rôle de donneurs ou accepteurs d'électrons. Les manifestations de ces effets de charges sont pluriels : réduction de la mobilité des porteurs, hystérésis de la courbe courant-tension (I-V), augmentation de l'effet piézorésistif [HE 06], diminution de la conductivité thermique [LI 03] [HOC 08]. Il est possible de passiver ces états de surface, en les décalant dans la bande de

conduction ou de valence, en traitant la surface des nanofils au bromure de tétraéthylammonium [CUI 03].

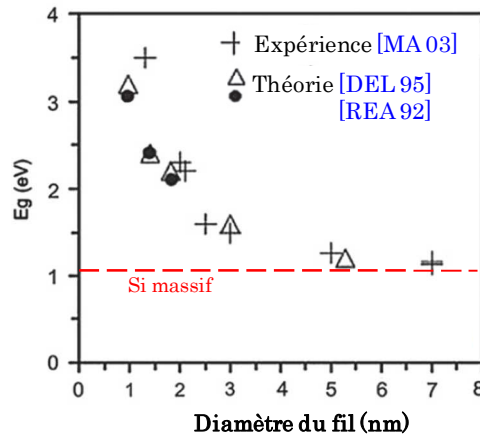


Figure 29: Diminution de la largeur du gap de la bande interdite de nanofils de silicium en fonction du diamètre. Les croix indiquent les valeurs mesurées par [MA 03]. Les ronds et triangles indiquent les valeurs théoriques [DEL 95][REA 92]. Figure adaptée de [BAN 10]

### 1.3.1 Capteurs chimiques ou biologiques

En fonctionnalisant la surface des nanofils, il est possible de les transformer en capteurs spécifiques pour détecter la présence d'entités chimiques ou biologiques. Plusieurs principes de détection sont possibles : variation des charges de surfaces, de la conductivité ou de l'état de contrainte mécanique du nanofil [SAL 08]. Ces principes ont été utilisés pour fabriquer des capteurs chimiques de pH, de gaz et des capteurs biologiques de protéines, de virus ou de multiples entités biologiques détectées simultanément [PAT 07].

Les charges peuvent par exemple être détectées en réalisant un transistor à effet de champ (FET) utilisant le nanofil comme canal de conduction (Figure 30): Le changement de champ électrique induit par la capture d'une entité biologique vient moduler le courant entre le drain et la source du transistor. La couche de fonctionnalisation sert simplement à rendre la surface chimiquement ou biologiquement sélective (Figure 30). Dans un article récent, Hu *et al.* [HU 12] ont présenté par exemple un détecteur à insuline pouvant diagnostiquer le diabète. Leur capteur peut détecter une concentration de  $10^{-11}$  mol.m<sup>-3</sup> d'insuline dans un échantillon de salive.

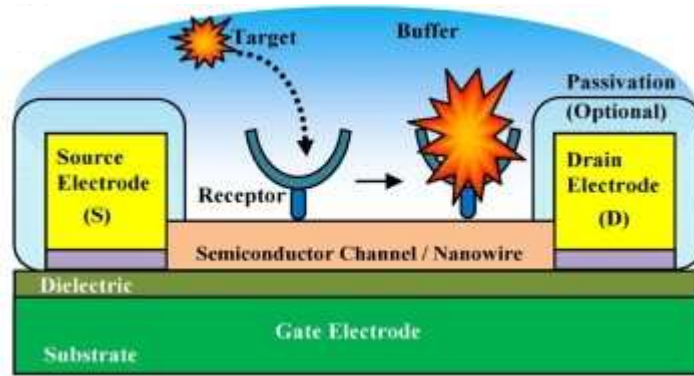


Figure 30: Principe de fonctionnement d'un transistor à effet de champ comme capteur biologique. [CUR 08]

### 1.3.2 Transistors à nanofils pour la nanoélectronique

Les nouveaux transistors « multi-gate » du type FinFET ou Tri-Gate sont souvent considérés comme étant les meilleurs candidats pour poursuivre la tendance initiée par la loi de Moore [RIS 05]. Contrairement au transistor MOSFET planaire conventionnel où la tension de grille n'empêche pas les fuites en profondeur du canal source-drain, le transistor à plusieurs grilles permet de contrôler ces fuites. D'autre part, le régime de saturation de la caractéristique I-V du transistor à effet de champ est atteint pour une plus faible tension source-drain. Dans le cas de transistors à effet de champ à base de nanofil NWFET ou NFET, la grille entoure le nanofil ce qui permet un contrôle parfait de la taille du canal de conduction [SIN 08]. La Figure 31 montre la progression technologique au fur et à mesure que le « nombre » de grilles augmentent autour du canal d'un transistor à effet de champ. Parmi les exemples récents de transistor à nanofils, citons celui de Jae Hyun Park *et al.* [PAR 10] qui ont fabriqué un transistor dont la longueur de grille est seulement de 20 nm (voir Figure 32). Très récemment, un groupe de l'institut de technologie de Tokyo a présenté un transistor à nanofil qui atteint le régime de saturation avec une « rapidité » record [SAI 12].

Pour conclure, selon Mukesh Khare, directeur de la recherche et développement des semi-conducteurs d'IBM et Pete Singer, éditeur en chef de la revue *SolidState Technology*, les transistors à nanofils constitueraient la prochaine norme pour les architectures de FET du futur [MYS 12][SIN 12].

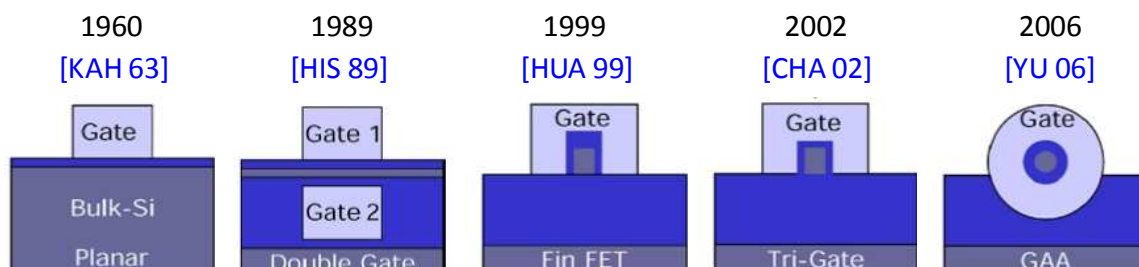


Figure 31: Progression technologique des transistors de type FET [SIN 08]

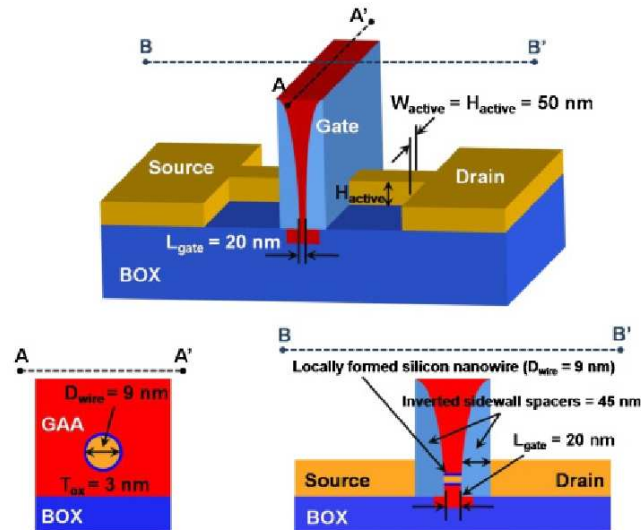


Figure 32: Schémas de la géométrie d'un transistor à effet de champ utilisant un nanofil comme canal. On peut voir la grille GAA (Gate-all-around) qui entoure le nanofil. [PAR 10]

## 1.4. Autres propriétés et applications

### 1.4.1 Propriétés thermiques

Le chapitre 5 sera consacré au transport de la chaleur dans les nanofils. Les principaux avantages des nanofils dans ce domaine sont une augmentation du facteur de mérite thermoélectrique lié à une forte réduction de la conductivité thermique et leurs applications dans des membranes isolantes [VOL 09].

### 1.4.2 Propriétés électrochimiques

Dans le contexte du stockage de l'énergie, les nanofils pourraient également apporter une grande contribution. En électrochimie, le lithium pur possède une des capacités spécifiques<sup>16</sup> théoriques des plus élevée (3860 mA.h.g<sup>-1</sup>). A cause de leurs instabilités dans le temps, des anodes carbonées en LiC<sub>6</sub> sont plutôt utilisées, mais leur énergie spécifique est beaucoup plus faible : 500 mA.h.g<sup>-1</sup>. Par ailleurs, il a été prouvé que des anodes en Li<sub>3.75</sub>Si ont des capacités spécifiques bien supérieures : de l'ordre de 3600 mA.h.g<sup>-1</sup> [BAN 10]. Cependant, ces anodes subissent une importante déformation durant un cycle de charge-décharge, près de 400 % de modification de volume (croissance en charge, contraction en décharge). Ainsi, elles se détruisent très rapidement. L'utilisation d'anodes à base de nanofils de silicium pourrait diminuer cet effet. Un groupe de l'université de Stanford a fabriqué de telles électrodes avec une capacité spécifique d'environ 3000 mA.h.g<sup>-1</sup> constante au cours de 10 cycles de charge/décharge [CHA 07] (Figure 33).

<sup>16</sup> Nombre d'ampère que peut délivrer une batterie en une heure par gramme de matériau.

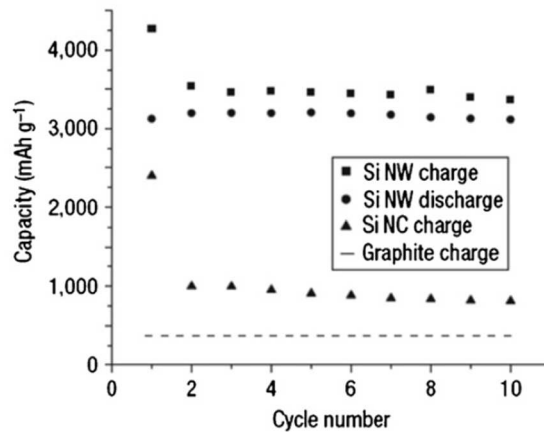


Figure 33 : Capacités spécifiques de charge et de décharge de la batterie tracée en fonction du nombre de cycle. [CHA 07]

### 1.4.3 Propriétés optiques

Comparativement à l'arséniure de gallium, le silicium massif n'est pas un très bon candidat pour être utilisé dans les applications d'optoélectronique car sa bande interdite est indirecte ce qui limite les processus d'absorption ou d'émission de photons. Cependant pour les nanofils de très petite taille (< 5 nm), où le gap devient direct, la réponse optique est beaucoup plus importante que celle du massif.

En plus de cet effet, les nanofils ont une meilleure absorption optique car grâce à leurs grandes surfaces, de multiples réflexions de la lumière permettent aux photons de diffuser davantage [TSA 07]. A cela s'ajoute un effet de guidage de la lumière, due à la géométrie filaire, qui peut être exploité. En 2007, le groupe de Charles Lieber de Harvard ont utilisé des nanofils coaxiaux PIN (silicium p, silicium intrinsèque, silicium n) comme cellule photovoltaïque avec une puissance dégagée de 200 pW par nanofil [TIA 07].

## 1.5. Conclusion du chapitre

Dans le monde des nanosciences, à l'instar des nanotubes de carbone, les nanofils en silicium sont une des structures les plus étudiées depuis ces dix dernières années. Dans ce chapitre nous avons évoqué leurs propriétés et leurs applications les plus remarquables : transistors, cellules photovoltaïques, batterie au lithium, thermoélectricité, capteurs de mouvement, détection de masse et capteurs biochimiques. Nous avons détaillé leurs propriétés mécaniques et piézorésistives. La constante élastique des nanofils monocristallin diminue, environ d'un facteur 2, pour des nanofils dont la plus petite dimension est en dessous de 50 nm. La limite de rupture des nanofils augmente pour les nanofils de plus en plus fin. Enfin, un phénomène de piézorésistance géante a été découvert sur les nanofils en silicium monocristallin. Est-ce un véritable phénomène de volume ou un simple effet de surface? La question reste ouverte.

## 1.6. Références bibliographiques

- [ALL 32] M. Allen, "The effect of tension on the electrical resistance of single bismuth crystals," *Phys. Rev.*, vol. **42**, pp. 848-858, **1932**
- [ALL 33] M. Allen, "The effect of tension on the electrical resistance of single antimony crystals," *Phys. Rev.*, vol. **43**, pp. 569-576, **1933**
- [ALL 36] M. Allen, "The tension coefficients of resistance of the hexagonal crystals zinc and cadmium," *Phys. Rev.*, vol. **49**, pp. 248-253, **1936**
- [ALL 37] M. Allen, "The effect of tension on the electrical resistance of single tetragonal tin crystals," *Phys. Rev.*, vol. **52**, pp. 1246-1249, **1937**
- [ALP 11] P. Alpuim, J. Gaspar, P. Gieschke, C. Ehling, J. Kistner, N. J. Gonçalves, M. I. Vasilevskiy, and O. Paul, "Study of the piezoresistivity of doped nanocrystalline silicon thin films", *J. Appl. Phys.* **109**, 123717, **2011**
- [BAN 10] P. R. Bandaru and P. Pichanusakorn, "An outline of the synthesis and properties of silicon nanowires" *Semicond. Sci. Technol.* **25**, 024003 (16pp), **2010**
- [BAR 09] A. A. Barlian, W.-T. Park, J. R. Mallon, A. Rastegar, and B. L. Pruitt, "Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems" *Proceedings of the IEEE*, Vol. **97**, No. 3, **March 2009**
- [BAR 10] T. Barwicz, L. Klein, S. J. Koester and H. Hamann "Silicon nanowire piezoresistance: impact of surface crystallographic orientation" *Appl. Phys. Lett.* **97** 023110, **2010**
- [BAR 50] J. Bardeen and W. Shockley, "Deformation potentials and mobilities in non-polar crystals," *Phys. Rev.*, vol. **80**, pp. 72-80, **1950**
- [CAO 07] J.X. Cao, X.G. Gong, R.Q. Wu. "Giant piezoresistance and its origin in Si(111) nanowires: First-principles calculations" *Phys.Rev. B* **75** p.233302, **2007**
- [CAR 99] D.W. Carr, S. Evoy, L. Sekaric, H.G. Craighead, J.N. Parpia. "Measurement of the mechanical resonance and losses in nanometer scale of silicon wires" *Appl. Phys. Lett.* **75**(7) p.920-922, **1999**
- [CHA 02] R.S. Chau, B.S. Doyle, J Kavalieros, "Tri-gate devices and methods of fabrication" - *US Patent*, **2002**
- [CHA 07] C. K. Chan, H. Peng, G. Liu, K. McIlwrath, X.F. Zhang, R. A. Huggins & Y. Cui, "High-performance lithium battery anodes using silicon nanowires" *Nature Nanotechnology* **3**, 31-35, **2008**
- [CHA 08] B. Charlot, W. Sun, K. Yamashita, H. Fujita and H. Toshiyoshi, "Bistable nanowire for micromechanical memory" *J. Micromech. Microeng.* **18** 045005, **2008**
- [CHE 04] J.M. Chen, N.C. MacDonald. "Measuring the non linearity of silicon piezoresistance by tensile loading of a submicrometer diameter fiber using a microinstrument" *Rev. Sci. Instrum.* **75**(1) p.276, **2004**
- [CHE 12] Z. Chen, X. Li, A. Kamath, X. Wang, K. Buddharaju, J. Wang, R. Sayanthan, K. T. Win, N. Singh, G. Q. Lo, and D.-L. Kwong, "Vertical Silicon Nanowire CMOS Inverter" *International Conference on Solid-State and Integrated Circuit (ICSIC 2012)*, vol. **32**, **2012**
- [CHO 08] C.H. Cho, R.C Jaeger and J.C. Suhling, "Characterisation of the Temperature Dependence of the Piezoresistive Coefficients of Silicon from -150°C to +125°C" *IEEE Sensors Journal*, vol. **8**, no. 8, **Aug. 2008**
- [CON 12] V. Consonni, V. G. Dubrovskii, A. Trampert, L. Geelhaar, and H. Riechert, "Quantitative description for the growth rate of self-induced GaN nanowires" *Phys. Rev. B* **85**, 155313, **2012**
- [COO 35] J. W. Cookson, "Theory of the piezo-resistive effect," *Phys. Rev.*, vol. **47**, pp. 194-195, **1935**.
- [CUI 03] Y. Cui, Z. Zhong, D. Wang, W. U. Wang and C. M. Lieber, "High Performance Silicon Nanowire Field Effect Transistors" *Nano Letters*, **3**, 149-152, **2003**.
- [CUR 08] M. Curreli, R. Zhang, F.N. Ishikawa, H.-K. Chang, R. J. Cote, C. Zhou, M.E. Thompson, "Real-Time, Label-Free Detection of Biological Entities Using Nanowire-Based FETs" *IEEE Transactions on Nanotechnology*, Vol. **7**, Issue 6, Pages 651-667, **Nov. 2008**
- [DEL 10] A. de Luna Bugallo, M. Tchernycheva, G. Jacopin, L. Rigutti, F. H. Julien, S.-T. Chou, Y.-T. Lin, P.-H. Tseng and L.-W. Tu, "Visible-blind photodetector based on p-i-n junction GaN nanowire ensembles" *Nanotechnology* **21** 315201, **2010**

- [DUR 11] A. Koumela, D. Mercier, C. Dupré, G. Jourdan, C. Marcoux, E. Ollier, S. T. Purcell and L. Duraffourg, "Piezoresistance of top-down suspended Si nanowires" *Nanotechnology* 22 395701, 2011
- [ELM 12] A. A. El Mel, E. Gautron, B. Angleraud, A. Granier, W. Xu, C. H. Choi, K. J. Briston, B. J. Inkson and P. Y. Tessier, "Fabrication of a nickel nanowire mesh electrode suspended on polymer substrate" *Nanotechnology* 23 275603, 2012
- [ETT 12] Dirk Ettelt, "Conception and fabrication of strain-gauge magnetometer" *Thèse de doctorat du CEA-LETI*, 2012
- [FEN 07] X. L. Feng, R. He, P. Yang, and M. L. Roukes, "Very High Frequency Silicon Nanowire Electromechanical Resonators" *Nano Lett.*, 6 (12), pp 2964-2968, 2006
- [HAN 07] X.D. Han, K. Zheng, Y.F. Zhang, X.N. Zhang, Z. Zhang, Z.L. Wang, "Low-Temperature In Situ Large-Strain Plasticity of Silicon Nanowires" *Advanced Materials* Vol. 19, Issue 16, pages 2112-2118, August 2007
- [HAO 12] S. Hoang, S. P. Berglund, N. T. Hahn, A. J. Bard, and C. B. Mullins, "Enhancing Visible Light Photo-oxidation of Water with TiO<sub>2</sub> Nanowire Arrays via Cotreatment with H<sub>2</sub> and NH<sub>3</sub>: Synergistic Effects between Ti<sup>3+</sup> and N" *J. Am. Chem. Soc.*, 134 (8), pp 3659-3662, 2012
- [HAR 12] H. Harutyunyan, G. Volpe, R. Quidant, and L. Novotny, "Enhancing the Nonlinear Optical Response Using Multifrequency Gold-Nanowire Antennas" *PRL* 108, 217403, 2012
- [HE 06] R. He, P. Yang. Giant piezoresistance effect in silicon nanowires, *Nature Nanotechnology* 1, p.42-46, 2006
- [HE 08] R. He, X. L. Feng, M. L. Roukes and P. Yang "Self-Transducing Silicon Nanowire Electromechanical Systems at Room Temperature", *Nano Lett.*, 8 (6), pp 1756-1761, 2008
- [HIS 89] D. Hisamoto, T. Kaga, Y. Kawamoto, E. Takeda., "A fully Depleted lean channel transistor (DELTA) - A novel vertical ultra-thin SOI MOSFET" *Technical Digest of IEDM*, p. 833, 1989
- [HOC 08] A. I. Hochbaum, R. Chen, R. D. Delgado, W. Liang, E. C. Garnett, M. Najarian, A. Majumdar, P. Yang, "Enhanced thermoelectric performance of rough silicon nanowires" *Nature* 451, 163-167, 10 January 2008
- [HU 12] W. Hu, S. Geene, M. Wallace, S. Regonda, K. Trivedi, L. Spurgin, B. Wu and J. Ding, "Silicon nanowire Bio-FETs for Diabetes diagnostics" *International conference on Biosensors&Bioelectronics*, 14-16 May 2012.
- [HUA 99] X. Huang *et al.* "Sub 50-nm FinFET: PMOS", *International Electron Devices Meeting Technical Digest*, p. 67. December 5-8 1999
- [HUL 99] R. Hull (Ed.), *Properties of Crystalline Silicon*, The Institution of Electronic Engineers, London, 1999
- [JIN 09] Q. Jin, T. Li, P. Zhou and Y. Wang, Mechanical Researches on Young's Modulus of SCS Nanostructures, *Journal of Nanomaterials*, Vol. 2009, Article ID 319842, 2009
- [KAH 63] D. Kahng, "Electric Field Controlled Semiconductor Device," *U. S. Patent No. 3,102,230* (Filed 31 May 31, 1960, issued August 27, 1963)
- [KAN 12] T.K. Kang, "Evidence for giant piezoresistance effect in n-type silicon nanowire field-effect transistors" *Appl. Phys. Lett.* 100, 163501, 2012
- [KAN 82] Yoza Kanda, "A Graphical Representation of the Piezoresistance Coefficients in Silicon" *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. 29, Issue 1, pages 64-70, Janvier 1982
- [KIM 09] Y. T. Cheng, Y. H. Cho, N. Takama, P. Löw, C. bergaud and B. J. Kim, "Simple fabrication of Si nanowire and its biological application" *Journal of physics: conference series* 152, 012048, 2009
- [LI 03] D. Li, Y. Wu, R. Fan, P. Yang, A. Majumdar, "Thermal conductivity of Si/SiGe superlattice nanowires" *Applied Physics Letters*, vol. 83, number 15, pages 3186-3188, 13 Octobre 2003
- [MAS 57] W. P. Mason, R. N. Thurston, "Use of piezoresistive materials in the measurement of displacement, force, and torque" *J. Acous. Soc. of Am.*, 29:1096-1101, 1957
- [MAX 07] Site internet de Max-Planck-Institut : <http://www.mpi-halle.mpg.de/departement2/research-areas/nanowires-nanoobjects/silicon-nanowires-by-uhv-cvd/abstract/results-sem-and-tem/>
- [MIL 10] E. Mile, G. Jourdan, I. Bargatin, S. Labarthe, C. Marcoux, P. Andreucci, S. Hentz, C. Kharrat, E. Colinet and L. Duraffourg, "In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection" *Nanotechnology* 21 165504, 2012
- [MYS 12] [http://www.theregister.co.uk/2012/03/16/silicon\\_nanowires/](http://www.theregister.co.uk/2012/03/16/silicon_nanowires/)

- [NGH 11] C.J Mode (Ed.), *Applications of Monte Carlo Methods in Biology, Medicine and Other Fields of Science* Chap 20. INTECH, 2011
- [NIE 85] H. A. Nielsen, *From Locomotives to Strain Gages* New York: Vantage Press, 1985
- [PAR 10] J. H. Park, J. Y. Song, J. P. Kim, S. W. Kim, J.-G. Yun, and B.-G. Park, "Fabrication of Highly Scaled Silicon Nanowire Gate-All-Around Metal-Oxide-Semiconductor Field Effect Transistors by Using Self-Aligned Local-Channel V-gate by Optical Lithography Process" *Jpn. J. Appl. Phys.* **49**, 2010
- [PAS 11] V. Passi, U. Bhaskar, T. Pardoen, U. Sodervall, B. Nilsson, G. Petersson, M. Hagberg, and J.-P. Raskin, "Note: Fast and reliable fracture strain extraction technique applied to silicon at nanometer scale" *Rev. Sci. Instrum.* **82**, 116106, 2011
- [PAT 07] F. Patolsky, B. P. Timko, G. Zheng, and C. M. Lieber, "Nanowire - Based Nanoelectronic Devices in the Life Sciences" *MRS BULLETIN*, vol. **32**, 2007
- [PET 82] K. E. Petersen, "Silicon as a mechanical material," *Proc. IEEE*, vol. **70**, pp. 420-457, 1982
- [REC 08] K. Reck, J. Richter, O. Hansen, E.V. Thomsen "Piezoresistive effect in top-down fabricated silicon nanowires" *Proc. MEMS 2008*, p.717, 2008
- [RIC 08] J. Richter, J. Pedersen, M. Brandbyge, E. V. Thomsen, and O. Hansen. "Piezoresistance in p-type silicon revisited" *J. Appl. Phys.* **104**, 023715, 2008
- [RIS 05] L. Risch "Pushing CMOS beyond the roadmap" *Proceedings of 35th European Solid-State Device Research Conference, ESSDERC 2005*
- [ROW 08] A.C.H. Rowe, "Silicon nanowires feel the pinch" *Nature Nanotechnology* **3**, 311 - 312, 2008
- [ROW 10] J.S. Milne, A.C.H. Rowe, S. Arscott, C. Renner, "Giant Piezoresistance Effects in Silicon Nanowires and Microwires" *Phy. Rev.* **105**, **22**, 2010.
- [SAD 10] Sadeghian H, Yang C-K, Goosen F L, Bossche A, Staufer U, French P J and van Keulen F "Effects of size and defects on the elasticity of silicon nanocantilevers" *J. Micromechanics Microeng.* **20** 064012, 2010
- [SAI 12] M. Saitoh, K. Ota, C. Tanaka, K. Uchida\*, T. Numata, "10nm-Diameter Tri-Gate Silicon Nanowire MOSFETs with Enhanced High-Field Transport and Vth Tunability through Thin BOX" *2012 Symposia on VLSI Technology & Circuits, 12-15 Juin 2012*.
- [SAL 08] A. C. Salaün, "Silicon nanowires-based devices: synthesis, surface functionalization for chemical and biosensing applications" *Lecture NAMIS school, Tokyo, 2008*
- [SAN 05] L. San Paulo, J. Bokor, R.T. Howe, R. He, P. Yang, D. Gao, C. Carraro, R. Maboudian.. "Mechanical elasticity of single and double clamped silicon nanobeams fabricated by the vapor-liquid-solid method" *Appl. Phys. Lett.* **87**, 053111, 2005.
- [SAN 62] J. C. Sanchez and W. V. Wright, "Recent developments in flexible silicon strain gages," in *Semiconductor and Conventional Strain Gages*, M. Dean, Ed. New York: Academic Press, pp. 307-345, 1962
- [SCH 09] V. Schmidt, J. V. Wittermann, S. Senz, U. Gösele, "Silicon Nanowires: A Review on Aspects of their Growth and their Electrical Properties" *Advanced Material*, **21**, pages 2681-2702, 2009
- [SIN 08] Buddharaju, K.D. ; Manhas, S.K. ; Agarwal, A. ; Rustagi, S.C. ; Lo, G.Q. ; Balasubramanian, N. ; Kwong, D.-L., "Si, SiGe Nanowire Devices by Top-Down Technology and Their Applications" *IEEE Transactions on Electron Devices*, Vol. **55**, Issue 11, pages 3107-3118, Nov. 2008
- [SIN 12] Pete Singer, "The Next Transistor" *Solid State Technology*, June 2012
- [SMI 54] C. S. Smith, "Piezoresistance effect in germanium and silicon," *Phys. Rev.*, vol. **94**, pp. 42-49, 1954.
- [SOH 09] Y.-S. Sohn, J. Park, G. Yoon, J. Song, S.-W. Jee, J.-H. Lee, S. Na, T. Kwon, and K. Eom, "Mechanical Properties of Silicon Nanowires" *Nanoscale Res Lett.*; **5**(1): 211-216., 2010
- [STE 11] M. S. Steighner, L. P. Snedeker, B. L. Boyce, K. Gall, D. C. Miller, and C. L. Muhlstein, "Dependence on diameter and growth direction of apparent strain to failure of Si nanowires" *J. Appl. Phys.* **109**, 033503, 2011
- [SUK 08] Sung Dae Suk, Kyoung Hwan Yeo ; Keun Hwi Cho ; Ming Li ; Yun Young Yeoh ; Sung-Young Lee ; Sung Min Kim ; Eun Jung Yoon ; Min Sang Kim ; Chang Woo Oh ; Sung Hwan Kim ; Dong-Won Kim ; Donggun Park, "High-Performance Twin Silicon Nanowire MOSFET (TSNWFET) on Bulk Si Wafer" *IEEE Transactions on Nanotechnology*, Vol. **7**, Issue 2, pages 1811-184- March 2008
- [SUN 10] Y. Sun, S. E. Thompson, T. Nishida, "Strain Effect in Semiconductors" Springer - (ISBN# 9781441905512), 2009



- [THO 56] W. Thomson, "On the electro-dynamic qualities of metals: Effects of magnetization on the electric conductivity of nickel and of iron," *Proc. R. Soc. London*, vol. **8**, pp. 546-550, **1856**.
- [TIA 07] B. Tian, X. Zheng, T. J. Kempa, Y. Fang, N. Yu, G. Yu, J. Huang & C. M. Lieber, "Coaxial silicon nanowires as solar cells and nanoelectronic power sources" *Nature* **449**, 885-889 (18 October 2007)
- [TOM 76] H. Tomlinson, "On the increase in resistance to the passage of an electric current produced on wires by stretching," *Proc. R. Soc. London*, vol. **25**, pp. 451-453, **1876**.
- [TOM 83] H. Tomlinson, "The influence of stress and strain on the action of physical forces," *Philos. Trans. R. Soc. London*, vol. **174**, pp. 1-172, **1883**
- [TOR 02] T. Turiyama, Y. Tanimoto, S. Sugiyama. "Single crystal silicon nano-wire piezoresistors for mechanical sensors" *J. MEMS* **11**(5) p.605-611, **2002**
- [TOR 03] T. Toriyama, S. Sugiyama, "Single crystal silicon piezoresistive nano-wire bridge" *Sensors and Actuators A* **108**, p.244-249, **2003**
- [TRE 57] R. G. Treuting, S. M. Arnold, "Orientation Habits of Metal Whiskers" *Acta Met.* **5**, 598. **1957**
- [TSA 07] L. Tsakalakos, J. Balch, J. Fronheiser, M.-Y. Shih, S. F. LeBoeuf, M. Pietrzykowski, P. J. Codella, B. A. Korevaar, O. V. Sulima, J. Rand, A. Davuluru and U. Rapol, "Strong broadband optical absorption in silicon nanowire films", *J. Nanophoton.* **1**, 013552, **Jul 17, 2007**
- [TUF 62] O. N. Tufte, P. W. Chapman, and D. Long, "Silicon diffused-element piezoresistive diaphragms," *J. Appl. Phys.*, vol. **33**, pp. 3322-3327, **1962**.
- [VIN 12] L. Vincent, R. Boukhicha, C. Gardès, C. Renard, V. Yam, F. Fossard, G. Patriarche and D. Bouchier, "Faceting mechanisms of Si nanowires and gold spreading" *Journal of Materials Science* Vol. **47**, Number 4, pages1609-1613, **2012**
- [VOI 10] W. Voigt, *Lehrbuch der Kristallphysik*. Leipzig, **1910**.
- [VOL 09] S. Volz (Ed.) "Thermal Nanosystems and Nanomaterials Thermal Nanosystems and Nanomaterials" Springer **2009**
- [WAG 64] R. S. Wagner, W. C. Ellis, "Vapor-Liquid-Solid Mechanism of Single Crystal Growth" *Appl. Phys. Lett.*, vol. **4**, number 89, **Fev. 1964**
- [WAL 10] S.S. Walavalkar, A. P. Homyk, M. D. Henry and A. Scherer, "Controllable deformation of silicon nanowires with strain up to 24%" *J. Appl. Phys.* **107**, 124314, **2010**
- [WAL 11] J. Wallentin, M. Ek, L. R. Wallenberg, L. Samuelson, and M. T. Borgström, "Electron Trapping in InP Nanowire FETs with Stacking Faults" *Nano Lett.*, **12** (1), pp 151-155, **2012**
- [WAL 12] A. Walther, M. Savoye; G. Jourdan; P. Renaux; F. Souchon; P. Robert; C. Le Blanc; N. Delorme; O. Gigan; C. Lejuste, "3-Axis gyroscope with Si nanogage piezo-resistive detection" *2012 IEEE 25th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, Pages 480 - 483, **Jan. 29 2012-Feb. 2 2012**
- [YAN 08] P. Yang. "Chemistry and physics of silicon nanowire" *Dalton Trans.* p.4387-4391, **2008**
- [YAN 09] Y. Yang, X.Li. "Giant piezoresistance of nano-thick silicon induced by interface electron trapping effect" *Proc. MEMS 2009* p. 555-558, **2009**
- [YAN 12] F. Yang, K. C. Donavan, S.-C. Kung, and R. M. Penner, "The Surface Scattering-Based Detection of Hydrogen in Air Using a Platinum Nanowire" *Nano Lett.*, **12** (6), pp 2924-2930, **2012**
- [YU 06] L.-E. Yu ; S.-W. Ryu ; J.-W. Han ; K. Jeon ; D.-Y. Jang ; K.-H. Kim ; J. Lee ; J.-H. Kim ; S. C. Jeon ; G. S. Lee ; J. S. Oh ; Y. C. Park ; W. H. Bae ; H. M. Lee ; J. M. Yang ; J. J. Yoo ; S. I. Kim ; Y.-K. Choi, "Sub-5nm All-Around Gate FinFET for Ultimate Scaling" *Digest of Technical Papers. 2006 Symposium on VLSI Technology*, **2006**.
- [YU 11] L. Yu, W. Chen, B. O'Donnell, G. Patriarche, S. Bouchoule, P. Pareige, R. Rogel, A. C. Salaun, L. Pichon, and P. Roca i Cabarrocas, "Growth-in-place deployment of in-plane silicon nanowires" *Appl. Phys. Lett.* **99**, 203104, **2011**
- [ZHO 08] J. Zhou, Y. Gu, P. Fei, W. Mai, Y. Gao, R. Yang, G. Bao and Z. L. Wang, "Flexible Piezotronic Strain Sensor" *Nanoletters* **8**(9) p. 3035-3040, **2008**

# Chapitre 2 : Fabrications mono-épaisseurs des nanofils et flambage induit.

---

2.1 Procédés de fabrication et dimensionnement des nanofils en silicium étudiés .....	41
2.1.1 Dispositifs mono épaisseurs avec techno CAL2 .....	42
2.1.1.1 Procédé « CAL2 » mono épaisseur.....	42
2.1.1.2 Conception et dimensionnement des dispositifs mono épaisseur.....	44
2.1.1.3 Résultats.....	49
2.1.2 Fabrication de nanofils supplémentaires à l'IEF.....	50
2.2 Flambage des nanofils .....	53
2.2.1 Analyse en régime de post-flambement .....	55
2.2.2 Discussion sur l'origine de la contrainte .....	59
2.2.2.1 Couches superficielles autour du nanofil.....	59
2.2.2.2 Contrainte induite par flexion de la puce .....	62
2.2.2.3 Génération de contrainte lors de la fabrication du SOI .....	64
2.2.3 Conclusion de la partie .....	65
2.3 Conclusion du chapitre .....	65
2.4 Références bibliographiques .....	66

Dans une première partie, les différents procédés technologiques de fabrication et le dimensionnement des nanofils monocristallins *top-down* seront décrits. Dans une deuxième partie, un phénomène de flambage des nanofils, mis en évidence suite à la fabrication à l'IEF, sera introduit. Nous verrons que ce flambage des nanofils a permis de mettre en évidence une contrainte compressive importante dans des substrats SOI amincis. Nous discuterons l'origine de cette contrainte.

## 2.1 Procédés de fabrication et dimensionnement des nanofils en silicium étudiés

Trois procédés technologiques ont été utilisés pour fabriquer les nanofils en silicium étudiés pendant cette thèse. Dans les trois cas, il s'agit de procédés de microfabrication d'approche descendante appliqués à des wafers ou des puces de type silicium sur isolant (SOI). Deux de ces procédés ont été développés au CEA-LETI à Grenoble. Le premier procédé appelé mono-épaisseur ou CAL2 est utilisé pour

fabriquer des nanofils suspendus monocristallins. Le second procédé de fabrication du CEA-LETI appelé M&NEMS permet d'associer un MEMS avec des nanostructures. Il sera décrit dans le [chapitre 4](#).

Le dernier procédé de fabrication a été développé à l'IMEP avec l'aide de Xavier Leroux, ingénieur CNRS d'étude à l'IMEP. Ce procédé a permis de fabriquer des nanofils jusqu'à 20 nm de largeur.

### 2.1.1 Dispositifs mono épaisseurs avec techno CAL2

#### 2.1.1.1 Procédé « CAL2 » mono épaisseur

Ce procédé CAL2 est le premier des deux procédés élaborés au CEA-LETI utilisés dans ces travaux de thèse. Nous avons conçu à l'IMEP des dispositifs à nanofils reposant sur ce procédé en vue de leurs caractérisations avec le banc de mesure par flexion 4 points décrit au [chapitre 3](#).

Ces dispositifs ont été fabriqués à partir de substrats SOI d'orientation cristalline (100) avec une épaisseur d'oxyde enterrée de 400 nm et une épaisseur de silicium superficiel de 160 nm (Si Top). Le wafer a une épaisseur totale de 725  $\mu\text{m}$ . Le procédé est appelé mono épaisseur car il n'y a qu'une couche de silicium active dans laquelle sont délimités les dispositifs à nanofils. Il se distingue du procédé double-épaisseur où sera rajoutée une couche MEMS (voir [chapitre 4](#)). Le procédé de fabrication est décrit dans la [Figure 1](#).

Dans un premier temps, la couche de silicium superficielle est dopée uniformément par implantation de Bore ( $1.6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ) et recuite. Les étapes de fabrication de nanofils dans cette couche sont : lithographies mixtes UV profonds (DUV) et électronique ; gravure ionique réactive ; protection par une couche de silice lors de la fabrication des contacts ; gravure en vapeur HF de la silice excédentaire et de la silice enterrée pour libérer les nanofils ([Figure 1](#)).

La largeur minimale des nanofils est de 80 nm et la longueur maximale limitée par le collage par stiction lors de la libération est estimée à 5  $\mu\text{m}$  pour une largeur de 100 nm. Ceci correspond à des rapports d'aspect maximum longueur/largeur de 50 et longueur/épaisseur de 31.25.

Pour le dessin de masque, on distingue deux zones : une partie NEMS où seront les nanofils et une partie dédiée aux motifs de grandes tailles où figurent principalement les contacts électriques ([Figure 2](#)). La distance minimum entre les motifs de grande taille (>350 nm) et les motifs NEMS est de 125 nm. L'épaisseur de la métallisation (AlSi) des contacts est de 650 nm et la largeur minimum des motifs est de 250 nm.

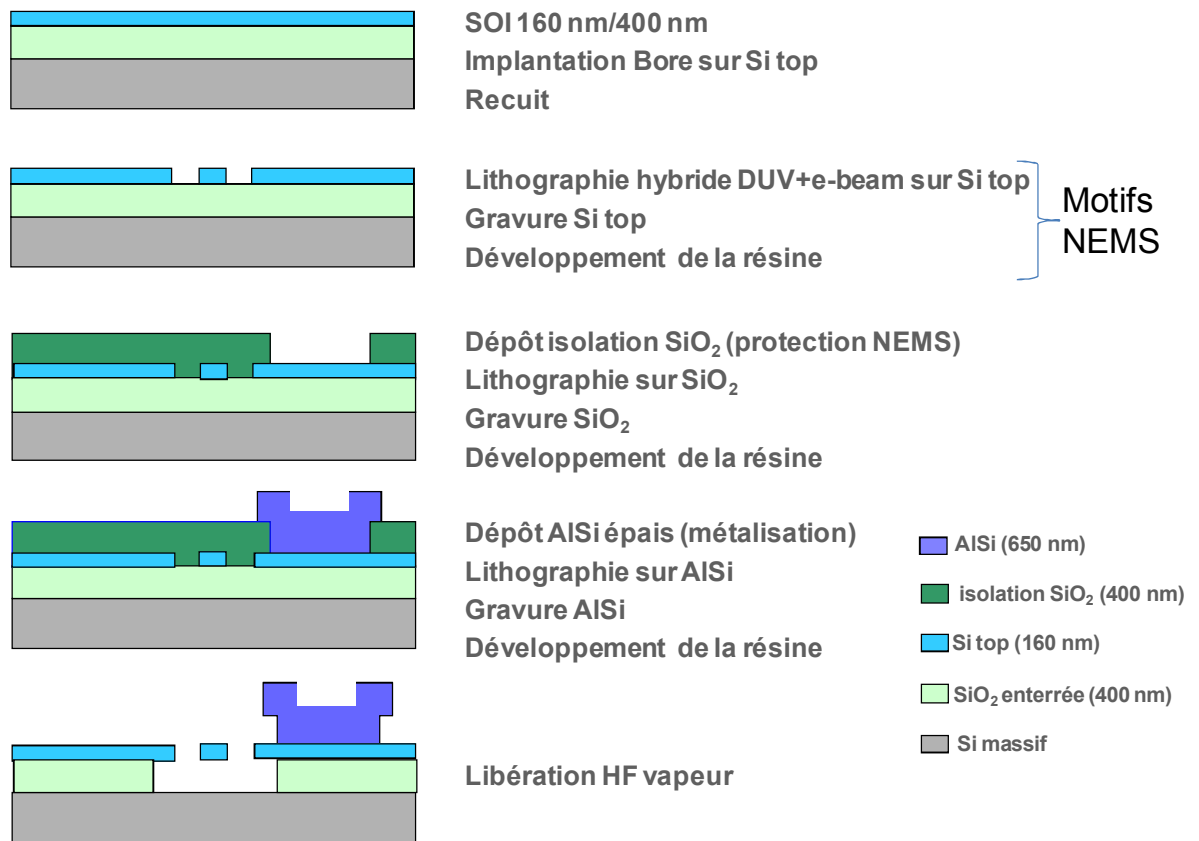


Figure 1 : Procédé de fabrication des nanofils du lot CAL2 (source: CEA-LETI)

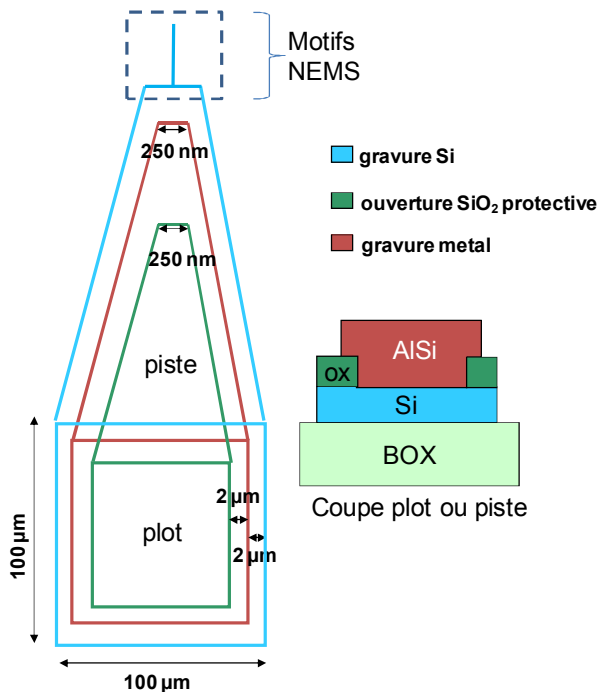


Figure 2 : Dimensionnement des motifs de grande taille (>350nm) imposé par le procédé de fabrication CAL2 (source: CEA-LETI)

### 2.1.1.2 Conception et dimensionnement des dispositifs mono épaisseur

Les dispositifs de test choisis comprennent (Figure 3):

-Des nanofils entre 2 contacts électriques (Figure 3a) pour la mesure sous pointes de la résistivité des nanofils en l'absence de contraintes, pour la mesure de conductivité thermique par la méthode  $3\omega$ , et pour la mesure avec chargement mécanique *ex situ* de la piézorésistivité des nanofils. Différentes orientations dans le plan par rapport à la direction  $\langle 110 \rangle$  des nanofils ont été prévues pour mesurer les 3 coefficients piézorésistifs dans le cas où des puces non libérées seraient disponibles<sup>1</sup>. En effet, si les nanofils sont libérés, seule une contrainte longitudinale peut être appliquée.

-Des nanofils de grande largeur ( $\gg 250$  nm) pour pouvoir effectuer les mêmes caractérisations mécaniques, électromécaniques et thermomécaniques que ci-dessus mais dans le cas d'un confinement 2D (épaisseur 160 nm) au lieu d'un confinement 1D (Figure 3b).

- un motif TLM (*Transmission Line Method*) pour déterminer la résistivité 2D du film de silicium des substrats SOI et la résistance de contact des métallisations (Figure 3c).

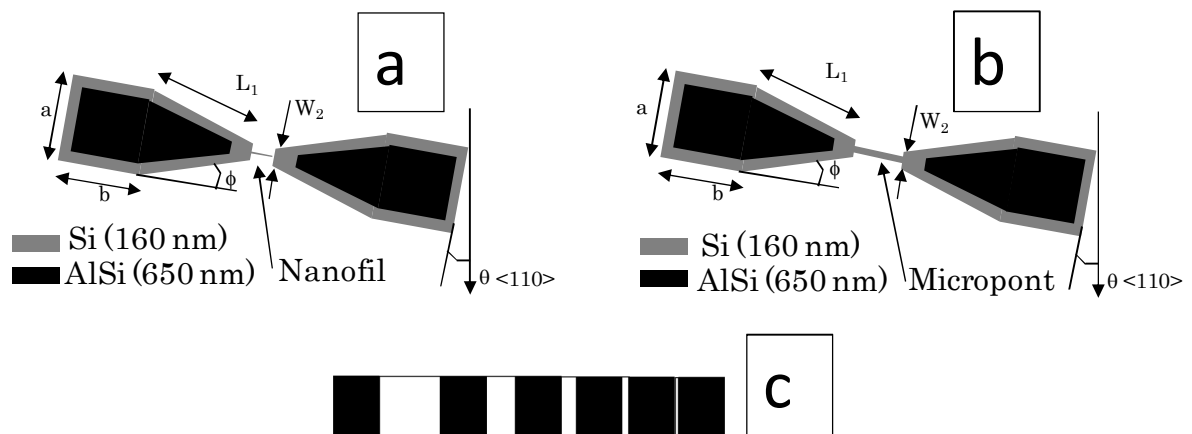


Figure 3: Schéma de principes avec dimensions et angles caractéristiques des dispositifs de test (non à l'échelle). a) nanofil b) micropont larges et minces. c) motif TLM

#### Choix des dimensions des nanofils

Nous avons choisi les 4 largeurs de nanofils suivantes : 80 nm, 140 nm, 200 nm et 260 nm. La borne inférieure (80 nm) est imposée par le procédé technologique. Le choix de la longueur des nanofils est conditionné :

- Par la résistance des nanofils.
- Par les rapports d'aspect maximum possibles par la technologie de fabrication.
- Par la sous-gravure aux encastremets (400 nm de chaque côté).

<sup>1</sup> Malheureusement, nous n'avons eu accès qu'à des puces où les nanofils étaient libérés.

- Par le seuil critique de flambement sous contrainte longitudinale compressive.

**Résistance des nanofils**

La valeur minimum de la résistance des nanofils en l'absence de contrainte est donnée par  $R = \rho L / wt$  où  $\rho$  est la résistivité du silicium massif,  $L$  la longueur du nanofil,  $w$  sa largeur et  $t$  son épaisseur. Pour des dopages Bore (type p) dans la gamme  $1 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  à  $5 \times 10^{19} / \text{cm}^3$  la résistivité du silicium massif se situe dans la gamme  $2.3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$  à  $3.75 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$  (Figure 4).

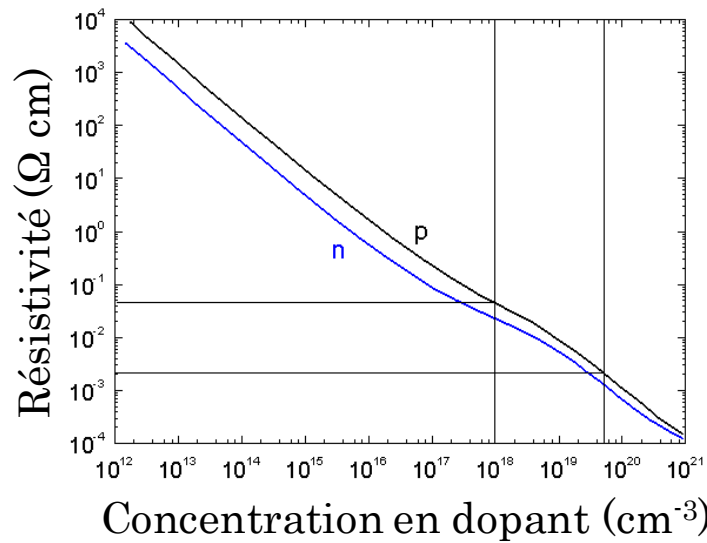


Figure 4: Résistivité du silicium massif en fonction du dopage à 300K

La Figure 5 donne la résistance minimum de nanofils de 160 nm d'épaisseur et de 80,140 200 et 260 nm d'épaisseur en fonction de la longueur pour un dopage de  $3.5 \times 10^{18} / \text{cm}^3$  ( $\rho = 1.69 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ ) et un dopage de  $1.6 \times 10^{19} / \text{cm}^3$  ( $\rho = 6.11 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ ).

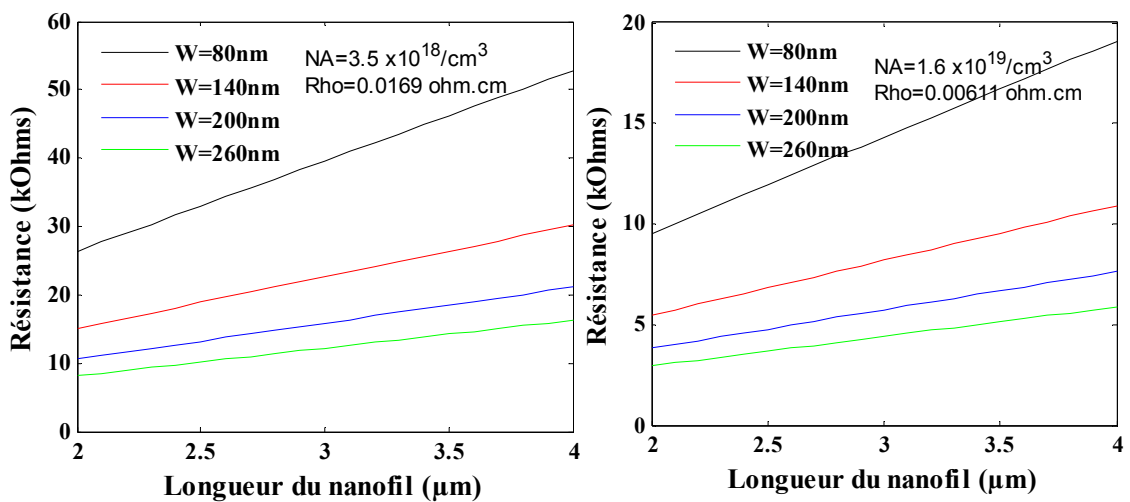


Figure 5: Valeurs minimum de la résistance des nanofils en fonction des dimensions

Les valeurs se situent dans la gamme de quelques  $k\Omega$  à quelques dizaines de  $k\Omega$ . Une mesure 2 fils est donc suffisante pour les mesures électriques et des coefficients piézorésistifs. Pour limiter le bruit<sup>2</sup> il est préférable de choisir une résistance (et donc une longueur) pas trop élevée.

Comme détaillé dans le chapitre 3, la résistance réelle des nanofils est plus élevée en raison i) de la diminution de la mobilité des trous due au confinement des porteurs et ii) de la présence de zones de déplétion liées aux charges positives de surface.

### *Rapport d'aspect des nanofils*

Afin d'étudier l'influence de la géométrie des nanofils sur leurs propriétés électro-thermo-mécaniques nous avons sélectionné deux séries de dimensions des nanofils (Tableau 1) : Une série de longueur constante et donc de rapport d'aspect  $L/t$  (longueur/épaisseur) constant, et une série de rapport d'aspect  $L/w$  (longueur sur largeur) constant. Pour limiter les risques de stiction lors de la libération ainsi que les valeurs de résistance tout en conservant une géométrie filaire les valeurs de  $L/w$  ont été choisies entre 9 et 31. Finalement, un motif sans nanofil a été ajouté pour caractériser la contribution des motifs d'accès et d'encastrement.

*Tableau 1: Dimensions des nanofils sélectionnées (\* plot sans fils)*

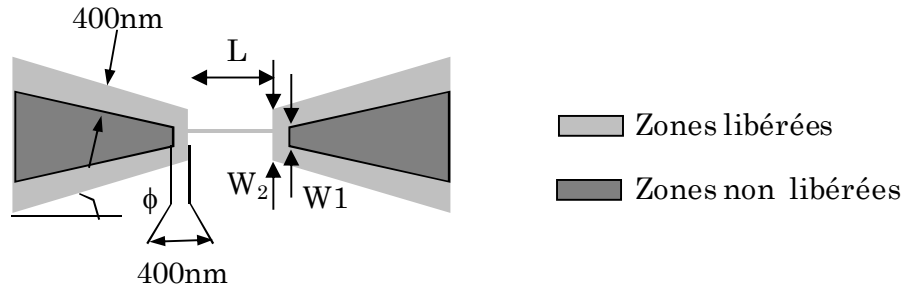
L ( $\mu\text{m}$ )	w (nm)	t (nm)	L/W	L/t
2.5	80	160	31.25	15.625
2.5	140	160	17.86	15.625
2.5	200	160	12.50	15.625
2.5	260	160	9.615	15.625
1.6	80	160	20	10
2.8	140	160	20	17.5
4	200	160	20	25
5.2	260	160	20	32.5
0 *	0 *	160		

Ces séries ont été répétées pour différentes orientations dans le plan (100).

<sup>2</sup> Bruit Johnson-Nyquist de la forme  $v_b^2 = 4k_B T R \Delta f$  où  $v_b^2$  est la variance de la tension aux bornes de la résistance  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $\Delta f$  la bande passante considérée.

**Géométrie des encastremets**

La libération des nanofils étant réalisée par gravure isotrope complète de la couche de silice enterrée (épaisseur 400 nm) la géométrie réelle des structures libérées a une allure voisine de celle de la Figure 6 au voisinage des extrémités du nanofil si la gravure est parfaitement isotrope.



*Figure 6: Configuration attendue des structures libérées*

La sous gravure latérale aux encastremets a pour effet de modifier la géométrie de la structure libérée. Par ailleurs le changement de largeur nécessaire pour transiter de l'échelle du nanofil aux plots de contacts a pour effet d'induire une concentration de contrainte lorsqu'une contrainte longitudinale est appliquée. Pour avoir une longueur maîtrisée des nanofils et un transport thermique ou électrique dominé par le nanofil les largeurs  $w_1$  et  $w_2$  doivent être grandes devant la largeur  $w$  du nanofil. Inversement un congé avec un grand rayon de courbure serait souhaitable pour obtenir une transition douce de largeur et limiter la concentration de contrainte au niveau du changement de largeur (Figure 7) [BOU 07]. On définit le facteur de concentration de contrainte par le rapport entre la contrainte réelle et la contrainte nominale  $\sigma_{nom}$ .

$$K_t = \frac{\sigma_{max,réelle}}{\sigma_{max,nom}} \tag{1}$$

La contrainte nominale est la contrainte déduite de la théorie d'Euler-Bernouilli pour la plus petite section sollicitée. La contrainte réelle est la contrainte obtenue sur la poutre avec le défaut géométrique.



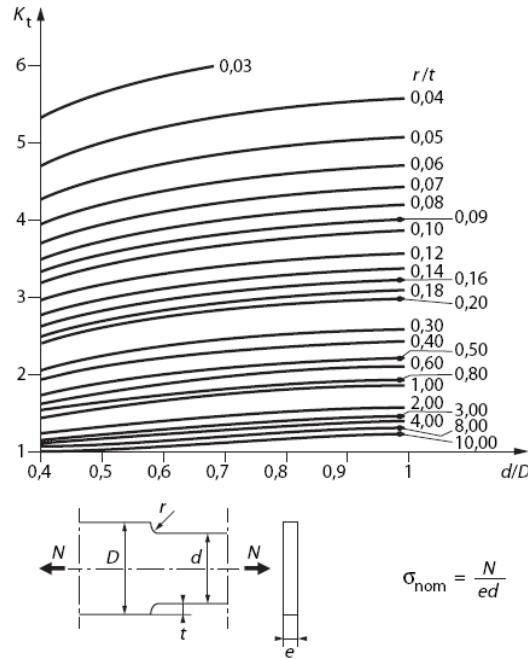


Figure 7: Facteur de concentration de contrainte pour une éprouvette de traction de section rectangulaire avec changement de largeur via un congé avec  $N$  l'effort de traction [BOU 07]

En pratique, il est difficile de prévoir d'inclure des rayons de courbure dans l'étape de lithographie hybride (DUV-électronique) définissant la géométrie des dispositifs. Par ailleurs, le rayon de courbure sera aussi largement dépendant de l'étape de gravure. Néanmoins il est clair que le facteur de concentration de contrainte sera très élevé pour les échantillons de test des nanofils. Une largeur  $w_2$  de  $8 \mu\text{m}$  et un angle  $\phi$  d'environ  $30^\circ$  ont été choisis pour la série d'échantillons.

**Motif TLM (Transient Line Method)**

Ce motif est destiné à la mesure de la résistance de contact et de la résistivité du film mince de silicium des substrats SOI. La géométrie choisie est indiquée sur la Figure 8 et dans le tableau suivant.

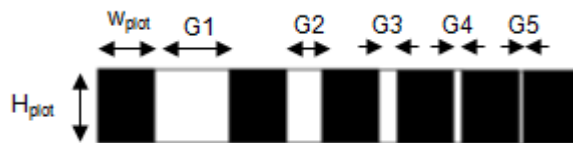
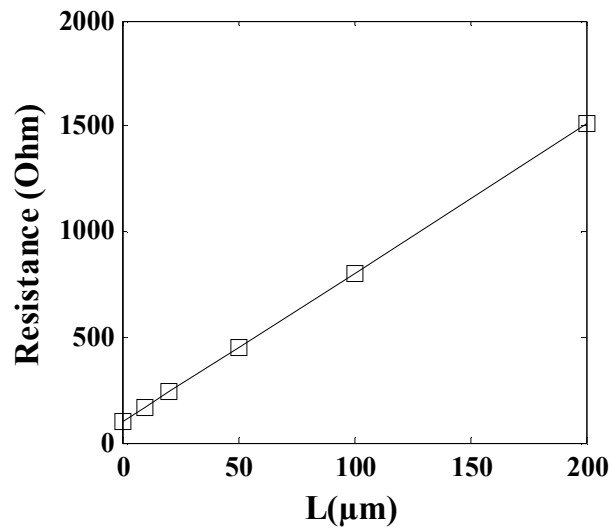


Figure 8: Géométrie du motif TLM

$W_{\text{plot}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$H_{\text{plot}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$G_5$ ( $\mu\text{m}$ )	$G_4$ ( $\mu\text{m}$ )	$G_3$ ( $\mu\text{m}$ )	$G_2$ ( $\mu\text{m}$ )	$G_1$ ( $\mu\text{m}$ )
150	150	10	20	50	100	200

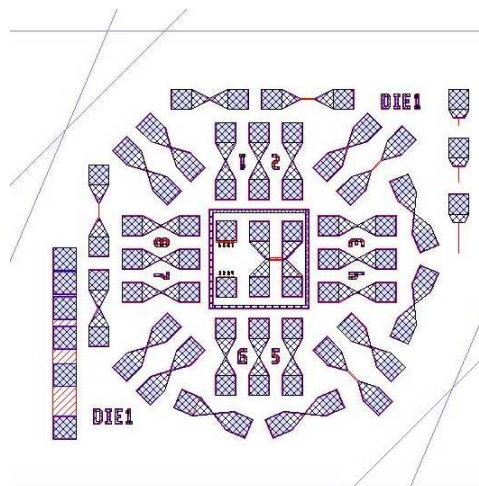
A titre d'exemple la [Figure 9](#) donne la courbe pour une résistivité de  $1.69 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ , une hauteur de plot de  $200 \mu\text{m}$  et une résistance de contact de  $50 \Omega$ .



*Figure 9: Résistance théorique du motif TLM en fonction de la largeur des gaps pour  $H_{\text{plot}}=200 \mu\text{m}$  et  $\rho=1.6 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ , épaisseur  $160 \text{ nm}$ .*

### Masque

Un jeu de masques comprenant les différents dispositifs décrit ci-dessus a été dessiné sous cadence par Fabien Parrain (maître de conférences). La [Figure 10](#) présente une vue générale du masque de la puce.



*Figure 10: Dessin du masque des nanodispositifs de test mono-épaisseur*

### 2.1.1.3 Résultats

Les nanofils fabriqués par ce procédé technologique sont placés au centre d'une puce carré pour effectuer la flexion 4 point qui sera décrite au [chapitre 3](#). La [Figure 11](#) présente une photo de la puce réelle. On peut y voir la zone où la contrainte sera uniforme et maximale. On trace également l'emplacement des appuis pour la flexion 4 points.

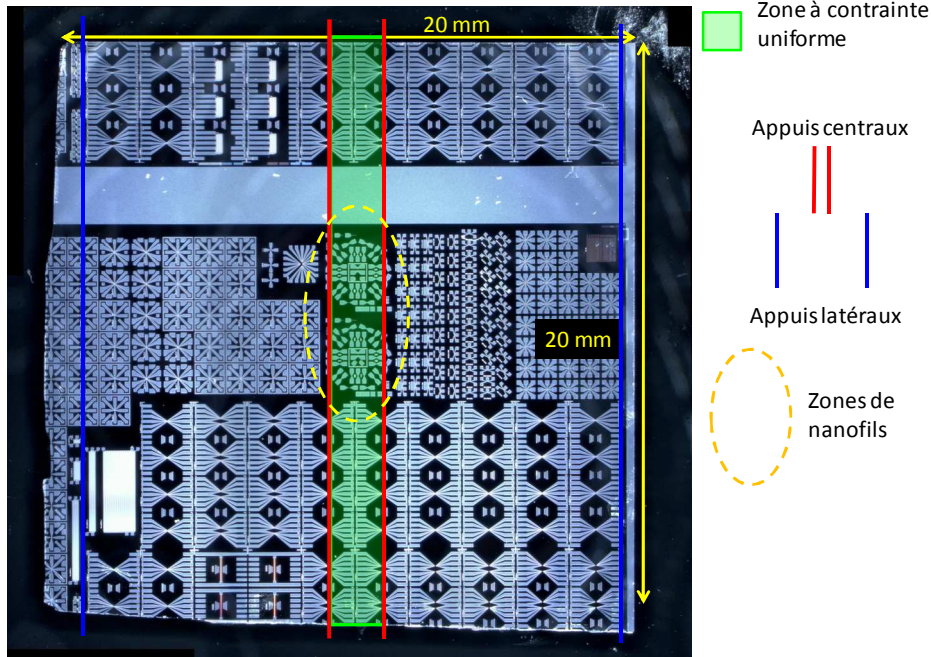


Figure 11: Vue de la puce des dispositifs CAL2 qui est placée dans le système de flexion 4 points.

Des photographies des nanofils obtenus ont été effectuées par microscopie électronique. Malgré la fiabilité du procédé de fabrication CAL2 du LETI, de nombreux nanofils se sont cassés au cours du transport ou de la manipulation de la puce.

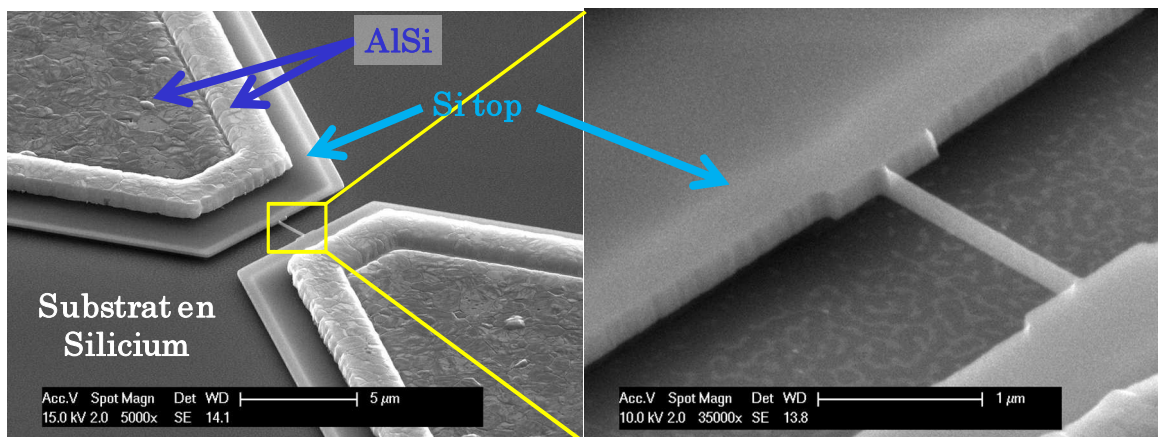


Figure 12: Image MEB d'un nanofil fabriqué par le procédé CAL2 du CEA-LETI. Longueur = 4 µm. Epaisseur = 160 nm, Largeur = 200 nm.

### 2.1.2 Fabrication de nanofils supplémentaires à l'IEF

Des essais de fabrication de nanofils faiblement dopés de type p et de plus petite largeur ont été entrepris à l'IEF sur un substrat SOI mince fourni par le CEA-LETI. Ce substrat a été aminci par oxydation thermique et gravure chimique pour obtenir des épaisseurs variables. Des essais ont également été faits sur un autre substrat de chez Soitec disponible à l'IEF. L'objectif était d'obtenir des nanofils présentant un

fort effet de piézorésistivité ou des propriétés thermiques remarquables. Pour cela des largeurs variables de 20 nm à 188 nm et des longueurs allant de 2 à 3.5  $\mu\text{m}$  ont été visées. Les discussions sur le dimensionnement de ces nanofils est la même que pour les nanofils fabriqués par le procédé CAL2. Comme pour le procédé CAL2, les substrats SOI ont été découpés en puces de 2x2  $\text{cm}^2$ . Comme, il s'agissait de la première fabrication de nanofils *top-down* dans notre groupe, plusieurs série ou lots de nanofils ont été fabriqués avec un procédé technologique évoluant au cours du temps.

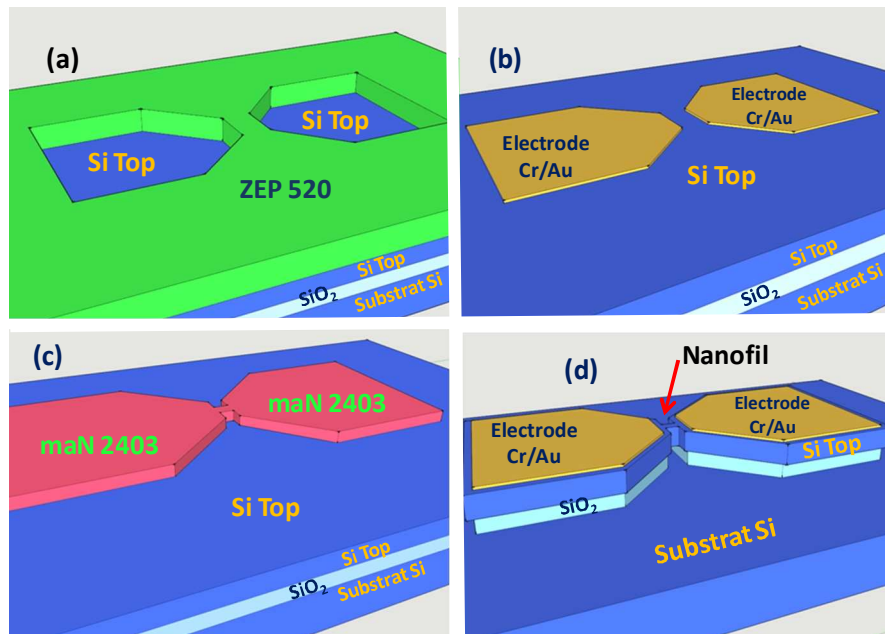


Figure 13: Vue 3D des étapes de fabrication des nanofils et des contacts de métallisation (lot 1).

Le premier lot a été fabriqué à partir d'une tranche de silicium SOI de la société Soitec, faiblement dopé avec du Bore à  $7.5 \times 10^{14}/\text{cm}^3$  (Valeur déduite de la résistivité). La silice enterrée de cette tranche a pour épaisseur 1  $\mu\text{m}$  et le couche de silicium superficielle a pour épaisseur d'origine 340 nm. L'épaisseur totale du substrat en silicium est de 525  $\mu\text{m}$ . La couche de silicium superficielle a été amincie jusqu'à 220 nm par une série d'oxydations à 1050°C et de gravures sèches à l'acide fluorhydrique tamponnée (BHF).

Pour les contacts électriques, ce premier lot a été métallisé avec des plots en Or/Chrome<sup>3</sup>. Une résine positive (ZEP 250) a été étalée par centrifugation (*spin-coated*) à 1000 tours/min sur le silicium superficiel. La résine a été structurée par lithographie électronique sur un champ 500x500  $\mu\text{m}^2$  à l'aide d'un masqueur Raith 150 (Figure 13a). L'énergie cinétique des électrons, la dose et le pas utilisés était respectivement de 20 KeV, 70  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  et 20 nm. Une couche de 20 nm de chrome et une couche de 150 nm d'or initialement déposée par évaporation induite par un flux d'électron ont été ainsi structurés. Le métal inutile a été éliminé par un procédé de *lift-off* (Figure 13b).

<sup>3</sup> Le Chrome constitue une couche de promotion d'adhérence

Pour la nanostructuration des fils selon la direction  $\langle 100 \rangle$ , la même machine de lithographie électronique a été utilisée. Cette fois, la résine négative maN 2403 a été étalée par centrifugation à 3000 tour/min. Le champ d'exposition était alors de  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ . De nouveaux paramètres lithographiques ont été utilisés : l'énergie cinétique des électrons, la dose et le pas utilisés étaient respectivement de 20 KeV, de  $145 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  et de 8 nm. La résine a été développée pendant 30 s dans un bain de MIF 726. Le silicium non protégé a été gravé à  $5^\circ\text{C}$  par gravure ionique réactive profonde (*Deep-RIE*) dans un plasma de  $\text{SF}_6/\text{O}_2$ . La différence de potentiel mesurée, pour une puissance de 30 W, était de 265 V. Enfin, les nanofils ont été libérés par gravure en vapeur HF de la silice enterrée (Figure 13d). Une image de microscopie électronique d'un dispositif avec un nanofil de 100 nm de largeur présentée dans la Figure 14. Comme précisé dans la section suivante, nous avons observé que les nanofils avec un grand rapport d'aspect (longueur/largeur) étaient flambés latéralement.

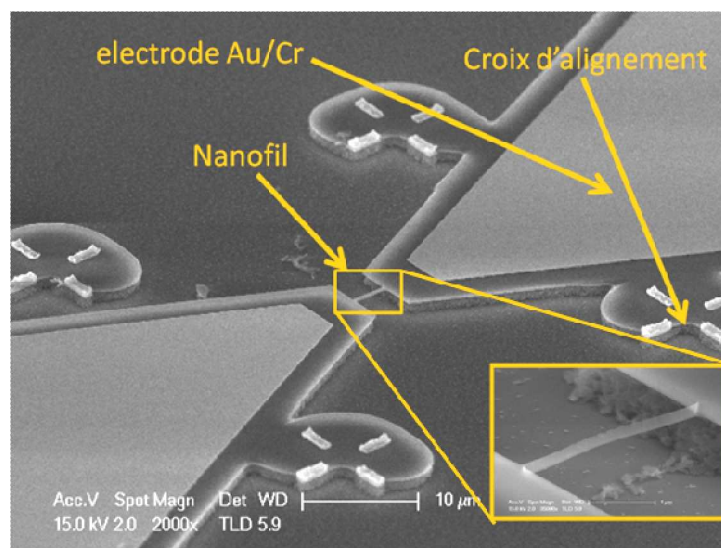


Figure 14: Micrographie MEB (SEM-FEG) d'un nanofil en silicium libéré. On voit également les croix d'alignement et la métallisation en Chrome/Or.

Suite au flambage inattendu des nanofils du premier lot, un deuxième lot a été fabriqué avec de nouveaux rapports d'aspect. Ce deuxième lot a été fabriqué à partir d'une tranche de SOI de 200 mm de diamètre. Les épaisseurs respectives du silicium superficiel, de la silice enterrée et de substrat de silicium sont respectivement 160 nm, 400 nm et  $725 \mu\text{m}$ . Cette tranche dopée au Bore a également été achetée auprès de la société Soitec. La concentration en dopant est également de  $5 \times 10^{14} /\text{cm}^3$ . La différence principale avec le premier lot est le fait que l'étape de métallisation a été omise pour éliminer son influence possible sur le flambage des nanofils. Pour structurer les nanofils, la même étape de lithographie électronique a été accomplie. Deux paramètres ont été changés pour optimiser la fabrication des nanofils : la vitesse de rotation de la résine négative a été augmentée à 5000 tour/min et le pas de la lithographie électronique a été réduit à 2 nm. De nouveau, les nanofils de grand rapport d'aspect ont été trouvés flambés.

## 2.2 Flambage des nanofils

Suite aux observations MEB des différents lots de nanofils fabriqués à l'IMEP, il a été constaté que tous les nanofils libérés ayant un rapport d'aspect Longueur/Largeur supérieur à 44 étaient latéralement flambés. Le flambage de nanofils fabriqué par croissance VLS induit par compression externe a déjà été publié [RYU 09, HSI 08]. Moselung *et al.* [MOS 10] ont également montré l'existence de flambage de nanofils *top-down* oxydés thermiquement. Dans leur cas, une fois l'oxyde enlevé, ils constatent la présence de contraintes extensives dans les nanofils. Cet effet a été utilisé pour augmenter la mobilité des porteurs dans transistors canal n. Dans les années 80, Guckel *et al.* [GUC 85] ont observé le flambage de microponts encastrés en polysilicium. La mise en évidence du flambage de micropont en SiO<sub>2</sub> est connue depuis les années 90 [FAN 94, SU 06]. Récemment, le flambage latéral de nanofils en oxyde de silicium fabriqués à partir de substrat SOI a également été étudié par Benoît Charlot *et al.* [CHA 08]. Nous n'avons pas connaissance de travaux publiés sur le flambage intrinsèque de nanofils en silicium fabriqués par approche descendante. Ce flambage est illustré en Figure 15 où on voit une série de nanofil du lot 1 de longueur 3.5 μm avec différentes largeurs. Toutes les dimensions (épaisseurs, largeur, longueurs) des nanofils concernées par le flambage sont listées dans le Tableau 1.

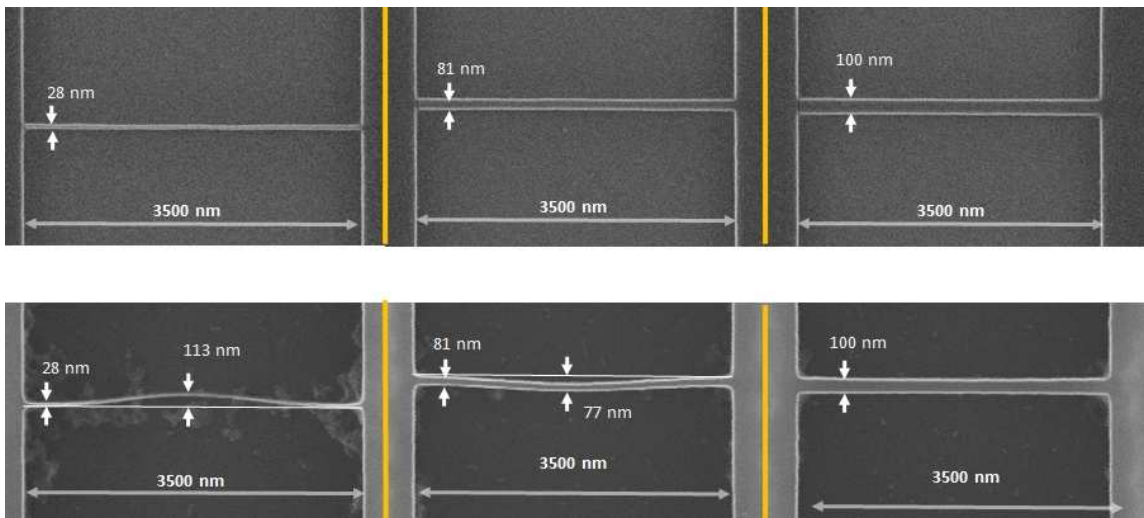


Figure 15: *En haut* : Image des nanofils du lot 1 avant libération à la vapeur de HF. *En bas* : Même nanofils après libération. Nanofils de longueurs  $L=3.5 \mu\text{m}$  et d'épaisseurs  $t=220 \text{ nm}$ .

Tableau 2: Dimensions des nanofils flambés. (Voir la Figure 17 pour les rapports d'aspects de nanofils non flambés)

Lot (épaisseur nm)	Largeur (nm)	Longueur ( $\mu\text{m}$ )	Rapport Largeur/Longueur (w/L)	Déflexion maximum mesurée (nm)
1 (220)	28	3.5	0.0080	113
1 (220)	62	3.5	0.017	92
1 (220)	81	3.5	0.023	77
2 (160)	19.5	3.5	0.0056	26.8
2 (160)	23	3.5	0.0064	24.9
2 (160)	26.1	3.5	0.0075	21
2 (160)	30.5	3.5	0.0088	21.6
2 (160)	19.5	2	0.0098	23.7
2 (160)	37.0	3.5	0.0109	20.9
2 (160)	23.5	2	0.0121	30.4
2 (160)	29.3	2	0.0147	23.6
2 (160)	62.5	3.5	0.0180	13.7
2 (160)	38.9	2	0.0194	17.5

La déformée induite par le flambage est tout a fait compatible avec la déformée prévue par le modèle théorique du premier mode flambement pour une poutre a section prismatique encastree à ses deux extrémités. En effet, sur la Figure 16, la déflexion normalisée d'une nanopoutre<sup>4</sup> qui a été mesurée au MEB, est comparée au profil prévu par la formule théorique [GER 90] :

$$\frac{\delta(x)}{\delta_{max}} = \frac{1}{2} \left( 1 - \cos \left( \frac{2\pi x}{L} \right) \right) \quad (2)$$

Où  $\delta(x)$  ( $x$  est la position selon l'axe du pont) est la déflexion latérale,  $\delta_{max}$  est sa valeur maximum au centre du pont et  $L$  la longueur du nanopont. Nous nous intéressons dans les paragraphes suivant comment un modèle de post-flambage permet d'estimer la contrainte compressive nécessaire pour flamber le fil. Plusieurs phénomènes de génération de contraintes, qui auraient pu survenir pendant la fabrication ou l'observation des fils, seront également analysés.

<sup>4</sup> de 2  $\mu\text{m}$  de longueur, 38 nm de largeur et 160 nm d'épaisseur

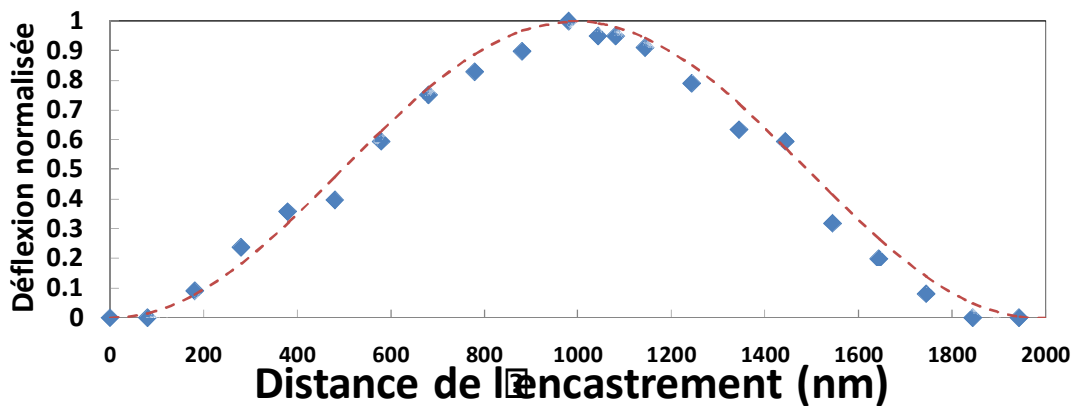


Figure 16: Comparaison entre la déflexion normalisée mesurée (points bleus) et la déformée théorique du première mode de flambage (pointillés). Nanofils de longueur  $L = 2000$  nm, de largeur 38 nm et d'épaisseur 160 nm

### 2.2.1 Analyse en régime de post-flambement

Pour une poutre de section  $w \times t$  ( $t > w$ ) d'inertie constante, encastree à ses extrémités, soumise à un effort normal de compression simple, la contrainte critique de flambage théorique est donnée par la formule [GER 90] :

$$|\sigma_c| = \frac{EI_z \pi^2}{(L/2)^2} = \frac{E \pi^2}{3} \left(\frac{w}{L}\right)^2 \quad (3)$$

Où  $L$ ,  $w$  et  $E$  sont respectivement la longueur, la largeur et le module de Young de la nanopoutre.  $EI_z$  est la rigidité de la poutre<sup>5</sup>. Cette contrainte critique est tracée en fonction de  $w/L$  sur la Figure 17. Les valeurs expérimentales de  $w/L$  des nanofils du lot 2 sont également indiquées. On constate que le flambage commence pour  $w/L \approx 0.019$ . La contrainte compressive correspondante est de 240 MPa. Cette valeur donne une approximation de la contrainte compressive initiale minimum dans le nanofil avant le flambage.

<sup>5</sup> Défini à parti du moment quadratique  $I_z = w^3 t / 12$



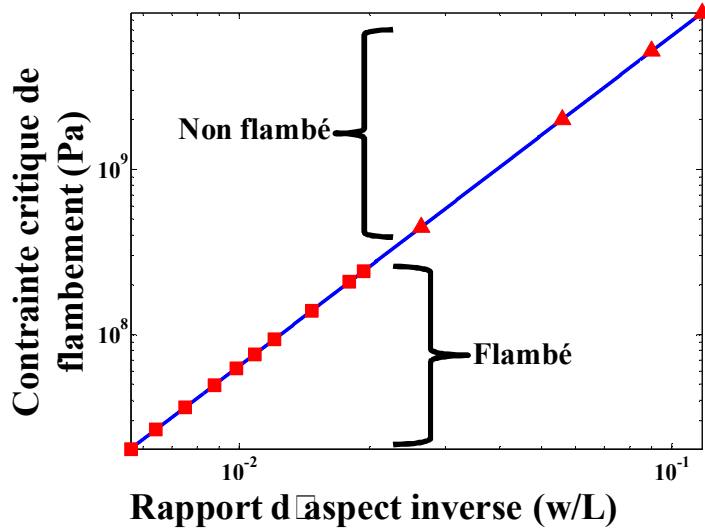


Figure 17: Contrainte initiale critique de flambage tracée en fonction du rapport d'aspect inverse  $w/L$ . Carrés: rapport d'aspect des fils flambés et la contrainte critique correspondante (3). Triangles: rapport d'aspect des fils non-flambés et la contrainte critique correspondante.

Pour évaluer plus précisément la contrainte initiale dans les nanofils nous avons utilisé le modèle de post-flambage linéaire sans imperfections de W. Fang et J. A. Wickert [FAN 94]. Ce modèle permet de calculer la déflexion maximum  $\delta_{max}$  en fonction de l'élongation  $\varepsilon_0$  initiale (avant flambage) de la poutre :

$$\delta_{max} = \begin{cases} 0 & \varepsilon_0 \leq \varepsilon_c \\ \pm \sqrt{\frac{4\varepsilon_0 L^2}{\pi^2} - \frac{16I_z}{wt}} & \varepsilon_0 > \varepsilon_c \end{cases} \quad (4)$$

Où  $t$ ,  $I$  et  $\varepsilon_c$  sont respectivement l'épaisseur, le moment quadratique et la déformation critique de flambage de la poutre. Dans ce cas, en utilisant la loi de Hooke  $\sigma_0 = \varepsilon_0 E$  et l'expression du moment quadratique pour une poutre à section rectangulaire  $I_z = w^3 t / 12$  ( $z$  correspond à l'axe « autour » duquel s'effectue la flexion de flambage, il est perpendiculaire à l'axe de la poutre et à la direction de la déflexion max), on donne la déflexion normalisée :

$$\frac{\delta_{max}}{L} = \begin{cases} 0 & , |\sigma_0| \leq |\sigma_c| \\ \pm \frac{2}{\pi\sqrt{E}} \sqrt{|\sigma_0| - \frac{E\pi}{3} \left(\frac{w}{L}\right)^2} & , |\sigma_0| > |\sigma_c| \end{cases} \quad (5)$$

Où  $\sigma_0$  ( $\sigma_0 < 0$ ) est la contrainte initiale avant le flambement.  $\sigma_0$  est également le niveau de contrainte dans les nanofils non flambés. Après flambage, la contrainte est relaxée dans les nanofils flambés et ne vaut plus  $\sigma_0$ . En utilisant l'expression de la contrainte critique de flambage (3), l'expression de la déflexion maximum normalisée devient :

$$\frac{\delta_{max}}{L} = \begin{cases} 0 & , |\sigma_0| \leq |\sigma_c| \\ \pm \frac{2}{\pi\sqrt{E}} \sqrt{|\sigma_0| - |\sigma_c|} & , |\sigma_0| > |\sigma_c| \end{cases} \quad (6)$$

Ce modèle a été appliqué à tous les nanofils de différentes longueurs et largeurs issus des lots 1 et 2. Toutefois les nanofils de plus petite largeurs (<25 nm) n'ont pas été confrontés au modèle car leurs géométries étaient mal définies après gravure RIE et en raison de leurs rapports d'aspect élevés (>150), le collage de ces nanofils sur le substrat de silicium après libération ne pouvait pas être exclu. Les déflexions normalisées mesurées sont tracées dans la Figure 18, en fonction du rapport d'aspect inverse  $w/L$ . Ces déflexions normalisées sont comparées avec les valeurs théoriques prévues par le modèle post-flambage (6) pour différentes valeurs de contraintes mécaniques initiales. Cette analyse montre que pour expliquer le flambage, la contrainte compressive initiale doit être comprise entre -260 MPa et -360 MPa.

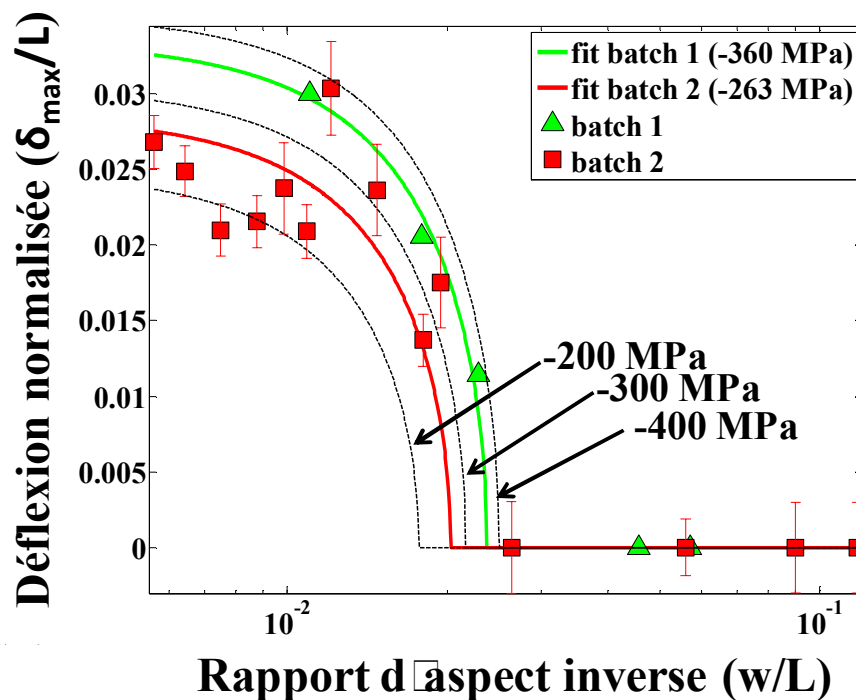


Figure 18: Déflexions normalisées en fonction du rapport d'aspect inverse des nanoponts. Les lignes pointillées correspondent au modèle théorique pour  $E=130$  GPa pour les contraintes -200, -300, -400 MPa. Les lignes continues rouges et vertes correspondent au modèle théorique pour les contraintes -360 et -263 MPa ajustées aux valeurs expérimentales. Les triangles et les carrés sont les valeurs expérimentales des lots 1 et 2.

La contrainte ajustée sur le lot 1 (SOI avec 1  $\mu\text{m}$  de silice enterrée) a été trouvée supérieure à celle du lot 2 (400 nm de silice enterrée). Dans les deux cas, la contrainte est très importante. Notons que le modèle considère un pont parfaitement encastré aux extrémités et ne tient pas compte du silicium placé au dessus des sous gravures sur les bords du nanofil.

En toute rigueur, le module de Young effectif des nanofils de plus faible largeur peut être inférieur à celui du silicium massif. Sadeghian *et al.* [SAD 10] ont en effet montré que le module de Young de nanofils et nanocantilevers diminuait sensiblement lorsque la plus petite dimension de la section devenait inférieure à

environ 50 nm. Ceci a été attribué aux effets d'élasticité de surface mais surtout à la présence de l'oxyde natif dont l'épaisseur ne devient plus négligeable par rapport aux dimensions du nanofil. Comme le module de Young de SiO<sub>2</sub> (entre 60 et 75 GPa) est bien inférieur à celui de Si, le module de Young effectif de la nanopoutre composite diminue [Voir Annexe A] :

$$E_{eff}(w) = E_{Si} \frac{w^3}{(w + 2t_{ox})^3} + E_{Ox} \frac{[8(t_{ox})^3 + 6w^2t_{ox} + 12w(t_{ox})^2]}{(w + 2t_{ox})^3}$$

$E_{Ox}$  et  $t_{ox}$  sont respectivement le module de Young de l'oxyde natif variant entre 60 GPa et 75 GPa son épaisseur variant de 1 à 2 nm.  $E_{Si}$  est le module de Young du silicium du massif. L'épaisseur  $t$  des nanofils étant grande devant l'épaisseur de l'oxyde natif on a considéré le nanofil comme une poutre composite SiO<sub>2</sub>/Si/SiO<sub>2</sub>.

Sadeghian *et al.* considèrent également l'effet de l'élasticité de surface (en supposant qu'il y ait une reconstruction de surface), le module de Young  $E_s$  correspondant est donné par [SAD 10] :

$$E_s(w) = E_{Si} \left( 1 + \frac{3\Sigma S}{E_{Si}w} \right) \quad (7)$$

En tenant compte de l'équation ci-dessus, le module de Young du *nanopont* devient :

$$E_{corr}(w) = \frac{E_s(w)w^3 + E_{Ox} \left( 1 + \frac{3\Sigma S}{E_{Si}w} \right) (8(t_{ox})^3 + 6w^2t_{ox} + 12w(t_{ox})^2)}{(w + 2t_{ox})^3} \quad (8)$$

$\Sigma S$  est la somme des élasticités de surface. Selon [SAD 10], sa valeur est tabulée à -1 N.m<sup>-1</sup>. L'effet des contraintes de surface est donc négligeable. On peut donc considérer que  $E_{corr} \approx E_{eff}$

Avec cette correction, le module de Young dépend maintenant de  $w$ . Puisque la déflexion dépend de  $L$  et  $w$  et que  $E_{corr}(w)$  est aussi fonction de  $w$ , il n'est plus possible de normaliser la déflexion. Pour illustrer cette correction, la Figure 19 montre la déflexion  $\delta(L,w)$  en fonction des largeurs des fils pour deux longueurs différentes (2  $\mu$ m et 3.5  $\mu$ m). Pour l'ajustement, l'épaisseur de silice a été fixée à 2 nm et son module de Young à 60 GPa.

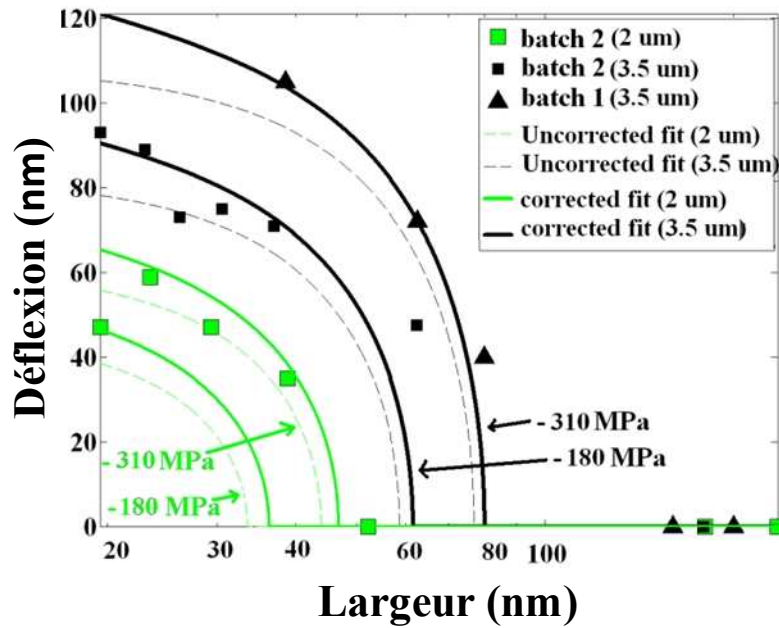


Figure 19: Déflexion maximum en fonction des largeurs des nanoponts. Les courbes vertes correspondent aux fils de longueur  $L=2\ \mu\text{m}$  et les noires  $L=3.5\ \mu\text{m}$ . Les courbes en pointillées représentent le modèle théorique non corrigé avec des contraintes initiales à 310 et 180 MPa. Et les courbes lignes continues correspondent au modèle théorique corrigé par le module de Young  $E_{\text{corr}}(w)$ . Les carrés correspondent aux valeurs expérimentales mesurées sur le lot 2 et les triangles sur le lot 1.

La Figure 19 montre que la contrainte initiale est surestimée de 20 à 60 MPa avec le modèle non corrigé par rapport au modèle corrigé. Cette correction du module de Young change quantitativement la valeur de la contrainte initiale expliquant le flambage mais ne change pas son ordre de grandeur.

## 2.2.2 Discussion sur l'origine de la contrainte

Alors que le flambage de nanofils fabriqués à partir de la couche d'oxyde d'un substrat SOI est attendue [CHA 08], il est rare de constater une contrainte compressive dans la couche de silicium superficielle d'un substrat SOI. D'après le fabricant de substrats SOI, la contrainte dans le silicium superficiel devrait être faible et en tension. Dans les paragraphes suivants, nous allons tenter de clarifier l'origine de cette contrainte compressive en regardant quelques mécanismes possibles de génération d'une contrainte initiale compressive.

### 2.2.2.1 Couches superficielles autour du nanofil

Pendant le processus de fabrication plusieurs couches indésirables peuvent être engendrées à la surface du nanofil. Pendant la gravure ionique réactive (RIE) une couche endommagée (amorphisée) d'une dizaine de nanomètres est produite au bas des motifs gravés tandis qu'un film de  $\text{Si}_x\text{O}_y\text{F}_z$  et une couche endommagée de quelques nm est formée sur les parois des motifs [LIA 06, ARO 87, JAN 96]. L'amorphisation du silicium peut induire une contrainte compressive jusqu'à 100

MPa [NEM 87, VOL 91]. Nous considérerons comme pire cas une couche entièrement amorphisée, de 10 nm d'épaisseur, avec une contrainte de -100 MPa. Le film de  $\text{Si}_x\text{O}_y\text{F}_z$  est normalement éliminé après exposition à l'air et gravure vapeur HF mais un oxyde natif croît inexorablement tout autour du nanofil par la suite. Cet oxyde qui croît à température ambiante ne devrait pas dépasser les 1.5-2.5 nm d'épaisseur selon le temps d'exposition à l'air et les nettoyages antérieurs à la libération [SUB 95]. La contrainte résiduelle dans l'oxyde natif, qui est en fait un hydroxyde typiquement contaminé en carbone à la surface, est difficile à évaluer précisément. Elle peut être estimée par extrapolation de mesures effectuées sur des couches très minces de  $\text{SiO}_2$  de différentes épaisseurs [KOB 88]. A partir des travaux publiés, on peut estimer que la contrainte compressive de la couche d'oxyde natif ne devrait pas excéder 400 MPa à toutes les températures.

Des simulations par élément finis (FEM) ont été effectuées avec le logiciel ANSYS pour prévoir l'influence des contraintes compressives biaxiales de ces deux types de couches sur le nanopont (Figure 20).

Pour simuler la présence de contraintes biaxiales dans les couches superficielles, nous avons utilisé la méthode des contraintes thermomécaniques équivalentes [BOU 96]. Pour cela, on introduit des coefficients de dilatation thermique fictifs qui sont calculés pour engendrer la contrainte biaxiale initiale voulue lorsque l'on applique une élévation de température égale à  $\Delta T$ . Par exemple, dans le cas des films sur les surfaces supérieures et inférieures (plans xy), ces coefficients de dilatation thermique fictifs sont reliés à la contrainte initiale  $\sigma_0$  et à  $\Delta T$  par [BOU 96] :

$$\begin{cases} \alpha_{xx} = \alpha_{yy} = -\frac{(1 - \nu_L) \sigma_0}{E_L \Delta T} \\ \alpha_{zz} = \frac{2\nu_L \sigma_0}{E_L \Delta T} \\ \alpha_{xy} = \alpha_{yz} = \alpha_{zx} = 0 \end{cases} \quad (9)$$

Où  $E_L$  est le module de Young (non corrigé) de la couche superficielle et  $\nu_L$  son coefficient de Poisson. La Figure 20 montre la distribution de la contrainte axiale dans une section du nanofil loin des encastremements induite par un film de silice autour du nanofil (Figure 20a) et d'une couche de Si amorphisée sur les parois (Figure 20b). On constate, dans les deux cas, que la contrainte axiale est essentiellement concentrée à proximité des arêtes du nanofil.

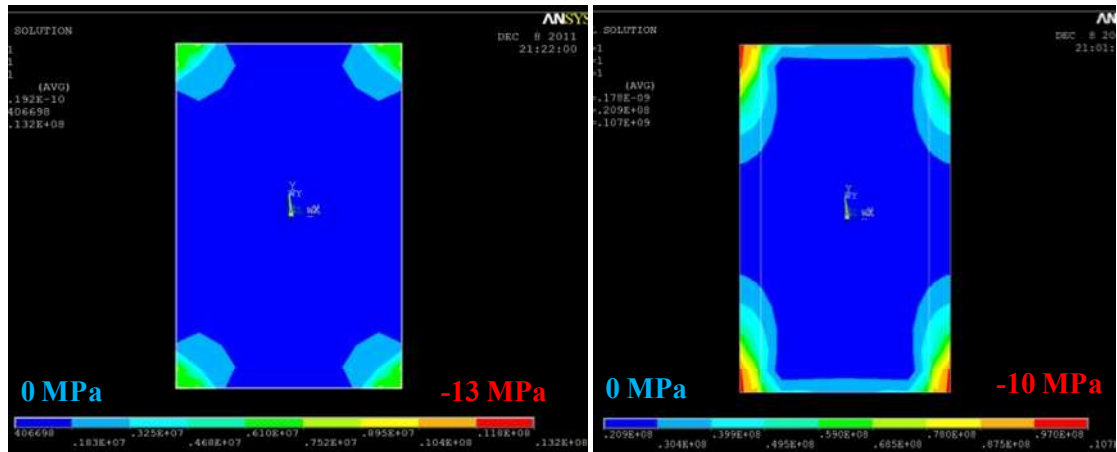


Figure 20: Distribution de Contrainte compressive axiale sur la section du nanofil à gauche : induite par 0.5 nm de silice initialement compressée à -100 MPa. à droite: induite par deux parois verticales de silicium amorphisé de 10 nm d'épaisseur. Les deux figures représentent un nanofil de  $100 \times 160 \text{ nm}^2$  de section et de  $3.5 \mu\text{m}$  de longueur.

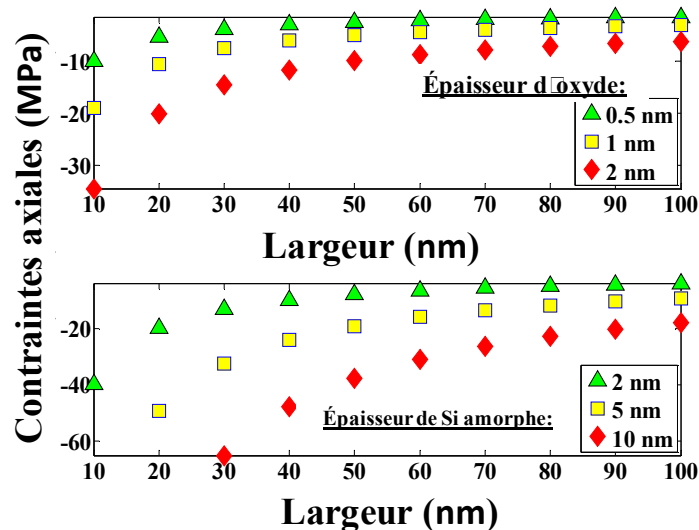


Figure 21: Contraintes compressives axiales dans le nanofil induites par la couche de  $\text{SiO}_2$  native (en haut) et par les parois de silicium amorphisé (en bas) tracées en fonction de la largeur du nanofil. La contrainte dans les deux couches considérées est fixée à -100 MPa, la longueur du nanofil est de  $3.5 \mu\text{m}$  et son épaisseur de  $160 \text{ nm}$ .

La Figure 21 (en haut) montre que même dans le pire cas du nanofil le plus fin (10 nm de largeur), la contrainte axiale générée par une contrainte compressive de -100 MPa dans 2 nm d'oxyde natif n'excède guère -35 MPa. De même, on peut constater que même à 10 nm de silicium amorphisé (Figure 21 en bas) contraint à -100 MPa ne génère que -67 MPa dans un nanofil de 30 nm d'épaisseur. Ces contraintes trouvées varient linéairement avec la contrainte induite dans les couches superficielles. Ainsi, si l'on suppose une contrainte compressive de -400 MPa dans la couche de d'oxyde natif, il y a aura -140 MPa induit dans le nanopont le plus fin. On voit clairement que pour la grande majorité des nanofils fabriqués, ces contraintes biaxiales dans les

couches de SiO<sub>2</sub> native ou de silicium amorphisé ne peuvent expliquer les contraintes compressives observées dans les nanofils de silicium.

Une puce à nanofil a été recuite à 800°C pendant une heure sous azote pour examiner l'effet d'un recuit haute température. On peut raisonnablement penser qu'un tel recuit est capable, au moins partiellement, de modifier la contrainte, le contenu en hydrogène ou l'épaisseur des couches d'oxydes natifs. Ce recuit devrait également recristalliser et/ou modifier la contrainte de la couche de silicium amorphisée sur les parois des nanofils. En effet, Aurora *et al.* ont montré que du silicium fortement endommagé pouvait être réordonné à 800°C [ARO 87]. La Figure 22 montre des images de microscopie électronique d'un nanofil de 30 nm de largeur avant et après recuit. La comparaison des deux images n'a montré aucun changement mesurable de forme après recuit. Ceci prouve que l'endommagement des nanofils de silicium pendant la gravure produit une contrainte axiale compressive négligeable et ne peut donc pas être à l'origine du flambage des nanofils.

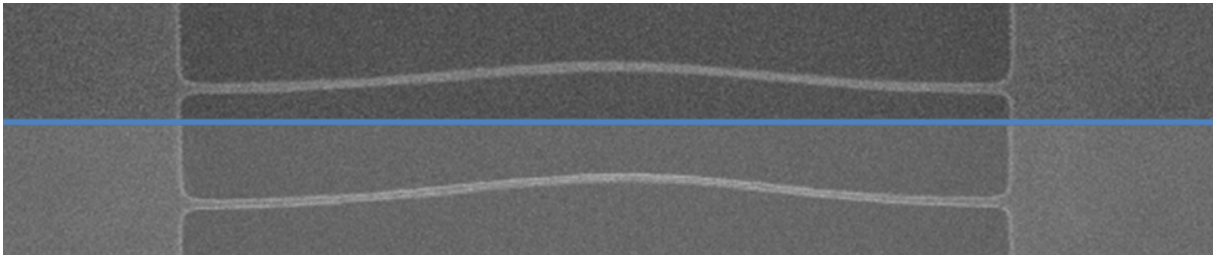


Figure 22: Comparaison entre un nanopont flambé avant et après recuit.  $L=3.5 \mu\text{m}$ ,  $w=30 \text{ nm}$ ,  $t=160 \text{ nm}$

### 2.2.2.2 Contrainte induite par flexion de la puce

Une contrainte de surface compressive peut être engendrée dans la couche superficielle de silicium si la puce est déformée pendant la fabrication ou le test.

Pendant la fabrication, la majeure partie de la couche de silicium superficiel et de l'oxyde enterré est retiré. Comme l'oxyde thermique enterré des wafers SOI est en compression, ceci peut induire une courbure concave de la puce. Cette courbure peut induire des contraintes compressives à la surface de la puce au niveau du silicium superficiel.

Pendant le test, si jamais la puce testée a une forme convexe après fabrication, une contrainte axiale compressive peut être engendrée par le placage de la puce lors des observations par microscopie électronique. Estimons, dans ce dernier cas, la contrainte engendrée par une variation de la courbure de la puce.

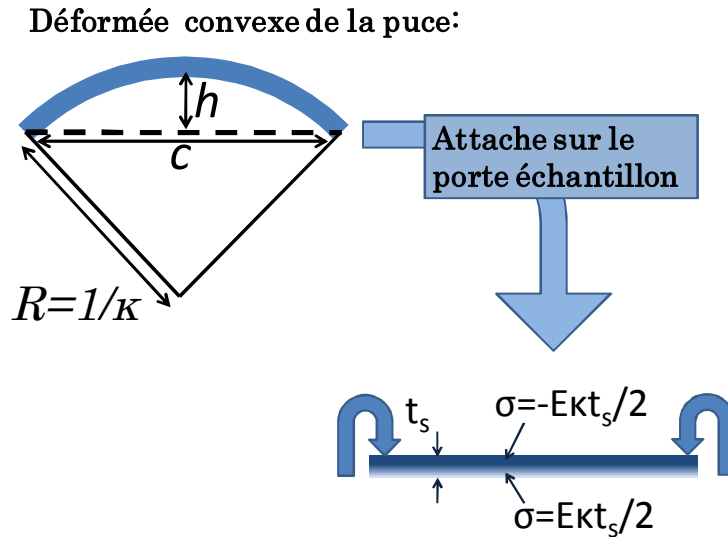


Figure 23: Schéma de principe de flexion d'une puce convexe contre le porte échantillon et génération de contraintes associées.

Pour la démonstration qui suit, la puce est assimilée à une poutre homogène définie par son moment quadratique  $I$  et son épaisseur  $t_s$ . Il serait plus rigoureux de considérer la théorie des plaques pour étudier cette flexion mais le but n'est pas ici d'être très précis mais d'examiner si la courbure de la puce pourrait être à l'origine du flambage des nanofils. D'après la théorie des poutres d'Euler-Bernoulli, si l'on suppose une flexion pure le moment fléchissant est lié à la courbure par :

$$M = \kappa EI \quad (10)$$

Où  $E$  est le module de Young effectif de la puce et  $I$  son moment d'inertie. La contrainte de surface engendrée si la courbure est redressée est en valeur absolue :

$$\sigma = \frac{My}{I} = \kappa E \frac{t_s}{2} \approx \frac{4h}{c} Et_s \quad (11)$$

Où  $y$  est la distance verticale à la fibre neutre,  $t_s$  l'épaisseur de la puce,  $h$  la flèche de la puce et  $c$  le « diamètre » de la puce (voir Figure 23).

L'application de cette formule montre qu'une courbure de  $166 \text{ m}^{-1}$  ou une flèche de  $30 \text{ }\mu\text{m}$  serait nécessaire pour générer une contrainte compressive de valeur supérieure à  $100 \text{ MPa}$  pour une surface de diamètre  $1.2 \text{ mm}$ .

Un profil 3D de la puce a été mesuré par profilométrie interférométrique pour vérifier si la puce était convexe après fabrication. Une déflexion maximum de  $h = 30 \text{ nm}$  a été mesurée pour une surface de  $c = 1.2 \text{ mm}$  de diamètre. Cette valeur est proche de la courbure du front d'onde de l'objectif interférométrique utilisé et correspondrait avec  $E = 130 \text{ GPa}$  et  $t_s = 725 \text{ }\mu\text{m}$  à une contrainte de surface de seulement  $-8 \text{ MPa}$ . Cette contrainte est tout à fait insuffisante pour expliquer le flambage des nanofils.



### 2.2.2.3 Génération de contrainte lors de la fabrication du SOI

Il existe plusieurs étapes de fabrication de SOI qui peuvent être responsables d'une contrainte résiduelle : la croissance de silice, la soudure du substrat et l'amincissement ou le polissage de la couche superficielle du silicium. Les détails et les paramètres de fabrications constituent un secret industriel de la société Soitec, mais il est fortement probable que la fabrication comprenne une étape à haute température lors de la croissance de  $\text{SiO}_2$  ou de la soudure du wafer. Après l'oxydation thermique, la couche de  $\text{SiO}_2$  est dans un état de contrainte compressive avec des valeurs de l'ordre de quelques centaines de MPa, après retour à la température ambiante. Des contraintes thermomécaniques subsistent également dans la couche de silicium superficielle après la soudure du wafer si celle-ci est effectuée à température plus basse que celle de la croissance de la silice. Un modèle développé par X. C. Zhang a été utilisé pour estimer cette contrainte thermomécanique relaxée de ce système à trois couches après une variation donnée de température [ZHA 05]. En utilisant les différentes épaisseurs de couches, les modules de Young du silicium et de la silice ainsi que leur coefficient d'extensions thermiques sont utilisés comme paramètres du modèle. Ce modèle prédit, pour une différence de température de  $500^\circ\text{C}$  entre la croissance de la silice et la soudure, la création d'une contrainte en tension de  $+0.1$  MPa. Une contrainte extensive sur la couche de silicium superficielle de SOI a effectivement été observée par Iida *et al.* [IID 00] mais avec une valeur de  $+17$  MPa.

Cependant, ces auteurs ont observé une contrainte compressive dans le cas où un substrat SOI a été recuit pendant plus de 12 à 15 heures sous azote à  $950^\circ\text{C}$ . Cette température est proche de la température de transition vitreuse de la silice au-dessus de laquelle la silice peut fluer et donc une contrainte compressive peut subsister aux interfaces [IID 00]. A première vue cela pourrait expliquer nos résultats des nanofils du lot 1 où le substrat SOI a été aminci par oxydation thermique à  $1050^\circ\text{C}$  et gravure de l'oxyde. Ceci pourrait aussi expliquer a priori les résultats du lot 2 si le fabricant de substrat SOI a utilisé une étape à haute température après soudure des substrats. Ceci pourrait aussi expliquer la contrainte initiale plus élevée mesurée pour les nanofils du lot 2 où le substrat a un oxyde enterré plus épais. Cependant, K.E. Moselund *et al.* [MOS 10] ont observé une contrainte en tension élevée ( $1.6$  à  $4$  GPa) après oxydation thermique de substrat SOI puis retrait de l'oxyde qui peut être liée à la génération d'atomes interstitiels. D'autre part nous n'avons pas observé de courbure significative des substrats SOI, donc les substrats SOI ne devrait pas présenter une contrainte élevée sauf s'il y a une compensation interne des contraintes.

En conclusion, il n'y a pas de mécanisme clair expliquant les valeurs élevées des contraintes compressives observées mais les traitements haute température et l'amincissement des substrats SOI sont les causes les plus probables.

### 2.2.3 Conclusion de la partie

Dans cette partie nous avons mis en évidence la présence d'un flambage de nanoponts à fort rapport d'aspect. Ceci démontre sans ambiguïté la présence d'une contrainte compressive dans les nanofils qui a été évalué à plusieurs centaines de MPa à partir d'un modèle de post-flambement. L'origine de cette contrainte n'a pas pu être clairement identifiée mais différents mécanismes de génération de contrainte ont pu être éliminés comme l'effet des films de surface générés pendant la gravure et l'exposition à l'air, la variation de courbure de la puce pendant la fabrication et le test et les contraintes thermomécaniques pendant la soudure de substrats. Les traitements haute température, qui semblent les plus susceptibles d'expliquer les résultats expérimentaux, devront être examinés plus en détail dans l'avenir pour maîtriser la contrainte résiduelle dans les nanofils fabriqués par usinage de surface de substrats SOI amincis.

## 2.3 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons décrit les procédés technologiques de fabrication et le dimensionnements des nanofils *top-down* étudiés dans cette thèse. Le procédé CAL2 développé au LETI a permis de fabriquer des nanofils de 160 nm d'épaisseur, de 1.6 à 5.2  $\mu\text{m}$  de longueur et de largeur variation de 80 à 260 nm. Ces nanofils ont servi à la caractérisation de la piézorésistivité détaillée au [chapitre 3](#) et à celle de la conductivité thermique détaillée au [chapitre 5](#).

Suite à la fabrication de nanofils à l'IEEF, nous avons constaté que des nanofils ayant un grand rapport d'aspect étaient latéralement flambés. Le mécanisme de flambage a été détaillé dans ce chapitre, il a permis de mettre en évidence une contrainte compressive importante ( $>100$  MPa) dans la couche de silicium supérieur du SOI utilisé pour la fabrication. Cependant, aucun mécanisme clair n'a pu expliquer cette contrainte. L'hypothèse la plus probable est le fluage de la silice sous-jacente lors d'un recuit à haute température.

## 2.4 Références bibliographiques

- [ARO 87] B.M. Arora, R. Pinto, R. Sahidananda Babu, [Reactive ion-etching-induced damage in silicon using SF<sub>6</sub> gas mixture] *J. Vac. Sci. Technol. B* **4** 876-882, 1987
- [BOU 07] Jean Lemaitre, Pierre Alain Boucard et François Hild «*Résistance mécanique des solides : Matériaux et structures*», Dunod 2007
- [BOU 96] M. Boutry, G. Coffignal and A. Bosseboeuf, [Characterization of residual stress in metallic films on silicon with micromechanical devices] *Proc. SPIE* 2879 126, 1996
- [CHA 08] B. Charlot, W. Sun, K. Yamashita, H. Fujita and H. Toshiyoshi [Bistable nanowire for micromechanical memory] *J. Micromech. Microeng.* **18** 045005-12, 2008
- [FAN 94] W. Fang and J.A. Wickert, [Post buckling of micromachined beams] *J. Micromechanics Microeng.* **4**(3) 182-187, 1994
- [GER 90] J. Gere and S.P. Timoshenko *Mechanics of Materials* PWS-KENT Publishing Company, 1990
- [GUC 85] H. Guckel, T. Randazzo and D.W. Burns [A simple technique for the determination of mechanical strain in the thin films with applications to polysilicon] *J. Appl. Phys.* **57**(5) 1671-1675, 1985
- [HSI 08] Hsin C-L, Mai W, Gu Y, Gao Y, Huang C-T, Liu Y, Chan L-J and Wang Z-L, [Elastic properties and buckling of silicon nanowires] *Adv Mater*, **20**:3919-3923. 2008
- [IID 00] T. Iida, T. Itoh, D. Noguchi and Y. Takano, [Residual lattice strain in thin silicon-on-insulator bonded wafers: Thermal behavior and formation mechanisms] *J. Appl. Phys.* **87**, 675, 2000
- [JAN 96] H. Jansen, H. Gardeniers, M. De Boer, M. Elwenspoek, J. Fluitman, [A survey on the reactive ion etching of silicon in microtechnology] *J. Micromech. Microeng.* **6** 14-28, 1996
- [KOB 88] E. Kobeda and E.A. Irene, [SiO<sub>2</sub> film stress distribution during thermal oxidation of Si] *J. Vac. Sci. Technol. B* **6** 574, 1988
- [LIA 06] E.-Z. Liang, C.-J. Huang and C.-F. Lin. [Use of SiO<sub>2</sub> nanoparticles as etch mask to generate Si nanorods by reactive ion etch] *J. Vac. Sci. Technol. B* **24**(2) 599-603, 2006
- [MOS 10] K. E. Moselund, M. Najmzadeh, P. Dobrosz, S. H. Olsen, D. Bouvet, L. De Michielis, V. Pott and A.M. Ionescu, [The high-mobility bended n-

- chennal silicon nanowire transistor □ *IEEE Trans Electron Dev.* **57** (4) 866-876, [2010](#)
- [NEM 87] M. Nemiroff, M. Stuber, R. Troutt, D. Gerber and S. Mittal, □X-ray study of reactive ion etch damage to (100) silicon □ *J. Appl. Phys.* **62**(9) 3677-81, [1987](#)
- [RYU 09] S.Y. Ryu, J. Xiao, W.I. Park, K.S. Son, Y.Y. Huang, U. Paik and J.A. Rogers, □Lateral Buckling Mechanics in Silicon Nanowires on Elastomeric Substrates □ *Nanoletters* **9** 3214-19, [2009](#)
- [SAD 10] H. Sadeghian, F. Van Keulen et al., □Effects of size and defects on the elasticity of silicon nanocantilevers □ *J. Micromech. Microeng.*, **20** 064012, [2010](#)
- [SU 06] W.S. Su, S.T. Lee, C.Y. Lin, M.C. Yip, M.S. Tsai and W. Fang, □Control the Shape of Buckling Micromachined Beam using Plasma Chemistry Bonding Technology □ *Japanese Journal of Applied Physics* 458479-8483, [2006](#)
- [SUB 95] V. Subramanian, P.K. Bhattacharya and A.A. Memon, □Chemical contamination of thin oxides and native silicon for use in modern device processing □ *Int. J. Electronics* **78**(3) 519-25, [1995](#)
- [VOL 91] C.A. Volkert, □Stress and plastic flow in silicon during amorphization by ion bombardment □ *J. Appl. Phys.* **70**(7) 3521-27, [1991](#)
- [ZHA 05] X. C. Zhang, B. S. Xu, H. D. Wang and Y. X. Wu, □An analytical model for predicting thermal residual stresses in multilayer coating systems □ *Thin Solid Films* **488** (1-2) 274-82, [2005](#)

# Chapitre 3 : Mesures électriques et mesures électromécaniques avec chargement mécanique *ex situ* des nanofils

---

3.1.	Station cryogénique sous pointes et bancs de mesure électriques.....	69
3.1.1.	La station cryogénique.....	69
3.1.2.	Mise en œuvre des mesures électriques des nanofils.....	71
3.1.3.	Conclusion de la partie .....	78
3.2.	Bancs de flexion de puce .....	79
3.2.1.	Flexion simple indirecte de puce .....	80
3.2.1.1	Introduction .....	80
3.2.1.2	Modélisation.....	81
3.2.2.	Flexion directe quatre points de puce.....	84
3.2.2.1	Modélisation de la flexion directe quatre points de puce.....	85
3.2.2.2	Simulation par éléments finis .....	93
3.2.2.3	Systèmes expérimentaux de flexion quatre points. ....	96
3.2.2.4	Conclusion de la partie .....	108
3.3.	Mesure du coefficient piézorésistif longitudinal des nanofils .....	109
3.3.1.	Mesures à température ambiante .....	109
3.3.2.	Mesures en fonction de la température.....	111
3.4.	Conclusion du chapitre .....	114
3.5.	Références bibliographiques .....	115

Nous allons détailler dans ce chapitre les bancs expérimentaux de mesures électriques et mécaniques, les méthodes de caractérisation et les modélisations associées qui ont été développées pendant cette thèse. Toutes les mesures gravitent autour d'une station cryogénique acquise pour l'étude des dispositifs à nanofils du département micro/nano Bio et microsystèmes initiée par cette thèse.

Ce chapitre est divisé en trois parties. Dans une première partie nous présenterons la station cryogénique ainsi que les différents appareils de mesures électriques puis discuterons les résultats des mesures de résistances des nanofils effectuées à l'aide de ce banc.

Dans une deuxième partie, nous détaillerons les méthodes de caractérisations électromécaniques des nanofils de silicium en se focalisant sur la mesure de piézorésistivité des nanofils avec chargement mécanique *ex-situ* par flexion de puce.

Enfin, ce chapitre se terminera par une discussion sur les résultats de piézorésistivité obtenus à l'aide des bancs des mesures précédemment décrits.

### 3.1. Station cryogénique sous pointes et bancs de mesure électriques

La caractérisation électrique des nanofils a nécessité la mise en œuvre d'un banc de test permettant des mesures sous pointes, sous vide, en fonction de la température.

#### 3.1.1. La station cryogénique

Tous les bancs de test électro-thermo-mécaniques des nanofils ont été développés à partir d'une station sous pointe cryogénique de marque JANIS (Figure 1). Cette station permet des mesures électriques sous vide et en fonction de la température dans la gamme nominale de 5 K à 400K. La station est posée sur une table anti vibratoire sur coussin d'air comprimé.

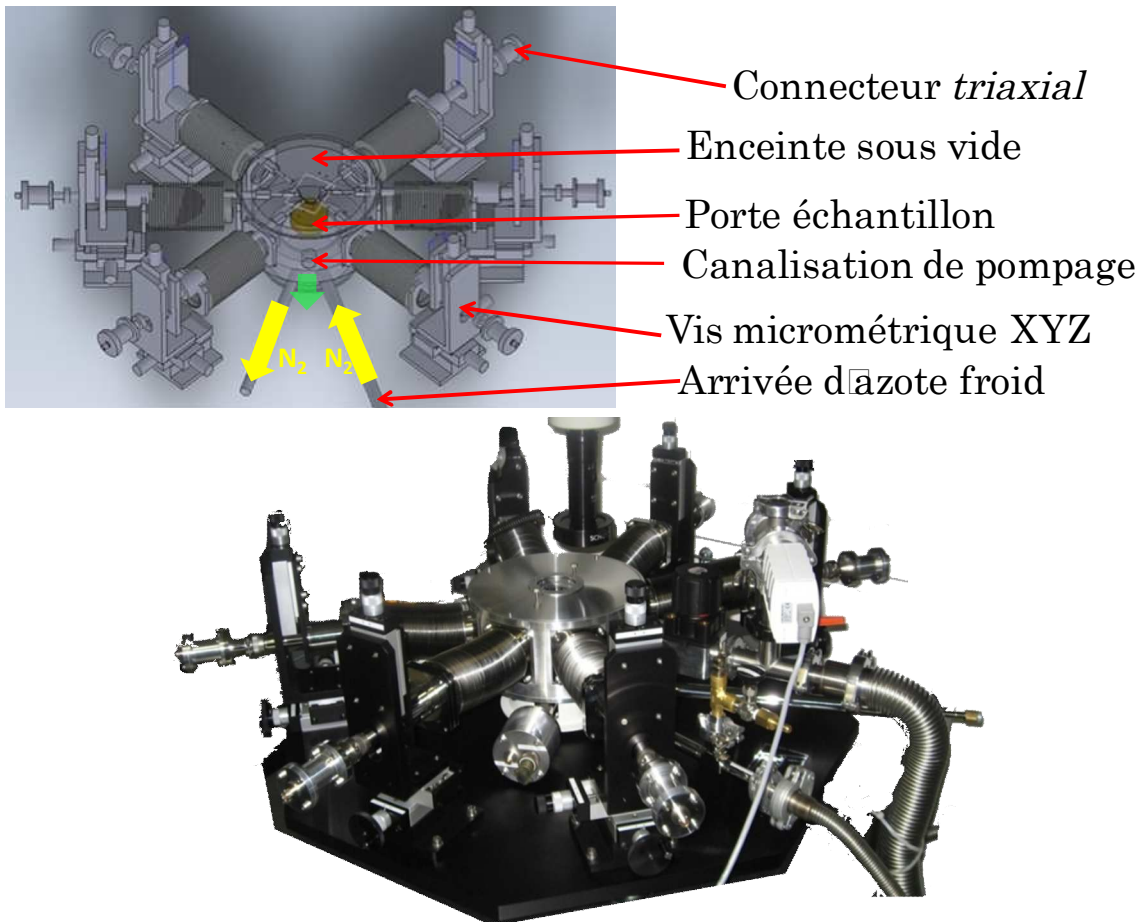


Figure 1 : Dessin et image de la station cryogénique sous pointes

L'enceinte peut être mise sous vide à l'aide d'un groupe de pompage constitué d'une pompe primaire et d'une pompe secondaire turbo moléculaire. Ce groupe de pompage permet d'atteindre à un vide limite d'environ  $10^{-5}$  mbar à température ambiante et de  $10^{-7}$  mbar à 77 K<sup>1</sup>.

Le refroidissement du porte échantillon est effectué à l'aide d'un circuit de transfert d'azote ou d'hélium liquide et permet en principe d'atteindre une température de 5 K. Cependant, pour des raisons pratiques, seules des mesures sans refroidissement ou avec refroidissement par azote liquide dans la gamme 77 K - 380 K ont été effectuées pendant cette thèse. La température est mesurée avec deux capteurs situés au niveau du cryostat et au niveau de l'échantillon. Un contrôleur de température permet de chauffer le cryostat grâce à une résistance chauffante et d'asservir la température avec une précision nominale de 50 mK. Les expériences ont montré qu'en régime permanent à 77 K, la différence de température entre les deux sondes ne dépassait pas 0.3 K. La station cryogénique est équipée de 6 micromanipulateurs de pointes avec trois degrés de liberté. Les pointes sont constituées d'un alliage de

<sup>1</sup>Le vide est limité par la présence d'une fuite au niveau du cryostat de la station qui a été mise en évidence avec un détecteur de fuite par spectrométrie de masse à l'hélium.

cuire/béryllium ou en tungstène avec un rayon à l'extrémité inférieur à 50  $\mu\text{m}$ . Ceci permet de poser plusieurs pointes sur un plot de contact de 100x100  $\mu\text{m}^2$ . Les premiers essais ont mis en évidence une vibration importante des pointes lors du pompage liée à la longueur importante des bras supportant les pointes. Pour remédier à ce défaut, qui conduit à un endommagement des plots de contact, nous avons ajouté un système de découplage du groupe de pompage. Ce système est constitué d'un tuyau fixé dans une masse de plusieurs dizaines de kilogrammes relié au groupe de pompage et à la station par des tuyaux flexibles. Les tests ont montré que ce système simple était efficace pour amortir la transmission des vibrations du groupe de pompage à la station.

Comme détaillé dans les parties suivantes, cette station a été adaptée pour y rajouter un système de flexion de puce. Cette modification s'est appuyée sur un modèle CAO (Conception Assistée par Ordinateur) de la station avec le logiciel SolidWorks (Figure 1) pour faciliter la conception précise des nouvelles pièces mécaniques nécessaires.

### 3.1.2. Mise en œuvre des mesures électriques des nanofils

La station sous-pointe cryogénique décrite ci-dessus a permis d'effectuer des mesures électriques sous pointes et sous atmosphère contrôlée. En particulier, des mesures quasi « quatre fils » de résistance des nanofils ont pu être réalisées en plaçant deux pointes par plot de connexion pour s'affranchir de la résistance de contact pointe/plot (Figure 2). Pour ces mesures, les deux pointes extérieures sont reliées à une source de courant et les deux pointes intérieures, qui mesurent la différence de potentiel, sont reliées à un voltmètre d'impédance élevée ( $G\Omega$ ) (Figure 2). La Figure 2 montre également une image des pointes sur les plots de contact lors d'une mesure.

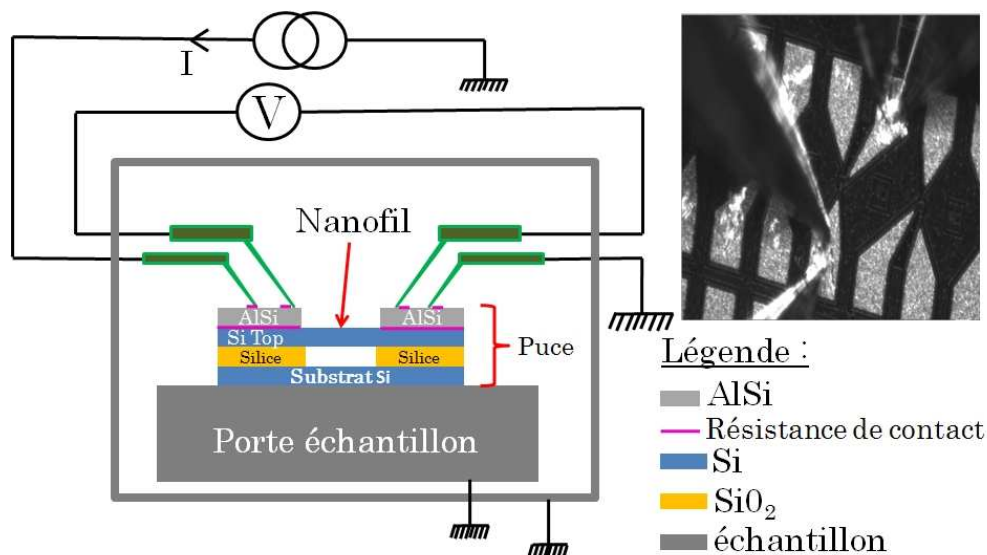


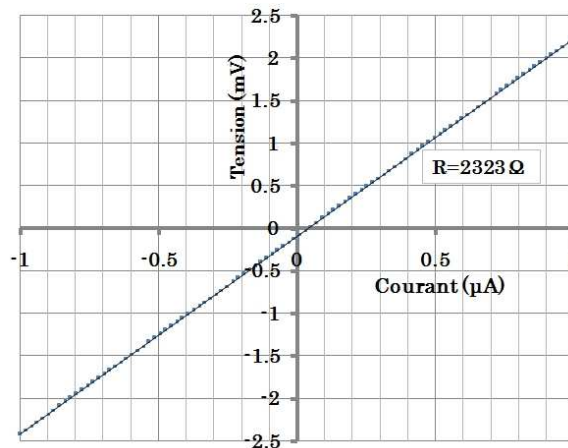
Figure 2 : Principe et image d'une mesure électrique « quatre fils » sous pointes d'un nanofil

Chaque pointe est équipée de connecteurs triaxiaux permettant de garder électriquement le potentiel mesuré et de limiter les courants de fuite. Pour les



mesures de résistance des nanofils, nous avons utilisé une source de courant pouvant délivrer un courant continu ou alternatif (Keithley 6221) de 100 fA à 100 mA, un nanovoltmètre (Keithley 2182) pour les mesures en régime continu et un détecteur synchrone (*Signal Recovery* 7280) pour les mesures en régime alternatif.

Un exemple typique de mesure de résistance de nanofil est présenté en [Figure 3](#). Il correspond à une mesure « quatre fils » sur un fil de longueur 6  $\mu\text{m}$ , de section 250X250  $\text{nm}^2$  et de dopage au Bore de  $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . Ce résultat est très représentatif de la mesure de résistance de nos nanofils : la caractéristique courant tension est toujours très linéaire et la résistance mesurée est toujours supérieure à celle prédite à partir de la résistivité du silicium massif.



*Figure 3 : Exemple de mesure de résistance d'un nanofil de silicium (longueur = 6  $\mu\text{m}$ , section = 250X250  $\text{nm}^2$ , dopage Bore =  $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ )*

Pour une série de mesures successives sans retrait des pointes, la reproductibilité est estimée à 0.5%. Elle se dégrade fortement si on compare des mesures successives obtenues avec retrait et ré-appui des pointes. Dans cet exemple, la résistance nominale calculée du nanopont est de  $R = \rho_{\text{dopage}}(L/S) = 2208 \Omega$  où  $\rho_{\text{dopage}}$  est la résistivité déduite du dopage de la puce. Les valeurs mesurées se situent dans la gamme de 2322  $\Omega$  à 2339  $\Omega$ . Nous verrons en détails plus loin dans cette partie que cette différence pourrait être attribuée, à l'existence d'une zone de déplétion des porteurs près des surfaces du nanofil.

Bien sûr, la présence d'une zone de déplétion ne peut expliquer seule l'écart de résistance entre la résistance mesurée et calculée pour la plupart des nanofils. D'autres explications peuvent être : un écart dimensionnel dû à la fabrication ou un dopage différent de celui prévu par la fabrication.

Les appareils Keithley ont également un mode de mesure propriétaire où le nanovoltmètre est synchronisé avec la source de courant. Une étude statistique sur ce Delta-Mode a montré que dans de bonnes conditions, l'erreur sur la mesure de résistance est de  $\pm 1,5\%$ . Cette erreur est principalement due aux dérives temporelles sur plusieurs heures. Cette erreur ne prend pas en compte la reproductibilité des mesures sur le long terme où d'un nanofil à l'autre.

Toutes les mesures avec le nanovoltmètre, la source de courant, le contrôleur de température et le capteur de pression ont été automatisées à l'aide d'un PC via le bus IEEE-488 (aussi connu sous le nom GPIB : *General Purpose Interface Bus*). L'interface logicielle de cette communication a été intégralement codée avec MATLAB pour faciliter un post traitement des données.

Pour estimer la résistance de contact entre le plot de contact en métal et la couche supérieure des substrats SOI dans laquelle sont fabriquées les nanofils, nous utilisons la méthode TLM détaillée dans le chapitre précédent.

Malgré une très bonne linéarité des résistances et de très bonnes conditions expérimentales, nous avons constaté une très faible reproductibilité des mesures successives. En effet, il n'était pas rare de constater une importante variation de la résistance mesurée sur un même nanofil (jusqu'à 20 %) après plusieurs expériences. L'origine de cette variation n'a pas pu être clairement identifiée. Une première raison pourrait être la variation de la résistance de contact liée à un endommagement des plots de contact consécutif à des poses multiples des pointes. Cependant la résistance de contact reste globalement faible devant celle des nanofils. Une autre raison pourrait être une évolution de la résistance des nanofils induite par une variation des charges de surface liée à leur histoire et à leur environnement. Cette évolution peut effectivement être importante. R. He *et al.* ont par exemple montré une variation de plusieurs ordres de grandeur de la conductance de nanofils de silicium selon leur traitement de surface [HE 06]. Une solution serait de passiver les nanofils de silicium mais ce procédé n'a pas pu être étudié et développé pendant la thèse.

La plupart de nos nanofils ont une section carrée ou rectangulaire et ont un rapport d'aspect Longueur/Largeur ou Longueur/Epaisseur suffisamment grand pour être approximés à des structures unidimensionnelles. Leur résistance nominale peut alors être calculée par la formule :

$$R_{\text{géométrique}} = \rho_{\text{dopage}} \frac{L}{S} \quad (1)$$

Où  $\rho_{\text{dopage}}$  est la résistivité déduite du dopage du nanofil,  $L$  est la longueur du nanofil et  $S$  sa section.

Examinons maintenant le cas des nanofils utilisés pour les mesures *in-situ* de piézorésistance avec chargement par un actionneur MEMS. Nous verrons dans le [chapitre 4](#) consacré à cette structure que ces nanofils ont une géométrie particulière : des zones de transition en forme de trapèzes ont en effet été prévues pour limiter la concentration de contraintes mécaniques aux extrémités du nanofil libéré ([Figure 4](#)). Ces zones de transition changent la résistance globale du dispositif.

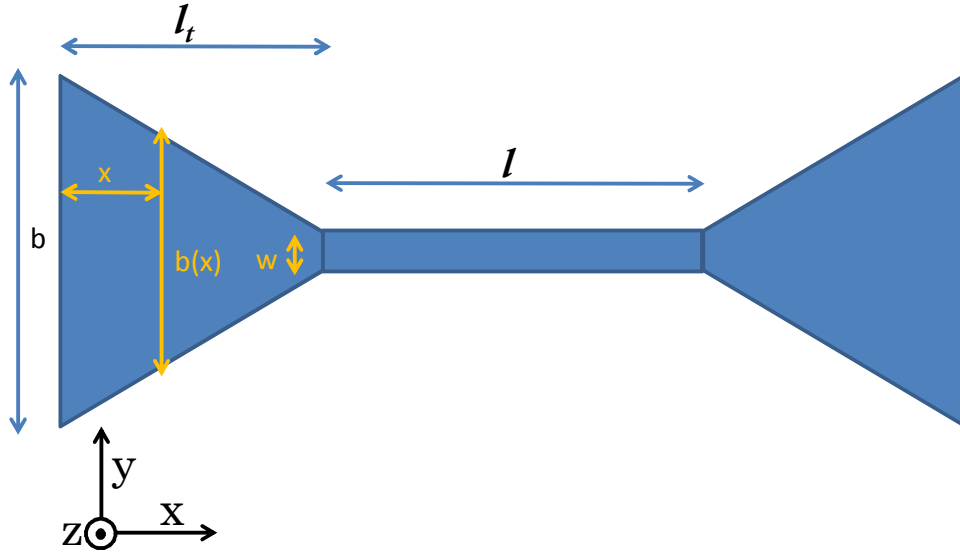


Figure 4 : Géométrie des nanofils attachés aux actionneurs MEMS

Cette résistance peut être approximée en considérant le modèle purement géométrique suivant :

La largeur  $b(x)$  du trapèze vaut :

$$b(x) = b + \frac{x(w - b)}{l_t} \quad (2)$$

Où  $w$  la largeur du nanofil et  $l_t$  la longueur de la zone de transition.

On vérifie bien que  $b(0) = b$  ;  $b(l_t) = w$ . En considérant les lignes de courant rectilignes, on peut estimer la résistance totale du fil :

$$R_{\text{géométrique}} = \rho_{\text{dopage}} \left( 2 \int_0^{l_t} \frac{dx}{b(x)t} + \frac{l}{wt} \right) \quad (3)$$

Où  $\rho_{\text{dopage}}$  est la résistivité,  $t$  l'épaisseur du trapèze selon  $z$ . On peut alors déduire la résistance du nanofil complet.

$$R_{\text{géométrique}} = \rho_{\text{dopage}} \left[ \frac{l}{wt} + \frac{2l_t}{(w - b)t} \ln \left( \frac{w}{b} \right) \right] \quad (4)$$

En prenant comme exemple :  $l = 2 \mu\text{m}$ ,  $w = 250 \text{ nm}$ ,  $b = 2 \mu\text{m}$ ,  $t = 250 \text{ nm}$ ,  $l_t = 1 \mu\text{m}$ ,  $\rho_{\text{dopage}} = 2.337 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$ . On obtient  $R = 1048 \Omega$ .

Il est intéressant de comparer ce résultat à une simulation par éléments finis<sup>2</sup> qui prend en compte la vraie géométrie des lignes de courant. Cette simulation a été effectuée en prenant comme conditions aux limites, un courant injecté de  $1 \mu\text{A}$  sur les faces situées aux extrémités des zones de transition des nanofils. La Figure 5 montre la densité de courant et la distribution de potentiel résultante.

<sup>2</sup> Avec ANSYS Workbench

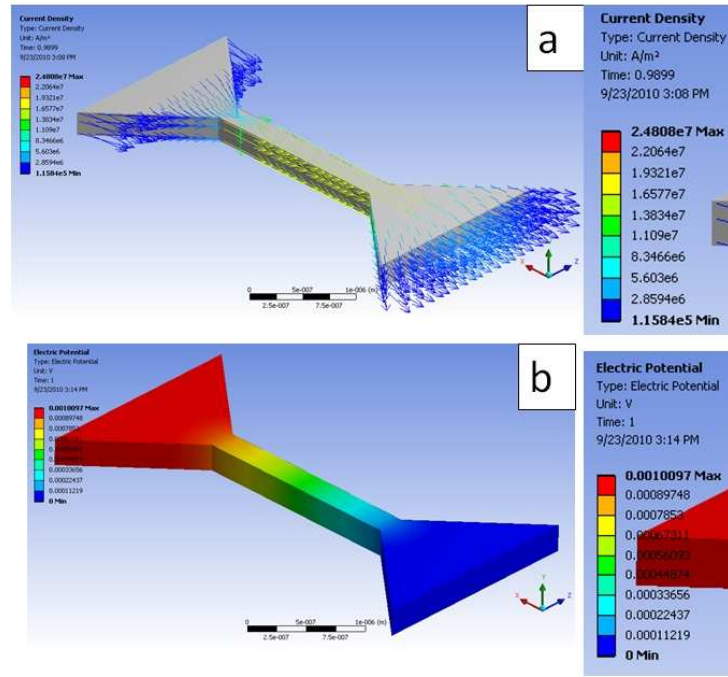


Figure 5 : Simulation par éléments finis du comportement électrique des nanofils avec des zones de transition trapézoïdales a: Densité de courant b: Potentiel électrique

La résistance globale calculée à partir de la différence de potentiels aux extrémités est de 1010  $\Omega$  soit une valeur 3.5% plus faible que la valeur du modèle analytique (4). La même tendance est retrouvée pour un nanofil de plus grande largeur (Tableau 1).

Tableau 1 : Comparaison des résistances globales de nanofils avec zones de transition trapézoïdales calculées avec le modèle analytique et à partir des simulations par éléments finis

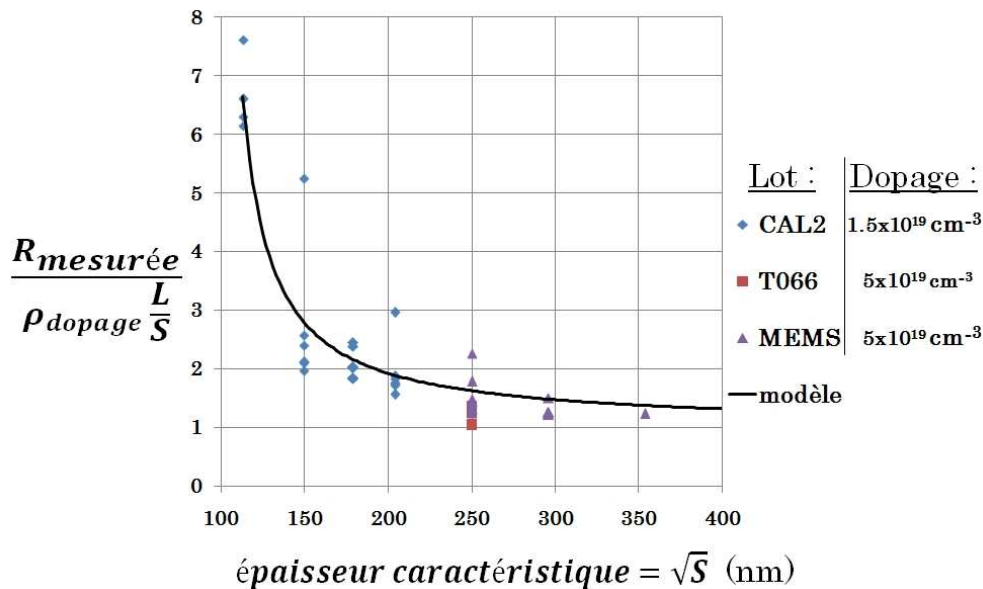
Type de nanofil d'épaisseur $t = 250$ nm (largeur, longueur)	Résistance analytique	Résistance ANSYS	Erreur relative
250 nm, 2 $\mu$ m	1048	1010	3.5%
350 nm, 2 $\mu$ m	796	763	4.2%

Le modèle analytique surestime donc légèrement la résistance globale. L'erreur est due à l'hypothèse que le vecteur du champ électrique est uniforme sur une section infinitésimale dans le modèle analytique. Dans la simulation aux éléments finis, le courant emprunte le chemin le plus court et énergétiquement favorable, la résistance est donc légèrement plus faible.

Nous allons maintenant nous intéresser aux écarts entre les valeurs expérimentales des résistances et celles calculées analytiquement avec le modèle géométrique.

La **Figure 6** montre l'écart entre la résistance mesurée  $R_{mesurée}$  et la résistance du modèle géométrique  $R_{géométrique}$  pour des nanofils de différentes tailles et de différents dopages issus de différents lots de fabrication. Les différents lots présentés contiennent tous des nanofils fabriqués par usinage de surface (approche *top-down*). Le dimensionnement et la fabrication des nanofils des lots CAL2 et MEMS<sup>3</sup> sont décrites dans les chapitres 2 et 4. Les nanofils du lot T066 ont été fournis par le CEA-LETI dans le cadre du projet ANR Ariane.

Pour pouvoir comparer ces nanofils de différentes sections, nous avons introduit une taille caractéristique définie comme étant la racine carrée de la section. Par analogie avec l'équation (1), on peut définir la quantité  $R_{mesurée}/(L/S)$  comme étant la résistivité effective du nanofil. Pour les nanofils avec zones de transition trapézoïdales la résistivité effective est calculée par la formule  $R_{mesurée}/(L/S+2l_t*\ln(w/b))/((w-b)t)$ .



*Figure 6: Modèle géométrique de résistance et résistances mesurées tracés en fonction de l'épaisseur caractéristique du nanofil. Les diamants bleus représentent des fils issus du lot CAL2, les carrés rouges des nanofils du lot T066 et les triangles violettes des nanofils attachés avec des MEMS.*

On remarque que, pour des nanofils venant de plusieurs lots de puces, il y a une tendance globale à s'écarter largement (jusqu'à 8 fois pour les plus faibles sections) de la résistivité déduite du dopage. On constate également de grandes variations pour des nanofils de même sections probablement attribuables à des dispositifs endommagés ou à des états de surfaces non-contrôlés.

De telles variations et écarts peuvent s'expliquer par une grande sensibilité des nanofils aux effets de surface malheureusement peu maîtrisés dans cette étude à cause du manque de passivation. En particulier, on introduit une densité de surface  $N_s$  de charge à la manière de [KIM 06]. Cette densité surfacique de charge induit

<sup>3</sup> Qui comprennent des zones de transition trapézoïdales

une zone de déplétion d'épaisseur  $\delta$  dans la section du nanofil semi-conducteur (dopage P) (Figure 7). La concentration en dopants accepteurs (Bore) est notée  $N_A$ .

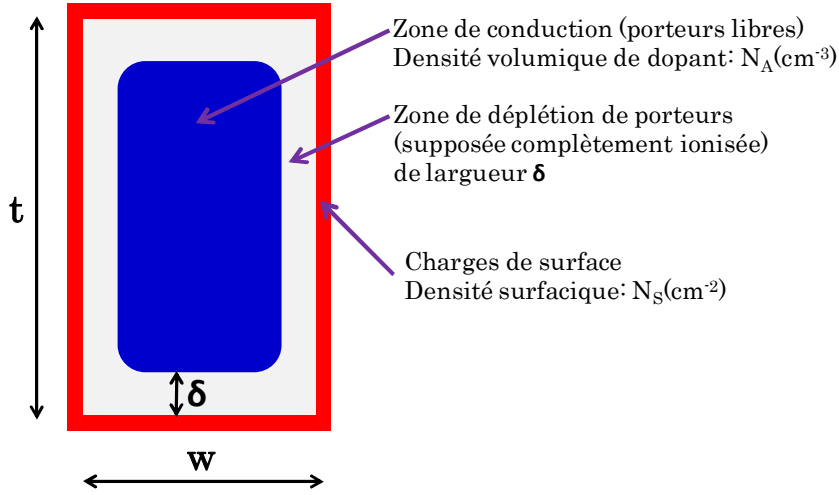


Figure 7: Coupe schématique d'un nanofil semi-conducteur dopé P avec une zone de déplétion et des charges surfaciques

Pour une section  $S = w \times t$  et dans l'hypothèse d'une totale désertion et de dopants complètement ionisés, l'électroneutralité s'écrit à partir de considérations purement géométriques <sup>4</sup>:

$$N_S(2w + 2t) = N_A(2\delta(w + t - 2\delta)) \quad (5)$$

On résout cette équation pour  $\delta$  et on obtient<sup>5</sup> :

$$\delta = \frac{1}{4} \left( t + w - \sqrt{(t + w)^2 - 8 \frac{N_S}{N_A} (t + w)} \right) \quad (6)$$

Comme on suppose la zone de déplétion vide de tout porteur, la section effective de conduction est réduite par rapport à la section géométrique du nanofil (Figure 7). Cette section effective vaut :

$$S_{eff} = wt - 2\delta(w + t - 2\delta) \quad (7)$$

En utilisant (6) et (7), On peut donc expliquer le rapport entre la résistance mesurée et la résistance géométrique de la Figure 6 par :

$$\frac{R_{mesurée}}{R_{géométrique}} = \frac{\rho_{dopage} \frac{L}{S_{eff}}}{\rho_{dopage} \frac{L}{S}} = \frac{S}{S_{eff}} \left( w, t, \frac{N_S}{N_A} \right) \quad (8)$$

<sup>4</sup> Le produit de la densité de surface par la surface est égal au produit de la charge volumique en dopant par le volume de la zone de déplétion.

<sup>5</sup> L'autre solution du polynôme supposerait une largeur de déplétion plus grande que la plus petite dimension du nanofil, elle a donc été éliminée.

Cette formule ne tient pas compte des résistances des zones de transitions triangulaires des nanofils du lot « MEMS » car ces résistances sont négligeables. Grâce à ce modèle simple, on peut ajuster<sup>6</sup> le rapport  $N_S/N_A$  qui explique les écarts de résistances. On trouve  $N_S/N_A = 2.4 \times 10^{-8} \text{ m}^{-1}$ . Soit  $N_S$  compris entre  $3.6 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$  et  $1.2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  suivant le dopage considéré. Ces valeurs ne sont pas réalistes car elles ne sont pas cohérentes avec les densités de charges fixes et d'états d'interfaces observés dans les films très minces de silice sur silicium qui sont de l'ordre de  $10^{10}$  à  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$ .

La présence de charges à la surface ne peut donc pas, à elle seule, expliquer l'augmentation de la résistance des nanofils de faibles tailles. A l'instar des films minces, il est possible qu'une réduction de la mobilité des porteurs dans les nanofils soit également partiellement responsable de cette augmentation de résistance.

### 3.1.3. Conclusion de la partie

Un bilan global des mesures de résistance des nanofils de silicium a été présenté. D'une manière générale, les résistances mesurées sont supérieures aux résistances calculées à partir de la géométrie et de la résistivité du silicium massif. Ces résistances sont très variables dans le temps et d'un nanofil à un autre de même géométrie. Ces écarts sont principalement attribués d'une part à la présence de charge non contrôlée à la surface des nanofils qui induisent des zones de déplétion de porteurs au voisinage des surfaces des nanofils et, à moindre mesure, à la dégradation des plots de contact par les pointes de test.

Nous verrons dans la suite qu'en dépit de ces variations importantes et peu contrôlées de la résistance absolue des nanofils, les mesures des variations relatives de la résistance des nanofils en fonction de paramètres comme la température et la contrainte peuvent être précisément mesurées de façon assez reproductible.

---

<sup>6</sup> Pour l'ajustement on considère  $w \approx t \approx \sqrt{S}$

### 3.2. Bancs de flexion de puce

La mesure de la piézorésistivité des nanofils nécessite l'application d'une contrainte mécanique contrôlée sur les nanofils. Nous nous intéressons ici au cas d'un chargement mécanique externe (mesure *ex situ*). Une alternative qui a aussi été étudiée dans cette thèse est un chargement mécanique *in-situ* à l'aide d'un micro actionneur intégré en technologie MEMS. Ce cas sera traité dans le [chapitre 4](#).

Une première possibilité pour réaliser un chargement mécanique *ex-situ* est de monter la puce à nanofils dans une micromachine de traction. Nous avons cependant considéré que cette technique était difficile à appliquer sur des substrats fragiles, relativement complexe à mettre en œuvre et trop encombrante.

En fait, la méthode la plus immédiate et la plus employée pour générer une contrainte sur des nanofils est de fléchir la puce sur laquelle les nanofils sont fabriqués.

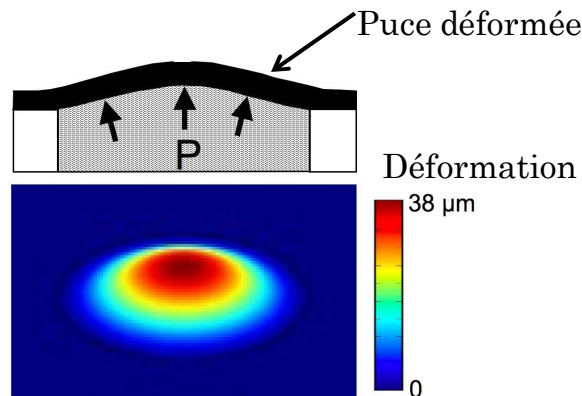


Figure 8: Principe de la flexion de puce par pressurisation [KUR 10]

Ceci peut être réalisé, comme dans un capteur de pression à membranes ou dans la méthode classique de gonflement de membrane (*bulge test*), en pressurant la puce avec un fluide à travers une ouverture réalisée dans le support sur lequel est fixée la puce (Figure 8). Cette technique a été appliquée récemment à l'UEF pour étudier l'effet des contraintes sur les propriétés optiques de substrats de germanium [KUR 10]. Cette technique a été écartée car elle a pour inconvénients de générer une contrainte biaxiale (et inhomogène) dans la puce et d'être difficilement compatible avec des mesures sous vide ou/et avec variation de la température.

Une méthode *ex-situ* plus courante pour la caractérisation de l'effet des contraintes dans des nanofils ou des micro/nano dispositifs est de fléchir la puce uniaxialement par chargement mécanique externe. Deux techniques de flexion de ce type ont été explorées pendant cette thèse : la flexion indirecte de puce et la flexion directe de puce. Dans le premier cas nous avons choisi d'étudier un système de flexion simple et dans le deuxième cas un système de flexion quatre points.



Cette partie présente les systèmes de flexion qui ont été développés, ainsi que les modélisations et les tests qui ont été effectués pour les concevoir et les évaluer.

### 3.2.1. Flexion simple indirecte de puce

#### 3.2.1.1 Introduction

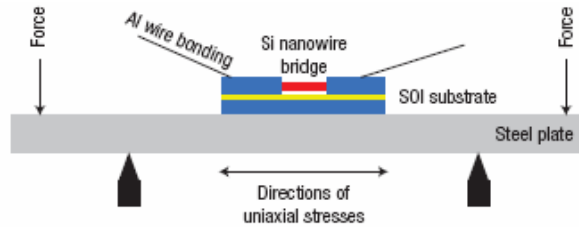


Figure 9: Schéma de principe de la flexion indirecte quatre points d'une puce à nanofils. (D'après [HE 06])

La flexion indirecte de puce quatre points (Figure 9) est la technique la plus employée dans la littérature pour étudier l'effet des contraintes sur les nanofils et plus généralement sur les micro et nanodispositifs. Cette technique, est par exemple celle qui a été utilisée par Peidong Yang *et al.* pour leurs travaux sur la piézorésistivité géante des nanofils de silicium publiés dans la revue *Nature* [HE 06].

Cette technique consiste à fléchir directement une lame ou une poutre sur laquelle est collée la puce de nanofils à tester. La lame ou la poutre pouvant être arbitrairement grande, l'écartement entre les appuis peut être choisi librement et donc aussi la gamme et la résolution de la contrainte appliquée. C'est le principal intérêt de cette technique. Toutefois, l'utilisation d'une poutre ou lame macroscopique de grande taille se révèle aussi un inconvénient pour des mesures en fonction de la température et/ou sous environnement contrôlé. En particulier, la flexion indirecte de puce est difficile à mettre en œuvre dans un cryostat ou une station cryogénique ce qui explique sans doute en partie le nombre assez réduit de mesures de la piézorésistivité de nanofils en fonction de la température. Nous verrons aussi que la nécessité de coller la puce peut être une source importante d'imprécision si la puce n'intègre pas de jauge de référence.

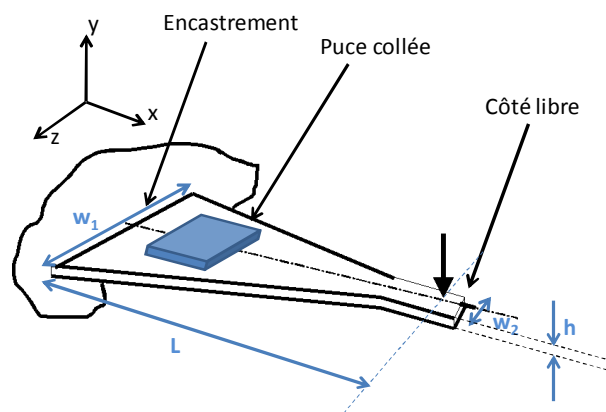


Figure 10: Principe de la flexion simple indirecte de puce

Nous allons nous intéresser ici à la flexion simple indirecte de puce (Figure 10) qui est plus simple à mettre en œuvre. Elle a été, entre autre, utilisée par Yongliang Yang en 2009 [YAN 09]. Cette méthode a été étudiée au début de cette thèse pour contraindre les nanofils car elle ne nécessite pas un appareillage important. Le principe de cette méthode est de coller une puce sur une poutre triangulaire macroscopique qui est fléchie à l'aide d'une force externe connue à l'extrémité libre de la poutre (Figure 10). Lorsque cette poutre encastree-libre est fléchie, les contraintes à la surface de la poutre sont transmises à la puce et une contrainte axiale est appliquée aux nanofils s'ils sont orientés selon l'axe de la poutre. Cette méthode suppose que la transmission des contraintes de la surface de la poutre à la puce est bien maîtrisée ou que la puce intègre une jauge de contrainte de référence.

### 3.2.1.2 Modélisation

D'après la théorie de flexion d'une poutre<sup>7</sup>, si on applique une force  $F$  en bout d'une poutre de longueur  $L$ , la contrainte axiale selon  $x$  sur la surface de la poutre s'exprime par :

$$\sigma(x, y = h) = \frac{M_{fz}(x) h}{2I_{Gz}(x)} \quad (9)$$

Où  $M_{fz}$ ,  $h$  et  $I_{Gz}$  sont respectivement le moment fléchissant selon l'axe  $z$ , l'épaisseur et le moment quadratique de la poutre. Dans le cas d'une poutre à section constante,  $I_{Gz}$  n'est pas une fonction de  $x$ . Dans le cas de notre poutre à profil triangulaire, la section de cette poutre diminue avec  $x$ ,  $I_{Gz}$  n'est pas constant et vaut (on suppose une poutre parfaitement triangulaire):

$$I_{Gz}(x) = \frac{w_1 \left(1 - \frac{x}{L}\right) h^3}{12} \quad (10)$$

Les variables de dimensionnement sont définies dans la Figure 10.  $M_{fz}$  peut être calculé en appliquant le principe fondamental de la statique sur la poutre et en effectuant une coupure virtuelle en  $x$  :

$$M_{fz}(x) = F(x - L) \quad (11)$$

Ainsi la contrainte à la surface de la poutre ne varie pas avec  $x$  :

$$\sigma(x, y = h) = \frac{6FL}{w_1 h^2} \quad (12)$$

C'est l'intérêt, en principe, de cette méthode : on obtient une contrainte qui ne dépend pas de la position sur la poutre. On peut donc ainsi positionner une jauge de contrainte à côté de la puce comme mesure témoin. Toutefois on peut montrer que le

<sup>7</sup> Il s'agit de la théorie d'Euler Bernoulli développée au milieu du 18<sup>ème</sup> siècle. La méthode pour déterminer la contrainte suite à une flexion sera plus détaillée, plus loin, dans le cas de la flexion quatre points.

pois a pour effet d'introduire une légère variation de la contrainte selon l'axe de la poutre.

L'équation (12) montre que la contrainte est indépendante du module de Young de la poutre, ce qui enlève une source d'incertitude mais la déflexion est évidemment plus faible si le module de Young est élevé. En effet, on peut montrer que la déflexion  $v$  est donnée par :

$$v_{max} = v(L) = -\frac{6FL^3}{Ew_1h^3} \quad (13)$$

Où  $E$  est le module de Young de la poutre.

Une poutre rigide est donc utile pour limiter les effets non linéaires. Une rigidité élevée est aussi souhaitable pour que l'accroissement local de rigidité due à la puce collée soit négligeable. Ce point sera examiné dans la suite. Si on admet que pour rester dans le régime linéaire la déflexion maximum doit être inférieure à  $L/10$ ; ceci correspond à une charge maximum admissible  $F_{max}$  donnée par :

$$F_{max} = \frac{Ew_1h^3}{60L^2} \quad (14)$$

On peut déduire à partir des équations (12) et (14) que la longueur maximum pour atteindre la contrainte maximum de surface  $\sigma_{max}$  pour la charge maximum est donnée par :

$$L \leq \frac{Eh}{10\sigma_{max}} \quad (15)$$

En conclusion, la poutre doit être triangulaire, rigide, légère et de longueur minimale compatible avec la taille de la puce.

En pratique, pour conserver une largeur non nulle au point d'application de la charge, la forme utilisée est celle de la Figure 10 où les cotés du triangle convergent vers le point d'application de la charge et l'extrémité de la poutre est rectangulaire. Des simulations mécaniques par éléments finis ont été faites pour prendre en compte la véritable géométrie de la poutre et pour évaluer l'effet du collage de la puce (Figure 11 et Figure 12). En effet, si la colle est très rigide, on s'attend à une bonne transmission des contraintes entre la poutre et la puce est attendue mais la contrainte peut être modifiée par l'ajout local d'une rigidité supplémentaire. Au contraire, si la colle est peu rigide la contrainte est peu modifiée et mal transmise. Pour les simulations, une rigidité très élevée de la colle a été considérée comme le pire cas de la première situation. En l'absence de puce collée, un très bon accord (1%) a été trouvé entre la contrainte prévue par le modèle analytique et la contrainte donnée par les simulations<sup>8</sup>. Cependant, la présence de la puce change considérablement le champ de contrainte: la contrainte est réduite jusqu'à 30 % par rapport à la contrainte sans puce (Figure 12). De plus, les contraintes ne sont pas

<sup>8</sup> Le modèle analytique surestime légèrement la contrainte

parfaitement transmises entre la poutre et le sommet de la puce (différence de 10%) et la contrainte à la surface de la puce est légèrement inhomogène. L'application de cette technique de flexion nécessite donc une poutre très rigide, et une jauge de référence sur une puce semblable à celle testée ou réalisée sur la même puce.

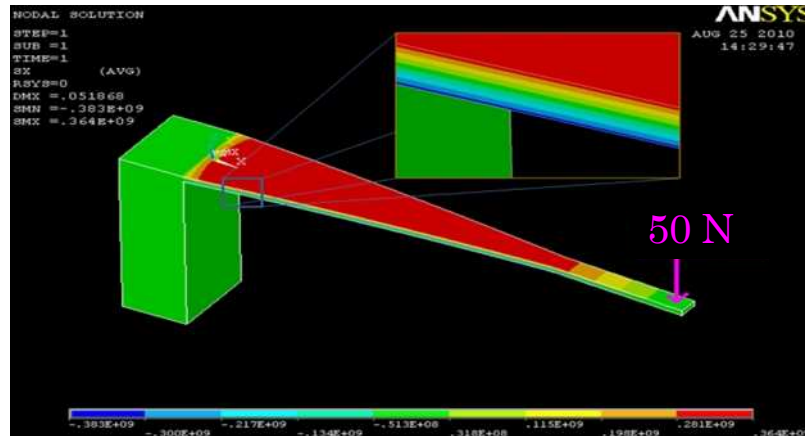


Figure 11: Simulation FEM de la flexion de la poutre triangulaire en l'absence de puce collée.  $L=18\text{ cm}$ ,  $w_i=3.5\text{ cm}$ ,  $h=3\text{ mm}$ ,  $E_{\text{poutre}}=200\text{ GPa}$

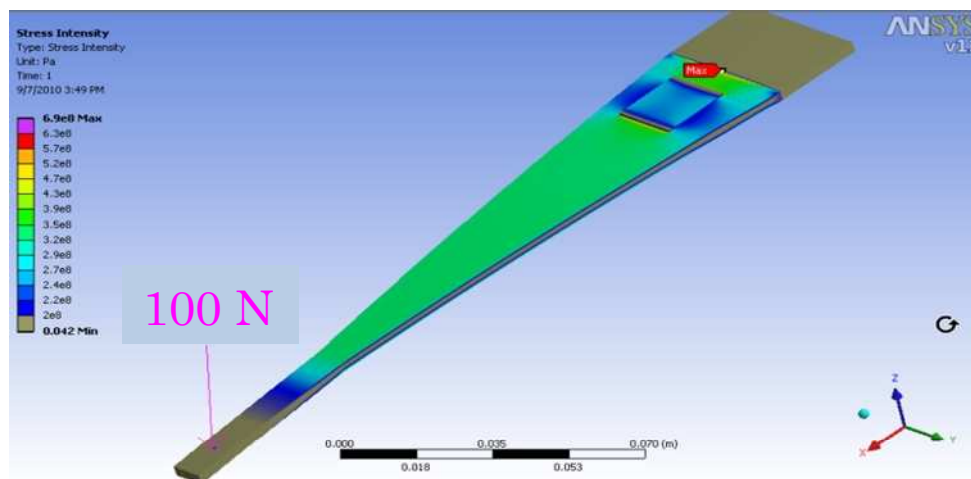


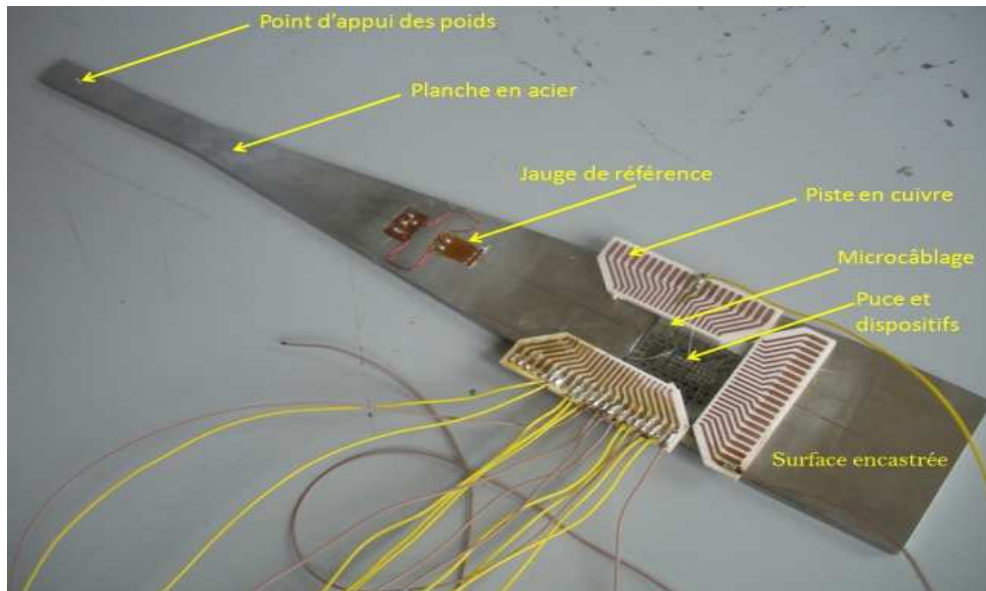
Figure 12: Simulation FEM de la flexion de la poutre triangulaire avec puce collée. Dimensions de la puce :  $20 \times 20\text{ mm}^2 \times 725\text{ }\mu\text{m}$ .  $E_{\text{Si}}=170\text{ GPa}$

Il convient de souligner que cette difficulté est présente pour toutes les méthodes de flexion indirecte et explique sans doute, en partie, la grande dispersion des valeurs publiées des facteurs de jauges des nanofils de silicium.

La réalisation d'un banc de test fondée sur cette technique a été entreprise parallèlement aux simulations (Figure 13). Il comprend une poutre en acier qui a été fabriquée à l'IEF avec une fraiseuse à commande numérique pour garantir une bonne précision de son profil. Le chargement est assuré par des poids calibrés superposables sur une tige terminée par un crochet appliqué au point de convergence des cotés de la poutre triangulaire. La puce en silicium a été fixée sur la poutre à l'aide d'une colle rigide (Araldite®) afin de maximiser la transmission des contraintes à la puce et donc aux nanofils (Figure 13). Une jauge de contrainte

commerciale de référence a été collée avec la même colle sur la même poutre pour simultanément mesurer la contrainte. Ne disposant pas d'une jauge de référence sur silicium, une jauge très flexible a été utilisée par défaut pour obtenir une valeur proche de celle de la surface de la poutre. Les plots de connexions des nanofils sur la puce en silicium ont été reliés électriquement par des microfils en or de 50  $\mu\text{m}$  de diamètre à des plots sur des embases en circuit imprimé où ont été imprimées des pistes en cuivre. Les plots de connexions sur la puce de nanofil testée étant des plots de  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$  en AlSi le microcâblage a été réalisé par *wedge bonding* (thermocompression avec ultrasons). Enfin un système commercial de mesure de jauges de déformation par pont de Wheatstone a été acquis pour la mesure des jauges.

Le test complet de ce banc n'a pas pu être mené à terme car le microcâblage s'est révélé très dommageable pour les nanofils environnants soit pour des raisons électriques, thermiques ou à cause des ultrasons. Compte tenu du nombre limité de puces à nanofils disponibles, l'origine exacte n'a pas été recherchée.



*Figure 13. Poutre en acier sur laquelle sont collés une puce en silicium, des circuits imprimés en PCB et une jauge de contrainte de référence.*

On vient de montrer que cette méthode de flexion indirecte de puce comporte des inconvénients majeurs: le microcâblage détruit les nanofils environnants et les contraintes sur la puce ne sont pas maîtrisées. De plus et surtout, cette méthode de flexion est difficilement applicable dans une enceinte sous vide. En conséquence, malgré sa simplicité, cette méthode a été abandonnée au profit de la flexion directe de puce qui sera décrite dans la partie suivante.

### **3.2.2. Flexion directe quatre points de puce**

La flexion directe de puce consiste à appliquer sans lame ou poutre intermédiaire le chargement mécanique sur la puce ce qui permet de s'affranchir des problèmes de transmission des contraintes évoqués ci-dessus. Elle est plus difficile à mettre en

ouvre que la flexion indirecte car l'écartement des appuis est maintenant conditionné par la taille de la puce ce qui est contraignant pour la fabrication du système de flexion et de la puce (taille de la puce assez grande). Mais ceci garantit un faible encombrement compatible avec un cryostat ou dans notre cas une station cryogénique sous pointes.

La technique que nous avons privilégiée pour appliquer des contraintes *ex situ* aux nanofils de silicium est la flexion quatre points de puce sur laquelle sont fabriquées les nanostructures. Après avoir une présentation générale de cette technique, nous détaillerons la théorie sous-jacente. Enfin, nous présenterons les systèmes expérimentaux de flexion directe quatre points de puce qui ont été réalisés et les méthodes de mesure de la contrainte qui ont été réalisés et entrepris.

### 3.2.2.1 Modélisation de la flexion directe quatre points de puce

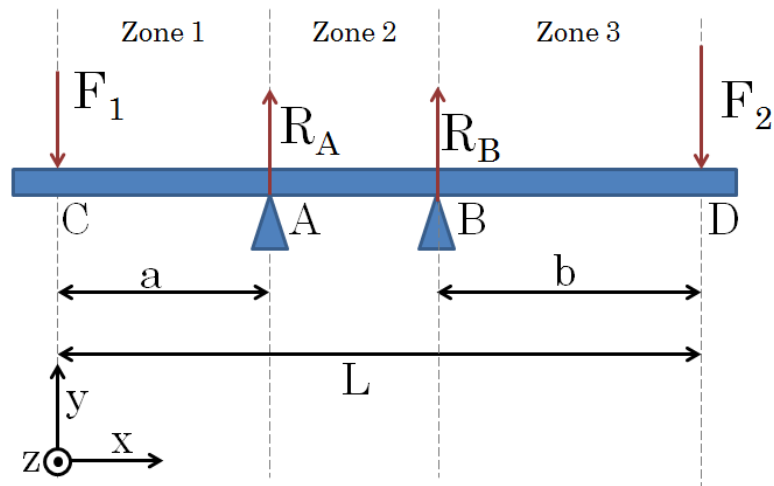


Figure 14: Principe de la flexion quatre points.

La flexion directe quatre points de puce consiste à contraindre mécaniquement la puce en lui appliquant directement un chargement divisé en quatre segments (assimilés à des points dans le cadre d'une modélisation 1D) (Figure 14). Nous verrons que dans le cas idéal la partie centrale entre les appuis intérieurs où sont placés les nanofils est en flexion pure ce qui assure un champ de contrainte uniforme. Ce cas idéal correspond à des forces équilibrées ( $F_1 = F_2 = F/2$ ) et des distances entre les appuis extérieurs et intérieurs égales ( $a = b$ ) (Figure 14). Pour la modélisation mécanique qui suit, nous nous placerons dans le cas plus général où ces égalités ne sont pas respectées. Comme l'épaisseur des couches supérieures (quelques centaines de nm) où sont fabriqués nos dispositifs est négligeable devant l'épaisseur totale de la puce (typiquement  $750 \mu\text{m}$ ), nous considérerons que les contraintes sont parfaitement transmises depuis la puce vers les nanofils.

Pour traiter analytiquement le problème, nous allons utiliser la théorie des poutres d'Euler-Bernoulli qui néglige l'effet du cisaillement. Le terme de « poutre » désigne un objet dont la longueur est grande par rapport aux dimensions transverses (section

fine). On se place également dans l'hypothèse de faibles déplacements où la déflexion de la poutre est faible par rapport à son épaisseur. Dans notre expérience, nous allons fléchir une puce en silicium de géométrie carrée de côté  $w$  et d'épaisseur  $t$ . On assimilera cette plaque à une poutre de longueur  $L$  et de section  $w \times t$ . Nous verrons que les formules de flexion de poutres peuvent être corrigées pour considérer le cas de notre plaque/puce.

### 3.2.2.1.a Calcul des réactions

Cette poutre est supportée par deux appuis sur sa section inférieure en A et B et deux forces  $F_1$  et  $F_2$  appuient sur sa section supérieure en C et D. Chacun des supports inférieurs répond par des réactions  $R_A$  et  $R_B$ . En appliquant le principe fondamental de la statique, on sait que la somme des moments des forces en B est nulle. On en déduit alors la force de réaction  $R_A$ .

$$F_1(L - b) - R_A(L - a - b) - F_2b = 0 \quad (16)$$

$$R_A = \frac{F_1(L - b) - F_2b}{L - a - b} \quad (17)$$

De même en équilibrant les moments en A, on déduit  $R_B$  :

$$F_1a + R_B(L - a - b) - F_2(L - a) = 0 \quad (18)$$

$$R_B = \frac{F_2(L - a) - F_1a}{L - a - b} \quad (19)$$

On vérifie bien qu'il y a équilibre des forces :

$$R_B + R_A = \frac{F_2(L - a) - F_1a}{L - a - b} + \frac{F_1(L - b) - F_2b}{L - a - b} = F_1 + F_2 \quad (20)$$

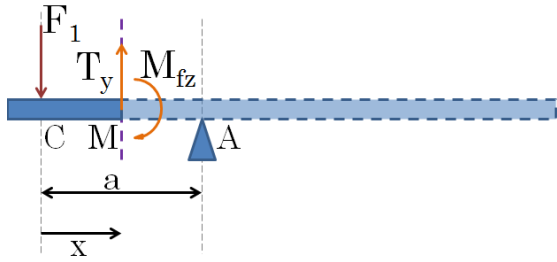
### 3.2.2.1.b Calcul de l'effort tranchant et du moment fléchissant le long de la poutre.

Pour un point M d'abscisse  $x$ , on définit le torseur des efforts intérieurs (aussi appelé torseur de cohésion) dans le cas d'une flexion [BOU 07]:

$$\tau_{int}(x) = \left\{ \begin{array}{l} T_y(x) \\ M_{fz}(x) \end{array} \right\}_M \quad (21)$$

Où  $M_{fz}(x)$  et  $T_y(x)$  sont le moment fléchissant et est l'effort tranchant au point M. Pour effectuer ce calcul, on utilise le principe de la coupure. On scinde la poutre par la pensée. On a donc deux objets sur lesquels il faut exercer des forces et des moments pour revenir à la situation avant la coupure. Pour cela, nous identifions trois zones pour trois coupures :

Zone 1 :  $0 \leq x \leq a$  M  $\in$  [C, A [



On a équilibre des forces en M:

$$-F_1 + T_y = 0 \quad (22)$$

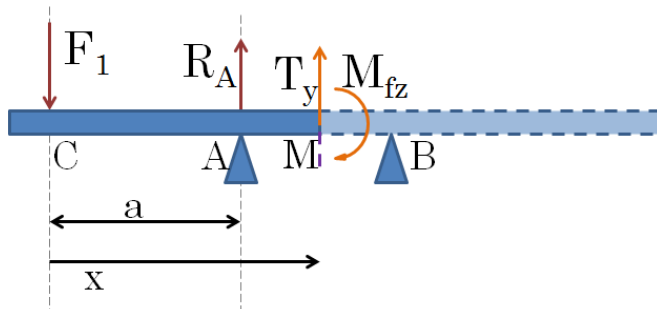
$$T_y = F_1 \quad (23)$$

De la même manière pour les moments calculés en M:

$$F_1 x - M_{fz}(x) = 0 \quad (24)$$

$$M_{fz}(x) = F_1 x \quad (25)$$

Zone 2 :  $a \leq x \leq L-b$   $M \in [A, B [$



En appliquant un raisonnement similaire :

$$T_y - F_1 + R_A = 0 \quad (26)$$

$$T_y = F_1 - R_A = \frac{F_2 b - F_1 a}{L - a - b} \quad (27)$$

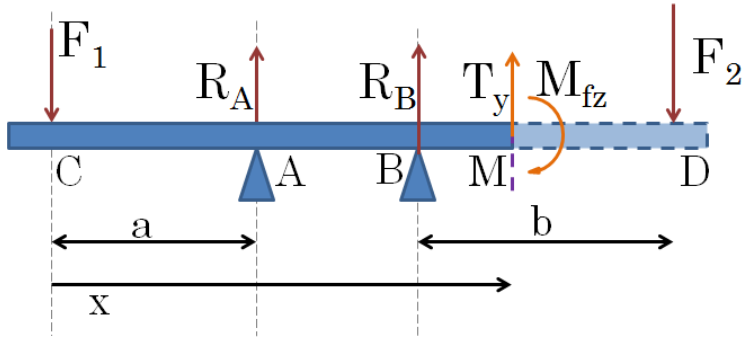
Et

$$-M_{fz}(x) + F_1 x - (x - a)R_A = 0 \quad (28)$$

$$M_{fz}(x) = F_1 x - R_A(x - a) = F_1 x - \frac{F_1(L - b) - F_2 b}{L - a - b}(x - a) \quad (29)$$

Zone3 :  $L-b \leq x \leq L$   $M \in [B, D [$





Pour la troisième zone en écrivant l'équilibre des forces en M:

$$T_y - F_1 + R_A + R_B = 0 \quad (30)$$

$$T_y = F_1 - R_A - R_B = -F_2 \quad (31)$$

Et l'équilibre des moments :

$$-M_{fz}(x) + F_1x - R_A(x - a) - R_B(x - (L - b)) = 0 \quad (32)$$

$$M_{fz}(x) = F_2(L - x) \quad (33)$$

Dans la zone 2 centrale, Il y a flexion pure quand l'effort tranchant est nul. Cela correspond à la condition :  $F_1a = F_2b$

### 3.2.2.1.c Calcul des contraintes normales

Pour une poutre soumise à une flexion, la contrainte longitudinale est donnée par :

$$\sigma(x, y) = \frac{M_{fz}(x)y}{I_{Gz}} \quad (34)$$

$I_{Gz}$  est le moment quadratique de la poutre fléchie selon l'axe  $z$  et vaut  $I_{Gz} = \frac{wt^3}{12}$  dans le cas d'une poutre à section rectangulaire où  $t$  est l'épaisseur selon  $y$  et  $w$  sa largeur selon  $z$ . A la surface de la poutre  $y = t/2$  :

$$\sigma(x, t/2) = \frac{6M_{fz}(x)}{wt^2} \quad (35)$$

En combinant les équations (25), (29), (33) et (35), on peut alors déduire toutes les contraintes dans chacune des trois zones. En particulier dans le cas favorable ou  $F_1 = F_2 = F/2$  et  $a = b$ , dans la zone 2 :

$$\sigma(x, t/2) = \frac{3Fa}{wt^2} \quad (36)$$

La contrainte est alors constante quel que soit  $x$  dans cette zone. Sinon la contrainte varie linéairement avec la position dans la zone centrale.

### 3.2.2.1.d Calcul de la déflexion

Pour le calcul de la déflexion, intervient le module de Young de la puce selon la direction de flexion. Notre puce est orientée selon la direction cristallographique [110]. Le module corrigé pour une plaque doit être choisi [HOP 10] :

$$E = E_{[110],plaque} = \frac{E_{[110],poutre}}{1 - \nu^2} \quad (37)$$

Dans le cas du silicium :  $E_{[100],plaque}=170$  GPa

Soit  $v(x)$  à la déflexion de la poutre due à la flexion. Dans le cas de flexion linéaire, on relie la dérivée seconde de la déflexion avec le moment fléchissant en tout  $x$  :

$$v''(x) = -\frac{M_{fz}(x)}{EI_{Gz}} \quad (38)$$

En prenant les expressions des moments précédemment calculées (25),(29) and (33):

$$\left\{ \begin{array}{l} -EIv_1(x) = \frac{F_1x^3}{6} + C_1x + C_2 \quad (39) \\ -EIv_2(x) = \frac{F_1x^3}{6} - \frac{F_1(L-b) - F_2b}{L-a-b} \left( \frac{x^3}{6} - a\frac{x^2}{2} \right) + C_3x + C_4 \quad (40) \\ -EIv_3(x) = F_2 \left( L\frac{x^2}{2} - \frac{x^3}{6} \right) + C_5x + C_6 \quad (41) \end{array} \right.$$

Pour calculer les déflexions dans chacune des trois zones ( $v_1$ ,  $v_2$  et  $v_3$ ), on utilise les conditions aux limites suivantes. On prend les appuis ( $x = a$  et  $x = L-b$ ) comme origine de la déflexion et on utilise la continuité de la dérivée de la déflexion au niveau de ces appuis :

$$\left\{ \begin{array}{l} v_1(x = a) = 0 \quad (42) \\ v_2(x = a) = 0 \quad (43) \\ v_3(x = L - b) = 0 \quad (44) \\ v_4(x = L - b) = 0 \quad (45) \\ v_1'(x = a) = v_2'(x = a) \quad (46) \\ v_2'(x = L - b) = v_3'(x = L - b) \quad (47) \end{array} \right.$$

Soient  $C_1...C_6$  les constants d'intégrations, les conditions (42) à (47) sont décrites par le système :

$$\left\{ \begin{array}{l} aC_1 + C_2 = -\frac{F_1 a^3}{6} \\ aC_3 + C_4 = -\frac{F_1 a^3}{6} - \frac{F_1(L-b) - F_2 b}{L-a-b} \left(\frac{a^3}{3}\right) \\ (L-b)C_3 + C_4 = -\frac{F_1(L-b)^3}{6} - \frac{F_1(L-b) - F_2 b}{L-a-b} \left(\frac{(L-b)^3}{3}\right) \\ (L-b)C_5 + C_6 = -F_2 L \frac{(L-b)^2}{2} + F_2 \frac{(L-b)^3}{6} \\ C_1 - C_3 = \frac{F_1(L-b) - F_2 b}{L-a-b} \left(\frac{a^2}{2}\right) \\ C_3 - C_5 = F_2 L(L-b) - (F_2 + F_1) \frac{(L-b)^2}{2} - \frac{F_1(L-b) - F_2 b}{L-a-b} \left(\frac{(L-b)^2}{2}\right) \end{array} \right. \quad (48)$$

Le déterminant de ce système linéaire est non-nul, on peut donc l'inverser :

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1 = -\frac{1}{6}[F_1(2a(L-b) + a^2) + F_2 b(L-b-a)] \\ C_2 = \frac{1}{6}[F_1 2a^2(L-b) + F_2 ab(L-b-a)] \\ C_3 = \frac{1}{6} \frac{[F_1 a(a^2 - 2(L-b)(a+L-b)) - F_2 b(2a(-a+b-L) + (L-b)^2)]}{L-b-a} \\ C_4 = \frac{1}{6} \frac{[F_1 a^2(L-b)(2L-a-2b) + F_2 ab(L-b)(L-2a-b)]}{L-b-a} \\ C_5 = \frac{1}{6}[F_1 a(L-b-a) + F_2(-3L^2 + b(2L+b-2a))] \\ C_6 = \frac{1}{6}[-F_1 a(L-b)(L-a-b) + F_2(L-b)(L^2 - bL + 2ab)] \end{array} \right. \quad (49)$$

Enfin, pour obtenir les expressions analytiques des différentes sections de la déformée, il suffit de remplacer ces constantes d'intégrations dans les expressions (39), (40) et (41). Dans le cas symétriques ( $b = a$ ,  $F_1 = F_2 = F/2$ ) ces expressions se simplifient et s'écrivent :

$$\left\{ \begin{array}{l} v_1(x) = \frac{-F}{EI_{Gz}} \left( \frac{x^3}{12} + \frac{a^2(3L-4a)}{12} - \frac{ax(L-a)}{4} \right) \end{array} \right. \quad (50)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} v_2(x) = \frac{F}{EI_{Gz}} \left( \frac{a(a-x)(a-L+x)}{4} \right) \end{array} \right. \quad (51)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} v_3(x) = \frac{-F}{EI_{Gz}} \left( \frac{(a-L+x)(L^2 - x(2L+a) - 2La + 4a^2 + x^2)}{12} \right) \end{array} \right. \quad (52)$$

En particulier, la déflexion maximum au centre de la poutre vaut :

$$v_2\left(\frac{L}{2}\right) = \frac{F}{EI_{Gz}} \left( \frac{a(a-L/2)}{4} \right) \quad (53)$$

On peut maintenant déterminer la contrainte au centre en fonction du déplacement vertical  $d$  des appuis latéraux:

$$\sigma\left(x, \frac{t}{2}\right) = \frac{3Fa}{wt^2} \quad (54)$$

Or  $d = v_1(0) = \frac{-F}{EI_{Gz}} \left( \frac{a^2(3L-4a)}{12} \right)$  donc :

$$\sigma\left(x, \frac{t}{2}\right) = -\frac{3tEd}{a(3L-4a)} \quad (55)$$

### 3.2.2.1.e Tableau récapitulatif

Le **Tableau 2** synthétise les formules du modèle de flexion quatre points dans le cas idéal et dans le cas d'asymétries des forces ou des appuis.

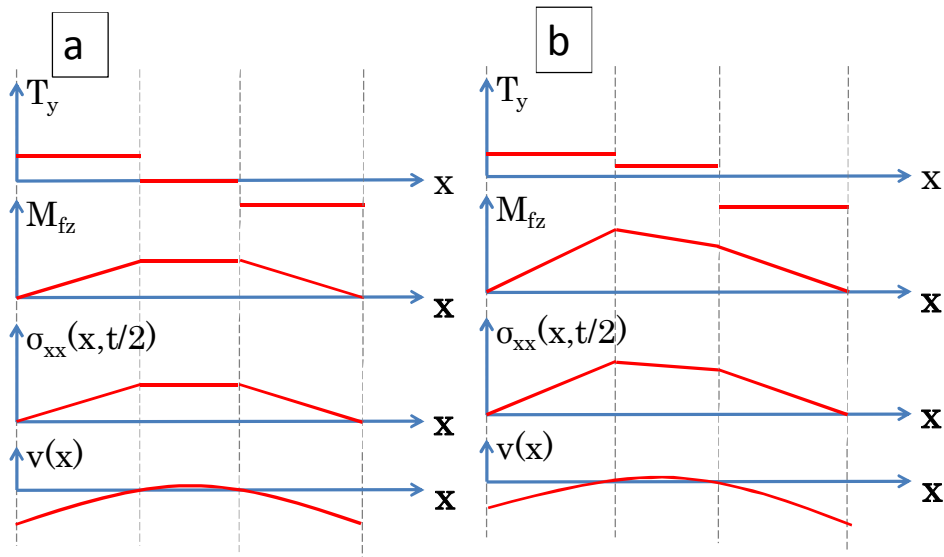


Figure 15: a) Diagramme des efforts intérieurs, de la contrainte et de la déflexion dans le cas symétrique ( $F_1=F_2=F/2$ ,  $a=b$ ) b) Dans le cas non symétrique

La **Figure 15** montre que dans le cas symétrique idéal, le moment fléchissant, et donc la contrainte, est constant sur la zone 2 où sont placés les nanofils. Dans le cas asymétrique, la contrainte varie linéairement avec  $x$ . Son écart maximum au cas symétrique est égal à  $6|F_1a-F_2b|/wt^2$ .

Tableau 2: *Expressions de l'effort tranchant, du moment fléchissant, de la contrainte à la surface et de la déflexion maximum dans les différentes zones dans le cas idéal ( $F_1a=F_2b$ ) et dans le cas d'un déséquilibre des forces ou d'une asymétrie des appuis.*

	<u>Zone 1</u> M ∈ [C, A [	<u>Zone 2</u> M ∈ [A, B [	<u>Zone 3</u> M ∈ [B, D [
<b>Effort tranchant</b> $T_y(x)$	$F_1$	$\frac{F_2b - F_1a}{L - a - b}$	$-F_2$
Si $F_1=F_2=F/2$ $a \neq b$	$\frac{F}{2}$	$\frac{F(b-a)}{2(L-a-b)}$	$-\frac{F}{2}$
Si $F_1 \neq F_2$ $a=b$	$F_1$	$\frac{(F_2 - F_1)a}{L - 2a}$	$-F_2$
Si $F_1=F_2=F/2$ $a=b$	$\frac{F}{2}$	0	$-\frac{F}{2}$
<b>Moment Fléchissant</b> $M_x(x)$	$F_1x$	$F_1x - \frac{F_1(L-b) - F_2b}{L-a-b}(x-a)$	$F_2(L-x)$
Si $F_1=F_2=F/2$ $a \neq b$	$\frac{Fx}{2}$	$\frac{F}{2} \left( x - \frac{(b-a)}{L-a-b}(x-a) \right)$	$-\frac{Fx}{2}$
Si $F_1 \neq F_2$ $a=b$	$F_1x$	$F_1x - \frac{F_1(L-a) - F_2a}{L-2a}(x-a)$	$F_2(L-x)$
Si $F_1=F_2=F/2$ $a=b$	$\frac{Fx}{2}$	$\frac{Fa}{2}$	$-\frac{Fx}{2}$
<b>Contrainte à la surface supérieure</b> Si $F_1=F_2$ $a=b$	$\frac{3Fx}{wt^2}$	$\frac{3Fa}{wt^2}$	$-\frac{3Fx}{wt^2}$
<b>Déflexion</b> $v(x)$ Si $F_1=F_2$ $a=b$	$\frac{-F}{EI_{Gz}} \left( \frac{x^3}{12} + \frac{a^2(3L-4a)}{12} - \frac{ax(L-a)}{4} \right)$	$\frac{F}{EI_{Gz}} \left( \frac{a(a-x)(a-L+x)}{4} \right)$	$\frac{-F}{EI_{Gz}} \left( \frac{(a-L+x)(L^2-x(2L+a) - 2La + 4a^2 + x^2)}{12} \right)$

### 3.2.2.2 Simulation par éléments finis

#### 3.2.2.2.a Comparaison avec le modèle analytique

Le modèle analytique précédemment décrit considère la puce en silicium comme une poutre unidimensionnelle où la plus grande dimension de la section est petite devant la longueur de la poutre. En réalité, notre puce est une plaque carrée. En plus de la correction sur le module de Young déjà apportée, dans cette partie, nous allons discuter la validité d'une telle approximation en confrontant les valeurs de contraintes obtenues analytiquement avec celles calculées par simulation par élément finis. Nous comparons également la déflexion maximum.

Pour effectuer la comparaison, nous nous placerons dans le cas idéal et utiliserons une plaque carrée de 2 cm de côté et de 725  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. La longueur  $L$  entre les deux appuis externes est de 18 mm et la distance  $a$  entre les appuis internes et externes est de 8 mm. La force appliquée est de 9 N.

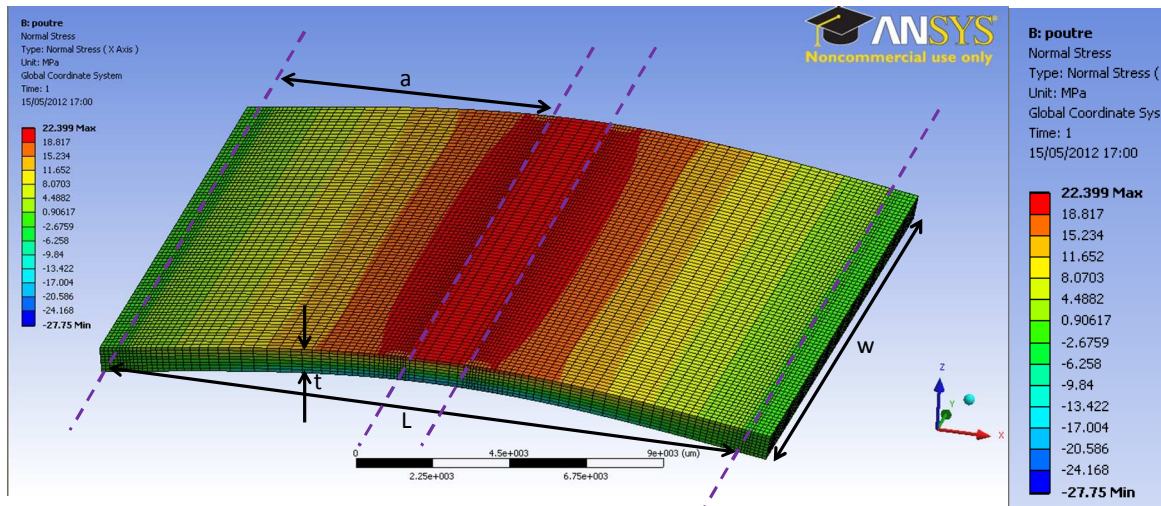


Figure 16: Champ de contrainte normale (selon  $x$ ) pour une puce en silicium anisotrope fléchi à l'aide d'une force de  $F = 9 \text{ N}$ . épaisseur  $t = 725 \mu\text{m}$ ,  $L = 18 \text{ mm}$ ,  $a = 8 \text{ mm}$ ,  $w = 20 \text{ mm}$ . La déformation verticale est exagérée 79 fois. La barre de couleur donne la contrainte en MPa.

Les simulations ont été effectuées avec le code ANSYS avec l'interface utilisateur Workbench. Le matériau utilisé est du silicium anisotrope orienté selon la direction cristallographique [110]. L'anisotropie du silicium a été prise en compte en utilisant les coefficients de la matrice d'élasticité [HOP 10]:

$$C_{[110]} = \begin{bmatrix} 1.95 & 0.35 & 0.64 & & & \\ 0.35 & 1.95 & 0.64 & & & \\ 0.64 & 0.64 & 1.66 & & & \\ & & & 0.8 & 0 & 0 \\ & & & 0 & 0.8 & 0 \\ & & & 0 & 0 & 0.51 \end{bmatrix} 10^{11} Pa \quad (56)$$

La densité du silicium est de 2329  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ .

Les éléments utilisés ont une géométrie hexaédrique ce qui donne de meilleurs résultats qu'un maillage tétraédrique. En effet, le maillage hexaédrique permet de limiter les angles aigus entre les éléments ce qui améliore l'interpolation entre les éléments et diminue le bruit de maillage. Des éléments à 20 nœuds ont été utilisés. La fonction d'interpolation entre ces éléments est quadratique. La rigidité de ces éléments est proche de la réalité et les résultats convergent plus rapidement qu'avec des éléments à moins de nœuds. Un maillage de pas variable a été utilisé avec une diminution de la taille des éléments aux alentours des appuis. Enfin, les éléments ont un faible rapport d'aspect ce qui garantit également une meilleure convergence.

Pour comparer le modèle analytique de la section précédente à la simulation par éléments finis, deux quantités ont été choisies : la contrainte et la déflexion maximum dans la zone centrale. On regarde l'erreur relative de ces deux quantités en prenant comme référence celles données par la simulation (Figure 17).

Cette erreur est tracée en fonction du rapport d'aspect  $w/L$ . Pour une puce de largeur faible par rapport à sa longueur, à un très bon accord est trouvé, comme on pouvait s'y attendre, entre la simulation et le modèle analytique. En effet, dans ce cas les conditions de validité de la théorie d'Euler-Bernoulli sont respectées.

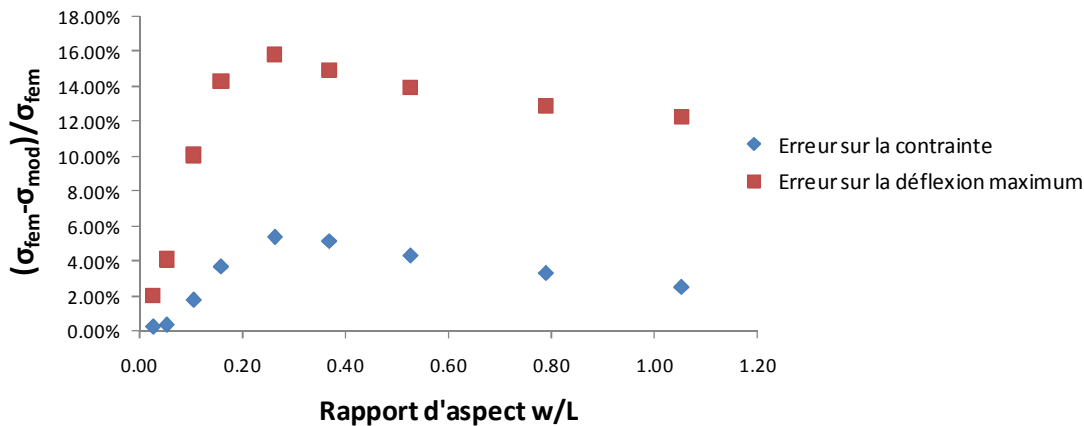


Figure 17: Erreur relative de la contrainte maximum et de la déflexion maximum entre le modèle d'Euler-Bernoulli et la simulation par éléments finis en fonction du rapport d'aspect largeur/longueur.  $L = 18\text{mm}$ ,  $t = 725\ \mu\text{m}$ .

Lorsque la largeur de la plaque augmente, les erreurs relatives entre le modèle analytique de flexion poutre et la simulation de flexion de plaque commence par augmenter comme attendu, puis atteint un maximum pour un rapport  $w/L$  égal à 0.26 ( $w = 5\ \text{mm}$ ), puis rediminue pour des rapports d'aspect plus grands. Ce maximum a été confirmé pour plusieurs maillages.

Dans le cas de la contrainte, qui est la quantité qui nous intéresse, l'erreur maximum n'est que d'environ 5%. En revanche, la déflexion maximum est erronée d'environ 15% par rapport aux éléments finis. Cela peut s'expliquer par le fait que dans le cas du modèle théorique seul un module d'élasticité effectif a été utilisé

( $E_{[100],\text{plaque}}=170$  GPa) [HOP 10] alors que les éléments finis tiennent compte de toute la matrice d'élasticité.

### 3.2.2.2.b Effet des imperfections géométriques

Les pièces et assemblages mécaniques fabriquées ne peuvent pas être arbitrairement précis en dimensionnement et en orientation. Il est donc nécessaire de prévoir l'effet de telles imprécisions sur la détermination de la contrainte dans la partie centrale de la puce. Grâce aux simulations FEM, nous comparons la contrainte maximum dans la partie centrale obtenue dans le cas où le chargement est parfaitement symétrique avec la même contrainte dans le cas asymétrique. Nous cherchons à connaître quelle asymétrie sera responsable d'une erreur supérieure à 5% sur la contrainte. Pour cette comparaison, nous considérons un chargement en déplacement et non en force.

On rappelle que la puce est fléchie en quatre appuis linéiques : appelés, au centre, A et B et, appelés C et D sur les côtés. Dans le cas idéal, les appuis linéiques qui fléchissent la puce sont parfaitement parallèles. De plus les déflexions imposées aux couples d'appuis {A, B} et {C, D} sont identiques pour chacun des membres du couple<sup>9</sup>.

Nous introduisons dans la Figure 18 les différentes déviations géométriques (angles ou déplacements) par rapport au cas idéal. Ce cas idéal correspond aux conditions :  $\delta_A=\delta_B=0$ ,  $\delta_C=\delta_D$ ,  $\alpha_A=\alpha_B=\alpha_C=\alpha_D=0$ ,  $\beta_A=\beta_B=\beta_C=\beta_D=0$ .

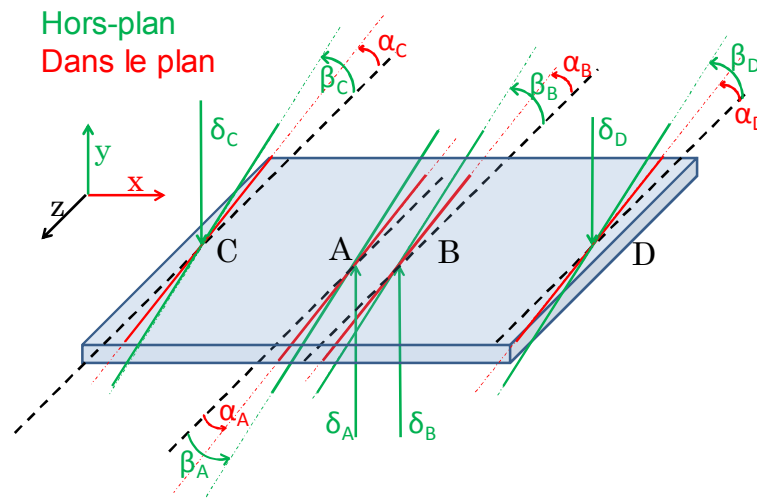


Figure 18: Résumé des désalignements et asymétrie d'appuis.

Dans cette figure, les traits noirs en pointillés représentent les appuis linéiques idéaux (parallèles et symétriques). Les traits pleins en couleur représentent les déviations par rapport à ces appuis idéaux. Les angles  $\alpha_i$  représentent les déviations angulaires sur le plan horizontal sur l'appui  $i$ . Les angles  $\beta_i$  représentent les déviations angulaires sur le plan vertical sur l'appui  $i$ . Les  $\delta_i$  sont les déflexions imposées pour les appuis  $i$ .

<sup>9</sup> Similairement à la condition  $F_1=F_2=F/2$  dans la discussion sur le modèle analytique.



Le tableau suivant résume les conditions nécessaires pour avoir une erreur sur la contrainte au centre inférieur à 5%.

Condition	Erreur sur la contrainte
$\alpha_A < 1^\circ$ ou $\alpha_B < 1^\circ$	<2.1%
$\alpha_C < 1^\circ$ ou $\alpha_D < 1^\circ$	<1.6%
$ \delta_A - \delta_B  < 1 \mu\text{m}$	<3.9%
$ \delta_C - \delta_D  < 1 \mu\text{m}$	<1.22%
$\beta_C = 0$ et $\beta_D < 0.1^\circ$	<4.86%
$\beta_A = 0$ et $\beta_B < 0.1^\circ$	<1.4%

On remarque que le désalignement des appuis A et B a plus d'influence sur l'erreur que celui des appuis C et D. Cela s'explique par la proximité des appuis A et B par rapport au champ de contrainte au centre. Un désalignement des appuis selon les angles  $\beta_i$  (hors plan) a plus d'influence que le désalignement selon les  $\alpha_i$  (dans le plan) sur l'erreur sur la contrainte. Ce désalignement en  $\beta$  ne devrait pas être présent pour notre système de flexion 4 point comme nous le verrons dans la partie suivant.

### 3.2.2.3 Systèmes expérimentaux de flexion quatre points.

Initialement nous avons prévu d'acquérir, dans le cadre du projet, un système de flexion quatre points et d'adapter dessus des manipulateurs pour réaliser des mesures électriques sous pointes. Après une étude préalable, nous avons finalement choisi la solution inverse qui offre plus de possibilités de mesures: acquérir une station sous pointes et concevoir des systèmes de flexion quatre points de puces pour cette station.

Nous avons élaboré deux versions du système de flexion quatre points qui ont été conçues pour des puces de 20x20 mm<sup>2</sup>. Par souci de concision, ces deux versions seront appelées flexeur 1.0 et 2.0. La première version du flexeur est un système de flexion manuel ne permettant que des flexions en régime statique de chargement. Ce prototype intermédiaire a été la première étape vers la réalisation d'un flexeur automatique où la déflexion est imposée par un actionneur piézoélectrique. Ceci permet également des flexions en régime dynamique.

#### 3.2.2.3.a Flexeur (1.0) : Système de flexion quatre points manuel

Pour pouvoir appliquer des contraintes de l'ordre de plusieurs centaines de MPa sur les puces de 2x2 cm<sup>2</sup> et 725  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, nous avons fixé la distance entre les deux appuis cylindriques centraux à 2 mm et la distance entre les deux appuis extérieures à 18 mm. Les nanofils sont placés dans le champ central où la contrainte est uniforme.

Les deux appuis inférieurs sont maintenus en position à l'aide d'une pyramide où les deux cylindres viennent se loger dans deux rigoles (Figure 19a). Au centre de la base de cette pyramide est placé un capteur de force<sup>10</sup> en contact via une bille pour assurer une liberté de mouvement autour de l'axe z. La pyramide et le capteur de force sont logés dans un socle fixe. Les parois extérieures de ce socle cylindrique fixe sont taraudées.

Les deux cylindres d'appuis supérieurs et externes sont encastrés dans une plus grosse structure également cylindrique (en bleu sur la Figure 19b et c) où une ouverture a été usinée pour pouvoir contacter la puce fléchie par le haut. Dans cette grosse structure d'appui supérieur, deux trous ont été percés pour permettre un guidage par deux cylindres verticaux.

Sur cette structure d'appui supérieur est placée un stabilisateur en forme de bague trouée (vert clair sur la Figure 19b et c). Un écrou moleté qui se loge sur les taraudages du socle vient appuyer sur ce stabilisateur lorsqu'il est vissé. Ce stabilisateur est utile car il permet de limiter les à-coups dus au vissage.

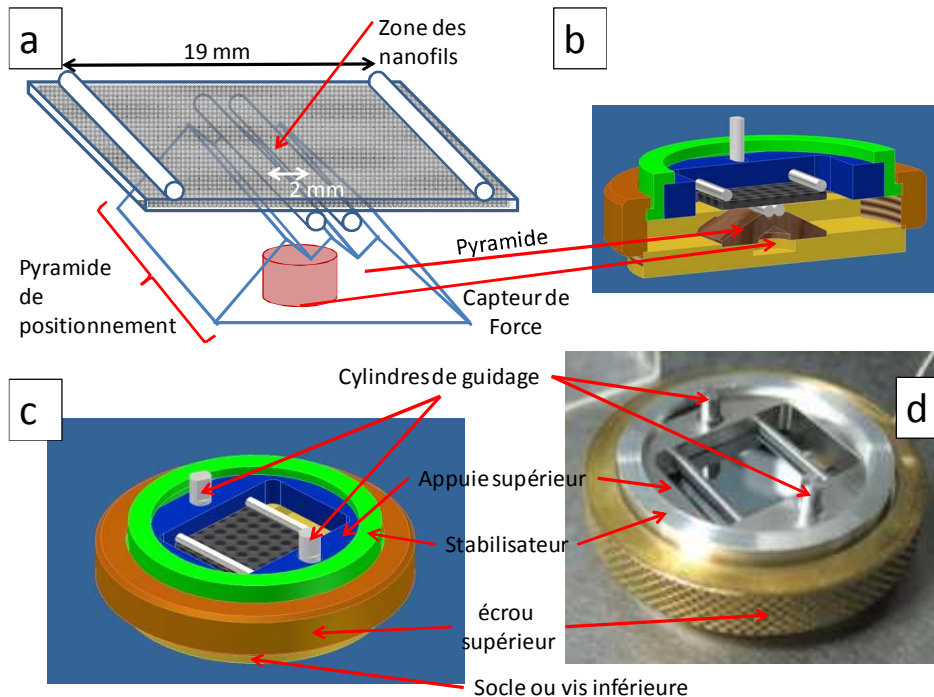


Figure 19 : Schéma de fonctionnement du flexeur 1.0. a) schéma de principe, b) coupe du modèle 3D, c) modèle 3D, d) photo du prototype.

Ce système a l'avantage d'être compact et peut facilement être placé dans la station sous pointes où les mesures électriques sur les nanofils sont effectués. Cependant, comme ce flexeur est manuel (vissage), il n'est pas possible de changer le niveau de chargement pendant les mesures électriques dans la station.

Ce prototype a cependant permis de valider la conception mécanique des appuis et de tester le capteur de force placé entre la pyramide de positionnement et le socle. Il

<sup>10</sup> De marque Honeywell

a permis également de constater que les puces en silicium se clivaient pour des chargements relativement faibles ce qui limite de niveau de contraintes atteignables (Tableau 3). En effet, même si le silicium massif peut supporter jusqu'à plusieurs GPa de contrainte avant d'atteindre sa limite de rupture, des amorces de rupture situées à la périphérie des puces découpées ou clivées favorisent probablement le clivage prématuré des puces. La puce se fracture alors que la contrainte maximum au centre n'atteint que quelques centaines de MPa. La force minimum de rupture observée pour ce faible nombre d'échantillons correspond à une contrainte maximum de 217 MPa. C'est pourquoi des niveaux de contrainte plus faibles ont été utilisés par la suite pour toutes les mesures par flexion quatre points de puce qui ont été réalisées. Notons que les appuis correspondent à des directions de clivage des puces de silicium, orientées (100), utilisées. Des valeurs plus élevées de contrainte pourraient sans doute être obtenues avec du silicium d'orientation (111).

Tableau 3: Valeurs des forces de rupture et de la contrainte maximum obtenues lors des tests de flexion de puces Si (100).

Largeur w (mm)	Epaisseur t (μm)	Force de fracture F (N)	Contrainte au centre σ (MPa)
20	525	54	250
20	525	72	333
19	525	65	317
20	525	117	541
20	525	47	217

### 3.2.2.3.b Flexeur (2.0) : Système de flexion de puce automatisé

Le deuxième *flexeur* a une géométrie comparable au premier prototype mais son mode de fonctionnement diffère. Cette fois, la force est appliquée à l'aide d'un actionneur piézoélectrique qui pousse sur les deux appuis supérieurs. Une boucle de contrôle sur le capteur de force permet de maîtriser la force appuyée. Ce nouveau flexeur est aussi intégrable dans la station cryogénique sous-pointe. Une bride, sur mesure de la station sous pointes, permet de venir appliquer une force par le dessus à l'aide de deux colonnes amovibles (Figure 20 et Figure 21).

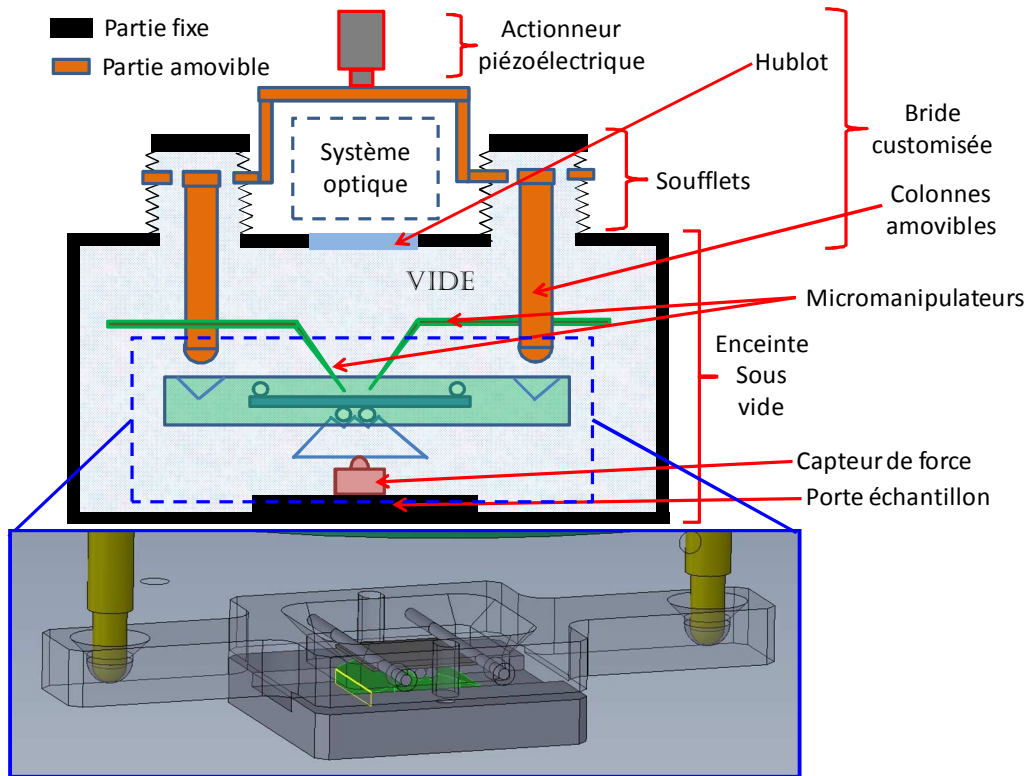


Figure 20: *En haut* : Principe de fonctionnement du système de flexion de puce automatisé *En bas* : vue 3D des appuis de la puce en silicium (la pyramide de stabilisation est en surbrillance verte)

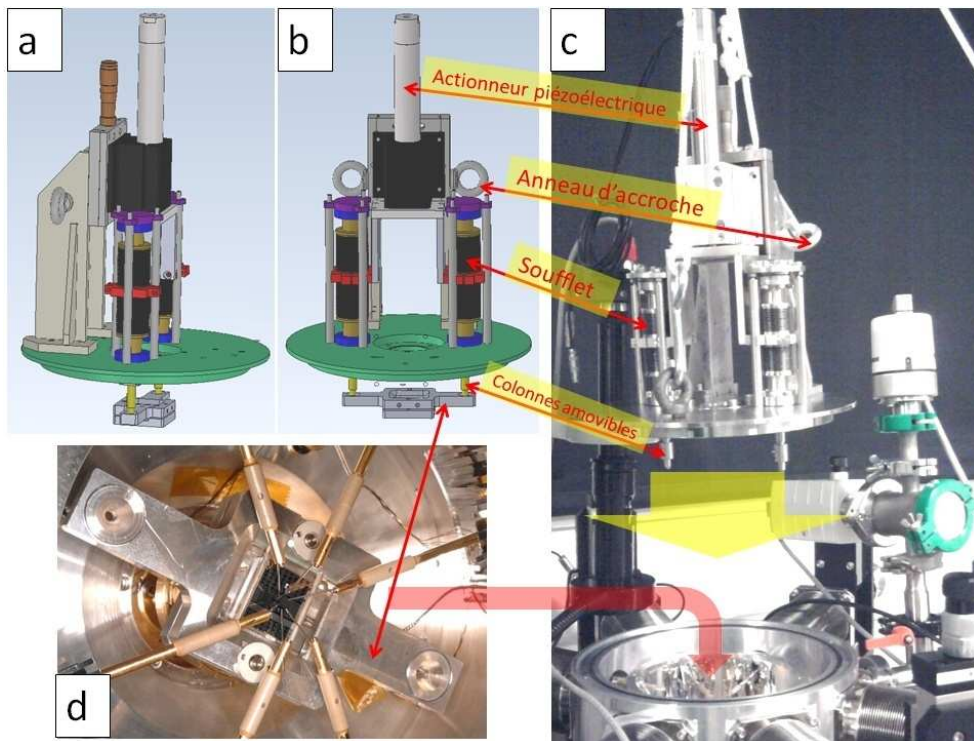


Figure 21: mise en position du Flexeur 2.0 dans la station sous pointe *a et b* : vue 3D de la bride customisée *c* : descente de la bride sur la station à l'aide de cordages *d* : vue du système d'appuis encapsulant la puce en silicium et en présence de micromanipulateurs.

L'actuateur piézoélectrique a une course totale de 180  $\mu\text{m}$ , cependant des mesures ont montré qu'en raison de la flexibilité excessive de l'assemblage mécanique, seulement une fraction de ce déplacement (environ 80  $\mu\text{m}$ ) est réellement transmise aux appuis supérieurs sur la puce.

Un système optique placé au-dessus du hublot de la bride permet de visionner le positionnement des pointes mais aussi de mesurer la déflexion de la puce sous-jacente. Deux systèmes de mesure ont été étudiés pour mesurer cette déflexion : une technique d'optique géométrique utilisant la puce comme un miroir convexe qui déforme une image et une technique interférométrique plus précise qui devrait permettre une mesure de la déformation en tout point de la zone centrale de la puce.

a. Technique du miroir convexe

La technique du miroir convexe a été utilisée pour vérifier la cohérence avec les mesures du capteur de force. Lors de la flexion de la puce, l'image du hublot circulaire sur cette puce est déformée en ellipse (Figure 22). En assimilant la puce déformée à un miroir convexe, l'excentricité de l'ellipse donne accès à la déformation de la puce.

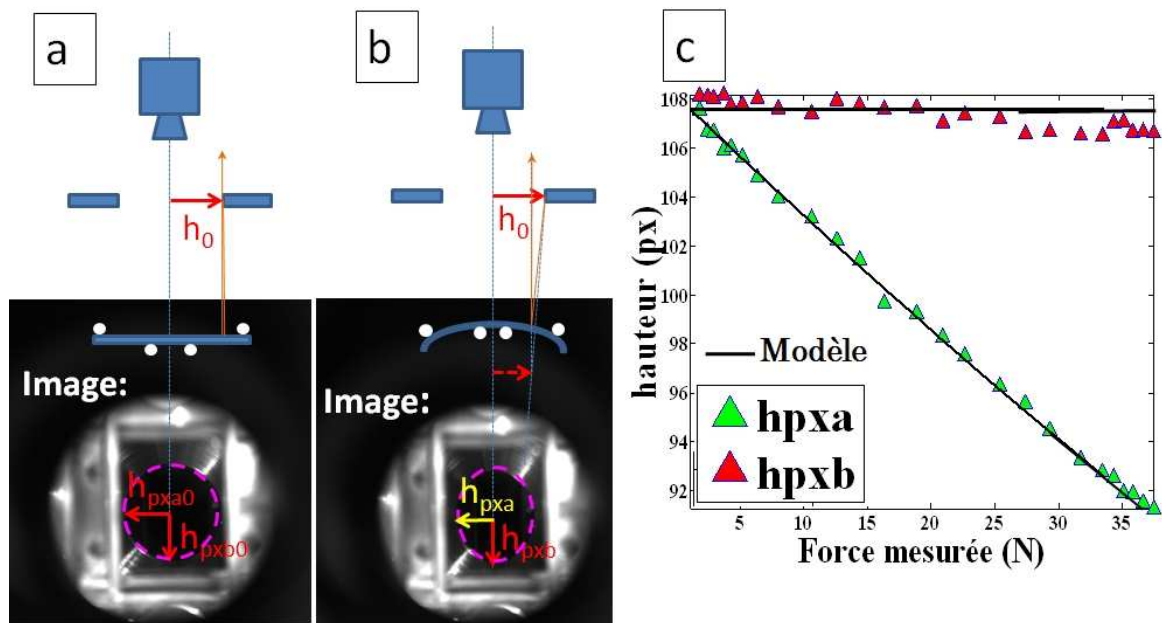


Figure 22: Principe de mesure de déflexion par optique géométrique. *a* : sans flexion le miroir est plan *b* : en flexion le miroir est convexe ainsi produisant une image elliptique du hublot circulaire *Images de fond* : images du hublot en réflexion sur une puce en silicium. *c* : hauteur en pixel de l'image du petit et du grand rayon de l'ellipse en fonction de la force appliquée.

Soit  $D_0$  le diamètre du hublot. Comme on peut le voir sur la Figure 22, puisque le miroir ne se déforme que dans une seule direction, le cercle se déforme en ellipse sur l'image projetée sur la matrice CCD de la camera. La hauteur  $h_{pxa}$  diminue au fur et à mesure que la puce se déforme tandis que  $h_{pxb}$  reste constant. Les quantités  $h_{pxa}$  et  $h_{pxb}$  ont été mesurées par un programme MATLAB de traitement d'image qui ajuste

une ellipse sur l'image du hublot à partir de points manuellement placés à l'aide du curseur.

Dorénavant, pour être concis, on désigne par  $h_{pxb} = h_{pxb0} = \mathbf{h}_{px0}$  la projection du rayon du hublot sur la matrice CCD sans déformation,  $h_{pxa} = \mathbf{h}_{px}$  est la même projection après déformation.  $r$  est le rapport mesuré entre  $h_{px}$  et  $h_{px0}$ .  $d$  est la distance entre le plan focal de la camera et la matrice CCD. Soit  $\alpha_0$  défini tel que  $\tan(\alpha_0) = h_{px0}/d$ . Suite à la déformation  $\alpha_0$  devient  $\alpha$  (Figure 23).

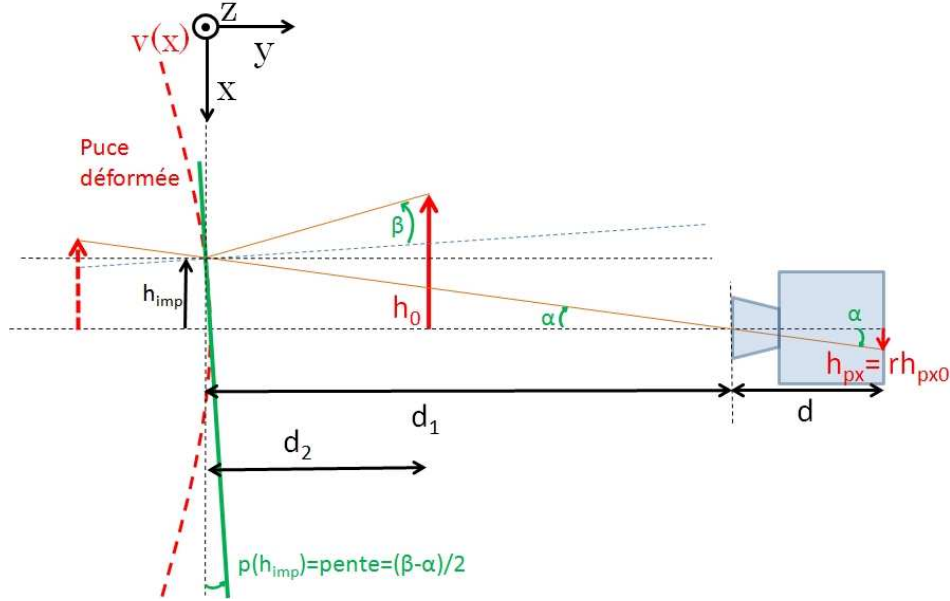


Figure 23: Représentation géométrique du chemin optique depuis le hublot à la matrice CCD dans la camera.

En l'absence de déformation on n'a également:  $\tan(\alpha_0) = h_0/(d_1 + d_2)$ .  $d_1$  est la distance entre le miroir et le plan focale de la camera.  $d_2$  est la distance entre le miroir le hublot.  $h_0$  est la hauteur du hublot par rapport à l'axe optique ( $h_0 = D_0/2$ ). Puisque  $h_{px} = r h_{px0}$ , on calcul  $\alpha$  en fonction de  $r$ :

$$\tan(\alpha) = r \tan(\alpha_0) = \frac{r D_0}{2(d_1 + d_2)} \quad (57)$$

$h_{imp}$  est la hauteur d'impact du rayon liant le hublot à la camera. Ce rayon est représenté sur la Figure 23. Soient  $\alpha$  et  $\beta$  les angles définis sur la Figure 23. Par une analyse géométrique de la Figure 23 on montre les relations suivantes:

$$\tan(\beta) = \frac{h_0 - h_{imp}}{d_2} \quad (58)$$

$$h_{imp}(r) = \tan(\alpha) d_1 \quad (59)$$

$$\text{pente}(h_{imp}(r)) = \frac{\beta - \alpha}{2} \quad (60)$$

La pente du miroir qui est la dérivée de la déformée en  $h_{imp}=L/2-x$  nous donne accès à la force. D'après les expressions de la déformée (équations (50) et (51)):

$$pente(r) = \frac{dv(h_{imp}(r))}{dx} = \begin{cases} \frac{-F}{4EI_{Gz}} \left( \left( h_{imp}(r) - \frac{L}{2} \right)^2 - a(L-a) \right) & \text{si } h_{imp} > \frac{L}{2} - a \\ \frac{Fah_{imp}(r)}{2EI_{Gz}} & \text{si } 0 < h_{imp} < \frac{L}{2} - a \end{cases} \quad (61)$$

La force est donc donnée en fonction de  $r$  :

$$F(r) = \begin{cases} \frac{-4EI_{Gz}}{\left( h_{imp}(r) - \frac{L}{2} \right)^2 - a(L-a)} pente(r) & \text{si } h_{imp}(r) > \frac{L}{2} - a \\ \frac{2EI_{Gz}}{ah_{imp}(r)} pente(r) & \text{si } 0 < h_{imp}(r) < \frac{L}{2} - a \end{cases} \quad (62)$$

$h_{imp}(r)$  et  $pente(h_{imp}(r))$  sont déterminés à l'aide des formules (59) (60). Cette force est donc la force calculée pour les ratios mesurés de l'ellipse  $r$ . On peut la comparer à la force mesurée par le capteur de force. La Figure 24 compare ces deux forces en fonction des ratios d'ellipse allant de 0.86 à 1.

On constate que la force donnée par (62) varie quasiment linéairement en fonction de  $r$ . La raison est que  $\tan(\alpha)$  et  $\tan(\beta)$  peuvent être linéarisés car  $\alpha$  et  $\beta$  sont petits devant 1. La force mesurée est en moyenne 10 % supérieur à la force donnée par (62) qui est déduite de la théorie des poutres et de l'optique géométrique. Cette sous-estimation de la force théorique est cohérente avec l'écart de 13% entre le modèle analytique et les simulations par éléments finis décrite dans la Figure 17. Après correction, l'écart entre la force mesurée par le capteur à membranes et par la technique optique n'est donc que de 3%. Ceci donne une estimation de la précision du système expérimental. Dans la Figure 24, la dispersion des mesures est due à l'incertitude sur la détermination du ratio  $r$  de l'ellipse qui a été faite « manuellement » en comptant les pixels.

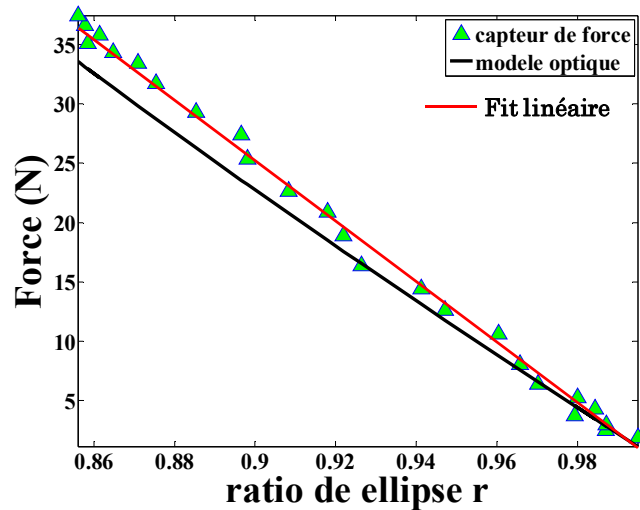


Figure 24: Comparaison de la force mesurée par le capteur de force et de la force déduite de la déformation de l'image du hublot tracées en fonction du ratio de l'ellipse  $r = h_{px}/h_{px0}$

b. Mesure interférométrique de la déflexion

Des tests avec un poids posé sur le capteur de force dans la station cryogénique ont montré que le capteur de force ne fonctionnait plus de manière fiable en dessous de 200 K. En dessous de cette température une autre méthode doit être utilisée pour connaître la contrainte de surface appliquée sur la puce lors de la flexion quatre points.

D'après l'équation (55), dans le cas d'une flexion quatre points idéale, la contrainte de surface  $\sigma(t/2)$  et la déflexion  $d$  des appuis extérieurs sont reliées par la formule :

$$\sigma\left(\frac{t}{2}\right) = -\frac{3tEd}{a(3L - 4a)} \quad (63)$$

Pour une puce de longueur  $L$ , d'épaisseur  $t$  et de module de Young connus, la mesure de la déflexion et de la distance  $a$  entre les appuis extérieurs et intérieurs suffit donc pour évaluer la contrainte. Toutefois, des écarts importants ont été observés entre le déplacement nominal imposé par le translateur piézoélectrique et le déplacement réel des appuis au niveau de la puce. Une mesure plus directe de la déflexion de la puce est donc nécessaire. La méthode optique décrite ci-dessus n'étant pas applicable en cours de mesure, nous avons entrepris d'ajouter un système optique permettant une mesure de la déflexion  $v(x)$  de la puce entre les appuis intérieurs et en partie au-delà.

La connaissance de cette déformée  $v(x)$  permettra de connaître la contrainte à la surface de la puce via la relation :

$$\sigma(x) = Ev''(x) \frac{t}{2} \quad (64)$$



La méthode optique qui a été choisie pour mesurer le profil de la déformée de la puce est une technique interférométrique plein champ dont le schéma est présenté dans la Figure 25.

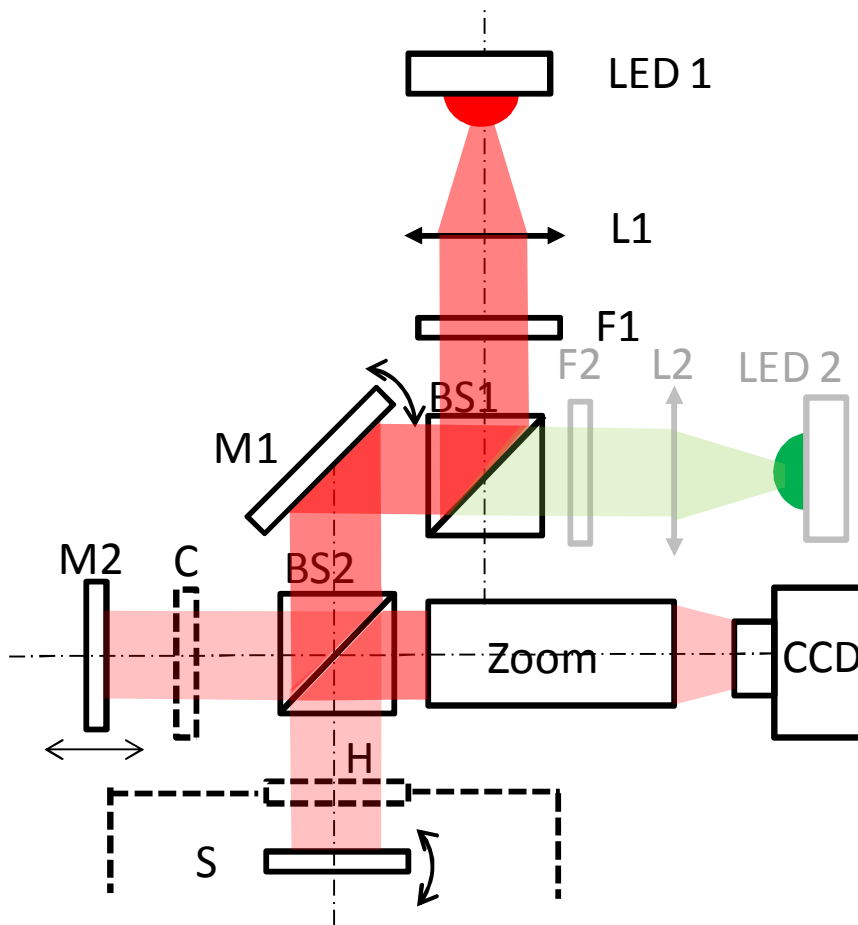


Figure 25: Schéma du système optique de mesure plein champ de la déformée de la puce. LED1, LED2 : Sources LED rouge et verte. L1, L2 : Lentilles de collimation. F1, F2 Filtres interférentiels largeur 10nm. BS1, BS2 Cubes séparateurs de faisceau non polarisants. C : Lame de compensation. M1 : Miroir de renvoi. M2 : Miroir de référence. H : Hublot de la station cryogénique. S : Puce-échantillon. CCD : caméra CCD.

Ce système optique est constitué d'un interféromètre de Twyman-Green équipé de 2 sources quasi-monochromes à base de LEDs rouge et verte dont l'utilité sera éclaircie plus loin. Pour chacune des sources, la lumière issue de la source est collimatée et déviée par un miroir de renvoi et divisée en 2 faisceaux à l'aide un cube séparateur. Le premier faisceau est réfléchi via le hublot de la station sous pointes sur la puce et le deuxième, après passage par une lame compensatrice identique au hublot de la station cryogénique C, est réfléchi sur un miroir de référence translatable et inclinable M2. Ces 2 faisceaux sont recombinés par le cube séparateur et les interférences résultantes sont visualisées via une lentille et un zoom par une caméra CCD. Le miroir de référence est translatable à l'aide d'un actionneur piézoélectrique pour pouvoir réaliser une démodulation des interférogrammes par décalage de phase (*Phase Shifting Interferometry*) [HAR 07] (voir plus loin).

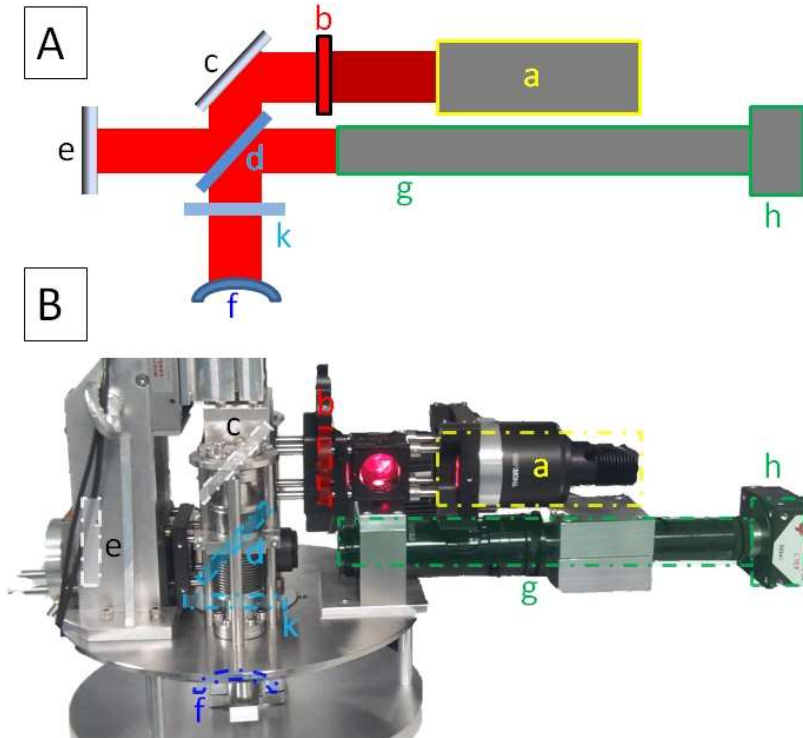


Figure 26: Image de la première version de l'interféromètre monté sur la bride de la station sous pointes.

L'interférogramme enregistrée par la caméra peut être décrit par l'équation classique d'un interféromètre monochrome à deux faisceaux:

$$I(x, z) = A(x, z) + B(x, y) \cos(\phi(x, y)) \quad (65)$$

Où  $A(x, y)$  est le fond continu,  $B(x, y)$  l'amplitude des franges d'interférence et  $\phi$  la phase des franges qui est liée au profil  $z(x, y)$  de la surface de l'échantillon par :

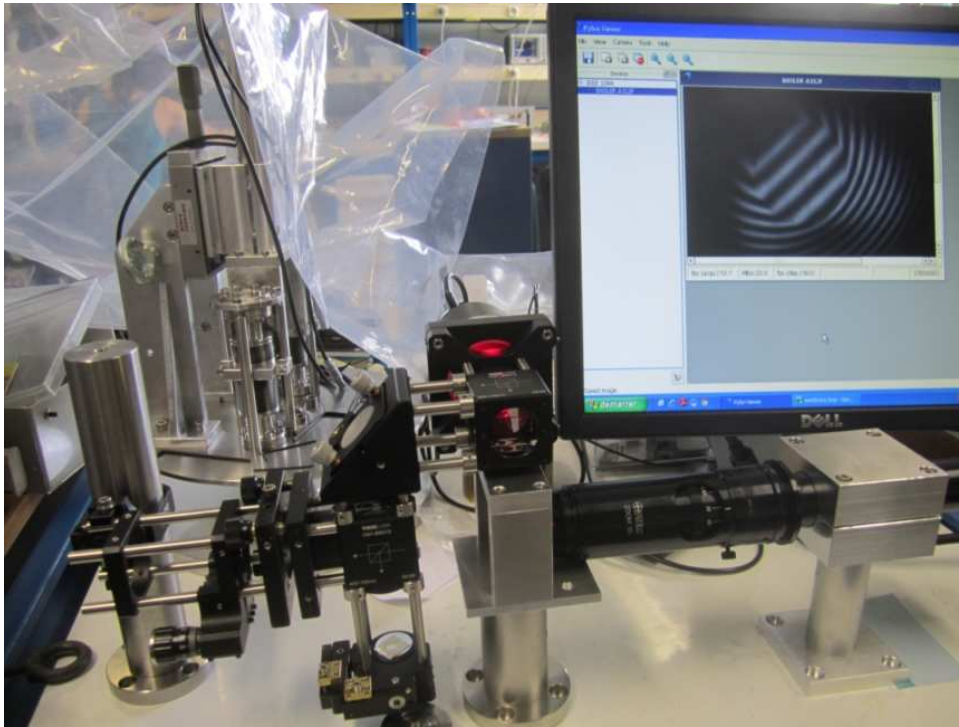
$$\phi(x, y) = \frac{4\pi z(x, y)}{\lambda} + \Delta\phi_{rs}(x, y) \quad (66)$$

Où  $\lambda$  est la longueur d'onde moyenne de la source et  $\Delta\phi_{rs}$  la différence des déphasages à la réflexion des faisceaux incidents sur le miroir de référence et sur l'échantillon.

Dans le cas qui nous intéresse d'une puce silicium et d'un miroir de référence métallique,  $\Delta\phi_{rs}$  est peu variable avec la position et peut être négligé [BOS 07]. L'interférogramme est alors constitué de franges d'interférences correspondant à des lignes de niveaux distantes de  $\lambda/2$ . Le profil  $z(x, y)$  de la surface peut alors être estimé à partir de profils en intensité avec une précision de l'ordre de  $\lambda/10$  à  $\lambda/20$  ou extrait avec une précision beaucoup élevée en réalisant une démodulation de phase de l'interférogramme par décalage de phase.

Une première version de ce système optique a été conçue pour être installée sur la station sous pointe cryogénique équipée du système de flexion de puces (Figure 26). Toutefois elle n'a pas encore pu être testée dans cette configuration. Quelques tests

ont cependant pu être réalisés sur table avec une version légèrement modifiée par Alain Bosseboeuf (Figure 27).



*Figure 27: Banc de test du système interférométrique.*

Ces tests ont montré que le système de visualisation et la longueur de cohérence de la source à LED filtrée permettaient l'observation de franges sur un champ supérieur à  $1 \text{ cm}^2$  avec un bon contraste sur une profondeur supérieure à  $10 \mu\text{m}$  ce qui est suffisant pour notre application.

### *Traitement des interférogrammes*

La méthode classique de démodulation de phase prévue dans le système est la démodulation par décalage de phase (*Phase Shifting Interferometry*) qui est utilisée depuis plus d'une dizaine d'années dans le département. Elle consiste à enregistrer plusieurs ( $\geq 3$ ) interférogrammes avec des pas de phase connus. En pratique, ces décalages de phase sont obtenus par translation piézoélectrique avec une précision nanométrique du miroir de référence. En choisissant de façon adéquate les valeurs du pas on peut combiner les intensités pour s'affranchir des variations du fond continu et du contraste des franges et extraire la phase modulo  $2\pi$ . Si la surface ne comprend pas des discontinuités supérieures à  $\lambda/4$  (soit  $\sim 125 \text{ nm}$  dans le visible) un dépliement (*unwrapping*) de la phase par continuité peut alors être effectué pour extraire la phase absolue. Cette étape est illustrée schématiquement dans la Figure 28 pour le cas 1D.

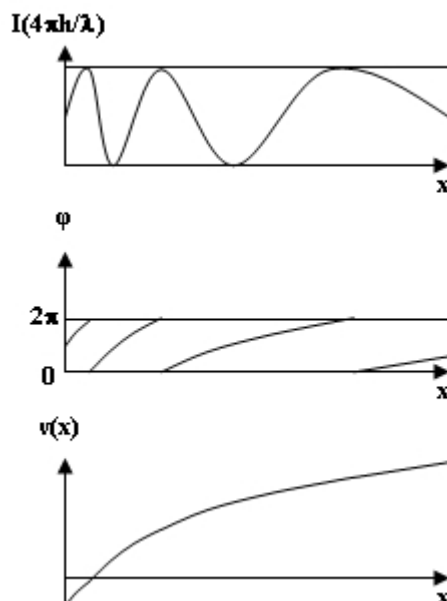


Figure 28: Exemple de démodulation et dépliement de phase 1D: Intensité lumineuse, phase pliée et  $v(x)$  intégré.

Avec cette technique de démodulation de phase des interférogrammes, il est usuellement possible de mesurer des profils de surface quasi-continues avec une résolution  $<1$  nm dans le visible.

Dans le cas qui nous intéresse (flexion d'une puce à nanofils), la surface inclut des gravures dont la profondeur peut atteindre 650 nm (épaisseur Si superficiel + épaisseur silice enterrée) et donc il n'est pas possible de déplier la phase sans ambiguïté. Si l'on s'intéresse qu'à la variation relative de la déformée, ceci n'est pas gênant mais si l'on souhaite une mesure absolue du profil de surface, il faut résoudre ce problème. La solution connue est de combiner des mesures pour 2 longueurs d'onde différentes  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$ . C'est pourquoi 2 sources ont été prévues sur le système optique. On peut montrer qu'il est alors possible de mesurer des surfaces discontinues à condition que les discontinuités ne soient pas supérieures à  $\Lambda/4$  où  $\Lambda$  est la longueur d'onde équivalente donnée par [CHE 84]:

$$\Lambda = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{|\lambda_2 - \lambda_1|}$$

En fait de nombreux auteurs ont montré que des méthodes de traitement sophistiquées permettaient d'augmenter la limite d'ambiguïté bien au-delà de  $\Lambda/4$  mais l'utilisation d'algorithmes sophistiqués n'est pas nécessaire dans notre cas.

Avec  $\lambda_1 = 625$  nm (LED Rouge) et  $\lambda_2 = 530$  nm (LED verte) la longueur d'onde équivalente est  $\Lambda = 3.49\mu\text{m}$  soit  $\Lambda/4 = 871\text{nm}$ . Cette valeur est supérieure à la discontinuité maximum que l'on peut rencontrer dans les puces à nanofils considérées dans cette thèse et donc en principe l'interférométrie à décalage de phase à 2 longueurs d'onde devrait permettre la mesure de la déformée de puces lors des mesures de flexion quatre points.

### 3.2.2.4 Conclusion de la partie

Dans cette partie nous avons décrit la méthode utilisée pour obtenir une contrainte à la surface de la puce fléchie sur laquelle figurent les nanofils : la flexion 4 point. Grâce à une bride customisée conçue et fabriquée pendant cette thèse, ce système de flexion directe de puce peut être intégré dans une enceinte sous vide où les mesures électrothermiques sous-contraintes peuvent être faites à différentes températures dans un environnement contrôlé. La validité mécanique du banc de mesure a été vérifiée optiquement. Ainsi la validité du modèle analytique qui prévoit la contrainte à la surface de la puce a été confirmée. Nous utiliserons ce banc expérimental dans la partie suivante qui présente les résultats obtenus.

### 3.3. Mesure du coefficient piézorésistif longitudinal des nanofils

Le système de flexion 4 point décrit ci-dessus à été appliquée pour caractériser la piézorésistivité des nanofils du lot CAL2. On rappelle que ces nanofils libérés sont dopés au Bore à  $1.5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$  et sont de longueurs et d'épaisseurs fixes respectivement égales à 2.5  $\mu\text{m}$  et 160 nm. Leurs largeurs varient de 80 nm à 260 nm. Ils sont orientés selon la direction [110].

#### 3.3.1. Mesures à température ambiante

Grace à une automatisation du système de flexion quatre points, des rampes de forces en fonction du temps ont été appliquées à la puce CAL2. La résistance des nanofils est mesurée en temps réel à l'aide des micropointes de la station cryogénique. Un exemple de mesure de variation relative de résistance est présenté en Figure 29.

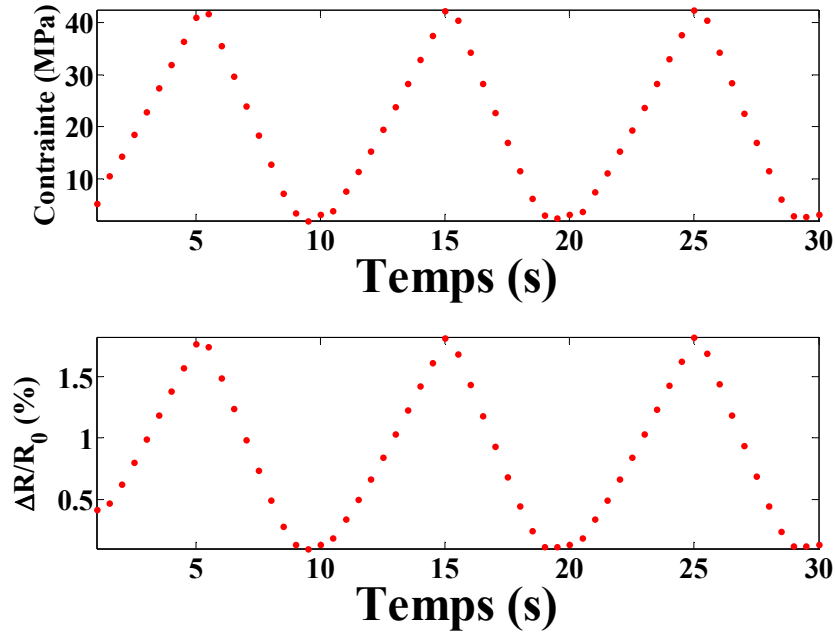


Figure 29: a) Contrainte longitudinale appliquée sur un nanofils du LOT CAL2 en fonction du temps b) Variation de résistance en fonction du temps (épaisseur=160 nm, largeur=260 nm, longueur= 2.5  $\mu\text{m}$ ,  $R= 9670 \Omega$ )

Un exemple représentatif de variation de la résistance en fonction de la contrainte est tracé dans la Figure 30, La relation résistance-contrainte est parfaitement linéaire, le coefficient directeur de cette droite est le coefficient piézorésistif longitudinal. Les nanofils étant orientés selon la direction cristalline [110], le coefficient piézorésistif longitudinal obtenu vaut donc :

$$\pi_l = \frac{1}{2}(\pi_{44} + \pi_{12} + \pi_{11}) \quad (67)$$

Puisque seuls des nanofils libérés et dans cette direction ont été mesurés, il n'est pas possible à l'heure actuelle d'avoir accès indépendamment aux trois coefficients.

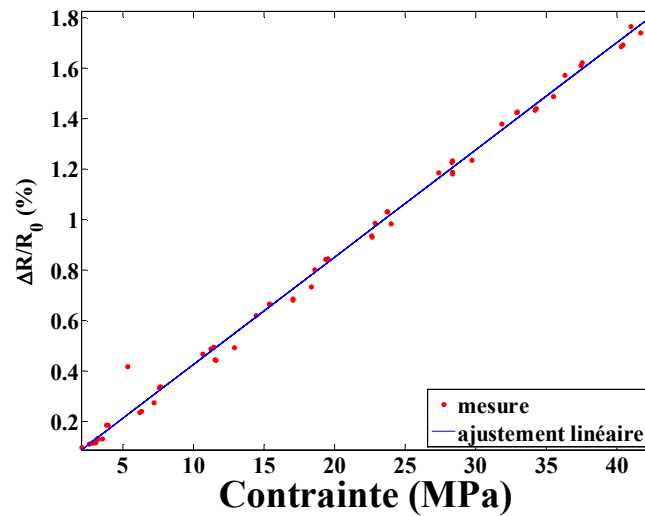


Figure 30: Variation de résistance tracée en fonction de la contrainte longitudinale dans une nanofils de caractéristiques: épaisseur=160 nm, largeur=260 nm, longueur= 2.5  $\mu\text{m}$ ,  $R= 9670 \Omega$

Les travaux de Milne *et al.* [ROW 10] ont montré que la procédure de mesure était importante pour déterminer des valeurs volumiques du coefficient piézorésistif de nanofils. Ils préconisent une mesure dynamique pour s'affranchir des dérives potentielles de résistance liées aux échanges de charges avec les pièges dans l'oxyde natif de surface et qui peuvent donner des coefficients piézorésistifs apparents géants. Comme indiqué dans la Figure 31 nos mesures ont été effectuées en régime dynamique et de plus elles ont été maintenues pendant plusieurs dizaines de minutes pour vérifier la présence de dérives et éventuellement les corriger. (Figure 31).

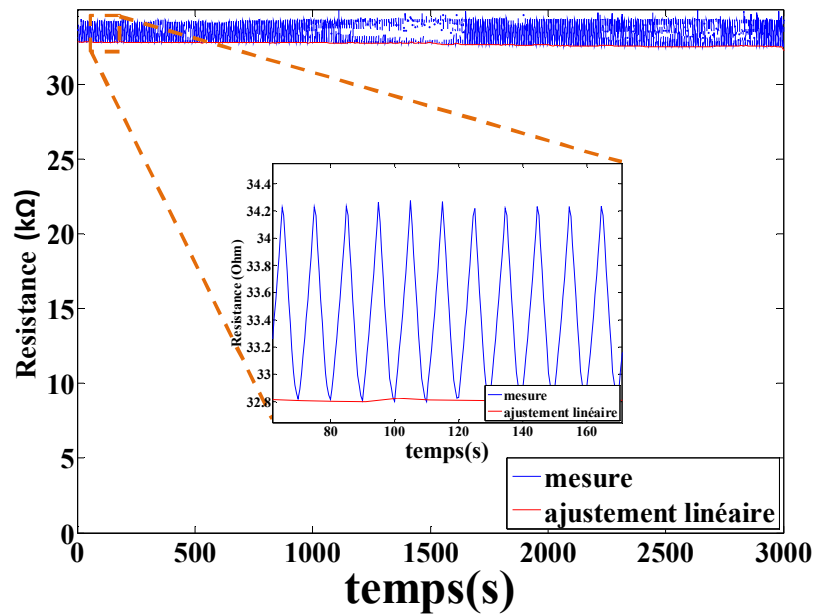


Figure 31: Dérive temporelle de la résistance d'un nanofil de caractéristiques : Largeur=80 nm, épaisseur= 160 nm, Longueur= 2.5  $\mu\text{m}$ .

Comme le montre la Figure 31, aucune dérive importante n'a été décelée. Nous avons donc considéré comme valides les mesures des coefficients piézorésistifs.

### 3.3.2. Mesures en fonction de la température

Nous nous sommes intéressés à la variation des valeurs de coefficients piézorésistifs en fonction de la taille des nanofils et de la température. Le système de flexion quatre points qui a été installé dans la station cryogénique permet d'appliquer des contraintes tout en faisant varier la température. La Figure 32 montre une compilation des mesures du coefficient piézorésistif longitudinal pour différents largeurs de nanofils. Seules les valeurs mesurées au-delà de 200 K ont été retenus car le capteur de force n'est plus utilisable en dessous de cette température. Les valeurs mesurées sont comparées à celle du silicium massif données par Cho *et al.* [CHO 08].



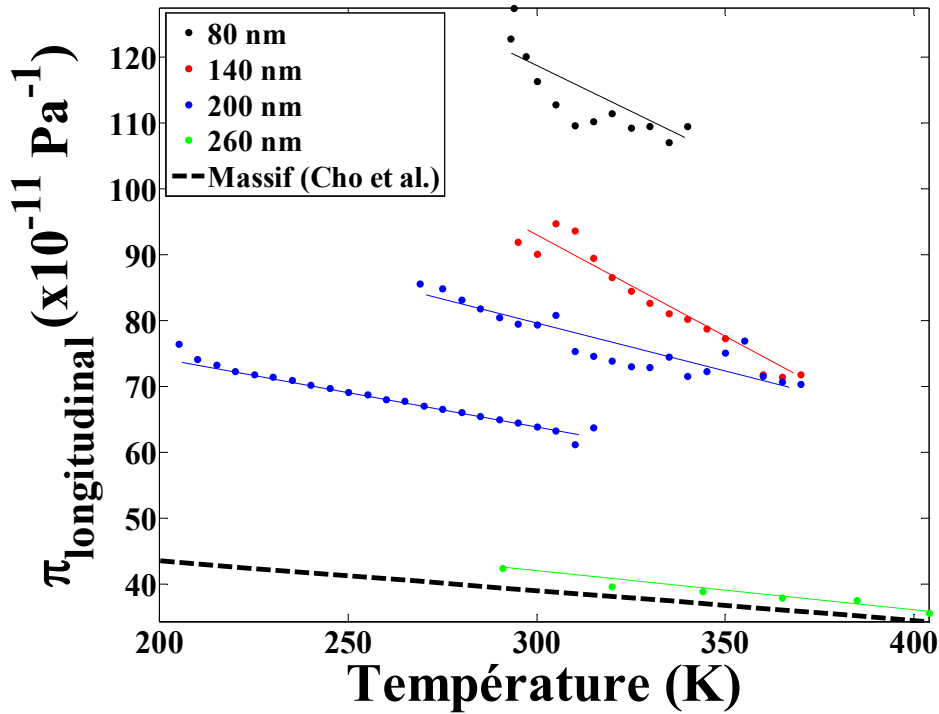


Figure 32: Compilation des coefficients piézorésistifs longitudinaux tracés en fonction de la température (épaisseur= 160 nm, Longueur= 2.5  $\mu\text{m}$ )

Ces mesures montrent que le coefficient piézorésistif longitudinal des nanofils est systématiquement supérieur à celui du silicium massif de même dopage. D'autre part on observe une nette augmentation (facteur 3) de ce coefficient lorsque la largeur du nanofil diminue de 260nm à 80 nm (Figure 33) : A température ambiante les valeurs des coefficients longitudinaux varient de 40 à  $118 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$  (voir le Tableau 4), ce qui est systématiquement supérieur à la valeur correspondant au silicium massif au niveau de dopage considéré ( $1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ).

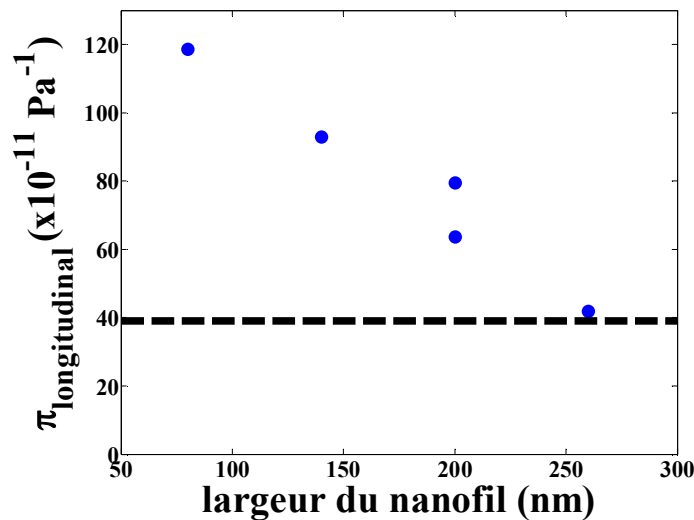


Figure 33: Coefficient piézorésistif longitudinal à 300 K en fonction de la largeur des nanofils de 160 nm d'épaisseur. Courbe en pointillés : valeur pour le silicium massif.

Ces mesures sont compatibles avec celles du groupe de Laurent Durrafourg du CEA-LETI qui constate que les coefficients piézorésistifs sont plus importants pour les nanofils suspendus [DUR 11]. En revanche ces résultats semblent en contradiction avec les mesures de Jason Milne *et al.* [ROW 10] qui ne trouvent pas d'effet de piézorésistivité géante avec la même procédure de chargement dynamique pour s'affranchir ou corriger l'effet des dérives. Toutefois dans notre cas les mesures sont effectuées sous vide. On peut raisonnablement penser que ceci peut modifier de façon importante les échanges de charges avec les pièges associés à la vapeur d'eau qui ont été identifiés par les auteurs précités comme étant responsables de la piézorésistivité géante apparente. Dans notre cas des pièges de surface avec des constantes de temps beaucoup plus longues pourraient être mis en jeu.

Les Figure 31 et 32 laissent penser qu'il faudrait une très grande variation de la résistance sans contrainte au cours du temps pour expliquer les valeurs mesurées des coefficients piézorésistifs à la manière de J. Milne *et al.*

En conclusion les expériences indiquent clairement un effet de piézorésistivité géante mais ne permettent pas de conclure si c'est un effet apparent lié à des échanges charges avec des pièges de surfaces de très grande constante de temps ou à un réel effet de nature volumique.

Les coefficients ici proposés ne tiennent pas compte de la concentration de contrainte évoquée au chapitre 2 (équation 1). Cette correction est rarement prise en compte dans la littérature (ou du moins pas mentionnée). Il est alors possible que de nombreuses valeurs publiées des coefficients piézorésistifs soient surestimés.

Ce facteur correctif dépend du rapport de largeur du plot  $w_2$  et celle du nanofil  $w$  ainsi que du rapport entre rayon de courbure  $r$  et la différence  $t=w_2-w$ . Il dépend également de la longueur de silicium libéré au niveau de l'encastrement. Il est cependant difficile d'estimer le rayon de courbure de la transition entre le nanofil et le plot de connexion. Pour corriger ces résultats, il faudrait faire une observation MEB systématiques de chacun des nanofils mesurés et, en fonction de la géométrie de l'encastrement, effectuer des simulations par éléments finis pour connaître la contrainte précises dans le nanofil. On peut alors conclure que ces coefficients mesurés sont surévalués et constituent une valeur supérieure.

De cette étude, il est possible d'extraire le coefficient en température du coefficient piézorésistif longitudinal  $p$  en fonction de la température externe.  $p$  est défini par :

$$p = \frac{1}{\pi_{longitudinal}(300\text{ K})} \frac{\partial \pi_{longitudinal}}{\partial T} \quad (68)$$

Les valeurs de  $p$ , obtenues par régression linéaire des courbes de la Figure 32, sont rassemblées dans le Tableau 4. Pour le dopage considéré, les valeurs des coefficients en température sont négatives et proches de celle du silicium massif. Les mesures sembleraient indiquer une tendance vers la diminution (en valeur absolue) de ce coefficient lorsque la largeur du nanofil augmente mais d'une part ceci n'est pas systématique et d'autre part ceci est a priori contradictoire avec le fait que le

coefficient piézorésistif tend vers la valeur du silicium massif lorsque la largeur du nanofil augmente.

Tableau 4 : Compilations de valeurs de coefficients piézorésistifs à 300 K et de coefficient  $p$ .

largeur	80 nm	140 nm	200 nm	200 nm	260 nm	Massif [CHO 08]
$\pi_{longitudinal}(300 K)$ ( $\times 10^{-11} Pa^{-1}$ )	118	93	79.6	63.8	42	39
$p$ ( $\times 10^{-3} K^{-1}$ )	-2.36	-3.32	-1.82	-1.64	-1.42	-2.30

Ces valeurs des coefficients  $p$  seront utilisées au chapitre 5 pour étudier la variation de conductivité thermique avec la contrainte.

### 3.4. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre nous avons décrit les bancs expérimentaux et les méthodes de caractérisation électriques et mécaniques des nanofils de silicium étudiés pendant cette thèse.

Dans la première partie, après avoir présenté la station de mesures sous pointes cryogénique de mesure, nous avons présentés et discuté les résultats des mesures électriques. Malgré une reproductibilité médiocre de la résistance des nanofils de type p qui paraît inhérente à leur sensibilité à l'environnement et son histoire, une tendance de la résistivité effective des nanofils à diminuer avec la section a pu être mise en évidence. Nous avons montré que cette diminution était cohérente avec la présence d'une zone de déplétion au voisinage des surfaces des nanofils.

Dans la seconde partie nous avons décrit les méthodes de chargement mécaniques *ex-situ* qui ont été développées pour appliquer des contraintes sur les nanofils. Nous avons finalement retenu la méthode de flexion quatre points directe de puce qui a été mise en œuvre dans la station sous pointes cryogénique.

Dans la troisième partie, nous avons exposé les résultats de mesure de piézorésistivité obtenus grâce à ces bancs de mesures. Avec des mesures avec chargement dynamique, un effet de piézorésistivité géante avec des valeurs du coefficient piézorésistif longitudinal allant jusqu'à 3 fois celui du silicium massif pour un nanofil de 80 nm de largeur a été mis en évidence pour des nanofils fortement dopés de type p. Les expériences indiquent que si cet effet est lié à des échanges de charges avec des pièges de surface, ces échanges ont des constantes de temps très élevées. Les coefficients en température du coefficient piézorésistif longitudinal des

mêmes nanofils de silicium sont négatifs et proches du silicium massif sans effet de taille systématique.

Il sera intéressant dans l'avenir de compléter les résultats par des mesures sur des nanofils identiques mais non libérés, sur des nanofils de type p avec d'autres niveaux de dopage et sur des nanofils de type n.

### 3.5. Références bibliographiques

- [BOS 07] A. Bosseboeuf et S. Petitgrand, "Interference microscopy techniques for microsystem characterization in "Optical inspection of Microsystems : Methods and applications", W. Olsten Ed. , Taylor and Francis, Chap8 p.217-244 (2007) ISBN 9780849336829
- [BOU 07] Jean Lemaitre, Pierre Alain Boucard et François Hild, « *Résistance mécanique des solides : Matériaux et structures* », Dunod 2007
- [CHE 84] Y.-Y. Yen, J.C. Wyant, "Two-wavelength phase shifting interferometry" *Appl. Opt.* **23**(24) p.4539-4543, 1984
- [CHO 08] C.H. Cho, R.C Jaeger and J.C. Suhling, "Characterisation of the Temperature Dependence of the Piezoresistive Coefficients of Silicon from -150°C to +125°C" *IEEE Sensors Journal*, vol. **8**, no. **8**, Aug. 2008
- [DUR 11] A. Koumela, D. Mercier, C. Dupré, G. Jourdan, C. Marcoux, E. Ollier, S. T. Purcell and L. Duraffourg, "Piezoresistance of top-down suspended Si nanowires" *Nanotechnology* **22** 395701, 2011
- [HAR 07] P. Hariharan; *Basics of Interferometry*. Academic Press. 2nd Edition 2007.
- [HE 06] R. He, P. Yang. "Giant piezoresistance effect in silicon nanowires" *Nature Nanotechnology* **1**, p.42-46, 2006
- [HOP 10] M. A. Hopcroft, W. D. Nix and T. W. Kenny, "What is the Young's Modulus of Silicon" *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. **19**, No. **2**, April 2010
- [KIM 06] I. Kimukin, M. S. Islam and R. S. Williams, "Surface depletion thickness of p-doped silicon nanowires grown using metal-catalysed chemical vapour deposition" *Nanotechnology*, Volume **17**, Number **11**, 2006
- [KUR 10] M. El Kurdi, H. Bertin, E. Martincic, M. De Kersauson, G. Fishman, S. Sauvage, A. Bosseboeuf, P. Boucaud, "Control of direct band gap emission of bulk germanium by mechanical tensile strain" *Applied Physics Letters*, vol. **96**(4), p. 041909, 3 pages, 2010

- [ROW 10] J.S. Milne, A.C.H. Rowe, S. Arscott, C. Renner, [Giant Piezoresistance Effects in Silicon Nanowires and Microwires] *Phy. Rev.***105**, 22, [2010](#).
- [YAN 09] Y. Yang, X. Li, [Giant Piezoresistance of Nano-Thick Silicon Induced by Interface Electron Trapping Effect] *IEEE 22nd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, [2009](#).

# Chapitre 4 : chargement mécanique *in situ* de nanofils avec actionneur MEMS

4.1 Introduction.....	117
4.2 Conception et dimensionnement des dispositifs MEMS intégrant une détection par nanofil.....	118
4.2.1 Technologie M&NEMS .....	118
4.2.1.1 Etapes de fabrication (Figure 2) .....	119
4.2.2 Conception du micro dispositif MEMS de test. ....	120
4.2.3 Dimensionnement et simulations du dispositif de test.....	123
4.3 Caractérisation du dispositif MEMS .....	131
4.3.1 Comportement du MEMS en chargement quasi statique.....	131
4.3.1 Comportement du MEMS en chargement dynamique.....	138
4.4 Conclusion et perspectives .....	140
Figure 23: Nouveau design de l'actionneur MEMS.....	141
4.5 Références bibliographiques .....	141

## 4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons une méthode pour appliquer des contraintes de manière *in situ* sur les nanofils. Un micro-actionneur électromécanique est utilisé pour appliquer des contraintes compressives et extensives sur des nanojaugees attachées à cette microstructure. En mesurant la résistance du nanofil en fonction de la contrainte appliquée, on peut ainsi caractériser leurs piézorésistances.

D'autres structures MEMS attachées à des nanofils réalisés de manière *bottom-up* [ZHA 11] ou *top-down* [MIL 10][ARE 08] existent déjà dans la littérature. Comme détaillé dans ce chapitre, ces structures sont attachées directement aux nanofils ce qui limite l'élongation maximum du nanofil et la course de la structure MEMS. Cependant, cet attachement direct peut aussi être un avantage pour étudier la limite de rupture des nanofils. Par exemple, M. S. Steighner *et al.* ont utilisé un actuateur thermique MEMS pour appliquer des contraintes en tensions sur des nanofils *bottom-up* de différentes orientations cristallines [STE 11].

Une méthode alternative, présentée en Figure 1, de chargement mécanique *in situ* est d'utiliser la contrainte résiduelle de films déposés de SiN<sub>x</sub> [PAS 11]. Mais cette

méthode ne permet pas d'ajuster simplement et de manière continue la contrainte appliquée.

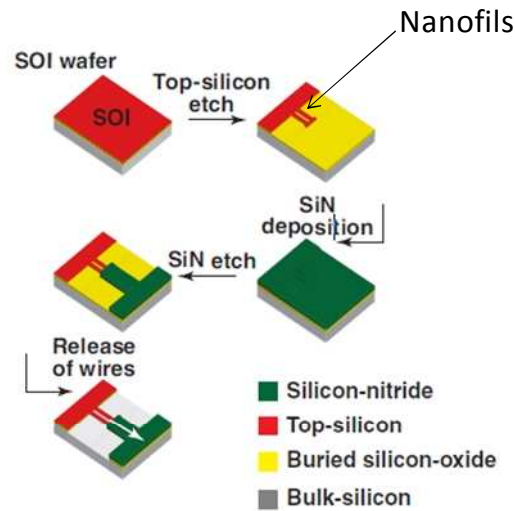


Figure 1: Principe de génération d'une contrainte sur un dispositif libéré doublement encastré à l'aide d'un film déposé présentant une contrainte résiduelle élevée [PAS 11]

Nous verrons enfin que le dispositif MEMS/NEMS, présenté dans ce chapitre, a pu démontrer que de large amplitudes course de mouvement de la structure peut être détectée grâce à un système de démultiplication entre la nanojauge et la masse suspendue du MEMS. La conception et le dimensionnement ainsi que la caractérisation de ce dispositif ont été fait à l'IMEP. La fabrication du dispositif a été faite au CEA-LETI.

## 4.2 Conception et dimensionnement des dispositifs MEMS intégrant une détection par nanofil

Dans cette partie, nous présenterons brièvement les étapes de fabrication de notre dispositif puis nous détaillerons sa conception.

### 4.2.1 Technologie M&NEMS

La technologie SOI M&NEMS du CEA-LETI permet d'intégrer des motifs de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur (partie MEMS) avec des motifs d'une faible épaisseur de 250 nm (partie NEMS) [ROB 09]. Une des applications notables de cette technologie a été le développement de gyromètre MEMS avec des nano jauges de contrainte intégrées [MIL 10]. Cette technologie a été exploitée pour intégrer des microactionneurs électrostatiques servant à appliquer *in situ* une contrainte mécanique sur un nanofil lors des mesures de piézorésistivité. Un des avantages par rapport aux mesures *ex situ* avec flexion directe ou indirecte de puce (voir chapitre 3) est de pouvoir maîtriser la transmission de contrainte entre l'actionneur et le fil. Cela peut également faciliter les mesures en fonction de la température. En effet, la puce

microfabriquée peut être directement positionnée sur le doigt froid de la station sous-pointe cryogénique<sup>1</sup>.

Le procédé de fabrication, présenté ci-dessous, contient plus de 26 niveaux de masques et est propriétaire du CEA-LETI. Seules les principales étapes pertinentes à notre application seront décrites.

#### 4.2.1.1 Etapes de fabrication (Figure 2)

Premièrement, le silicium supérieur du wafer SOI de 200 mm de diamètre est aminci jusqu'à 250 nm par oxydations sèches et gravures successives dans de l'acide fluorhydrique tamponné (BHF). Le silicium aminci est ensuite dopé au Bore par implantation ionique et recuit avec une concentration de  $5.19 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ .

Les motifs des nanofils (partie NEMS) sont délimités par des étapes de lithographie aux ultra-violet profonds (DUV) et gravure sèche (Figure 2a). Cette partie avec des motifs de taille nanométrique a besoin d'être protégée pour les étapes suivantes du procédé technologique. Un oxyde de protection de 500 nm d'épaisseur est déposé et structuré (Figure 2b).

Ensuite, une épaisseur de 10  $\mu\text{m}$  de silicium monocristallin dopé au Bore est épitaxiée sur le substrat (Figure 2c). Pour les mesures électriques, des plots de contact en alliage AlSi de 650 nm d'épaisseur sont déposés par pulvérisation et micro-structurés par lithographie DUV et gravure sèche. La partie MEMS issue de l'épitaxie est ensuite micro-structurée également par lithographie DUV et gravée par gravure ionique réactive profonde (Figure 2d).

Enfin, les parties NEMS et MEMS sont libérées par gravure en vapeur HF des couches d'oxyde enterrée et de protection. (Figure 2e et Figure 2f)

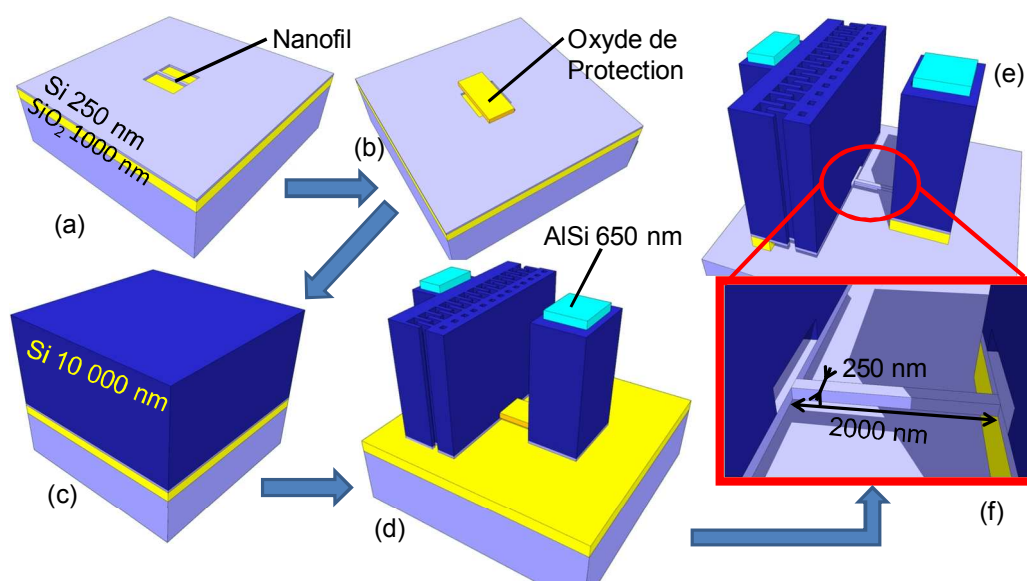


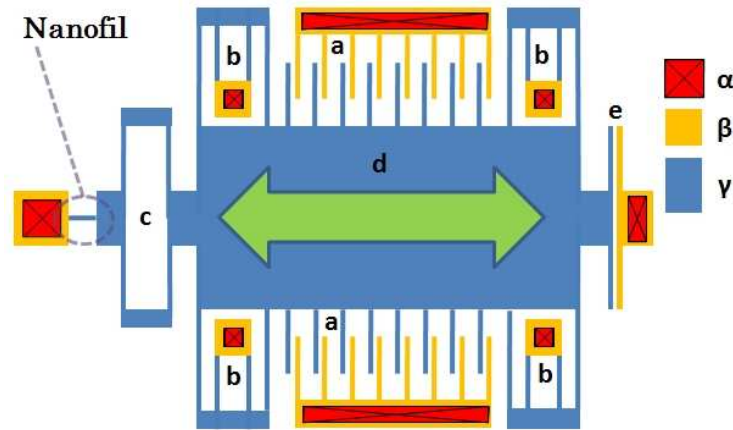
Figure 2: Schéma simplifié du procédé de fabrication M&NEMS de notre actionneur.

<sup>1</sup> Dans le cas de la flexion quatre points, il existe des pièces mécaniques intermédiaires et un capteur de force entre la puce et le doigt froid.



### 4.2.2 Conception du micro dispositif MEMS de test.

Les nanofils fabriqués dans la couche NEMS sont contraints longitudinalement en traction ou compression par un MEMS de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur actionné par deux peignes électrostatiques placés axialement (Partie **a** sur [Figure 3](#)).



*Figure 3: Schéma expliquant le principe de fonctionnement du dispositif N/MEMS. **a** : Plots de connexion métalliques. **b** : Silicium ancré et solidaire à la couche d'oxyde sous-jacente. **gamma** : Silicium suspendu où la couche d'oxyde sous-jacente a été libérée. **a** : peigne électrostatique tirant (ici) ou poussant suivant l'emplacement des dents. **b** : quatre ressorts de suspension. **c** : ressort d'amplification du mouvement (ou ressort démultiplicateur). **d** : masse centrale suspendue. **e** : capteur capacitif.*

Les entrefers de part et d'autre de chaque dent du peigne de la partie mobile sont dissymétriques. Leurs gaps, dans la direction du mouvement, sont respectivement de  $g_1 = 1 \mu\text{m}$  et  $g_2 = 3 \mu\text{m}$ . En fonction du sens de cette dissymétrie, le peigne permet d'induire des contraintes en compression ou en extension. La partie principale du MEMS est constituée par une masse centrale parsemée de trous carrés de libération<sup>2</sup> de  $1.2 \mu\text{m}$  de côté (partie **d**, [Figure 3](#)). Compte tenu de ses grandes dimensions par rapport à celles du nanofil, cette masse est considérée comme parfaitement rigide. La masse est maintenue par quatre ressorts à bras repliés (parties **b**, [Figure 3](#)) qui ont une faible raideur relative dans la direction du mouvement (indiquée par la flèche au centre de la [Figure 3](#)) et des raideurs plus importantes dans les deux autres directions perpendiculaires au mouvement pour minimiser le mouvement latéral de la structure. Un autre ressort (Partie **c**, [Figure 3](#)) est placé entre le nanofil et la masse centrale. Ce ressort a pour but de réduire le déplacement de l'extrémité libre du nanofil par rapport à celui de la masse sismique. En effet, le déplacement maximal de l'extrémité libre du nanofil est limité à quelques dizaines de nm avant rupture (voir [Chapitre 1](#)). La détection de ce mouvement ne peut donc se faire qu'indirectement via la mesure du mouvement de la masse centrale. Un simple modèle permet de conclure qu'un ressort de raideur 9 fois inférieure à celle du nanofil réduira le mouvement d'un facteur 10. Le mouvement dans le plan de la masse centrale est aussi détecté de manière capacitive à l'aide d'une électrode de

<sup>2</sup> Pour permettre aux vapeurs HF de s'immiscer sous la masse centrale et de graver la silice sous-jacente.

2000  $\mu\text{m}^2$  attachée à l'extrémité de la masse centrale et parallèle à une autre électrode fixe formant un gap initial de 1  $\mu\text{m}$  (partie e, Figure 3). Le mouvement peut être également détecté optiquement par traitement sub-pixel d'images.

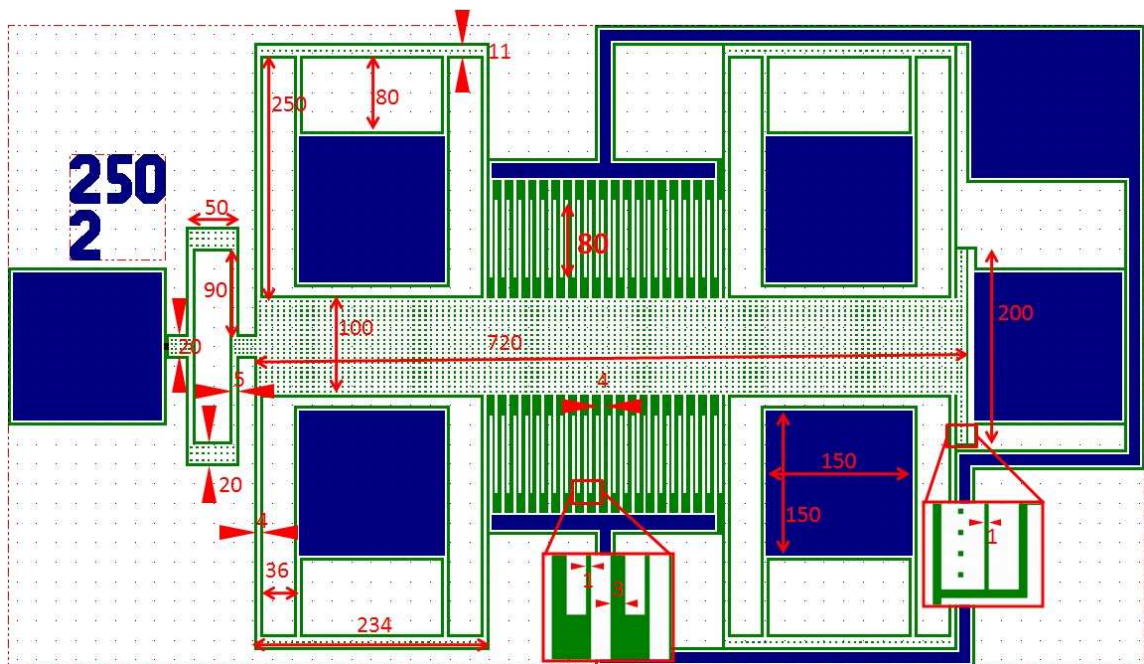


Figure 4 : Dimensionnement du MEMS (Les dimensions sont en microns)

Différents dispositifs ont été conçus pour tirer et pousser sur des nanofils de section variant entre  $250 \times 250 \text{ nm}^2$  et  $250 \times 500 \text{ nm}^2$ , et de longueur entre 2  $\mu\text{m}$  et 4  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur des nanofils est fixe. Elle est de 250 nm. Au total, il y a donc 6 géométries de nanofils<sup>3</sup>. Dans le but de réaliser un capteur de mouvement, cette taille de section est idéale. En effet la section est suffisamment petite pour concentrer la contrainte et suffisamment grande pour limiter les effets parasites de surface comme des charges piégées dans l'oxyde. Pour chacune de ces configurations, les MEMS ont été disposés selon trois orientations cristallines dans le plan (100) du substrat: [110], [100] (soit à  $45^\circ$  par rapport à [110]) et à  $22,5^\circ$  par rapport à [110] (Figure 5).

<sup>3</sup> Les géométries sont respectivement [largeur (en nm), longueur (en  $\mu\text{m}$ )] : [250,4], [250,3.5], [250,3], [250,2], [350,2] [500,2]

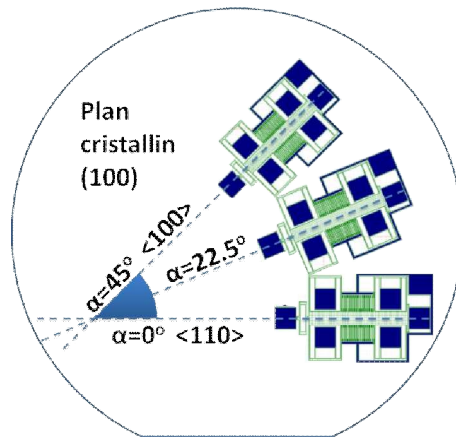


Figure 5: Représentation schématique des différentes orientations de chaque MEMS sur le wafer.

Pour chacune de ces configurations il y a un MEMS pousseur et un MEMS tireur. Il y a donc au total  $6 \times 3 \times 2 = 36$  dispositifs différents étudiés. Sur la Figure 6, On peut voir un aperçu de tous les dispositifs sur l'image du fichier GDSII du dessin du masque avec les différents niveaux. Le GDSII a été dessiné sur le logiciel *Cadence Virtuoso*. La Figure 7 montre la photo d'un dispositif complet avec un nanofil attaché.



Figure 6: Dessin complet du masque des dispositifs de test M&NEMS.

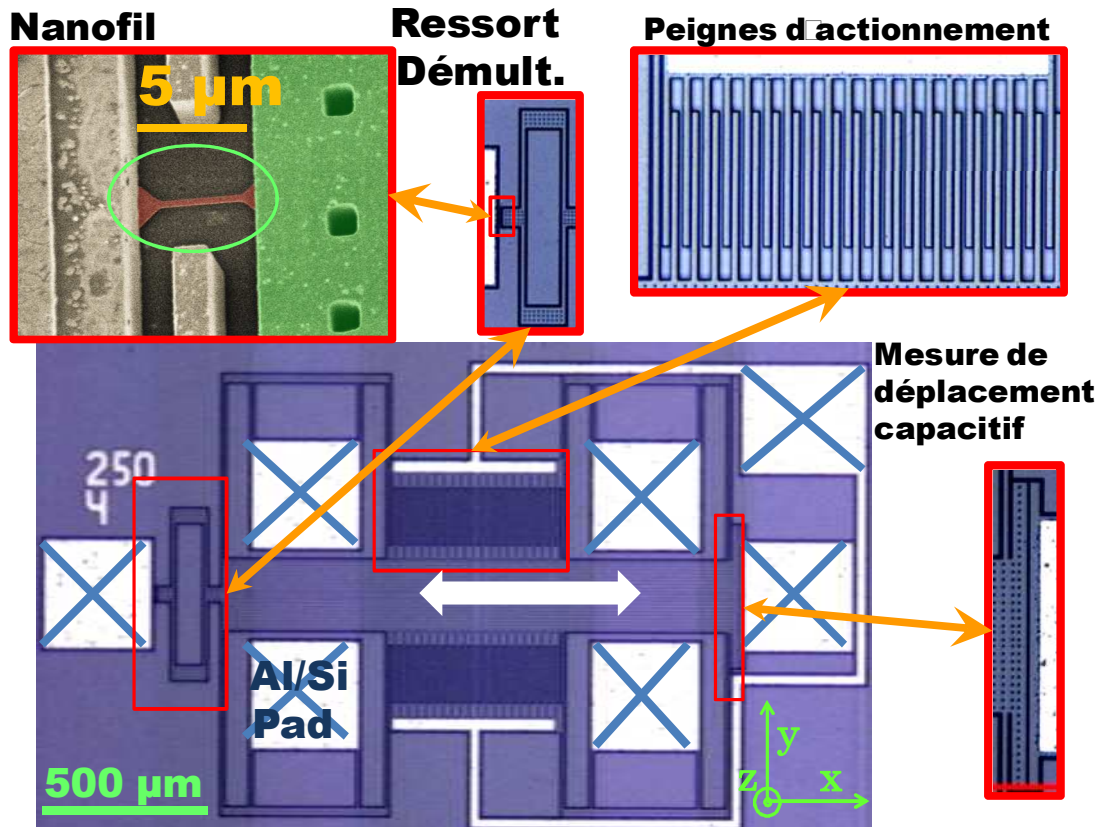


Figure 7: Image de microscopes électronique et optiques du dispositif complet et de ses parties.

#### 4.2.3 Dimensionnement et simulations du dispositif de test.

La contrainte longitudinale qui sera subie par les nanofils dans les gyromètres du projet ARIANE a été limitée à  $\pm 100$  MPa. C'est donc la contrainte minimale que doit générer les microactionneurs intégrés pour les tests. La Figure 8 montre que cette contrainte correspond à des forces maximales pouvant atteindre  $20 \mu\text{N}$  pour les nanofils les plus larges.

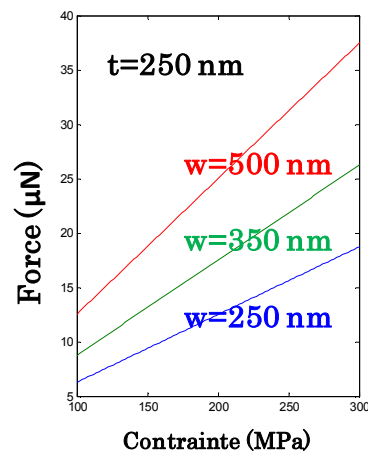


Figure 8: Force à appliquer sur des nanofils de section  $w \times t$  pour générer une contrainte longitudinale dans la gamme 100-300 MPa

Pour atteindre une contrainte sur le nanofil silicium de quelques centaines de MPa, il est important de bien dimensionner la structure pour balayer cette gamme de contraintes par application d'une tension choisie inférieure à 50 V et sans trop engendrer de contraintes parasites sur la structure. Il existe deux types d'actionnements par peigne électrostatiques appelés respectivement parallèle (déplacement parallèle aux dents) et latéral (déplacement perpendiculaire aux dents). Pour un même nombre de dents et pour une géométrie identique, ces deux types d'actionnement ont été comparés. Les calculs montrent que l'actionnement latéral offre de meilleures performances en termes de contrainte pour une tension donnée. La Figure 9 montre une comparaison entre la force issue de l'actionnement latéral  $F_{late}$  et celle de l'actionnement parallèle  $F_{para}$ . La force engendrée par une tension  $V$  pour un gap entre deux électrodes (dents) est calculée, puis elle est multipliée par le nombre de dents  $N$ .

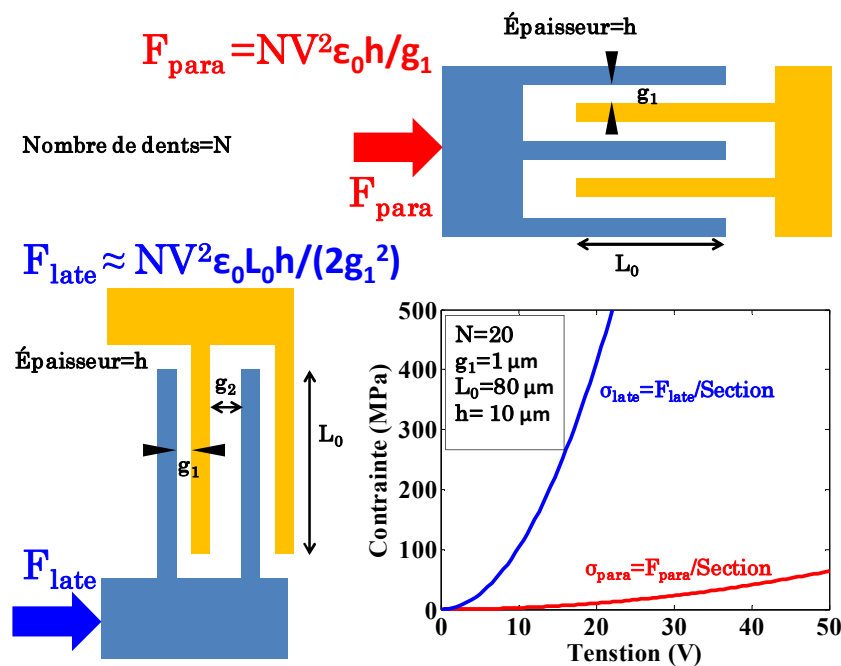


Figure 9: Comparaison entre les deux actionnements par peignes électrostatiques.

Pour l'actionnement latéral, il est à noter qu'il suffit d'avoir seulement 20 dents sur chacun des deux peignes pour atteindre la gamme de contraintes voulues ( $\sim 500$  MPa) pour une tension de l'ordre de 20 V. Le calcul a été effectué pour un nanofil de section  $250 \times 250 \text{ nm}^2$ , pour des dents se recouvrant sur une aire de  $80 \times 10 \mu m^2$  avec un gap entre les dents de  $1 \mu m$ .

Pour les ressorts de suspension de la Figure 3b, des structures du type double poutres repliées ont été choisies (Figure 10).

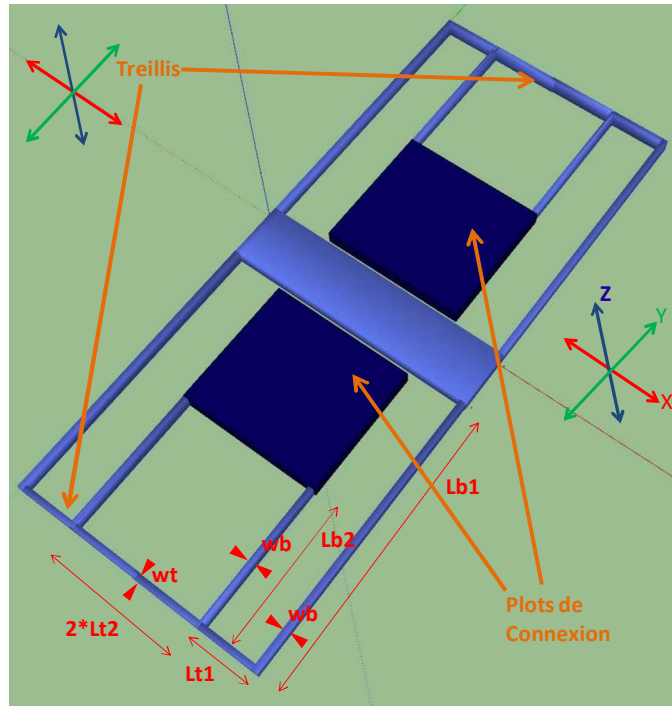


Figure 10: Schéma de la suspension choisie,  $L_{b1} = 200 \mu\text{m}$ ,  $L_{b2} = 100 \mu\text{m}$ ,  $L_{t1} = 40 \mu\text{m}$ ,  $L_{t2} = 50 \mu\text{m}$ ,  $w_b = 4 \mu\text{m}$ ,  $w_t = 10 \mu\text{m}$

Par un modèle de treillis [FED 94], la constante des ressorts (dans le sens du mouvement principal) a été estimée à  $39.5 \text{ N.m}^{-1}$  alors que les constantes de raideur dans les autres directions perpendiculaires au mouvement ont été estimées à  $800$  et  $1000 \text{ N.m}^{-1}$ . La formule est donnée en Annexe B. Ceci garantit un mouvement principal du MEMS très peu perturbé. La Figure 11 montre la rigidité longitudinale  $k_x$ , la rigidité transverse  $k_y$  et la rigidité verticale  $k_z$  en prenant  $E=165 \text{ GPa}$  et  $\nu=0.3$  en fonction de la largeur  $w_b$  et des autres dimensions indiquées. Idéalement la rigidité des suspensions doit être minimum dans le sens de l'actionnement et maximum dans les autres directions. En pratique la force de rappel longitudinale  $F_x$  doit être très faible devant la force des peignes, soit  $F_x = k_x x \ll \text{quelques } \mu\text{N}$ . Pour les nanofils choisis le déplacement maximum est de  $15 \text{ nm}$  et donc la rigidité longitudinale doit idéalement être  $\ll 100 \text{ N/m}$ .

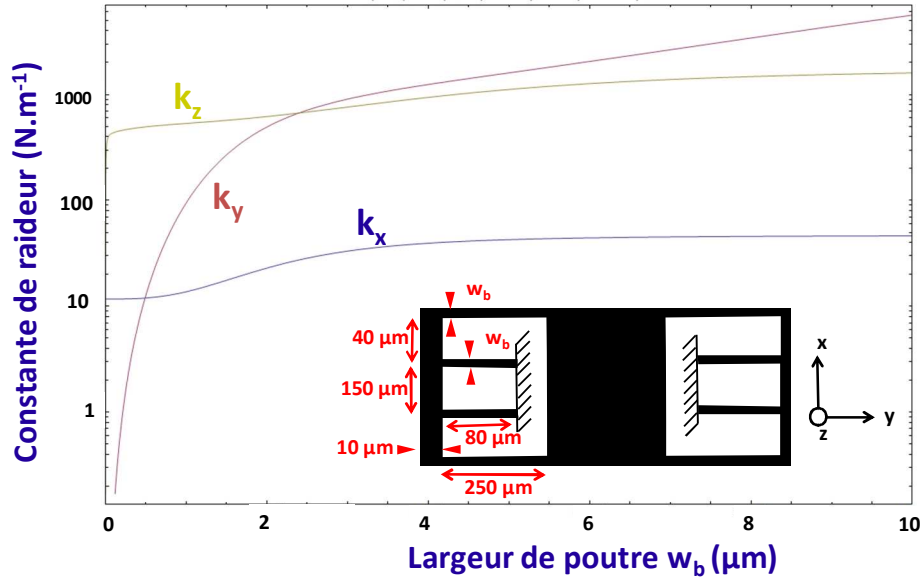


Figure 11: Coefficients de rigidité  $k_x$ ,  $k_y$ ,  $k_z$  de la suspension double pliée de la Figure 10 en fonction de la largeur de la poutre  $w_b$ . Les formules analytiques de [FED 94] ont été utilisées.

Au-delà de  $w_b = 3 \mu\text{m}$  les rigidités transverses et verticales sont peu variables avec  $w_b$  et supérieures à 20 fois la rigidité longitudinale. Celle-ci est voisine de  $30 \text{ N/m}$  et donc suffisamment faible selon le critère défini précédemment. Des simulations par éléments finis plus précises ont montrées que chaque ressort a des raideurs de  $k_x = 40 \text{ N.m}^{-1}$ ,  $k_z = 25k_x$  et  $k_y = 26k_x$  pour  $w_b = 4 \mu\text{m}$ . C'est la largeur retenue car une largeur plus faible aurait risqué de compromettre la survie de la structure suite à la fabrication.

Contrairement à d'autres travaux similaires [ZHA 11, MIL 10, ARE 08], les nanofils ne sont pas attachés directement à la partie MEMS du dispositif. Si le nanofil est directement attaché à la masse centrale du MEMS en mouvement, le déplacement maximum de celle-ci est limité par l'élongation maximale que peut supporter le nanofil. C'est pour cela qu'a été rajouté le ressort démultiplicateur qui absorbe une partie du mouvement de la masse centrale permettant à cette masse de pouvoir se déplacer plus amplement (d'une centaines de nanomètres) sans trop allonger le nanofil et risquer de le rompre. L'ajout de ce ressort démultiplicateur constitue un point original de ce dispositif. Il permet d'augmenter la gamme de mesure de déplacement de la masse sismique ou d'augmenter la résolution des mesures de piézorésistivité du nanofil.

Dans un premier temps, si on assimile le nanofil et le ressort démultiplicateur à des ressorts unidimensionnels orientés selon une direction  $x$ . On peut déduire la relation entre le déplacement de la masse centrale  $\Delta x_{sm}$  (sm: *shuttle mass*) et l'élongation du nanofil  $\Delta L_{nw}$  (nw: *nanowire*). On introduit alors la constante de raideur du ressort démultiplicateur  $k_{cs}$  (cs: *coupling spring*) et celle du nanofil  $k_{nw}$ .

$$\Delta L_{nw} = \frac{\Delta x_{sm}}{\left(1 + \frac{k_{nw}}{k_{cs}}\right)} \quad (1)$$

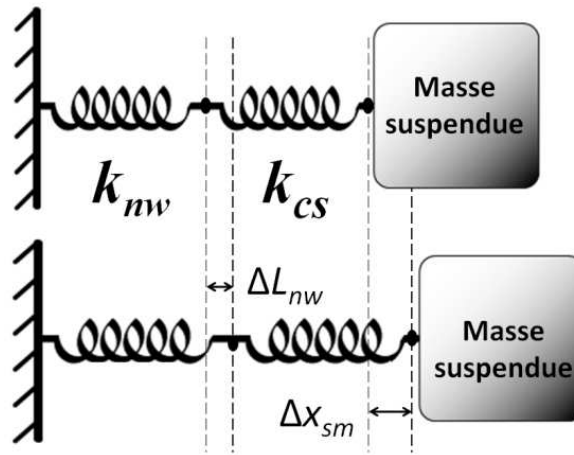


Figure 12: Elongation du système : nanofil + ressort démultiplicateur

Le rapport  $k_{nw}/k_{cs}$  peut être arbitrairement choisi pour ajuster l'amplitude de mouvement maximum de la masse suspendue pour que  $\Delta L_{nw}$  ne soit pas excessif et que la contrainte dans le nanofil ne dépasse pas la limite d'élasticité. Pour ce dispositif, le rapport a été choisi de telle sorte que  $\Delta L_{nw}/\Delta x_{sm}$  soit égal à environ 1/10. En fait, par souci de simplicité, plutôt que d'adapter  $k_{cs}$  pour chaque nanofil,  $k_{cs}$  a été fixé et donc  $k_{nw}$  varie d'un nanofil à l'autre. Cependant le rapport entre les constantes reste dans le même ordre de grandeur puisque  $k_n$  varie peu d'un nanofil à l'autre.

Pour connaître plus précisément les différentes constantes de raideur du dispositif, des simulations mécaniques par éléments finis ont été faites à l'aide du logiciel ANSYS (Figure 13). Pour ces simulations, à chaque élément, une matrice d'élasticité complète est associée pour chacune des trois orientations du dispositif :  $\langle 110 \rangle$  ( $\alpha = 0^\circ$ ),  $\langle 100 \rangle$  ( $\alpha = 45^\circ$ ) et l'orientation intermédiaire<sup>4</sup> ( $\alpha = 22.5^\circ$ ). Il a été démontré que le module de Young effectif de nanostructure en silicium diminue drastiquement pour une section inférieure à 50 nm [SAD 10]. Cependant, les nanofils de cette structure ont une plus petite dimension égale à 250 nm. On utilise donc les constantes d'élasticité du silicium massif.

Dans un repère orthonormé,  $x, y, z$  s'expriment, en utilisant les notations de Woldemar-Voigt, par  $xx=11 \rightarrow 1, yy=22 \rightarrow 2, zz=33 \rightarrow 3, yz=23 \rightarrow 4, xz=13 \rightarrow 5, xy=12 \rightarrow 6$ , la matrice d'élasticité est définie par :

<sup>4</sup> Les indices de Miller ne sont pas explicites pour  $\alpha=22.5^\circ$



$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{44} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{45} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad (2)$$

Où  $\sigma_i$  et  $\varepsilon_i$  sont la contrainte et l'élongation selon la direction  $i \in [xx, yy, zz, yz, xz, xy]$ . Puisque le MEMS est fabriqué sur un wafer (100), dans le modèle ANSYS, la direction  $z$  représente toujours l'axe [001]. Dans la littérature [WOR 65], la matrice d'élasticité est souvent donnée telle que  $x$  représente l'axe [100] et  $y$  [010]. Cette orientation correspond dans notre cas à  $\alpha = 45^\circ$ .

$$C_{\alpha=45^\circ} = \begin{bmatrix} 1.66 & 0.64 & 0.64 & & & \\ 0.64 & 1.66 & 0.64 & & & \\ 0.64 & 0.64 & 1.66 & & & \\ & & & 0.8 & 0 & 0 \\ & & & 0 & 0.8 & 0 \\ & & & 0 & 0 & 0.8 \end{bmatrix} 10^{11} Pa \quad (3)$$

En appliquant une matrice de rotation  $Q$  autour de l'axe  $z$  [001], on peut déduire les matrices d'élasticité dans les autres orientations. Pour le détail du calcul voir [KAA 09].

$$Q = \begin{bmatrix} \cos(-\alpha + \pi/4) & \sin(-\alpha + \pi/4) & 0 \\ -\sin(-\alpha + \pi/4) & \cos(-\alpha + \pi/4) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (4)$$

$$C_{\alpha=22.5^\circ} = \begin{bmatrix} 1.805 & 0.495 & 0.64 & 0 & 0 & -0.145 \\ 0.495 & 1.805 & 0.64 & 0 & 0 & 0.145 \\ 0.64 & 0.64 & 1.660 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.800 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0.800 & 0 \\ -0.145 & 0.145 & 0 & 0 & 0 & 0.655 \end{bmatrix} 10^{11} Pa \quad (5)$$

$$C_{\alpha=0^\circ} = \begin{bmatrix} 1.95 & 0.35 & 0.64 & & & \\ 0.35 & 1.95 & 0.64 & & & \\ 0.64 & 0.64 & 1.66 & & & \\ & & & 0.8 & 0 & 0 \\ & & & 0 & 0.8 & 0 \\ & & & 0 & 0 & 0.51 \end{bmatrix} 10^{11} Pa \quad (6)$$

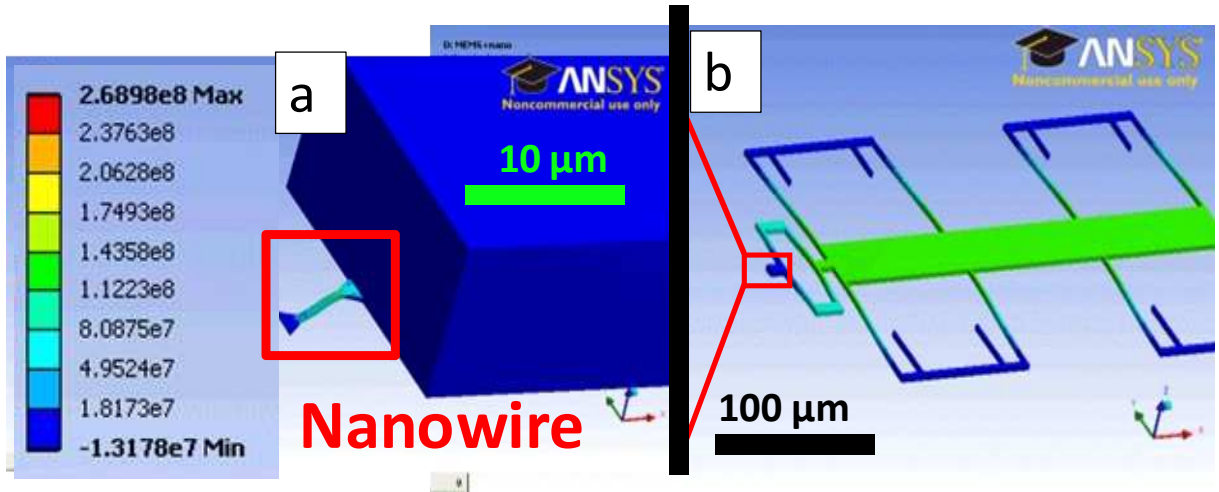


Figure 13: Simulation FEM du dispositif de test MEMS. a) vue rapprochée sur le nanofil. Carte de couleur: contraintes. b) vue générale du MEMS avec carte de déplacement. NB : les peignes électrostatiques n'ont pas été simulés puisque leurs forces, ou le déplacement qu'ils induisent, peuvent être directement imposés à la structure.

Les simulations par éléments finis (Figure 13a) ont montré que le nanofil n'était pas uniquement étiré (ou comprimé) horizontalement : un moment de flexion est exercé par le ressort démultipliateur. En effet, le nanofil est attaché à la base de l'épaisseur du ressort démultipliateur alors que la résultante de la force électrostatique responsable du mouvement du MEMS est située au milieu de l'épaisseur. Cet effet est probablement présent dans des travaux déjà publiés [ZHA 11], mais n'a pas été identifié ni discuté. Nous allons voir ci-dessous que ce moment de flexion modifie de manière non négligeable le champ de contrainte dans le nanofil.

Comme le montre la Figure 13, le nanofil est attaché au ressort démultipliateur via des zones de transition triangulaires. Ces dernières permettent de diminuer l'effet néfaste de concentrations de contraintes aux angles droits. En contrepartie, le nanofil n'est plus parfaitement parallélépipédique. Il y a donc une ambiguïté pour choisir sa longueur. Nous avons choisi de définir la longueur du nanofil comme étant la distance entre les extrémités libres des zones de transition. Ce choix se justifie par le fait que la contrainte normale (ou longitudinale)  $\sigma_{xx}$  moyennée sur la section du fil chute considérablement dans les zones de transition (Figure 14). Alors que la contrainte normale moyennée dans le nanofil de section constante est constante avec la position selon  $x$ . Il est donc naturel de choisir le nanofil comme étant entre les ancrages.

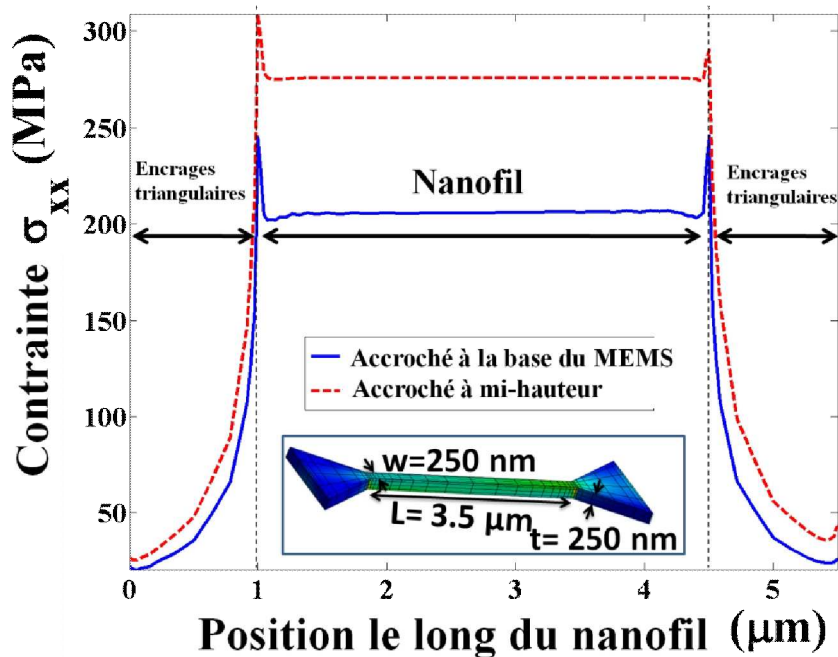


Figure 14: Contraintes normales moyennées sur la section d'un nanofil de 250 nm de largeur, 3.5  $\mu\text{m}$  de longueur orienté selon la direction  $\langle 100 \rangle$  ( $\alpha = 45^\circ$ ). Dans cette simulation, un déplacement de la masse suspendue de 75 nm est imposé comme condition aux limites. La courbe bleue est la contrainte selon la position  $x$  du nanofil dans le cas du dispositif réel où le nanofil est accroché à la base de la hauteur du MEMS. La courbe rouge en pointillés trace la contrainte dans le cas idéal où le nanofil est accroché au milieu de la hauteur du MEMS.

La Figure 14 montre que la distribution de contrainte  $\sigma_{xx}$  change nettement entre le cas idéal et le cas réel. La contrainte normale moyennée dans la section du nanofil est 30% inférieure dans le cas réel (avec un moment de flexion). Dans ce cas, la contrainte qui aurait dû se concentrer dans la section du fil se dilue dans le ressort démultiplicateur.

Les autres composantes de la contrainte ont également été calculées. Via le coefficient de Poisson, la contrainte  $\sigma_{zz}$  est non nulle et vaut dans le cas présenté en Figure 14 : 10 MPa. Les quatre autres composantes du tenseur de contrainte<sup>5</sup> sont négligeables.

Pour la détection capacitive, ont été prévu deux électrodes en parallèles de 200  $\mu\text{m}$  de long, 10  $\mu\text{m}$  de haut (hauteur de la partie MEMS) et séparées d'un gap de 1  $\mu\text{m}$ . Cette capacité a une valeur de  $C_0 = 18\text{ fF}$ . Enfin des plots de 150  $\mu\text{m}$  X 150  $\mu\text{m}$  ont été prévus pour les contacts électriques.

En plus des simulations statiques pour déterminer la contrainte, des simulations modales ont été faites, pour déterminer l'allure des modes de résonances de la structure MEMS et leurs fréquences propres associées (Figure 15). On utilise une densité effective pour la masse trouée et on néglige la masse des peignes. Le premier

<sup>5</sup>  $\sigma_{yy}, \sigma_{yz}, \sigma_{xz}, \sigma_{xy}$

mode de la structure correspond à un mouvement résonant hors-plan et sa fréquence de résonance est calculée autour de 53 kHz. Ce mode ne peut pas, en principe, être excité électrostatiquement par les peignes car ils induisent un mouvement perpendiculaire à ce mode. En revanche, le deuxième mode de résonance de la structure correspond à un mouvement dans le plan parallèle au mouvement induit par l'excitation électrostatique des peignes. Sa fréquence propre est située autour de 62 kHz.

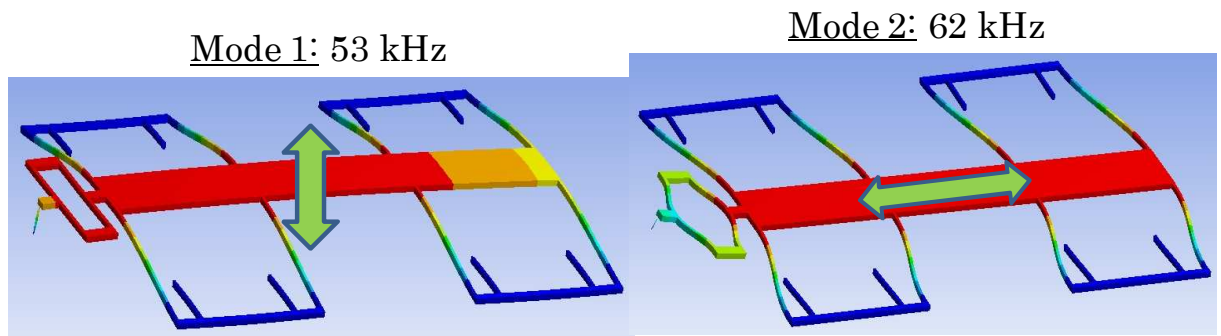


Figure 15: Simulation modale de la structure MEMS. Carte de couleur : déplacement relatif.

### 4.3 Caractérisation du dispositif MEMS

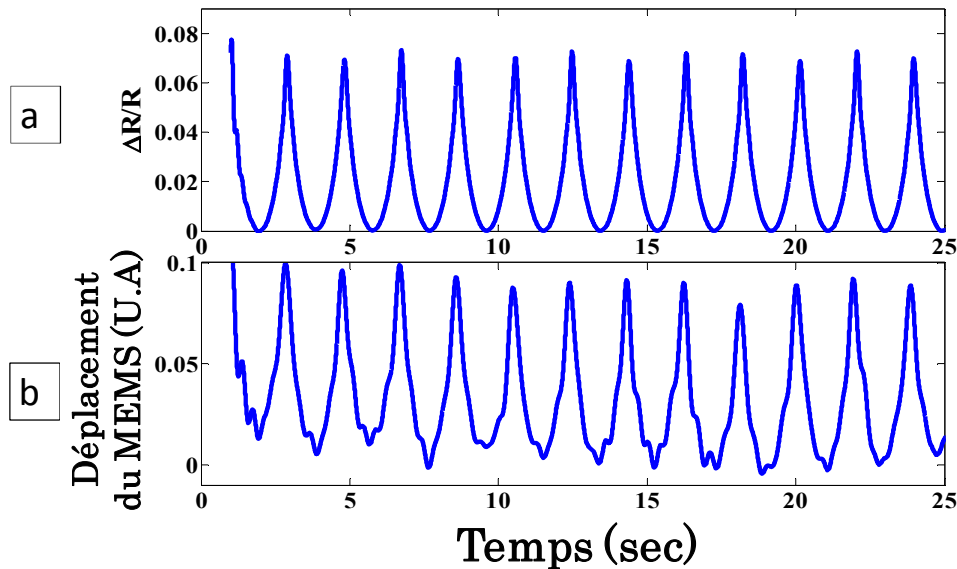
Comme expliqué dans la partie précédente, le dispositif de test MEMS fabriqué au CEA a pour but de contraindre en tension et en extension des nanofils accrochés à son extrémité. Le dispositif peut également être utilisé comme capteur de mouvement de la masse centrale avec le nanofil comme jauge de contrainte. Une partie des mesures dynamiques ont été effectuées avec l'aide de Seifeddin Marroufi dans le cadre de son stage de Master.

#### 4.3.1 Comportement du MEMS en chargement quasi statique

Toutes les mesures électriques sur ce MEMS ont été effectuées dans l'enceinte cryogénique décrite au chapitre 3. Les mesures de piézorésistance du nanofil ont été effectuées avec un courant  $I = 10 \mu\text{A}$ . Des simulations par éléments finis électrothermiques ont montrées que ce courant n'élevait la température dans la nanostructure que de 0.1 K (voir chapitre 5). Le calcul est décrit au chapitre suivant dédié à l'étude thermique des nanofils. Les résistances des nanofils ont été déterminées en mesurant la tension entre un plot de contact situé à la masse et le plot de contact qui touche le nanofil. Entre le plot de contact à la masse et l'extrémité du nanofil, une partie de la partie MEMS est traversée par les lignes de courants. La résistance de cette partie micrométrique est négligeable devant celle du nanofil du fait de sa grande taille par rapport à celle du nanofil.

Le chargement mécanique a été réalisé en appliquant, aux bornes des peignes électrostatiques, une tension triangulaire symétrique de 10 V pic à pic d'amplitude et

de fréquence 0.02 Hz (chargement quasi statique). Le changement de résistance a été mesuré continûment comme illustré dans les [Figure 16](#) et [Figure 19](#). Cette méthode de mesure permet de pouvoir détecter et corriger les dérives temporelles de la résistance. Avec un signal d'excitation triangulaire du MEMS, la réponse piezoresistive une fonction parabolique périodiques car la force du peigne électrostatique transmise au nanofil est proportionnelle au carré de la tension d'excitation.



*Figure 16: Corrélation entre a) variation relative de la résistance du nanofil et b) le déplacement du MEMS mesuré par recalage sub-pixel d'images. Cet exemple de mesure correspond à un fil de 2  $\mu\text{m}$  de long et de section 250x250  $\text{nm}^2$ . L'orientation du fil est  $\langle 110 \rangle$*

Comme le montre l'exemple de la [Figure 16](#), pour vérifier que la variation de résistance mesurée est simplement due à un effet piézorésistif, le déplacement du MEMS a été mesuré optiquement par microscopie optique avec traitement sub-pixel d'images. Cette technique permet de mesurer à la cadence vidéo le déplacement horizontale d'une structure vibrante. Elle repose sur l'analyse des variations du gradient d'intensité lumineuse au bord des motifs de la microstructure lors de son déplacement dans le plan ([Figure 17](#)). La limite de détection dépend du grossissement de l'objectif, du bruit, du contraste et du contenu de l'image. Des travaux précédents à l'IEF ont montré que cette mesure pouvait permettre de détecter dans les meilleurs cas des déplacements inférieurs à 1/100 de pixel [[PET 04](#)]. Ceci correspond à environ 4 nm pour la caméra et l'objectif de microscope utilisés. Les motifs utilisés pour cette détection sont les trous de libérations de la masse suspendue. La comparaison entre la mesure piézorésistive et la mesure optique ([Figure 16](#)) montre la proportionnalité entre les deux. Ceci valide que le changement de résistance est bien dû au mouvement du MEMS et donc à un effet piézorésistif.

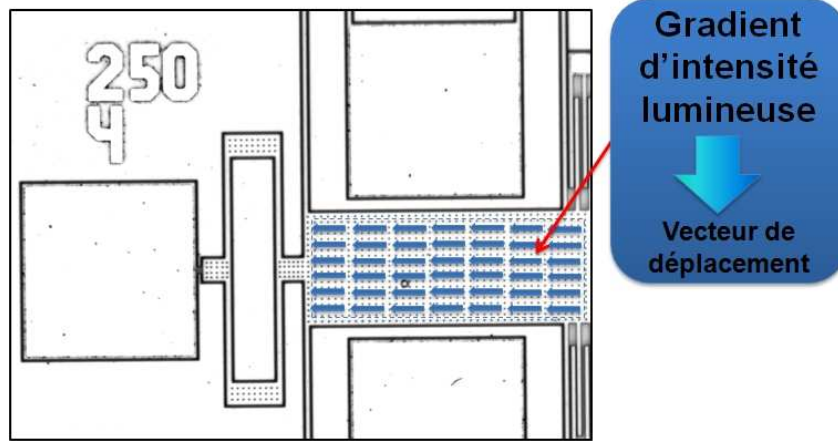


Figure 17: Principe de détection optique du déplacement horizontal du MEMS.

La mesure de piézorésistance a été également comparée avec une détection, cette fois-ci capacitive et quantitative, du déplacement du MEMS. Lorsque le MEMS se déplace d'une distance  $\Delta x_{sm}$  la capacité située à son extrémité varie selon<sup>6</sup> :

$$C_{mesurée} = C(\Delta x_{sm}) = C_p + \varepsilon_0 \frac{S}{g + \Delta x_{sm}} \quad (7)$$

Où  $C_p$  représente les capacités parasites présentes du circuit ;  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide ;  $S$  et  $g$  sont respectivement la surface des électrodes en vis-à-vis et le gap qui les séparent. Soit  $C_0$  la capacité initiale mesurée sans déplacement :

$$C_0 = C_p + \varepsilon_0 \frac{S}{g} \quad (8)$$

Suite à la mesure de la capacité, il est possible d'inverser l'équation et d'obtenir le déplacement de la masse suspendue.

$$\Delta x_{sm} = -\frac{(C_0 - C_{mesurée})g^2}{\varepsilon_0 S - (C_0 - C_{mesurée})g} \quad (9)$$

Par exemple, pour un nanofil de 250 nm de largeur, 3.5  $\mu\text{m}$  de longueur contraint en compression, si on mesure  $C_0 = 1.7956 \times 10^{-12}$  F et  $C_{mesurée} = 1.7945 \times 10^{-12}$  F, ce qui correspond à un déplacement de -6.8 nm.

Pour mesurer ces changements de capacité, une carte électronique fondée sur le circuit AD7747 de la société Analog Device a été conçue et réalisée en collaboration avec Fabien Parrain (Maître de conférences). Ce circuit est un convertisseur numérique de capacité ayant une résolution de 24 bit. Ce circuit a été choisi car il permet de mesurer une capacité entre deux électrodes dont une connectée à la masse. Il s'agit de l'électrode constituée de la masse suspendue. La fréquence d'acquisition

<sup>6</sup> On peut négliger les effets de bord si  $g$  est petit devant les autres dimensions

des données peut aller jusqu'à 45 Hz. Ces données sont récupérées par un microcontrôleur via le bus I<sup>2</sup>C. Une fois les données traitées par le microcontrôleur, elles sont envoyés sur un PC via une liaison série de norme RS-232. La Figure 18 présente la boucle de mesure où la capacité et le changement de résistance du nanofil sont mesurés simultanément.

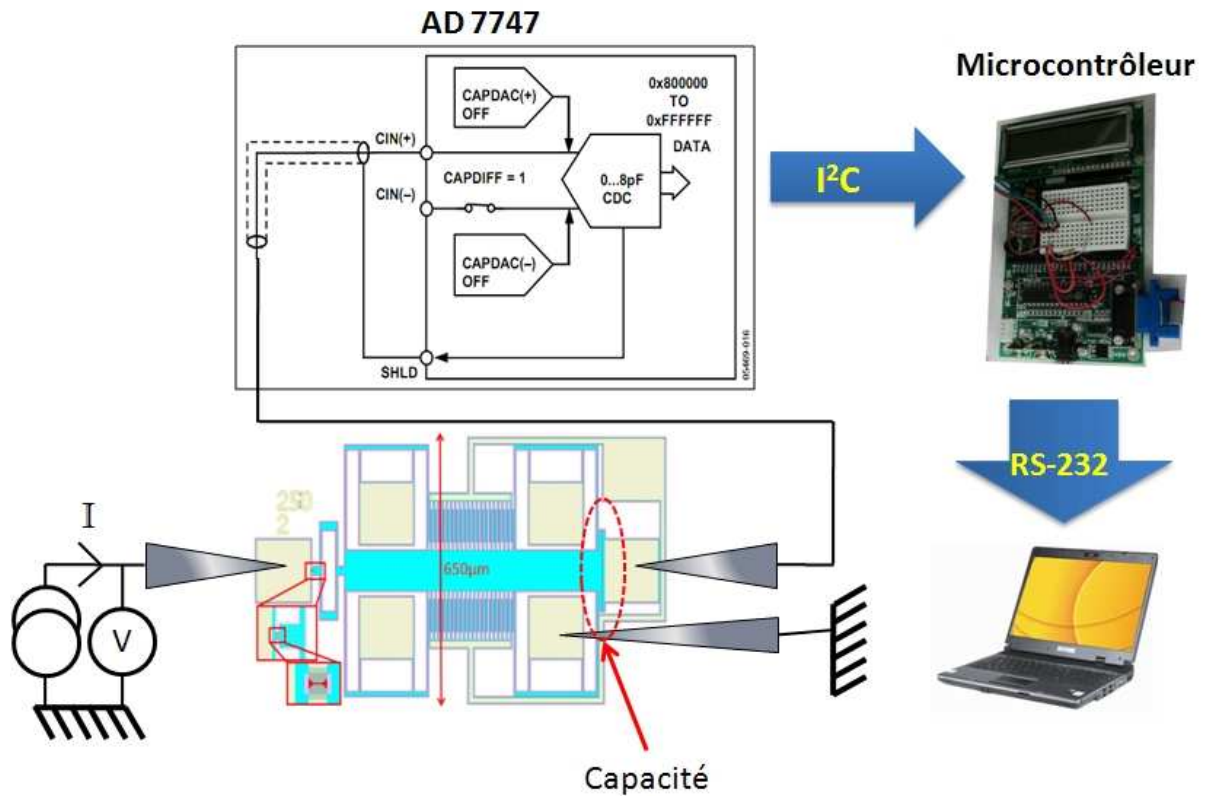


Figure 18: Boucle de mesure de détection capacitive

La Figure 19 montre un exemple de mesure de déplacement comparé à la variation relative de résistance du nanofil. Pour cet exemple, un nanofil de 250 nm de largeur, de 2 μm de longueur et orienté selon  $\langle 110 \rangle$  a été utilisé.

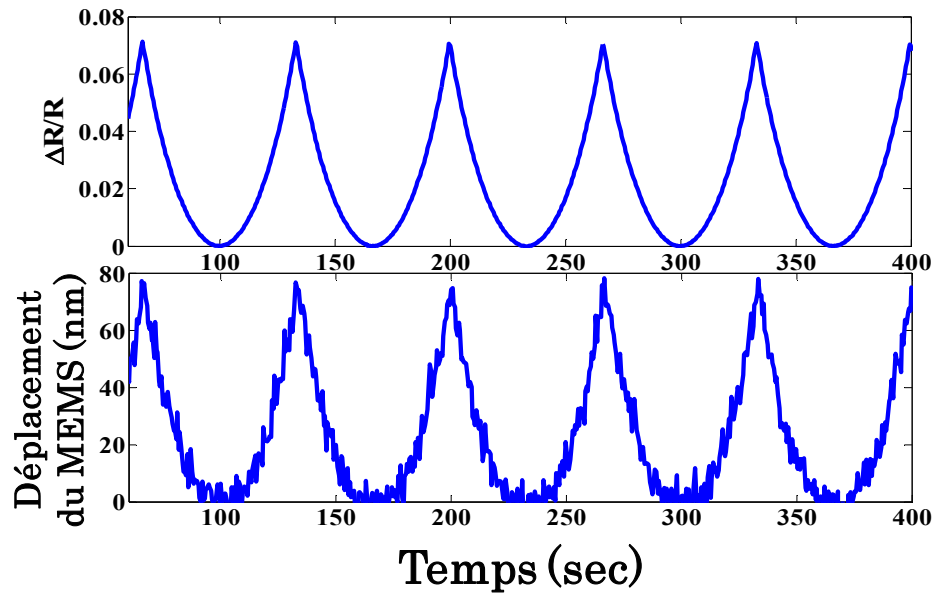


Figure 19: Corrélation entre la variation relative de résistance d'une jauge à nanofil de 250 nm de largeur et 2  $\mu\text{m}$  de longueur (orientation  $\langle 100 \rangle$ ) et la mesure de déplacement capacitive.

La valeur RMS du bruit de cette mesure capacitive a été estimée à 48 aF. Cette valeur est proche du bruit de mesure de l'AD7747 qui, d'après le constructeur, est de l'ordre de 18 aF. Ce bruit, en supposant les paramètres  $g$  et  $S$  parfaitement connus induit correspond à un bruit RMS en déplacement du MEMS de 2.8 nm.

La Figure 19 montre que la mesure de variation de la piézorésistance du nanofil est nettement moins bruitée. Le bruit RMS de cette variation relative de résistance est estimé à  $5 \cdot 10^{-5}$  Ohm/Ohm. En utilisant la mesure capacitive pour étalonner le déplacement, ce bruit peut être converti en bruit de déplacement. Il correspond à une limite de détection en déplacement de 0.7 Å. C'est environ 40 fois moins bruyant que la mesure réalisée par la méthode capacitive. Ainsi nous pouvons conclure que, pour la mesure de déplacements nanométrique d'un MEMS, la jauge de contrainte piezoresistive à nanofil présente de très bonnes performances.

Différentes mesures capacitives avec différent nanofils ont montré que la course maximale détectable dans le régime linéaire de piézorésistance peut atteindre 180 nm. Ceci a été mesuré pour des nanofils de 250 nm de largeur et de 4  $\mu\text{m}$  de longueur. Par comparaison, cette course correspond à plus de la moitié de la distance avant pull-in<sup>7</sup> [KAA 09] de l'actionnement du MEMS qui est d'environ  $1000/3=333$  nm.

La Figure 20 montre une très bonne linéarité entre la variation de résistance et le déplacement de la masse suspendue. Cette courbe a été obtenue en compilant les résultats de deux dispositifs MEMS différents : un qui tire sur le nanofil et un qui le comprime. Pour cet exemple, les déplacements de la masse suspendue induisent une contrainte dans la gamme -175 MPa à 175 MPa dans le nanofil. Cette estimation a

<sup>7</sup> Cette distance correspond à une instabilité inhérente aux peignes électrostatiques.



été faite à l'aide de simulations par éléments finis. La même linéarité a été observée pour les autres nanofils d'autres dimensions et d'autres orientations.

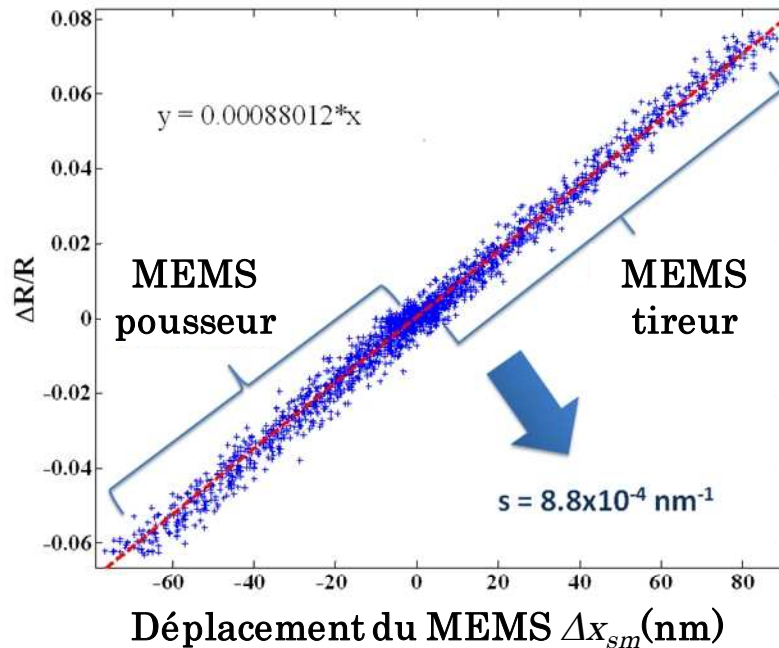


Figure 20: Exemple de variation relative de résistance en fonction du déplacement de la masse suspendue pour un nanofil de 250 nm de largeur, 3.5  $\mu\text{m}$  de longueur orienté selon la direction  $\langle 100 \rangle$ .

Pour quantifier les performances de mesure de la jauge piezoresistive, nous introduisons le rapport  $s$  entre la variation de résistance  $\Delta R/R$  et le déplacement de la masse suspendue  $\Delta x_{sm}$ . Ce rapport est proportionnel au facteur de jauge du nanofil et à son coefficient piézorésistif longitudinal. À l'instar des coefficients piézorésistifs, ce rapport  $s$  est fonction de l'orientation des nanofils: il décroît avec l'angle par rapport à la direction  $\langle 110 \rangle$  comme prévu par [BAR 10]. Cette décroissance a été observée comme indiqué dans le Tableau 1. Malgré les différentes tailles et longueurs de nanofils testés, la dépendance avec la géométrie de la jauge de ce rapport  $s$  n'a pas pu être mise en évidence. Cette absence de variation de piézorésistance avec la section du nanofil pouvait être attendue pour des nanofils dont la plus petite dimension est supérieure à 100 nm [ROW 10]. En d'autres termes, les nanojauges de 250 nm de largeur et de 250 nm d'épaisseur ont un comportement piézorésistif identique au silicium massif à ce niveau de dopage.

Dans cette étude, il n'est pas possible d'extraire les trois coefficients indépendants du tenseur de piézorésistance. En effet à cause des orientations choisies initialement au tout début de la thèse pour dessiner les masques, la matrice liant les trois changements de résistance selon les trois orientations cristallines avec les trois coefficients piézorésistifs ( $\Pi_{11}$ ,  $\Pi_{12}$  et  $\Pi_{44}$ ) n'est pas inversible pour les orientations  $\alpha = 0, 22.5, 45^\circ$  de  $\langle 110 \rangle$ . En effet dans le cas d'un nanofil parallélépipédique contraint longitudinalement, la variation de résistance selon la direction  $\theta = -\alpha + \pi/4$  ( $\theta$  est l'angle par rapport à  $\langle 100 \rangle$ ) vaut (voir chapitre 1):

$$\frac{\Delta R}{R}(\theta) = \sigma_{xx}[\pi_{11}(\cos^4(\theta) + \sin^4(\theta)) + \pi_{12}2\cos^2(\theta)\sin^2(\theta) + \pi_{44}\sin(2\theta)\cos(\theta)\sin(\theta)] \quad (10)$$

Pour chacune des trois orientations du MEMS on peut extraire  $\Delta R/R(0)$  (selon  $\langle 100 \rangle$ ),  $\Delta R/R(\pi/8)$  ( $\alpha=22.5^\circ$ ) et  $\Delta R/R(\pi/4)$  (selon  $\langle 110 \rangle$ ). On obtient alors la matrice :

$$\begin{bmatrix} \frac{\Delta R}{R}(0) \\ \frac{\Delta R}{R}(\pi/8) \\ \frac{\Delta R}{R}(\pi/4) \end{bmatrix} = \sigma_{xx} \begin{bmatrix} 1/2 & 1/2 & 1/2 \\ 3/4 & 1/4 & 1/4 \\ 1 & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \pi_{11} \\ \pi_{12} \\ \pi_{44} \end{bmatrix} \quad (11)$$

Cette matrice n'est pas inversible. Il n'est donc pas possible de déduire les trois coefficients piézorésistifs indépendants à partir de la mesure de ces trois variations de résistances. Cependant, il est possible de déduire les coefficients longitudinaux selon chaque orientation comme le montre le [Tableau 1](#). Ces valeurs sont en accord avec les valeurs du silicium massif pour le même dopage.

*Tableau 1 : Différents facteurs piézorésistifs en fonction de l'orientation cristalline*

$\alpha$ = Angle depuis $\langle 110 \rangle$	$0^\circ$	$22.5^\circ$	$45^\circ$
<b>Rapport s</b> ( $\times 10^4 \text{ nm}^{-1}$ ) $s(\alpha) = \frac{\Delta R/R}{x_s}$	7.4	3.3	0.37
Coefficient piézorésistif longitudinal mesuré (silicium massif) ( $\times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ ) $\pi_l(\alpha) = \frac{\Delta R/R(\alpha)}{\sigma_{xx,avg}(\alpha)} = \frac{x_s s(\alpha)}{\sigma_{xx,avg}(\alpha)}$	34.8 <b>(36.68)</b>	20.2 <b>(21.64)</b>	1.93 <b>(6.79)</b>
Facteur de jauge effectif $GF(\alpha) = \frac{\pi_l(\alpha)}{E_{young}(\alpha)}$	58.8	30.73	2.5

Enfin, la variation de la piézorésistance des nanofils a été étudiée en fonction de la température dans la gamme de 77 à 300 K. En accord avec les résultats publiés par Cho *et al.* [CHO 08], la variation avec la température est linéaire et décroissante. Le coefficient en température mesuré est  $\frac{1}{s_0} \frac{\partial s}{\partial T} = -2.8 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ .

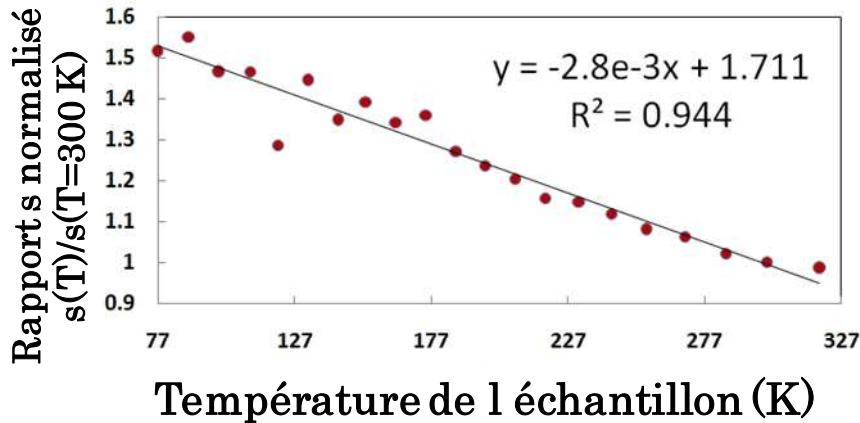


Figure 21: Variation du rapport  $s$  normalisé par rapport à sa valeur à 300K en fonction de la température. (Pour un nanofil de 250 nm de largeur, 4  $\mu\text{m}$  de longueur orienté selon  $\langle 110 \rangle$ )

### 4.3.1 Comportement du MEMS en chargement dynamique

Afin de démontrer l'intérêt d'utiliser une nanojauge de contrainte pour caractériser les vibrations d'un MEMS, des mesures dynamiques de mouvement du MEMS ont été réalisées. Pour ces mesures le MEMS a été excité en vibration en appliquant une tension sinusoïdale sur les peignes électrostatiques avec un générateur de fonction double voies. La tension aux bornes de la nanojauge piézorésistive a été mesurée avec un détecteur synchrone. Les mesures ont été effectuées pour plusieurs tensions d'excitation en balayant la fréquence autour de la première fréquence de résonance du MEMS estimée à 56 kHz à partir de simulations par éléments finis. Notons qu'un courant continu a été injecté dans la jauge.

L'amplitude et le déphasage de la tension aux bornes de la jauge sont tracés dans la Figure 22 en fonction de la fréquence d'excitation du MEMS et pour différentes tensions d'excitation  $V_d$ . Les mesures ont été effectuées à pression atmosphérique (Figure 22 a et b) et sous vide à  $P=4 \times 10^{-3}$  mbar (Figure 22 c et d). On observe bien la présence de pics de résonance en amplitude associés à un déphasage d'environ  $-90^\circ$  qui sont caractéristiques de la résonance mécanique d'un système résonant du 2<sup>ème</sup> ordre du type masse/ressort. Le facteur de qualité de la résonance du MEMS extrait des courbes est de 7 à pression ambiante et de 30 000 à  $4 \times 10^{-3}$  mbars. Ce comportement classique est cohérent avec la présence d'un amortissement visqueux dominant à l'air qui est éliminé sous vide. La valeur du coefficient de qualité sous vide reste, à cette pression, limitée par d'autres sources d'amortissement comme les pertes aux ancrages et l'amortissement thermoélastique. Notons que le coefficient le qualité assez élevé sous vide permet des mesures avec des tension d'excitations très faibles (quelques mV). Lorsque la tension d'excitation des peignes augmente, on observe une diminution de la fréquence de résonance. Cet effet non linéaire est fréquemment rencontré dans les MEMS et connu comme l'effet de ressort mou (ou *soft-spring effect*) [TAY 00]. Cet effet apparaît lorsque la force de rappel du ressort ne dépend plus linéairement du déplacement de masse et présente un terme cubique avec un coefficient positif.

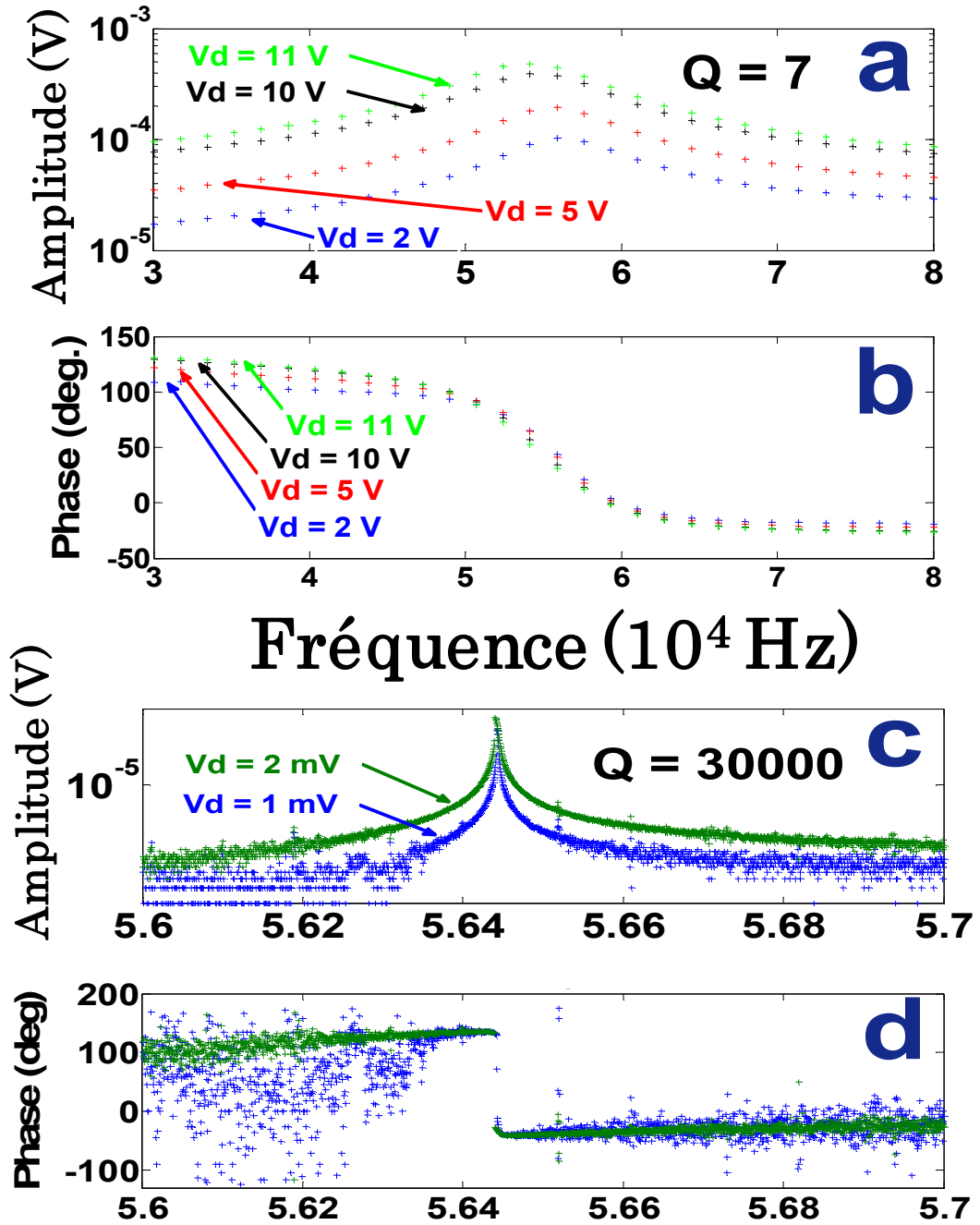


Figure 22 Amplitude et phase de la tension au borne de la jauge piezoresistive tracées pour différentes tensions d'excitation du peigne électrostatique  $V_d$ . (a,b): mesure à pression atmosphérique (c,d): mesure en vide moyen à  $4 \times 10^{-3}$  mbar.

Ces mesures démontrent l'intérêt d'intégrer une détection par nanojauge piézorésistive dans un dispositif MEMS résonant à basse fréquence.

## 4.4 Conclusion et perspectives

Dans cette partie nous avons décrit les résultats de dimensionnement de caractérisation d'un MEMS relié à une nanojauge piézorésistive via un ressort démultiplicateur du mouvement. Ce dispositif a été à la fois utilisé comme moyen de caractérisation électromécanique de nanofils *top-down* mais aussi comme prototype démonstrateur de la détection par nanojauge piézorésistive du mouvement horizontale d'un MEMS. Nous avons montré que la détection par nanojauge piézorésistive présentait une limite de détection de déplacement très faible ( $<1\text{\AA}$ ) et meilleure qu'une détection intégrée capacitive classique. Les coefficients piézorésistifs longitudinaux de nanofils de différentes orientations ont été extraits de la mesure. Ces coefficients sont très proches des coefficients piézorésistifs du silicium massif ce qui était attendu pour des nanofils fortement dopés de dimensions moyennes. Ces coefficients ont une dépendance avec la direction dans le plan conforme aux prédictions théoriques. Enfin, il a été montré que la jauge piézorésistive peut être utilisée comme moyen de caractérisation dynamique d'un MEMS ou comme méthode de détection intégrée de capteurs MEMS résonants.

Une deuxième version du dispositif MEMS a été dessinée. La fabrication de ce dispositif a été entreprise par le CEA-LETI mais nous n'avons pas eu le temps de caractériser les puces. La [Figure 23](#) présente les améliorations prévues :

- Afin de diminuer l'effet de la flexion parasite évoquée dans ce chapitre, le ressort démultiplicateur a été déplacé loin du nanofil. De plus, d'avantage de bras ont été rajoutés pour augmenter le rapport  $k_x/k_z$  de ce ressort.

- Afin de pouvoir étudier la rupture des nanofils et les effets non-linéaires de la piézorésistance, des dents ont été rajoutées au design des peignes électrostatiques pour augmenter la force de l'actionneur.

- Une mesure capacitive différentielle a été incluse au bout de l'actionneur pour garantir une meilleure précision sur la calibration de la jauge piézorésistive.

- Les contacts de masses ont été simplifiés.

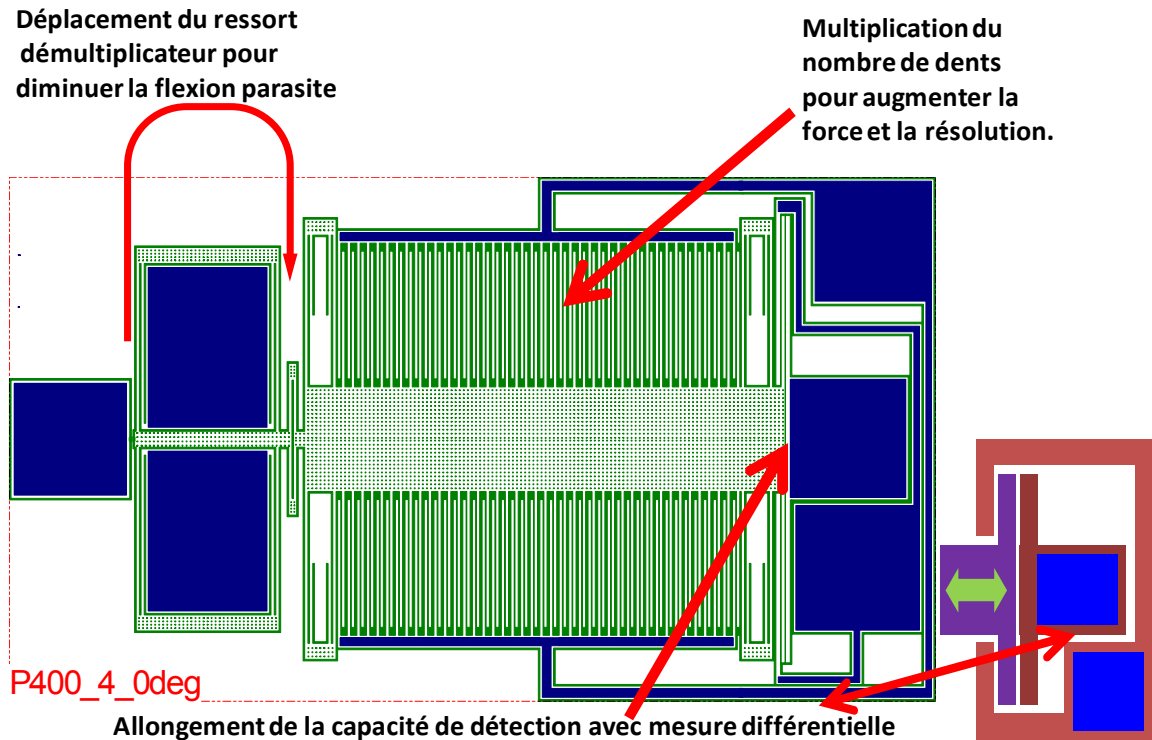


Figure 23: Nouveau design de l'actionneur MEMS

Un analyse du bruit et des dérives à partir de la variance d'Allan de la jauge piezoresistive du MEMS pourra également être une contribution intéressante pour fiabiliser le principe de mesure du déplacement.

## 4.5 Références bibliographiques

- [ARE 08] N. Arellano, N. Quevy, E.P. Provine, J. Maboudian, R. Howe, [Silicon nanowire coupled micro-resonators] in *IEEE MEMS 2008 Conference*, Tucson AZ, USA, Jan. 13-17, pp 721-724, 2008.
- [BAR 10] T. Barwicz, L. Klein, S. Koester, H. Harman, [Silicon nanowire piezoresistance: Impact of surface crystallographic orientation], *App. Phys. Lett.*, **97**, 2010. (doi:10.1063/1.3463456)
- [CHO 08] C.H. Cho, R.C Jaeger and J.C. Suhling, [Characterisation of the Temperature Dependence of the Piezoresistive Coefficients of Silicon from -150°C to +125°C] *IEEE Sensors Journal*, **8**, no. 8, Aug. 2008
- [FED 94] G. K. Fedder, [Simulation of Microelectromechanical Systems] *Ph.D. dissertation, Eng.-Elect. Eng. and Comput. Sciences, Univ. California, Berkeley*, 1994
- [KAA 09] Ville Kaajakari, [Practical MEMS: Analysis and design of microsystems, MEMS sensors, electronics, actuators, RF MEMS, optical mems, and microfluidic systems] *Small Gear Publishing*, 2009.

- [MIL 10] E. Mile, L. Durrafourg et al., "In-plane nanoelectromechanical resonators based on silicon nanowire piezoresistive detection" *Nanotechnology* 21, pp. 16., 2010.
- [PAS 11] V. Passi, U. Bhaskar, T. Pardoën, U. Sodervall, B. Nilsson, G. Petersson, M. Hagberg, and J.-P. Raskin, "Note: Fast and reliable fracture strain extraction technique applied to silicon at nanometer scale" *Rev. Sci. Instrum.* **82**, 116106, 2011
- [PET 04] S. Petitgrand, A. Bosseboeuf, "Simultaneous mapping of out-of-plane and in-plane vibrations of MEMS with (sub)nanometer resolution" *J. Micromech. Microeng.*, **14**, S97-S101, 2004.
- [ROB 09] P. Robert, V. Nguyen, S. Hentz, L. Durafourg, G. Jourdan, J. Arcamone and S. Harrisson, "M&NEMS : A new approach for ultra-low cost 3D inertial sensor" in *IEEE Sensors 2009 Conference*, Christchurch, New Zealand, pp.963-966., Oct 25-28 2009.
- [ROW 10] J.S. Milne, A.C.H. Rowe, S. Arscott, C. Renner, "Giant Piezoresistance Effects in Silicon Nanowires and Microwires" *Phy. Rev.***105**, 22, 2010.
- [SAD 10] H. Sadeghian, F. Van Keulen et al., "Effects of size and defects on the elasticity of silicon nanocantilevers" *J. Micromech. Microeng.*, **20** 064012, 2010
- [STE 11] M. S. Steighner, L. P. Snedeker, B. L. Boyce, K. Gall, D. C. Miller, and C. L. Muhlstein, "Dependence on diameter and growth direction of apparent strain to failure of Si nanowires" *J. Appl. Phys.* **109**, 033503, 2011
- [TAY 00] F.E.H. Tay, R. Kumaran, B. L Chua, V.J. Logeeswaran, "Electrostatic spring effect on the dynamic performance of microresonators" *Proc. of the 2000 Int. Conf. on Modeling and Simulation of Microsystems (MSM 2000)*, San Diego, CA, , pp. 154-157., 27-29 Mar. 2000
- [WOR 65] J. J. Wortman and R. A. Evans, "Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio in silicon and germanium" *J. Appl. Physics*, vol. **36**(1), pp. 153-156, Jan. 1965.
- [ZHA 11] Y. Zhang, Y. Sun et al., "Piezoresistivity Characterization of Synthetic Silicon Nanowires Using a MEMS Device" *J. Microelectromech* **20** (4) pp. 959-967, 2011.

# Chapitre 5 : Transport de chaleur dans les nanofils de silicium

5.1 La conductivité thermiques des nanofils .....	144
5.1.1 Conductivité thermique .....	145
5.1.1.1 Définition .....	145
5.1.1.2 Conductivité aux faibles dimensions .....	146
5.1.2 Echauffement par effet joule d'un fil .....	150
5.1.2.1 Calcul analytique .....	150
5.1.2.2 Calcul numérique 1D .....	152
5.1.2.3 Calcul 3D .....	153
5.1.2.4 Comparaison des trois approches .....	153
5.1.3 Conclusion .....	154
5.2 Banc de mesure 3 oméga .....	155
5.2.1 Pourquoi cette méthode ? .....	155
5.2.2 Principe de la méthode .....	155
5.2.2.1 Discussion sur le choix de $I_0$ .....	159
5.2.2.2 Annulation de la composante $V_{1\omega}$ .....	160
5.2.2.3 Validation de la méthode de mesure .....	163
5.3 Mesure de la conductivité thermique .....	165
5.3.1 Variation de la conductivité thermique avec la température .....	165
5.3.1 Variation de la conductivité thermique avec la contrainte .....	168
5.4 Conclusion du chapitre .....	171
5.5 Références bibliographiques .....	173

Ce dernier chapitre sera consacré à l'étude de la conductivité thermique des nanofils en silicium monocristallin fabriqués par approche *top-down*. La première partie sera un rappel de la notion de conductivité thermique ainsi que les principales données bibliographiques traitant du sujet. Dans cette partie nous présenterons également des résultats de simulation permettant de prévoir l'échauffement d'un fil induit par effet Joule. Nous décrirons ensuite la méthode sélectionnée pour effectuer les mesures : la méthode 3 oméga. La dernière partie discutera les résultats obtenus sur des nanofils du lot CAL2.



## 5.1 La conductivité thermiques des nanofils

L'intérêt d'une bonne connaissance de la conduction de la chaleur dans les matériaux dans le domaine des micro/nanotechnologies est multiple.

Le premier intérêt est l'isolement thermique des micro/nano structures qui est critique pour différents capteurs et microsystèmes comme les microbolomètres et les microcalorimètres. A cet égard, il est intéressant de noter que certains aérogels produits par des procédés de nanotechnologie ont des conductivités thermiques inférieures à celle de l'air [VOL 09].

Le second concerne la génération d'électricité à partir de la chaleur. Les puissances de chaleur dissipées dans nos sociétés sont de l'ordre du térawatt [HOC 08]. Récupérer 5% de ces pertes serait déjà une avancée majeure. Pour répondre à cela, les dispositifs thermoélectriques peuvent, par essence, transformer la chaleur en électricité. Le rendement d'un matériau thermoélectrique augmente avec son facteur de mérite  $ZT$  est qui défini par [HOC 08] :

$$ZT = \frac{S^2 T}{\kappa \rho} \quad (1)$$

Où  $S$  est le coefficient de Seebeck du matériau en  $V.K^{-1}$ ,  $T$  est la température absolue en K,  $\rho$  et  $\kappa$  sont respectivement la résistivité électrique en  $\Omega.m$  et la conductivité thermique du matériau en  $W.K^{-1}.m^{-1}$ .

D'après l'équation (1), la diminution de la conductivité thermique permet d'augmenter le facteur de mérite des générateurs thermoélectriques. A température ambiante le  $ZT$  du silicium massif est de l'ordre de 0.01 [HOC 08]. Pour les nanofils, toute choses étant égales par ailleurs, la conductivité est plus faible que pour celle du matériau massif (et donc  $ZT$  est plus important). Dans le cas des nanofils de silicium, des valeurs de  $ZT$  égales à 0.6 (à 300 K) et à 1 (à 200 K) ont ainsi été respectivement obtenues à Berkeley par l'équipe de Peidong Yang [HOC 08] et par James R. Heath *et al.* au Caltech [HEA 08]. Ces valeurs de  $ZT$  sont comparables à celle du tellure de bismuth(III), qui est un des matériaux, couramment utilisé, ayant un facteur de mérite le plus élevé ( $ZT = 0.8$ )<sup>1</sup>. Il est bien connu qu'une grande quantité d'énergie est dégagée par les circuits intégrés complexes comme les microprocesseurs. Les nanofils peuvent être de bons candidats comme récupérateurs thermoélectrique d'énergie pour ce type de dispositifs.

Du point de vue fondamental, le transport de chaleur dans les nanodispositifs, en particulier dans les nanofils et les nanotubes, est intéressant car de nombreux phénomènes de la physique des semi-conducteurs jouent un rôle dans la conduction de chaleur. Un phénomène notable est la quantification de la conductance thermique à très basse température. Cette thèse n'a certainement pas la prétention d'étudier de manière exhaustive le transport de chaleur dans les nanofils de silicium. Nous tenterons simplement d'apporter une contribution expérimentale dans le cas de

<sup>1</sup> Le record de  $ZT$  est autour de 3. Il n'y a pas de limite théorique.

nanofils réalisés par approche descendante. Dans ce chapitre, seront successivement examinés la conductivité thermique dans le silicium et son comportement aux basses dimensions.

### 5.1.1 Conductivité thermique

#### 5.1.1.1 Définition

Similairement à la conductivité électrique, la conductivité thermique est la grandeur physique qui caractérise la capacité d'un matériau à conduire la chaleur. Elle est souvent notée  $\kappa$  (ou parfois  $\lambda$ ) et s'exprime en  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Classiquement, la conductivité thermique est le coefficient de proportionnalité entre la densité de flux de chaleur  $\mathbf{q}$  (en  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$ ) et le gradient de température  $\nabla T$  (en  $\text{K}\cdot\text{m}^{-1}$ ). A l'instar de la loi de diffusion de Fick ou plus simplement de la loi d'Ohm locale, cette proportionnalité s'exprime selon la loi semi-empirique de Fourier :

$$\mathbf{q} = -\kappa\nabla T \quad (2)$$

D'un point de vue atomique, la conductivité thermique dans un solide est principalement liée à deux phénomènes :

- Le mouvement des porteurs de charges dans le matériau.
- La propagation des vibrations du cristal quantifiées par les phonons.

La proportion de ces deux contributions varie beaucoup d'un matériau à l'autre. Pour les métaux, le mouvement des électrons domine. Dans les isolants les phonons dominent et pour les semi-conducteurs il y a une compétition entre les deux contributions qui varient selon la température.

La conductivité thermique du silicium peut varier de plusieurs ordres de grandeurs selon que l'on considère le matériau massif, un film ou un fil. La [Figure 1](#) présente une compilation de valeurs publiées de la conductivité thermique du silicium pour différentes tailles de structure et pour différents niveaux de dopage. Plusieurs tendances peuvent être déduites de cette courbe. Au delà de 100 K, selon le dopage ou la section, la conductivité thermique des films et des nanofils diminue avec la température car la probabilité d'interaction phonon-phonon augmente et donc la conduction de chaleur est limitée. Quelle que soit la structure considérée, la conductivité diminue avec le dopage car les impuretés limitent le transport des phonons et donc celui de la chaleur.

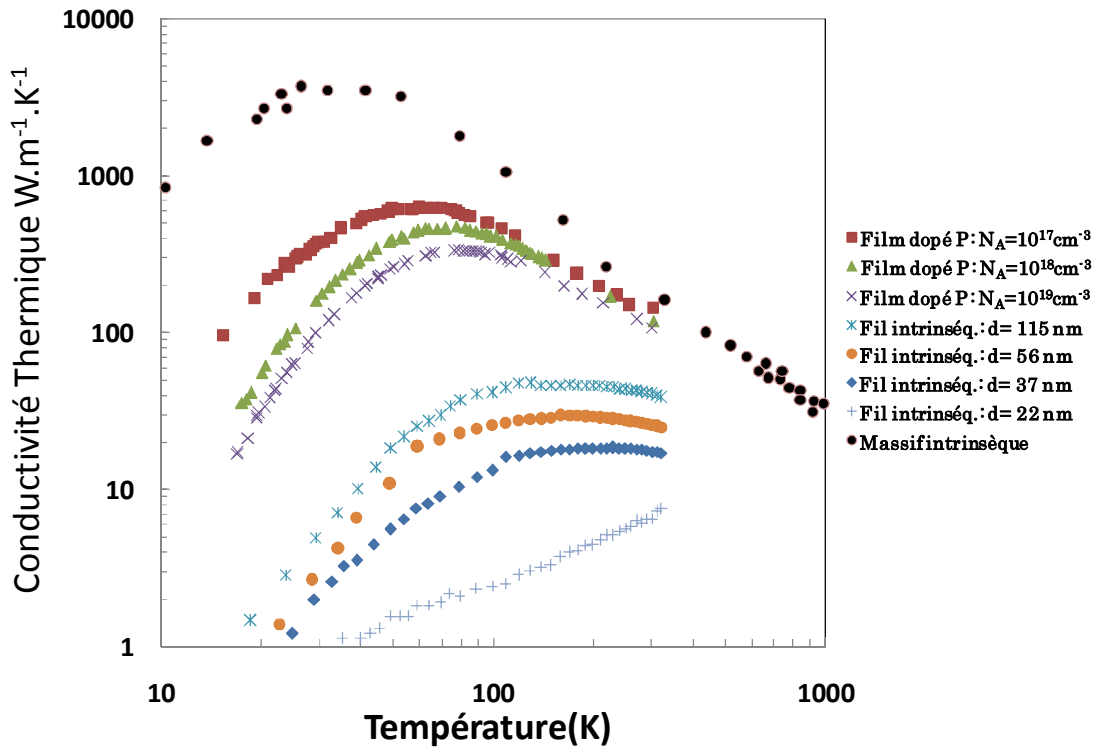


Figure 1: Variations de la conductivité thermique en fonction de la température pour différentes structures en silicium dopé et non dopé. D'après [GLA 64] [ASH 02] et [LI 03],  $d$  est le diamètre du fil considéré,  $N_A$  est la concentration en dopant.

### 5.1.1.2 Conductivité aux faibles dimensions

A l'échelle macroscopique, la conduction de chaleur est régie par la loi de Fourier qui est une loi de type diffusif. Cette loi suppose un comportement brownien des phonons transportant la chaleur. Autrement dit, la distance parcourue entre deux interactions est faible (voire négligeable à haute température) devant la taille du système total. Pour des structures de faibles dimensions (nanométriques), ce libre parcours moyen peut devenir grand devant la dimension caractéristique de la structure. Dans ce cas, le mode de transport devient balistique et les phonons se déplacent avec des longues trajectoires rectilignes dans la nanostructure. Les phonons n'ont alors comme obstacle que les limites géométriques de la structure aux interfaces [VOL 09]. Dans ce cas, la notion de conductivité thermique intrinsèque à un matériau perd son sens. On peut toujours cependant définir la conductance ou résistance thermique de la nanostructure. Soit un matériau entre deux bains isothermes de température  $T_1$  et  $T_2$ , traversé par un flux de chaleur  $\Phi$ , la résistance thermique  $R_{th}$  et la conductance thermique  $K_{th}$  sont définis par :

$$R_{th} = \frac{1}{K_{th}} = \frac{T_1 - T_2}{\Phi} \quad (3)$$

Si la réflexion sur les interfaces du nanofil est spéculaire, c'est-à-dire que la collision phonon-interface est élastique, alors la conduction de chaleur n'est pas affectée dans la direction parallèle à l'interface. Si l'interaction interface-phonon est inélastique alors les phonons perdent de l'énergie et la conduction de chaleur est réduite: le régime de conduction de la chaleur reste diffusif et la conductivité

thermique peut-être définie. D'une manière générale, les valeurs publiées de conductivité thermiques dans les nanofils varient de plusieurs ordres de grandeurs (Figure 4) comme détaillé ci-dessous.

### **Données publiées sur la conductivité thermique des nanofils de silicium**

Le nombre de travaux expérimentaux sur le transport thermique dans les nanofils de silicium est assez réduit. L'équipe d'Arun Majumdar et PeiDong Yang ont notoirement mesuré la conductivité thermique de nanofils *bottom-up* de différentes tailles entre 20 et 320 K [LI 03] (Figure 1 et Figure 4). Les conductivités thermiques mesurées sont très variables avec le diamètre des nanofils. Cet effet de taille est attribué aux chocs diffusifs des phonons sur les surfaces. Pour les nanofils d'encore plus petite taille (22 et 37 nm) cette explication n'est pas suffisante : la modification de la vitesse de groupe des phonons consécutive à leur confinement deviendrait la cause dominante de la réduction de la conductivité thermique. D'une manière générale, la conductivité thermique des nanofils de très faibles sections est encore mal comprise [LI 03] [HER 09].

Le protocole expérimental de l'équipe de A. Majumdar repose sur la connexion d'un nanofil suspendu entre deux structures également suspendues et recouvertes de platine (Figure 2). Ces structures jouent à la fois le rôle de résistances chauffantes et de thermo-résistances. La connaissance de la différence de température et de la puissance générée par effet joule donne la conductance du nanofil. Cette méthode est élégante mais nécessite un dispositif dédié à la mesure de la conductivité thermique.

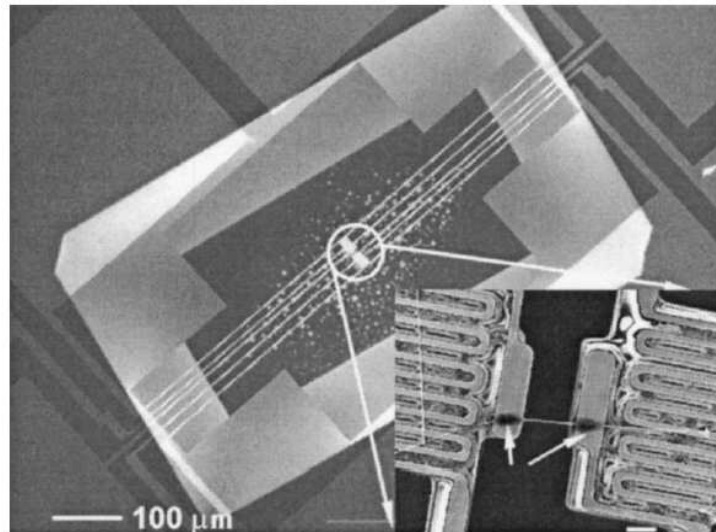


Figure 2: Image du dispositif de mesure de conductivité thermique de nanofils de silicium de Majumdar et al. [LI 03]

D'autres travaux du même laboratoire ont démontré une très forte diminution de la conductivité thermique de nanofils de silicium (*Bottom-up*) lorsque leur surface est rugueuse [HOC 08] (Figure 4). C'est ainsi qu'un facteur  $ZT$  égal à 0.6 a pu être obtenu à température ambiante.

L'équipe d'Olivier Bourgeois, de l'institut Néel à Grenoble, a également étudié le transport de chaleur dans des nanofils en silicium [BOU 07]. Comme dans cette thèse, les nanofils ont été fabriqués par technologie *top-down* et mesurés par la méthode  $3\omega$  décrite dans la suite. Ces mesures ont été réalisées à très basse température (Figure 3). Avec cette méthode, la chaleur est générée par effet Joule ce qui permet de s'affranchir des résistances thermiques de contact.

La conductance thermique suit la loi habituelle en  $T^3$  à basse température (Figure 3). La conductivité mesurée par l'équipe d'Olivier Bourgeois n'a pas été rajoutée sur la Figure 4 car à cette échelle de températures, pour les nanofils, la notion de conductivité thermique est sujette à caution comme expliqué précédemment.

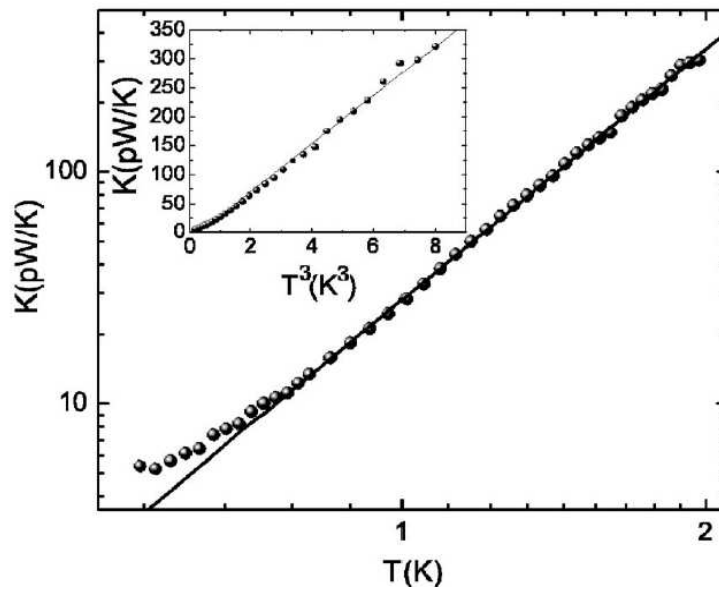


Figure 3: Mesure de la conductance thermique de nanofils en silicium à quelques Kelvin. [BOU 07]

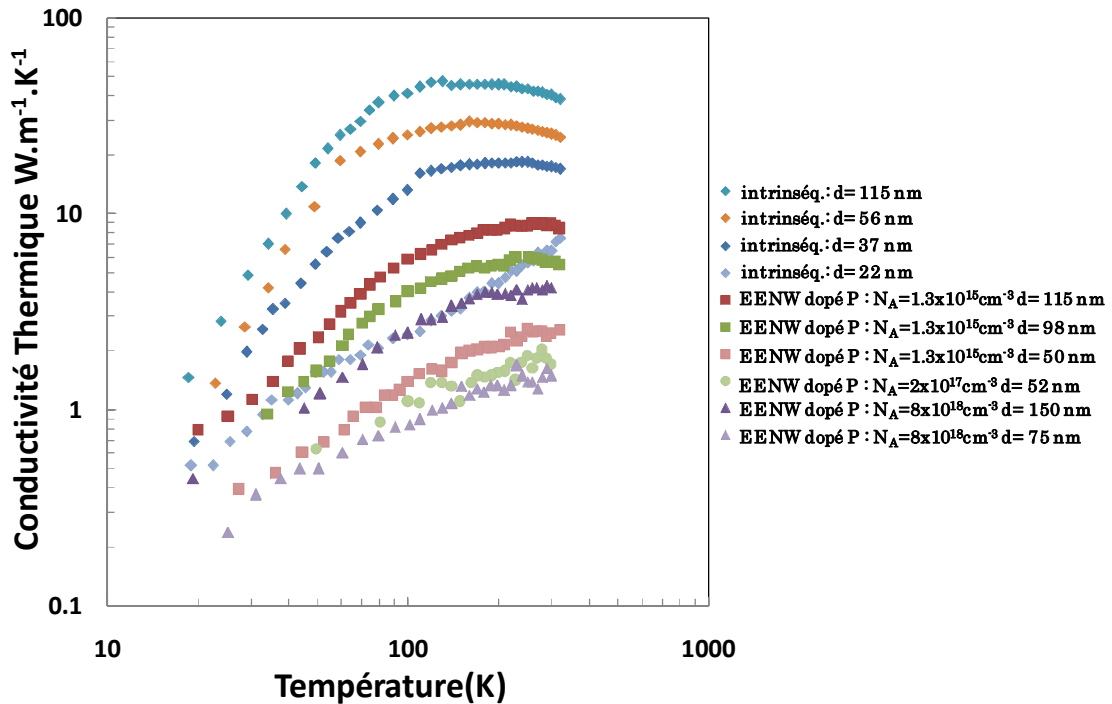


Figure 4: Conductivités thermiques de différents nanofils en silicium mesurées par l'équipe de Berkeley. Les diamants désignent des nanofils lisses, les autres symboles désignent des nanofils rugueux (annotés EENW dans la légende). [LI 03] [HOC 08]

En 2010, L'équipe de Ronggui Yang a modélisé par dynamique moléculaire (méthode EMD : *equilibrium molecular dynamics*) la variation de conductivité thermique de nanofils de très faible section ( $5 \text{ nm}^2$ ) avec la déformation mécanique (Figure 5) [LI 10]. Cette étude théorique prévoit une diminution de la conductivité de nanofils contraints mécaniquement en tension. Notons que leur modèle ne tient pas compte de la couche de silice entourant le nanofil. Les effets de surface jouant un rôle prépondérant sur le transport électronique [ROW 10] et phononique [BOU 07], la validité de ce modèle est discutable. A notre connaissance, la variation de la conductivité thermique de nanofils avec la contrainte n'a pas fait l'objet de travaux expérimentaux publiés. Un des objectifs de cette thèse était de combler cette lacune.

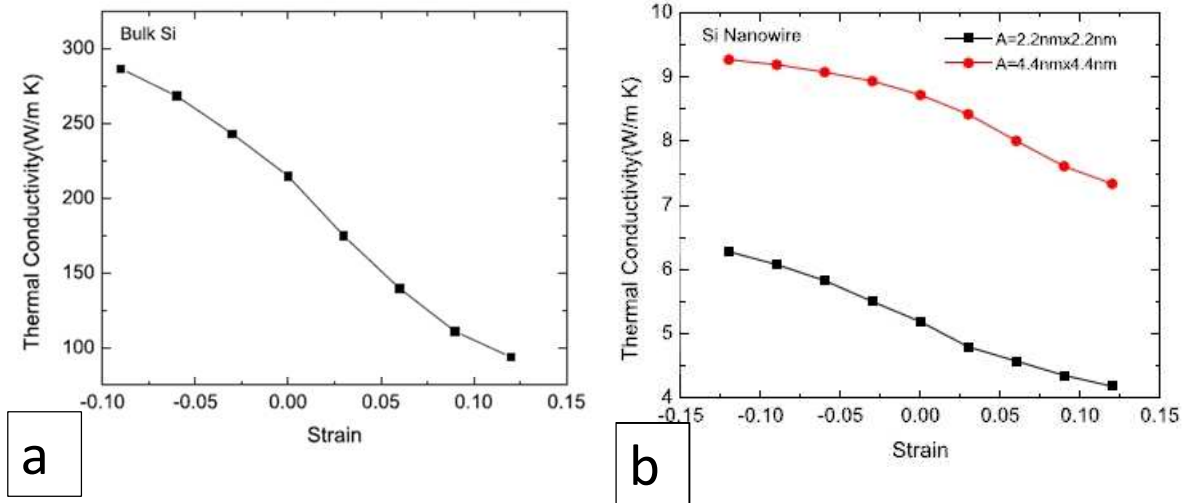


Figure 5: Variation théorique de la conductivité thermique avec la contrainte a) pour du silicium massif, b) pour des nanofils de silicium de 4.84 nm<sup>2</sup> et 19.4 nm<sup>2</sup> de section. [LI 10]

### 5.1.2 Echauffement par effet joule d'un fil

Pour toutes les mesures par voie électrique des nanofils, il convient de bien vérifier que le courant appliqué pendant la mesure ne soit pas excessif. Il ne faut pas que ce courant produise une élévation de température incompatible avec les modèles ou une fusion ou autre altération du nanofil. Pour évaluer l'échauffement par effet Joule d'un nanofil, nous avons comparé trois méthodes. La première est la résolution analytique de l'équation de la chaleur en ne considérant que les pertes par conduction. La deuxième méthode est une résolution numérique de l'équation de la chaleur qui permet de tenir compte d'échanges thermiques supplémentaires (rayonnement, convection par l'air). Enfin nous comparerons les résultats à une simulation 3D par éléments finis.

#### 5.1.2.1 Calcul analytique

Soit un barreau de silicium unidimensionnel chauffé par effet Joule, l'équation de propagation la chaleur pour ce fil s'écrit alors [FEN 09] :

$$\rho C_p \frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \kappa \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} + \frac{I^2 R_0 [1 + \alpha(T - T_0)]}{V} \quad (4)$$

$\rho$  est la masse volumique du silicium

$C_p$  est la chaleur spécifique massique

$\kappa$  est la conductivité thermique

$T$  est la température du nanofil

$x$  est la position le long du fil à partir d'une extrémité

$I$  est le courant électrique

$R_0$  est la résistance électrique du fil à  $T_0$

$\alpha$  est le coefficient du premier ordre en température de la résistance électrique

$T_0$  est la température ambiante

$V$  est le volume du fil

Les conditions aux limites à l'extrémité des nanofils de longueur  $L$  sont celles de deux puits de chaleurs reliés à un thermostat infini à la température ambiante soit  $T(x=0, t)=T_0$  et  $T(x=L, t)=T_0$ . De plus on suppose qu'à  $t = 0$  la température du nanofil vaut  $T_0$  soit  $T(x, 0) = T_0$ . Si on se place en régime permanent ( $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$ ), la solution de cette équation différentielle du second ordre est [CHI 96] :

$$T(x) = T_0 + \frac{1}{\alpha} \left[ \frac{\cos\left(\left(x - \frac{L}{2}\right) \sqrt{\frac{I^2 R_0 \alpha}{V \kappa}}\right)}{\cos\left(\frac{L}{2} \sqrt{\frac{I^2 R_0 \alpha}{V \kappa}}\right)} - 1 \right] \quad (5)$$

La température maximum au milieu du nanofil est :

$$T_{max} = T\left(\frac{L}{2}\right) = T_0 + \frac{1}{\alpha} \left[ \frac{1}{\cos\left(\frac{L}{2} \sqrt{\frac{I^2 R_0 \alpha}{V \kappa}}\right)} - 1 \right] \quad (6)$$

En première approximation, l'élévation de température maximum dans le barreau peut être estimée en faisant l'hypothèse simplificatrice  $\alpha = 0$ . L'équation peut alors se résoudre simplement et on obtient pour le profil en température l'équation suivante :

$$T_{\alpha=0}(x) = T_0 + \frac{I^2 R_0}{2V\kappa} x(L - x) \quad (7)$$

La température maximum en  $x = L/2$  est alors donnée par :

$$T_{max\alpha=0} = T_{\alpha=0}\left(\frac{L}{2}\right) = T_0 + \frac{I^2 R_0 L}{8\kappa S} \quad (8)$$

Où  $S = V/L$  est la section du fil.

Si on prend la limite de  $T_{max}$  lorsque  $\alpha \rightarrow 0$ , on retrouve bien  $T_{max,\alpha=0}$ . Cette formule est celle que nous avons utilisée pour estimer l'élévation de la température des nanofils pendant les mesures. L'erreur entre (6) et (8) est environ égale à :

$$\frac{\Delta T_{max\alpha=0} - \Delta T_{max}}{\Delta T_{max}} = \frac{T_{max\alpha=0} - T_{max}}{T_{max} - T_0} \approx -\frac{5I^2 R_0 L \alpha}{48\kappa S} \quad (9)$$

Ce rapport est toujours très inférieur à 1.

On peut aussi estimer la température moyenne (pour  $\alpha = 0$ ) :

$$T_{moy,\alpha=0} = \int_{x=0}^{x=L} T(x) dx = T_0 + \frac{I^2 R_0 L}{12\kappa S} \quad (10)$$

Feng *et al.* [FEN 09] donnent la température moyenne en transitoire pour  $\alpha = 0$ :



$$T_{moy,\alpha=0}(t) = T_0 + \frac{8I^2R_0L^2}{V\kappa\pi^4} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{1 - \exp(-(2m-1)^2\pi^2\kappa t/(\rho C_p L^2))}{(2m-1)^4} \quad (11)$$

En régime permanent ( $t \rightarrow \infty$ ) on retrouve bien :

$$T_{moy,\alpha=0} = T_0 + \frac{I^2R_0L}{12\kappa S} \quad (12)$$

### 5.1.2.2 Calcul numérique 1D

Avec un programme MATLAB, on résout l'équation de la chaleur en tenant compte des pertes par rayonnement et par convection. En se basant sur les travaux à l'IEF d'Olivier Legendre sur l'étude des jauges Pirani, la nouvelle équation de propagation de la chaleur peut s'écrire [LEG 09] :

$$\rho C_p S \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} = \kappa S \frac{\partial^2 \Delta T(x, t)}{\partial x^2} + \frac{R_0 I^2}{L} + \frac{(\alpha R_0 I^2 - A_1 G_1 - A_2 G_2) \Delta T(x, t) + \sigma \varepsilon A_{rad} (\Delta T(x, t) + T_0)^4}{L}$$

$\rho$  est la masse volumique du silicium ( $\text{kg.m}^{-3}$ )

$C_p$  est la chaleur spécifique massique ( $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )

$\kappa$  est la conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )

$\Delta T(x, t)$  est l'augmentation de température par rapport à  $T_0$  (K)

$T_0$  la température ambiante (K)

$S$  est l'aire de la section du nanofil ( $\text{m}^2$ )

$R_0$  est la résistance électrique du nanofil (Ohm) à  $T_0$

$I$  est le courant appliqué (Amp)

$\alpha$  est le coefficient du premier ordre en température de la résistance (TCR)

$L$  est la longueur du nanofil (m)

$G_1$  et  $G_2$  sont les conductances thermiques des couches d'air séparant le nanofil de parois environnantes.  $G_1$  pour la couche d'air entre le fil est le substrat.  $G_2$  pour une éventuelle couche d'air entre le fil est une paroi de silicium voisine. ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ )

$A_1$  et  $A_2$  sont les aires en regard de ces couches d'air.

$\sigma$  est la constante de Stefan-Boltzmann ( $\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ )

$\varepsilon$  est le facteur d'émissivité résultant du fait que le silicium n'est pas un corps noir parfait.

$A_{rad}$  est l'aire depuis laquelle il y a rayonnement ( $\text{m}^2$ )

Les conductances thermiques des couches d'air s'expriment ainsi [LEG 09] :

$$G_i(P_0, T_0, g_i) = \frac{\varphi}{2 - \varphi} \Lambda_0 \sqrt{\frac{T_\alpha}{T_0}} \frac{1}{\frac{1}{P_0} + \frac{1}{P_{td}(g_i)}} \quad (13)$$

avec

$$P_{td}(g_i) = \frac{9\varphi - 5}{\gamma + 1} \frac{\lambda_{ref}}{2 - \varphi} \frac{1}{g_i} \propto \frac{1}{g_i} \quad (14)$$

$\varphi$ ,  $\Lambda_0$ ,  $\gamma$ ,  $\lambda_{ref}$  sont des constantes du gaz.  $T_\alpha = 273.15$  K,  $P_0$  et  $T_0$  sont la pression et la température ambiante.  $P_{td}(g_i)$  est appelée pression de transition et  $g_i$  est le gap d'air.

Aux pressions auxquelles les nanofils sont testés, les termes de convection sont négligeables.

### 5.1.2.3 Calcul 3D

Compte tenu du rapport d'aspect élevé des nanofils, il est probable que les effets 3D de conduction thermiques peuvent être négligés mais nous avons jugé cependant intéressant de vérifier cette hypothèse. Pour cela, Des simulations ANSYS par éléments finis ont été réalisées en prenant des éléments SOLID 45 qui tiennent compte des effets thermiques.

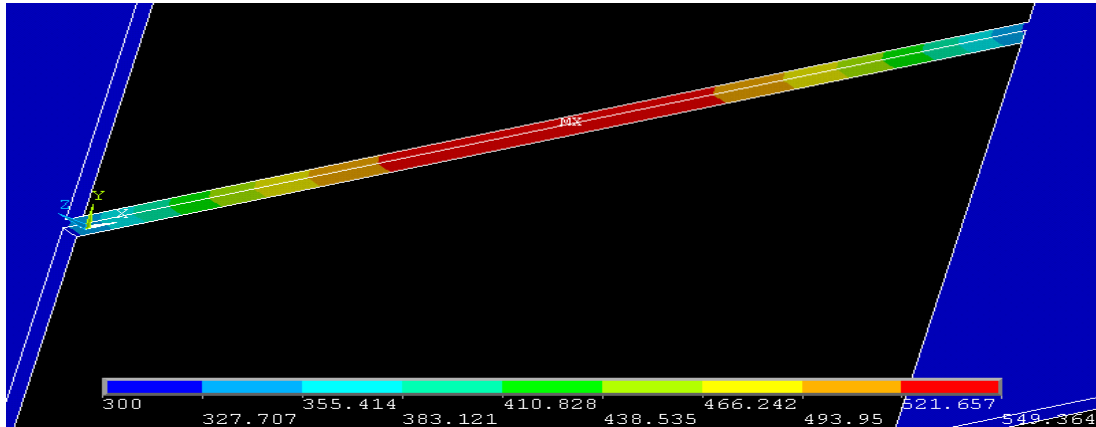


Figure 6: Simulation par éléments finis de l'échauffement d'un fil de géométrie 160 nm X 100 nm X 9 μm

La Figure 6 montre un exemple de simulation pour un courant de 60 μA. Les résultats montrent que la répartition de température selon la section est homogène

### 5.1.2.4 Comparaison des trois approches

Pour estimer le courant maximum, nous prenons le cas d'un nanofil de 9 μm de longueur, de 100 nm x 160 nm de section et de résistivité égale à  $7.6 \times 10^{-5} \Omega.m$ . La géométrie et la résistivité de ce nanofil est assez représentative de l'ensemble des nanofils étudiés pendant cette thèse. Les paramètres utilisés sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau 1: Valeur numériques utilisées dans les simulations

Conductivité thermique	$107 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Capacité thermique/chaleur spécifique	$700 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Masse volumique	$2327 \text{ kg.m}^{-3}$
Température ambiante	$300^\circ\text{K}$
Coefficient au premier ordre en température de la résistance électrique	$3.10^{-3} \text{ K}^{-1}$
Résistivité	$7.6.10^{-5} \Omega.m$
Constante de Stefan-Boltzmann	$5.67 \times 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$
Emissivité	1 (valeur supérieure)
Paramètres géométriques pour la contribution des couches d'aires dans la résolution numérique	
$\varphi$	0.9 [LEG 09]

$\Lambda_0$	1.16 [LEG 09]
$\gamma$	1.4 [LEG 09]
$\Lambda_{ref}$	$8.11 \cdot 10^{-3}$ [LEG 09]
Gaps $g_1$ et $g_2$	$10^{-7}$ m et $1.6 \times 10^{-7}$ m [LEG 09]

On constate qu'avec les paramètres choisis, les trois approches donnent, comme on pouvait s'y attendre, des résultats très similaires (Figure 7). En effet à basse pression la convection est négligeable et en raison des faibles surfaces des nanofils, les pertes par rayonnement sont négligeables. Pour un courant de l'ordre de  $1 \mu\text{A}$  l'échauffement du nanofil maximum n'est que de 0.1 K.

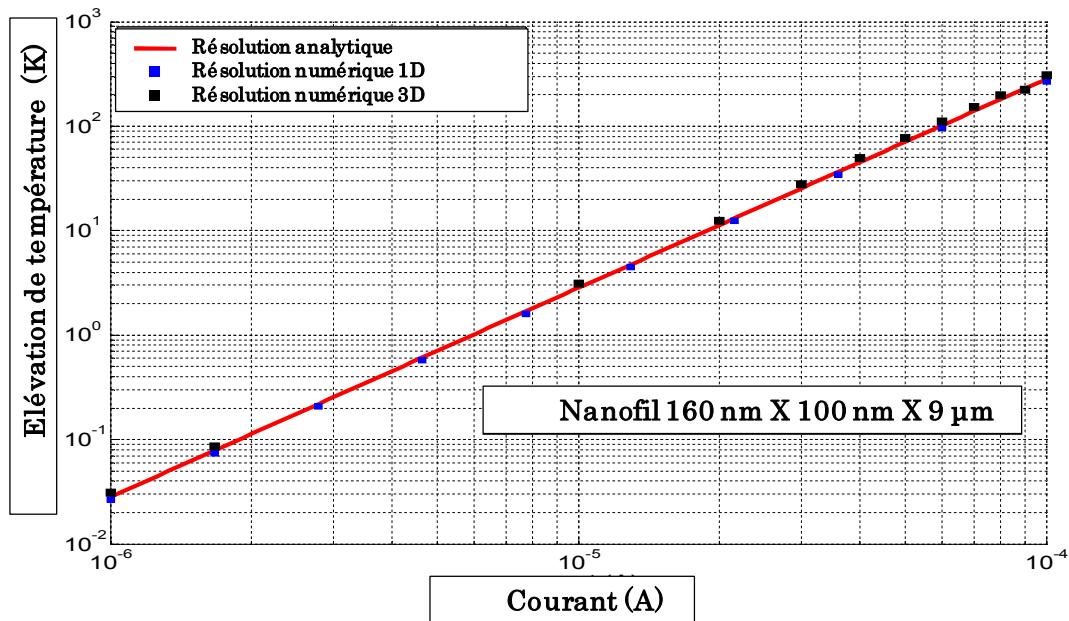


Figure 7: Elévation de température maximum en fonction de la température calculée analytiquement, par résolution numérique et par simulation par éléments finis

Puisque la résolution analytique approxime bien la résolution numérique 1D et 3D, on utilisera dorénavant l'équation (6) pour estimer la température maximum dans les nanofils étudiés.

### 5.1.3 Conclusion

Après avoir rappelé sa définition, nous avons vu les principales méthodes issues de la littérature utilisées pour mesurer la conductivité thermique. Les conductivités thermiques des nanofils sont sensiblement inférieures à celle du matériau massif.

Nous avons également comparé 3 méthodes de calcul pour estimer l'échauffement d'un fil par effet Joule. Cette étude a servi à estimer le courant maximum à fournir pour effectuer les mesures électriques sur les nanofils.

## 5.2 Banc de mesure 3 oméga

### 5.2.1 Pourquoi cette méthode ?

La méthode 3 oméga est une méthode de mesure par voie électrique de la conductivité thermique, et éventuellement de la capacité calorifique, de matériaux ou de fluides [CAH 89]. Cette méthode a été préférée à l'utilisation de la microscopie thermique champ proche à balayage (*Scanning thermal microthermography*) avec une sonde thermorésistive [VOL 09]. En effet, cette dernière technique nécessite de connaître (donc de modéliser) parfaitement les échanges thermiques entre cette sonde et le dispositif à caractériser. Ces échanges dépendent, entre autre, de la forme de la sonde (rayon de courbure), de sa distance à l'échantillon et de l'état de surface de l'échantillon. De plus, cette méthode nécessite la fabrication d'une sonde thermique dédiée de taille au moins inférieure à l'objet à étudier. Cette méthode est donc difficile à mettre en œuvre pour l'étude des propriétés thermiques des nanofils. En revanche, la méthode 3 oméga ne nécessite pas d'équipements spécifiques et est directement applicable à des nanofils dans les limites de validité de la Loi de Fourier.

### 5.2.2 Principe de la méthode

La méthode 3 oméga ( $\omega$ ) repose sur la résolution de l'équation de propagation de la chaleur pour un barreau unidimensionnel<sup>2</sup>, échauffé par un courant sinusoïdal  $I=I_0\sin(\omega t)$  de pulsation  $\omega$ . Elle requiert simplement des connexions électriques aux bornes du spécimen à étudier.

La chaleur engendrée par le courant est de la forme  $RI^2$  ( $R$  étant la résistance du barreau). Ainsi l'élévation de la température  $\Delta T$  par rapport à la température ambiante  $T_0$  du barreau de silicium varie avec une pulsation  $2\omega$ . Puisque la résistance du barreau varie linéairement avec la température (pour un faible  $\Delta T$ ), il se produit aussi une élévation de la résistance  $\Delta R$  par rapport à la résistance à la température ambiante  $R_0$ . Cette résistance supplémentaire varie elle aussi avec une pulsation de  $2\omega$ . Si l'on mesure la tension électrique aux bornes du barreau, il y aura apparition d'une composante à la pulsation  $3\omega$  en plus de la composante en  $\omega$  qui est bien sûr prédite par la loi d'ohm. C'est cette composante  $3\omega$  qui donne accès à la conductivité thermique et à la chaleur spécifique du barreau chauffé.

Pour formaliser cette dépendance, considérons un spécimen en forme de barreau quasi-unidimensionnel, de résistance  $R$ , de section quelconque  $S$  et de longueur  $L$  soumis à un courant  $I(t) = I_0\sin(\omega t)$ . L'évolution temporelle et spatiale de la température le long du barreau est décrite par l'équation de propagation de la chaleur pour ce barreau, qui rappelons-le, repose sur la conservation de la chaleur et la loi de Fourier:

$$\rho(x,T)c_p(x,T)\frac{\partial}{\partial t}T(x,t) - \frac{\partial}{\partial x}\left(\kappa(x,T)\frac{\partial}{\partial x}T(x,t)\right) = Q_{int}(x,t) \quad (15)$$

<sup>2</sup> Approximation valide compte-tenu du rapport d'aspect important de nos nanofils

$Q_{int}$  est la somme algébrique des sources et pertes volumiques de chaleurs par unité de volume et unité de temps.  $C_p(x, T)$ ,  $\kappa(x, T)$  et  $\rho(x, T)$  sont respectivement la chaleur spécifique massique (en  $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ), la conductivité thermique (en  $W.K^{-1}.m^{-1}$ ), et la masse volumique (en  $kg.m^{-3}$ ) du (ou des) matériau(x). En supposant un matériau uniforme et un échauffement limité on peut largement simplifier l'équation. On suppose également que la génération de chaleur dans le barreau est uniquement due au courant électrique. Si les pertes de chaleurs par convection et par rayonnement sont négligées (ce qui est justifié pour les nanofils cf. §5.1.2), la génération interne de chaleur  $Q_{int}$  s'écrit :

$$Q_{int}(x, t) \approx \frac{\text{Puissance}}{LS} = \frac{RI(t)^2}{LS} \quad (16)$$

En prenant  $\kappa$  et  $C_p$  indépendante de la température<sup>3</sup> et de la position, on a donc :

$$\rho C_p \frac{\partial}{\partial t} T(x, t) - \kappa \frac{\partial^2}{\partial x^2} T(x, t) = \frac{I_o^2 \sin^2 \omega t}{LS} [R_0 + R(T(x, t) - T_o)] \quad (17)$$

Avec les conditions aux limites :

$$\begin{cases} T(0, t) = T_o \\ T(L, t) = T_o \\ T(x, -\infty) = T_o \end{cases} \quad (18)$$

où  $T_o$  est la température du substrat, que l'on assimile à un thermostat et  $R$  est donné par:  $R' = \left(\frac{dR}{dT}\right)_{T_o} = R_o \alpha$ . Avec  $\alpha$  le TCR.

On définit également la constante de temps caractéristique du système et sa pulsation de coupure:

$$\gamma \equiv \frac{L^2}{D\pi^2} \quad (19)$$

$$\omega_c = \frac{2D\pi^3}{L^2} \quad (20)$$

Qui dépendent de la diffusivité thermique  $D = \frac{\kappa}{\rho C_p}$

Pour résoudre cette équation on utilise le fait que l'écart de température peut s'écrire sous la forme  $T(x, t) - T_o \equiv \Delta T(x, t) = \int_{-\infty}^t z(x, t, \tau) d\tau$  où  $z$  vérifie une nouvelle équation différentielle dont la solution peut s'écrire sous la forme de série de Fourier. On peut montrer [LU 01] que cette équation différentielle peut être simplifiée si la condition suivante est vérifiée

<sup>3</sup> Approximation valide si l'échauffement est faible devant leurs variations selon la température.

$$\frac{I_0^2 R' L}{n^2 \pi^2 \kappa S} \ll 1 \quad \forall n \quad (21)$$

Où  $n$  est l'indice de sommation de la série de Fourier. Cette condition correspond physiquement au fait que l'inhomogénéité de puissance due à la simple modulation de la résistance  $\delta R$  du spécimen est beaucoup moins grande que la puissance totale due à la résistance  $R_0$  du barreau [LU 01]. Si cette condition est vérifiée, ce qui est souvent le cas [LU 01]) on obtient en régime permanent:

$$\Delta T(x, t) = \Delta_0 \sum_{n_{\text{impair}}=1}^{\infty} \frac{1}{n^3} \sin\left(\frac{n\pi x}{L}\right) \left[ 1 - \frac{\sin(2\omega t + \varphi_n)}{\sqrt{1 + \cot^2 \varphi_n}} \right] \quad (22)$$

Où  $\cot \varphi_n = \frac{2\omega \gamma}{n^2}$  et  $\Delta_0 = \frac{2I_0^2 R_0 L}{\pi \kappa S}$  est l'accumulation en courant continu de la température au centre du barreau.

Autrement dit  $\Delta T$  fluctue autour de  $\Delta_0$ . On peut voir qu'en comparant la pulsation d'excitation  $\omega$  avec la pulsation de coupure  $\omega_c$ , il existe deux régimes. A basse fréquence ( $\omega \ll \omega_c$ ), le barreau a le temps de retourner à la température ambiante, entre chaque pulsation de courant. A plus haute fréquence ( $\omega > \omega_c$ ), la température du système ne suit que partiellement les évolutions du courant et la température moyenne ne descend pas plus bas qu'une certaine température. La Figure 8 illustre cet effet en utilisant l'équation (22) pour un microfil de dimensions : épaisseur=160 nm, largeur= 5  $\mu\text{m}$ , longueur=100  $\mu\text{m}$ .

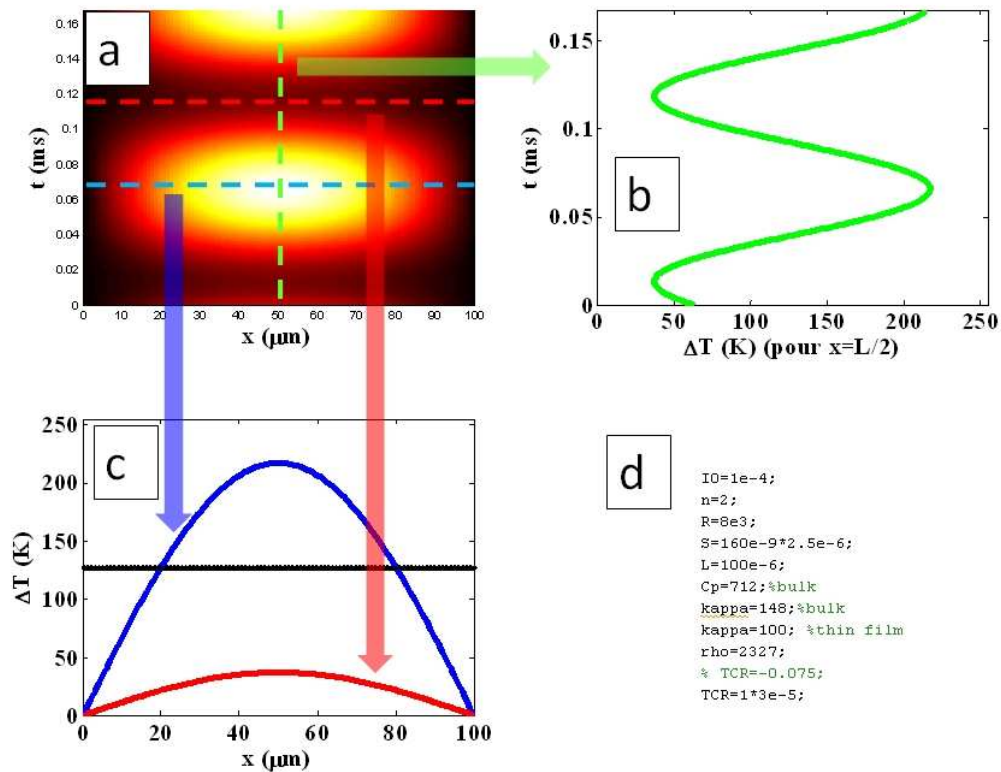


Figure 8: Exemple d'échauffement d'un microfil en silicium ( $\omega=30\ 000$  rad.s) a) Elévation de température en fonction du temps et de la position  $x$  le long du barreau. b) Coupe de l'élévation de température en fonction du temps. c) Coupe de l'élévation de la température en fonction de  $x$  d) Paramètres de simulation.

Cette modulation de température induit une modulation de la résistance électrique (ou de la résistivité) du système si son coefficient en température est non nul. Cette modulation vaut :

$$\delta R(t) = \frac{R'}{L} \int_0^L \Delta T(x, t) dx \quad (23)$$

$$\delta R(t) = R' \Delta_0 \sum_{n_{\text{impair}}=1}^{\infty} \frac{2}{\pi n^4} \left[ 1 - \frac{\sin(2\omega t + \varphi_n)}{\sqrt{1 + \cot^2 \varphi_n}} \right] \quad (24)$$

La tension aux bornes du barreau est la quantité mesurée :

$$V(t) = I_0 \sin(\omega t) [R_0 + \delta R(t)] \quad (25)$$

Cette tension comprend plusieurs harmoniques :  $V_{1\omega}$  et  $V_{3\omega}$ . C'est l'harmonique  $3\omega$  de cette tension qui nous intéresse car il est fonction de la conductivité thermique et de la chaleur spécifique. Cet harmonique de rang 3, ne peut pas être exprimée simplement mais l'analyse de Fourier permet de nous donner une expression générale:

$$V_{3\omega}(t) = a_3 \cos(3\omega t) + b_3 \sin(3\omega t) = \chi_3 \cos(3\omega t + \Phi_3) \quad (26)$$

Avec  $\chi_3^2 = a_3^2 + b_3^2$  et  $\tan(\Phi_3) = -b_3/a_3$  où :

$$a_3 = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\pi/\omega}^{\pi/\omega} V(t') \cos(3t'\omega) dt' = \frac{R' I_0 \Delta_0}{\pi} \sum_{n_{\text{impair}}=1}^{\infty} \frac{1}{n^4} \frac{\cos(\varphi_n)}{\sqrt{1 + \cot^2 \varphi_n}} \quad (27)$$

$$b_3 = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\pi/\omega}^{\pi/\omega} V(t') \sin(3t'\omega) dt' = -\frac{R' I_0 \Delta_0}{\pi} \sum_{n_{\text{impair}}=1}^{\infty} \frac{1}{n^4} \frac{\sin(\varphi_n)}{\sqrt{1 + \cot^2 \varphi_n}} \quad (28)$$

Les valeurs de  $\chi_3$  et  $\Phi_3$  à partir desquelles on peut tirer  $\kappa$  et  $C_p$  peuvent typiquement être mesurées par détection synchrone. Cette expression peut se simplifier à basse et haute fréquence.

A basse fréquence ( $\omega \gamma \rightarrow 0$ ), la valeur *RMS* de  $V_{3\omega}$  ne dépend plus de la fréquence :

$$V_{3\omega} \text{RMS}_{\omega \gamma \rightarrow 0} \approx \frac{4I^3 R R' L}{\pi^4 \kappa S} \quad (29)$$

On peut remarquer que  $V_{3\omega} \text{RMS}$  permet de déterminer la conductivité thermique  $\kappa$  mais ne donne pas d'information sur la capacité calorifique  $C_p$ .

A haute fréquence ( $\omega \gamma \rightarrow \infty$ ), la valeur *RMS* de  $V_{3\omega}$  est inversement proportionnelle à la fréquence :

$$V_{3\omega} \text{RMS}_{\omega \gamma \rightarrow \infty} \approx \frac{I^3 R R'}{4\omega \rho C_p L S} \quad (30)$$

Cette fois, on perd l'information sur  $\kappa$  mais on peut déduire  $C_p$ .

Si la fréquence de coupure est dans la gamme de fréquences de mesure, il devient possible d'extraire à partir de la courbe de réponse fréquentielle de la composante  $3\omega$  à la fois la conductivité thermique et la capacité calorifique. La Figure 9 montre la réponse fréquentielle de  $V_{3\omega}$ . On trace également l'élévation de la température en fonction de courant pour le microfil de la Figure 8.

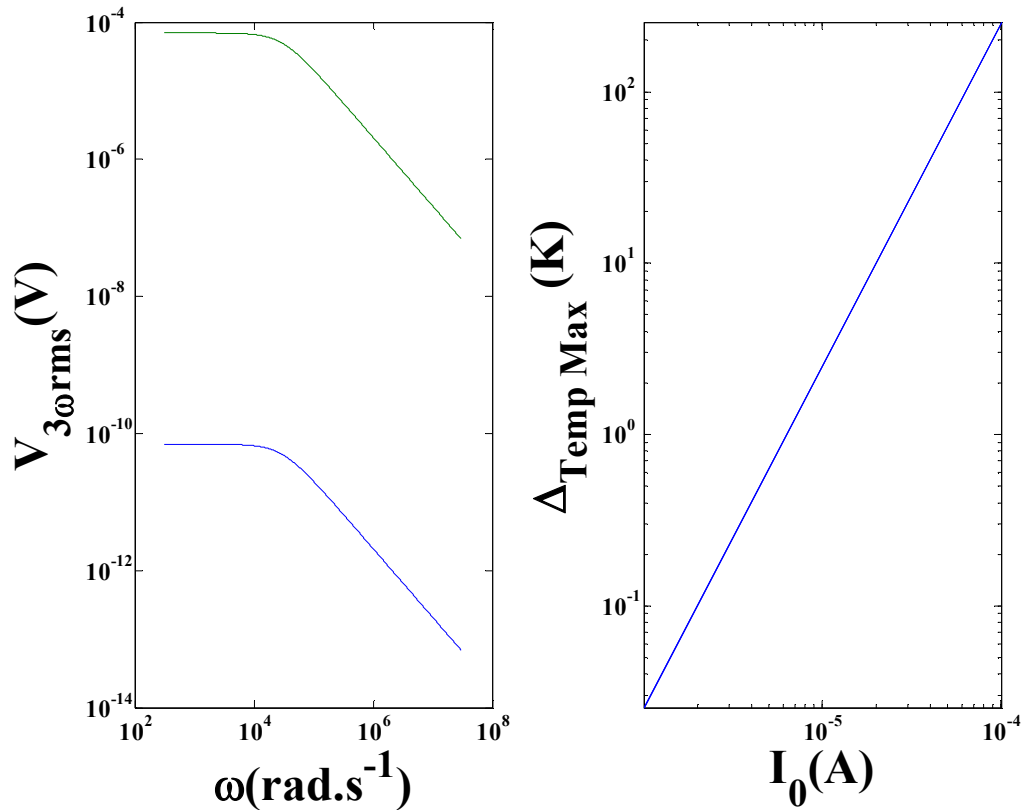


Figure 9: A gauche :  $V_{3\omega}$  en fonction de la fréquence. Courbe bleue :  $I_0=1 \mu A$ , Courbe verte :  $I_0=100\mu A$  A droite : Elévation de température pour différents courants à pulsation fixe  $\omega=2\pi \times 1000 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ .

### 5.2.2.1 Discussion sur le choix de $I_0$ .

Le choix du courant d'excitation  $I_0$  est délicat car il est soumis à plusieurs contraintes. Premièrement, il doit être suffisamment élevé pour que  $V_{3\omega RMS}$  soit grand devant les harmoniques parasites de la source de courant. Cependant plusieurs phénomènes empêchent de choisir  $I_0$  arbitrairement élevé. Bien sûr, la raison la plus évidente est qu'il ne faut pas que le courant induise une élévation de température qui endommage le nanofil. De plus, la condition (21) doit être respectée. Enfin, il faut également que les pertes de chaleur par rayonnement et par convection puissent être négligées. Les calculs électrothermiques présentés précédemment montrent que cette dernière condition est généralement vérifiée pour les nanofils. On peut conforter cette analyse en remarquant que pour un barreau cylindrique les pertes par rayonnement sont négligeables si [LU 01]:



$$\frac{16\varepsilon\sigma T_0^3 L^2}{\kappa d\pi^2} \ll 1 \quad (31)$$

Où  $\sigma = 5.64 \times 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$  est la constante de Stefan-Boltzmann et  $\varepsilon$  est l'émissivité du matériau. Pour le silicium  $\varepsilon$  est environ égale à 0.7 au voisinage de la température ambiante [RAV 01]. A température ambiante, dans le cas d'un nanofil de 2.5  $\mu\text{m}$  longueur, de section avec une diagonale de 100 nm, le membre de droite de l'équation (31) est compris entre 0.01 et  $5 \times 10^{-3}$  pour nos nanofils, donc on vérifie bien que les pertes par rayonnement sont tout à fait négligeables.

### 5.2.2.2 Annulation de la composante $V_{1\omega}$

Il existe un problème inhérent et connu à cette méthode  $3\omega$  qui exclut de mesurer directement avec un détecteur synchrone la tension aux bornes du barreau. En effet, la composante  $V_{3\omega}$  du signal est très souvent plusieurs ordres de grandeur en dessous du signal  $V_{1\omega}$  (de 2 à 4 ordres de grandeur pour nos structures) :

$$\frac{V_{1\omega}}{V_{3\omega}} \approx \frac{\pi^4 \kappa S}{4l^2 R'L} \quad (32)$$

Il est donc absolument nécessaire, au mieux d'annuler, au moins de réduire fortement la composante  $V_{1\omega}$  du signal. Avec la participation de Fabien Parrain (Maître de conférences du département), deux circuits électroniques ont été réalisés pour filtrer cette composante  $1\omega$ . Le premier est un simple pont de Wheatstone équilibré, le deuxième utilise des amplificateurs différentiels. Nous allons montrer que bien que certaines équipes utilisent le pont de Wheatstone, il n'élimine pas parfaitement la composante  $3\omega$ .

#### **Pont de Wheatstone**

Le premier circuit possible est basé sur l'emploi d'une structure voisine d'un pont de Wheatstone. La différence avec le pont de Wheatstone réside dans le fait que le pont n'est pas alimenté en tension mais en courant via un générateur qui fournit un courant harmonique  $i_0(t)$  de pulsation  $\omega$ .

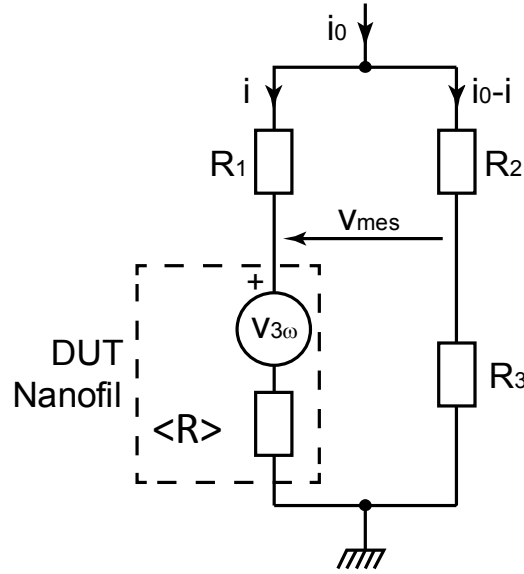


Figure 10 : Principe du pont de Wheastone

En raisonnant dans l'espace temporel, la tension  $V(t)$  au bornes du nanofil peut s'exprimer comme ci-dessous :

$$V(t) = \langle R \rangle \cdot i(t) + V_{3\omega}(\omega, I_{eff}) \quad (33)$$

Ici  $V_{3\omega}(\omega, I_{eff})$  est la composante à la pulsation  $3\omega$  à mesurer et dont l'amplitude est proportionnelle au cube de la quantité  $I_{eff}$  qui est la valeur efficace du courant  $i(t)$  qui alimente le dispositif testé.  $R$  est la valeur moyenne de la résistance du nanofil testé en tenant compte de son échauffement moyen. On peut montrer que la tension  $V_{mes}(t)$  mesurée par détection synchrone est telle que :

$$V_{mes}(t) = \left( \frac{R_2 \cdot \langle R \rangle}{R_2 + R_3} - \frac{R_1 \cdot R_3}{R_2 + R_3} \right) \cdot i(t) + \frac{R_2}{R_2 + R_3} V_{3\omega}(\omega, I_{eff}) \quad (34)$$

Cette expression montre que l'harmonique de pulsation  $\omega$  portée par le courant  $i(t)$  est annulée si la condition suivante est respectée :

$$R_1 \cdot R_3 = R_2 \cdot \langle R \rangle \quad (35)$$

Dans ce cas, la tension  $V_{mes}(t)$  est bien égale à la tension  $V_{3\omega}(\omega, I_{eff})$  à un facteur d'atténuation près. Afin d'effectuer correctement la mesure, il est nécessaire de connaître précisément la valeur de  $I_{eff}$  et donc de connaître l'expression du courant  $i(t)$ . Ce dernier est tel que :

$$i(t) = \frac{(R_2 + R_3) \cdot i_0(t) + v_{3\omega}(\omega, I_{eff})}{R_1 + R_2 + R_3 + \langle R \rangle} \quad (36)$$

Si  $V_{3\omega}(\omega, I_{eff})$  est négligeable devant la quantité  $(R_2 + R_3) \cdot i_0(t)$ ,  $i(t)$  est proportionnel à  $i_0(t)$ . Néanmoins, cette dernière expression montre que la tension  $V_{3\omega}(\omega, I_{eff})$ , le courant  $i(t)$  ainsi que  $\langle R \rangle$  sont interdépendants de telle sorte que  $i(t)$  n'est pas

strictement composé d'une seule et unique harmonique à la pulsation  $\omega$ . Pour cette raison nous n'avons pas retenu cette architecture dans le cadre des mesures que nous avons réalisées.

**Circuit de soustraction à amplificateurs différentiels**

La seconde architecture proposée, qui met en œuvre des amplificateurs d'instrumentation de type AD620 du constructeur Analog Devives, est présentée dans la Figure 11 :

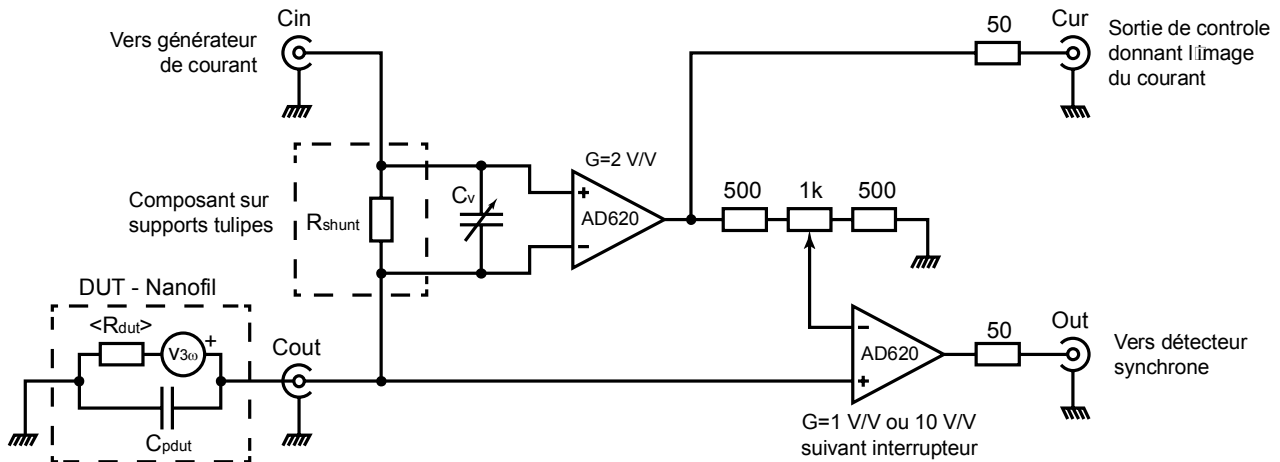


Figure 11: Principe du circuit d'annulation de  $V_{I\omega}$

Ici une résistance de shunt nommée  $R_{shunt}$  est placée en série avec le dispositif testé de telle sorte que le courant qui les traverse est strictement le même. Ceci est vrai en négligeant les courants d'entrées des amplificateurs d'instrumentation utilisés qui sont de l'ordre de 0,5 nA en accord avec la documentation du constructeur. Ainsi, la différence de potentiel aux bornes de  $R_{shunt}$  est l'image exacte de l'harmonique de pulsation  $\omega$  à éliminer sous réserve que  $R_{shunt}$  soit précisément égale à la résistance moyenne  $\langle R \rangle$  du nanofil testé. Cette condition est difficile à assurer. La démarche utilisée afin d'y arriver consiste à amplifier la tension aux bornes de  $R_{shunt}$  par un gain différentiel de 2 V/V via l'amplificateur d'instrumentation U1 avant de l'atténuer de manière *ad hoc* par l'intermédiaire d'un pont diviseur de tension. Une autre démarche possible aurait été d'utiliser directement une résistance réglable à la place de  $R_{shunt}$ . Néanmoins, celle-ci n'a pas été retenue car les potentiomètres multi-tours nécessaires pour un réglage fin présentent souvent une inductance/capacité parasite importante qui pourrait fausser la mesure à haute fréquence. Dans le cadre de la solution que nous avons retenue, ceci est moins préjudiciable du fait que le potentiomètre de réglage se trouve au sein d'une maille de faible impédance<sup>4</sup> indépendante des caractéristiques du dispositif testé. De plus, cette configuration permet de remplacer aisément la résistance  $R_{shunt}$  par une autre (résistance connectée via un support) afin d'adapter le système à la caractérisation de nanofils ayant des résistances variant dans une très large gamme.

<sup>4</sup> Maille alimentée par une source de tension (ampli d'instrumentation) de faible impédance de sortie.

Le schéma du circuit montre la présence d'une capacité variable  $C_v$  en parallèle de  $R_{shunt}$ . Cette capacité a pour rôle de compenser le déphasage de l'harmonique de pulsation  $\omega$  aux bornes du dispositif sous test induit par la capacité parasite. Cette capacité parasite est imputable, entre autre, aux plots de connexions et aux câbles utilisés. On peut facilement démontrer que la compensation est opérée si la condition suivante est respectée :

$$R \cdot C_{pdut} = R_{shunt} \cdot C_v \quad (37)$$

Il convient de noter que cette compensation n'a de sens que dans le cadre de tests réalisés à hautes fréquences. En effet à basses fréquences l'effet des capacités parasites peut être négligé.

En aval, de l'amplification d'instrumentation U1, un second amplificateur, nommé U2, retranche finalement à la tension apparaissant aux bornes du nanofil, la composante d'harmonique de pulsation  $\omega$  dont l'amplitude a été préalablement correctement ajustée. Notons que cet amplificateur a un gain différentiel de 1 V/V (0 dB) ou de 10 V/V (20 dB) sélectionnable par l'utilisateur. Ceci permet de réaliser une pré-amplification du signal en amont du détecteur synchrone.

### 5.2.2.3 Validation de la méthode de mesure

La procédure de mesure a été validée sur un nanofil de silicium dopé en Bore à  $1,5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  d'épaisseur 160 nm, de largeur 260 nm et de longueur 2.5  $\mu\text{m}$ . Sa résistance et son coefficient en température mesurés sont respectivement 1.5 k $\Omega$  et  $7 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ . La [Figure 12](#) montre l'harmonique  $3\omega$  de la tension mesurée en fonction du courant injecté pour une fréquence de modulation du courant de 1007 Hz, c'est à dire bien en dessous de la fréquence de coupure (située vers au-delà du MHz). Cette fréquence a également été choisie pour ne pas être un multiple de la fréquence du secteur à 50 Hz.

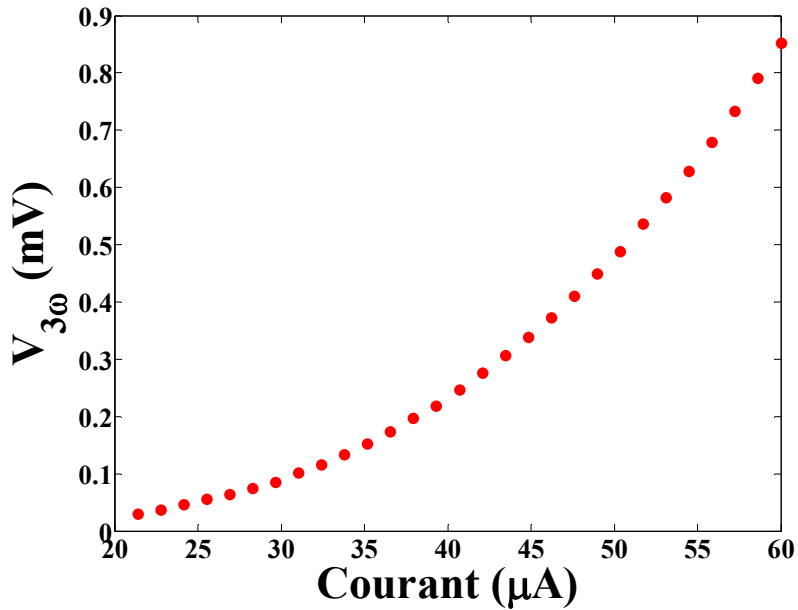


Figure 12: Troisième harmonique de la tension aux bornes d'un nanofil en fonction du courant alternatif de chauffage. *Dimensions du nanofil*: épaisseur=160 nm, largeur=260 nm, longueur=2500 nm. Résistance=1.5 k $\Omega$  TCR= $7 \times 10^{-4} \text{K}^{-1}$ .

Comme le montre la Figure 13, la tension  $3\omega$  varie linéairement en fonction de  $I^3$ . En accord avec la théorie de la méthode  $3\omega$  (Cf Eq.(29)).

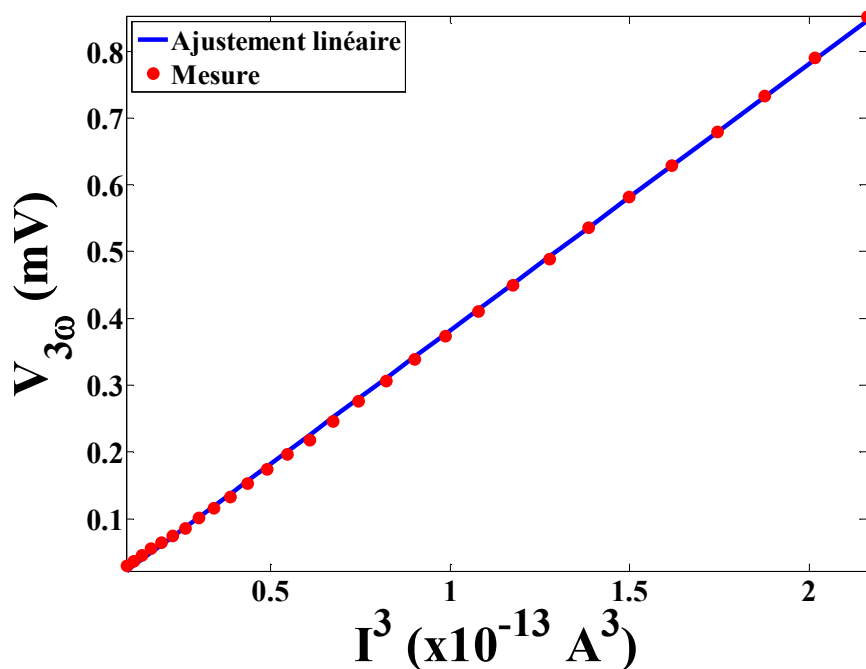


Figure 13 : Variation de  $V_{3\omega}$  en fonction du cube du courant pour un nanofil de dimensions : épaisseur=160 nm, largeur=260 nm, longueur= 2.5  $\mu\text{m}$

La conductivité thermique du nanofil déduite de cette courbe en utilisant la formule (29) est  $\kappa = 140 \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Cette valeur valide la méthode de mesure car elle

est dans l'ordre de grandeur des conductivités thermiques déjà tabulées dans la littérature pour des nanofils de tailles similaires [LI 03]. Il est important de noter que la précision numérique de cette mesure est proportionnelle aux précisions de mesure de la résistance et de son coefficient en température. Nous verrons dans la partie suivante que la variation de conductivité thermique avec la température et avec la contrainte peut être mesurée avec cette méthode.

## 5.3 Mesure de la conductivité thermique

### 5.3.1 Variation de la conductivité thermique avec la température

En utilisant la méthode  $3\omega$  décrite précédemment, nous avons mesuré la conductivité thermique en fonction de la température de plusieurs nanofils du lot CAL2. Ces mesures ont été effectuées avec l'aide de Stéphane David-Grignot dans le cadre de son stage de Master. On rappelle qu'à basse fréquence d'excitation en courant, l'harmonique  $3\omega$  est donné par (29).

On introduit le coefficient  $C$  mesuré tel que :

$$V_{3\omega} = Cl^3 \quad (38)$$

La conductivité thermique peut alors être calculée par la formule :

$$\kappa \approx \frac{4R_0^2 \alpha L}{C\pi^4 S} \quad (39)$$

Cette formule montre que pour calculer la conductivité thermique, il faut également mesurer la résistance  $R_0$  et le coefficient en température de la résistance  $\alpha$  dorénavant appelé TCR. La Figure 14 montre une compilation de résistances mesurées en fonction de la température sur plusieurs nanofils du lot CAL2. Comme expliqué au début du chapitre 3, la mesure de résistance est très dispersée même pour deux nanofils de géométrie identique. Par exemple, deux nanofils de largeur 200 nm peuvent présenter des différences de valeurs de résistance allant jusqu'à 30% en raison des effets de charges de surface non contrôlables.

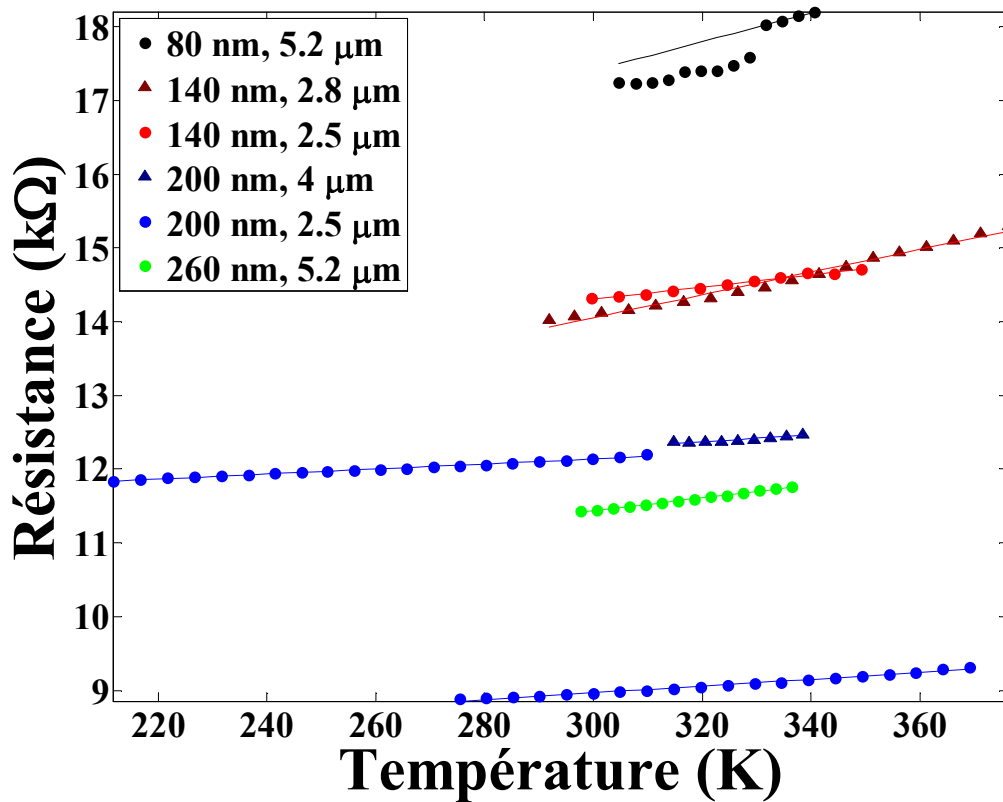


Figure 14: Résistance en fonction de la température de plusieurs nanofils du lot CAL2. Épaisseur=160 nm Légende : largeur, épaisseur

Une régression linéaire a été faite sur chacune des variations de résistance pour en déduire le TCR de chaque fil. Le tableau suivant rassemble les valeurs des TCR.

Tableau 2: Coefficients TCR pour différents nanofils du lot CAL2. Épaisseur=160 nm

Largueur, Longueur	80 nm, 5.2 μm	140 nm, 2.8 μm	140 nm, 2.5 μm	200 nm, 2.5 μm	200 nm, 2.5 μm	200 nm, 4 μm	260 nm, 5.2 μm
TCR ( $10^{-3} \text{ K}^{-1}$ )	1.128	1.095	0.579	0.359	0.510	0.280	0.772

Les valeurs des coefficients TCR sont également très dispersées mais ne semblent pas être liées à la taille du nanofil. On fait donc l'hypothèse d'un TCR unique pour l'ensemble des nanofils de ce lot. Les valeurs varient de  $0.4 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  à  $1.1 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ . La moyenne des TCR vaut  $6.7 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ . Cette valeur sera retenue pour calculer la conductivité thermique dans l'équation (39). De plus, dans la gamme de température des mesures, le TCR ne varie pas avec la température sans doute en raison du fort dopage du silicium qui lui confère un comportement proche d'un métal.

La Figure 15 compile les mesures de conductivités thermiques calculées à partir de l'équation (39) en fonction de la température du substrat. En toute rigueur, ces courbes devraient être tracées en fonction de la température moyenne des nanofils

mais la tendance serait la même. Les conductivités thermiques expérimentales sont comparées à celle du silicium massif intrinsèque [GLA 64].

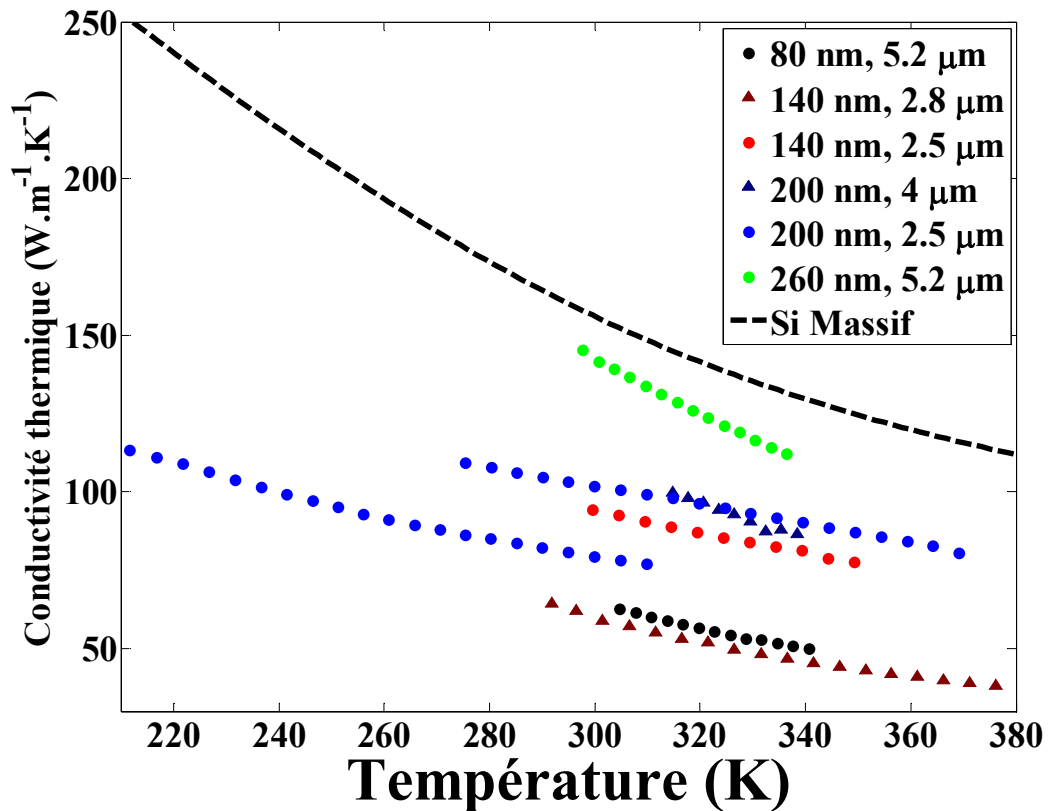


Figure 15 : Conductivité thermique de différents nanofils du lot CAL2 mesurée en fonction de la température ambiante pour différentes épaisseurs. Trait pointillés : silicium massif intrinsèque [GLA 64]. Points : données expérimentales. Épaisseur=160 nm, Légende : largeur, longueur.

Les valeurs de conductivité thermiques sont également très dispersées. Cette dispersion est due à l'incertitude de mesure du TCR mais également à l'incertitude de la mesure de résistance. Comme discuté au début de ce chapitre, la rugosité de surface des nanofils a également un effet important sur le transport des phonons à travers le nanofil ce qui provoque de grandes variations de conductivité pour des nanofils de géométries nominales identiques. La variation relative de la conductivité thermique en fonction de la température est cohérente avec une décroissance en  $1/T$  de la courbe correspondant au silicium massif.

Malgré le faible nombre de mesures dû à un grand nombre d'échantillons détruits et malgré la forte dispersion, une tendance de diminution de la conductivité thermique avec la taille du nanofil peut être inférée. La Figure 16 montre la variation de conductivité thermique à 300 K tracée en fonction de la largeur des nanofils. On constate que les nanofils le plus larges (260 nm), ont une conductivité thermique proche de la valeur du silicium massif (140-149  $\text{W.m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ). Bien sûr, une plus grande statistique serait nécessaire pour affiner cette tendance.



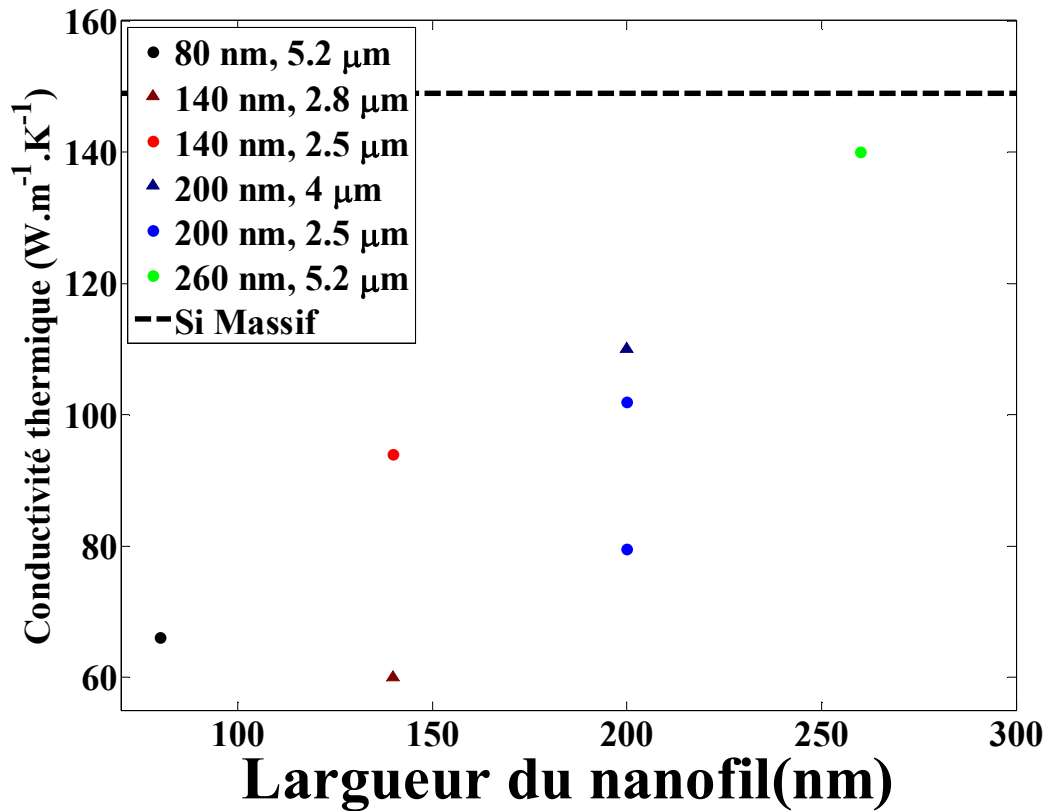


Figure 16: Variation des conductivités thermiques mesurées en fonction de la largeur des nanofils à 300 K, Epaisseur=160 nm, Légende: Largeur, Longueur

### 5.3.1 Variation de la conductivité thermique avec la contrainte

Pour terminer l'étude de la conductivité thermique, nous allons nous intéresser à sa variation en fonction d'une contrainte mécanique axiale en tension. Cet effet a été étudié théoriquement par Li *et al.* [LI 10] Cette étude prédit une diminution la conductivité thermique de nanofils de silicium en fonction de la contrainte en tension appliquée. Nous avons tenté, à notre connaissance pour la première fois, de vérifier expérimentalement cette dépendance. La contrainte a été appliquée par le système de flexion 4 points décrit au chapitre 3. Dans la suite, on se servira des mesures de coefficients piézorésistifs et des coefficients en température des coefficients piézorésistifs mesurés par cette méthode.

Si on néglige la variation du TCR avec la température<sup>5</sup>, le changement de résistance avec la contrainte longitudinale et la température peut s'écrire [CHO 08]:

$$\frac{R(\sigma, \Delta T) - R_0}{R_0} = \pi_0(1 + p\Delta T)\sigma + \alpha_{\sigma=0}\Delta T \quad (40)$$

Où  $R(\sigma, \Delta T)$  est la résistance du nanofil contraint et chauffé de  $\Delta T$  par rapport à la température de référence  $T_0$ ,  $\pi_0$  est le coefficient piézorésistif longitudinal du nanofil à la température de référence  $T_0$ .  $\alpha_{\sigma=0}$  est le TCR de la résistance à  $T_0$  en l'absence de contrainte appliquée,  $p$ , comme expliqué dans le chapitre 3, est le coefficient en

<sup>5</sup> Ou la variation quadratique de la résistance avec la température

température du coefficient piézorésistif.  $R_0$  est la résistance à  $T_0$  et pour  $\sigma = 0$ . Cette équation peut se réécrire comme :

$$\frac{R(\sigma, \Delta T) - R_0}{R_0} = \pi_0 \sigma + \alpha_{\sigma=0} (1 + q\sigma) \Delta T \quad (41)$$

Où  $q = \frac{\pi_0 p}{\alpha_{\sigma=0}}$  représente la variation du TCR avec la contrainte. Avec cette hypothèse, la résistance du nanofil peut s'écrire :

$$R(\sigma, \Delta T) = R_0 + R_0 \pi_0 \sigma + R_0 \alpha_{\sigma=0} (1 + q\sigma) \Delta T \quad (42)$$

Si on remplace cette expression de résistance dans l'équation de la chaleur (17), on obtient par substitution :

$$\kappa(\sigma) = \frac{4(R_0 + R_0 \pi_0 \sigma) R_0 \alpha_{\sigma=0} (1 + q\sigma) L}{C(\sigma) \Pi^4 S} \quad (43)$$

Les quantités mesurées en fonction de la contrainte sont  $R_m(\sigma) = (R_0 + R_0 \pi_0 \sigma)$  et  $C(\sigma)$ :

$$\kappa(\sigma) = \frac{4R_m(\sigma) R_0 \alpha_{\sigma=0} (1 + q\sigma) L}{C(\sigma) \Pi^4 S} \quad (44)$$

En prenant  $\sigma = 0$ , on retrouve bien l'équation (39). On constate donc que la variation de la conductivité thermique avec la contrainte est conditionnée par la valeur de  $q$ . On rappelle dans le [Tableau 3](#), les valeurs de  $\pi_0$ ,  $p$  et de  $q$  mesurées dans le [chapitre 3](#).

*Tableau 3: Compilations de valeurs de coefficients piézorésistifs à 300 K et des coefficients  $p$  et  $q$ .*

largeur	80 nm	140 nm	200 nm	200 nm	260 nm	Massif [CHO 08]
$\pi_0(300 K) (\times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1})$	118	93	79.6	63.8	42	39
$p (\times 10^{-3} \text{ K}^{-1})$	-2.36	-3.32	-1.82	-1.64	-1.42	-2.30
$q (\times 10^{-8} \text{ Pa}^{-1})$	-0.41	-0.46	-0.22	-0.16	-0.088	-0.014

Dans la [Figure 17](#), la variation de conductivité thermique avec la contrainte est tracée pour différents nanofils en utilisant l'équation (44).

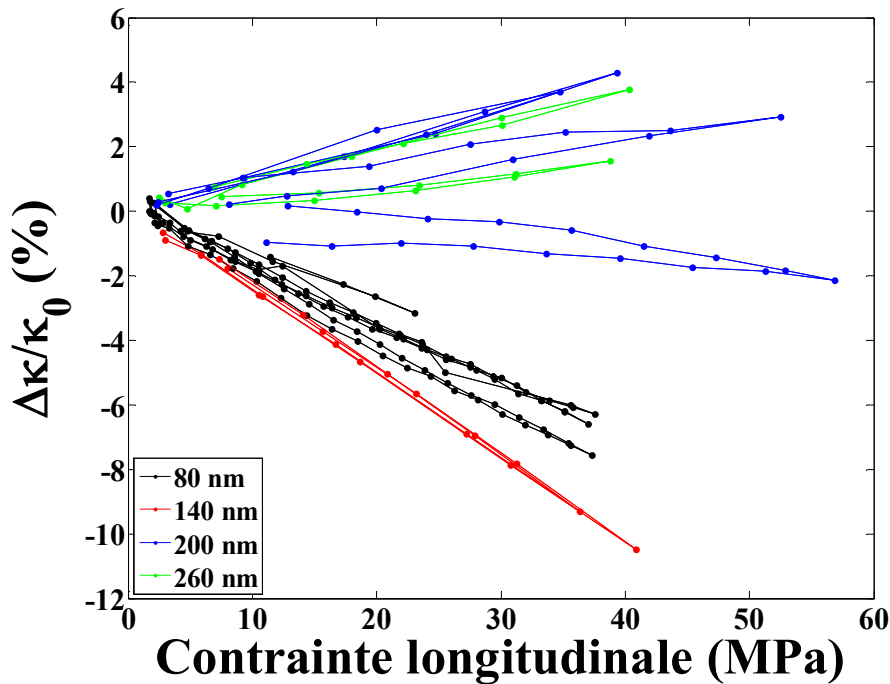


Figure 17 : Variation de la conductivité en fonction de la contrainte pour plusieurs largeurs de nanofils. Épaisseur=160 nm, Longueur=2.5  $\mu\text{m}$

Malgré une bonne linéarité entre la variation de conductivité et la contrainte, il n'est malheureusement pas possible de tirer une tendance claire de cet ensemble de courbes. Les pentes de ces courbes sont soit négatives soit positives et sont très dispersées. De plus, le coefficient directeur théorique publié par Li *et al.* [LI 10] est sensiblement inférieur à ceux mesurés. On déduit de la Figure 5, que ces coefficients théoriques valent respectivement pour le silicium massif ou pour un nanofil de 4 nm d'épaisseur :  $-3.66 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$  et  $-1.45 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ . Les pentes mesurées sont de l'ordre de  $-10^{-9} \text{ Pa}^{-1}$ .

Cette grande divergence par rapport au modèle peut s'expliquer par plusieurs raisons :

- 1) La variation de conductivité thermique n'est pas découplée de la variation piézorésistive de la résistance. En effet  $\frac{\Delta R}{R_0}$  et  $\frac{\Delta \kappa}{\kappa_0}$  sont du même ordre de grandeur ( $10^{-9} \text{ Pa}^{-1}$ ).
- 2) La dispersion des mesures des coefficients  $p$  et  $q$  ou de la piézorésistance influence directement les dispersions de  $\kappa(\sigma)$ . Cette hypothèse est illustrée par l'exemple de la Figure 18 où on considère 3 cas :  $\kappa(\sigma)$  est calculée à partir de la valeur minimum de  $p$  du Tableau 3, de la valeur maximum ou bien de la valeur mesurée correspondant vraiment à la largeur du nanofil (cas de la Figure 17). On constate effectivement que le choix  $p$  conditionne significativement la variation de conductivité avec la contrainte.

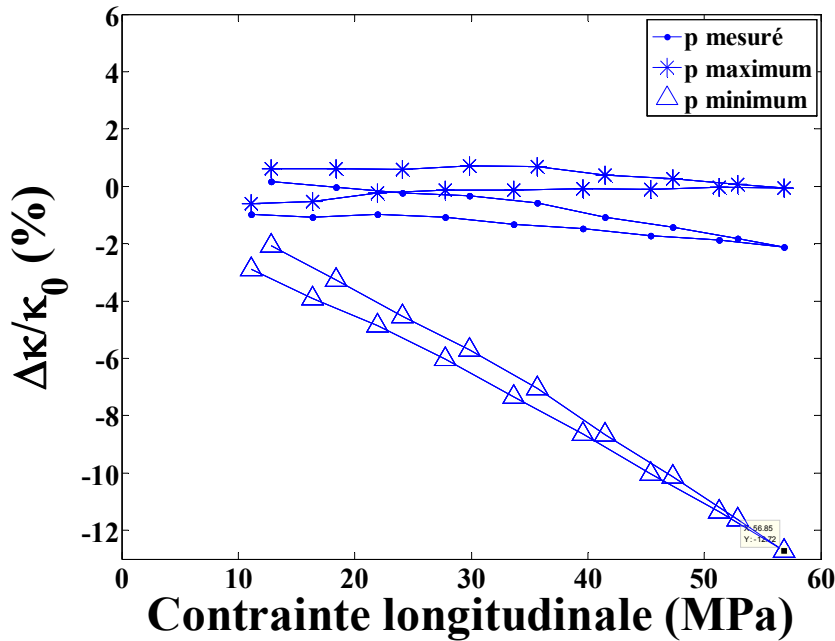


Figure 18: Variation de la conductivité thermique avec la contrainte en choisissant des valeurs extrêmes de  $p$ . Cas d'un nanofil de dimensions : Épaisseur=160 nm, Longueur=2.5  $\mu\text{m}$ , largeur = 200 nm.

3) Le modèle de Li [LI 10] est peut-être irréaliste car il ne considère pas l'oxyde natif et donc les effets de surfaces ni la rugosité qui ont un effet prépondérant sur les transports électronique et phononique. Leur modèle ne considère qu'un effet sur le paramètre de maille et la modification de l'interaction « volumique » des phonons. De plus, leur nanofil ne fait que 4 nm d'épaisseur alors que l'épaisseur de l'oxyde natif est de l'ordre de 2 nm. Ainsi à l'instar de la piézorésistance dans les nanofils, il est raisonnable de penser que la modification des effets de surface par la contrainte domine sa variation.

A l'heure actuelle il n'est pas possible de se prononcer définitivement sur la variation de la conductivité avec la contrainte mais les hypothèses 2 et 3 semblent les plus raisonnables pour expliquer les écarts avec les prédictions théoriques. On peut cependant conclure que pour de futures expériences du même type, une attention toute particulière devra être donnée à la mesure des coefficients  $p$  et  $q$  ainsi qu'à la mesure absolue de la résistance et du TCR pour l'étude de la variation de conductivité avec la contrainte.

## 5.4 Conclusion du chapitre

Par la méthode 3 oméga, nous avons mesuré la conductivité thermique de nanofils en silicium monocristallin fabriqués par approche ascendante et dopés au Bore à  $1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . Les variations en température et les ordres de grandeur des conductivités thermiques sont compatibles avec les valeurs précédemment publiées. Une tendance à la diminution de la conductivité thermique avec la taille des nanofils

a été observée. Enfin des mesures de variations de conductivité thermique avec la contrainte ont été entreprises mais seules quelques mesures préliminaires ont pu être présentées. La mesure de conductivité thermique est fortement influencée par la connaissance de la résistance et du TCR du nanofil. Une incertitude sur ces quantités entraîne directement une incertitude sur la conductivité thermique. Globalement, ces mesures de conductivité thermiques confirment que le transport de phonon est très largement dominé par l'état de surface des nanofils. Des mesures futures de conductivité thermique devront impérativement prendre en compte les points évoqués ci-dessus.

## 5.5 Références bibliographiques

- [ASH 02] M. Ashegi, K. Kurabayashi, R. Kasnavi, K. E. Goodson, □Thermal conduction in doped single-crystal silicon films□ *Journal of Applied Physics*, volume **91**, number 8, pages 5079-5088 , [15 Avril 2002](#)
- [BOU 07] O. Bourgeois, T. Fournier, and J. Chaussy □Measurement of the thermal conductance of silicon nanowires at low temperature□ *J. Appl. Phys.* **101**, 016104, [2007](#)
- [CAH 89] D.G. Cahill, H.E. Fischer, T. Klitsner, E.T. Swartz and R.O. Pohl, □Thermal conductivity of thin films: Measurements and understanding□ *J. Vac. Sci. Technol. A*, 7, page 1259, [1989](#)
- [CHI 96] L. Wei, M. Chiao, □Electrothermal responses of lineshape microstructures□ *Sensors and Actuators A* **55**, pages 35-41, [1996](#)
- [CHO 08] C.H. Cho, R.C Jaeger and J.C. Suhling, □Characterisation of the Temperature Dependence of the Piezoresistive Coefficients of Silicon from -150°C to +125°C□ *IEEE Sensors Journal*, vol. **8**, no. 8, [Aug. 2008](#)
- [FEN 09] B. Feng, W. Ma, Z. Li, X. Zhang, □Simultaneous measurements of the specific heat and thermal conductivity of suspended thin samples by transient electrothermal method□ *Rev. Sci. Instrum.* **80**, 064901, [2009](#)
- [GLA 64] C. J. Glassbrenner and Glen A. Slack, □Thermal Conductivity of Silicon and Germanium from 3°K to the Melting Point□ *Phys. Rev.* **134**, A1058□A1069, [1964](#)
- [HEA 08] A. I. Boukai, Y. Bunimovich, J. Tahir-Kheli, J.-K. Yu, W. A. Goddard III & J. R. Heath, □Silicon nanowires as efficient thermoelectric materials□ *Nature* **451**, 168-171, [10 January 2008](#)
- [HER 09] J.-S. Heron, □*Transport des phonons à l'échelle du nanomètre*□ Thèse de doctorat, [5 octobre 2009](#)
- [HOC 08] A. I. Hochbaum, R. Chen, R. D. Delgado, W. Liang, E. C. Garnett, M. Najarian, A. Majumdar, P. Yang, □Enhanced thermoelectric performance of rough silicon nanowires□ *Nature* **451**, 163-167, [10 January 2008](#)
- [LEG 09] O. Legendre, H. Mathias, M. Zhang, E. Lefevre, E. Martincic, E. Dufour-Gergam, □Time-efficient strategy for a multipurpose sensor based on a micro-Pirani device□ *Proceedings de MicroMechanics Europe*, [2009](#)
- [LI 03] D. Li, Y. Wu, R. Fan, P. Yang, A. Majumdar, □Thermal conductivity of Si/SiGe superlattice nanowires□ *Applied Physics Letters*, volume **83**, number 15, pages 3186-3188, [13 Octobre 2003](#)
- [LI 10] X. B. Li, K. Maute, M.L. Dunn and R.G. Yang, □Strain effects on the thermal conductivity of nanostructures□ *Phys. Rev. B* **81**, 245318, [2010](#)
- [LU 01] L. Lu, W. Yi, D. L. Zhang, □ $\omega$  method for specific heat and thermal conductivity measurements□ *Review of Scientific Instruments*, Vol. **72** Issue 7, p2996, [Jul. 2001](#)

- [RAV 01] N. M. Ravindra, B. Sopori, O. H. Gokce, S. X. Cheng, A. Shenoy, L. Jin, S. Abedrabbo, W. Chen, and Y. Zhang, [Emissivity measurements and modeling of silicon-related materials: an overview,] *Int. J. Thermophys.* **22**, 1593–1611, 2001
- [ROW 10] J.S. Milne, A.C.H. Rowe, S. Arscott, C. Renner, [Giant Piezoresistance Effects in Silicon Nanowires and Microwires] *Phy. Rev.* **105**, 22, 2010.
- [VOL 09] S. Volz (Ed.) [*Thermal Nanosystems and Nanomaterials Thermal Nanosystems and Nanomaterials*] Springer 2009

# Conclusion générale et perspectives

---

Les travaux effectués au cours de ces trois années de thèse furent riches d'enseignements car l'étude des nanofils en silicium fut un bon moyen de pratiquer de nombreuses disciplines scientifiques.

Tout d'abord, les mesures électriques sur les nanofils ont confirmé qu'une zone de déplétion périphérique de porteurs de charges jouait un rôle prépondérant dans la conductivité électrique des nanofils. Malgré les précautions expérimentales utilisées (mesures quasi 4 points, étude de reproductibilité) nous avons constaté des dispersions importantes (jusqu'à 30%) des mesures de résistance de nanofils ayant des géométries nominales identiques. Ces écarts ont été principalement attribués à une dérive dans le temps de la concentration des charges de surfaces. Ils ont constitué un frein majeur à une caractérisation fine des nanofils par voie électrique. Le nombre limité de puces à nanofils qui ont pu être fabriquées pendant la thèse n'a malheureusement pas permis le développement d'un procédé de passivation qui pourrait être une solution à ce problème.

Une contribution majeure de cette thèse, pour le laboratoire, a été le développement d'un banc de flexion quatre points intégré au sein d'une station sous pointes cryogénique. Cet appareil a permis de mesurer la variation du coefficient piézoélectrique longitudinal de nanofils *top-down* suspendus dopés au Bore en fonction de la température sous atmosphère contrôlée et en tenant compte de la dérive de la résistance. En tenant compte de la contrainte nominale calculée à la surface de la puce, les coefficients mesurés sont systématiquement supérieurs à ceux du silicium massif et augmentent lorsque la largeur du nanofil diminue. Dans le cas de nanofils de section  $160 \times 80 \text{ nm}^2$ , le coefficient est trois fois plus grand que celui du silicium massif. Cependant des effets de concentration de contraintes dans les fils laissent à penser que ces coefficients surestimés sont surestimés. Cet effet de piézorésistivité géante apparente est observable en régime dynamique même en l'absence de dérives significatives et donc est soit volumique soit lié à des échanges de charges de surface ayant une constante de temps très élevée. Il montre que les nanofils constituent donc bien de bons candidats comme jauges de contrainte ultrasensibles.

La variation avec la température de ces coefficients piézorésistifs mesurés par voie *ex situ* ou *in situ* est compatible avec les tendances trouvées dans la littérature.

Du point de vue technologique, l'étude de nanofils par approche *top-down* initiée par cette thèse a permis de développer dans la centrale de technologie de l'IEF un procédé de fabrication de dispositifs à nanofils à partir de substrat SOI très minces (160-220 nm), avec des largeurs de nanofils pouvant être aussi faibles que  $\sim 20 \text{ nm}$ .

Suite à la fabrication de nanofils à l'IEF, nous avons pu observer un flambage latéral de nanofils suspendus ayant un très grand rapport d'aspect. L'analyse du post-flambement de ces nanofils a permis de mettre en évidence la présence d'une



contrainte initiale en compression très élevée (plusieurs centaines de MPa) dans ces nanofils. L'hypothèse la plus probable pour expliquer cette contrainte est le fluage de la silice enterrée lors de l'oxydation ou des traitements haute température utilisés pour l'amincissement du film de silicium superficiel. Quelle que soit l'origine d'une telle contrainte, sa caractérisation est importante pour toute étude technologique de nanostructures fabriquées à base de wafers SOI minces.

Une avancée importante de ce travail a été la conception et la caractérisation d'un dispositif MEMS relié à une nanojauge piézorésistive via un ressort démultiplicateur. Ce dispositif a été utilisé comme moyen de caractérisation électromécanique de nanofils mais aussi comme prototype démonstrateur de la détection par nanojauge piézorésistive du mouvement d'un MEMS dans le plan du substrat. Nous avons montré que la détection par nanojauge piézorésistive présentait une limite de détection de déplacement très faible ( $<1\text{\AA}$ ) et meilleure qu'une détection intégrée capacitive classique. Les coefficients piézorésistifs longitudinaux de nanofils de section  $250 \times 250 \text{ nm}^2$ , de différentes orientations ont été extraits de la mesure. Ces coefficients sont très proches des coefficients piézorésistifs du Silicium massif. Il a également été montré que la jauge piézorésistive pouvait être utilisée comme moyen de caractérisation dynamique d'un MEMS ou comme méthode de détection intégrée de capteurs MEMS résonants.

Suite à ces caractérisations électromécaniques, la conductivité thermique de nanofils suspendus a été mesurée par la méthode  $3\omega$ . Les mesures indiquent, comme prévu, une réduction de la conductivité thermique pour les nanofils de faibles sections. La variation de la conductivité thermique avec la température est compatible avec les résultats publiés. La mesure de la conductivité thermique étant fortement influencée par la mesure du TCR du nanofil, une incertitude sur cette mesure entraîne directement une incertitude sur la conductivité thermique. Globalement, ces mesures de conductivité thermiques confirment que le transport de phonon est très largement dominé par l'état de surface des nanofils. Enfin la variation de conductivité thermique avec la contrainte a été caractérisée pour la première fois.

D'une manière générale, ce travail a permis d'aplanir les premières difficultés pour faciliter à l'avenir l'étude des nanofils au sein du département Nano bio et micro et Nano systèmes de l'Institut d'Electronique Fondamentale. Suite à cette thèse, un projet ANR a été déposé pour étudier d'une manière systématique la fiabilité des nanofils en silicium comme jauge de contrainte intégrée dans les MEMS.

### Perspectives

Cette thèse est une première étape vers une caractérisation complète des propriétés électro-thermo-mécaniques des nanofils et devra dans l'avenir être complétée par des mesures sur d'autres nanofils suspendus notamment des nanofils de type n de différents dopages et d'autres nanofils de type p peu dopés. Pour éviter les problèmes de dérives de la résistance des nanofils, il faudra soit utiliser systématiquement des mesure différentielles soit développer un procédé de passivation des nanofils par exemple par oxydation contrôlée des surfaces puis gravure chimique de l'oxyde.

Concernant l'étude de la piézorésistance des nanofils, il serait intéressant de mesurer les coefficients piézorésistifs de nanofils non-suspendus car leur niveau de charges de surface devrait être différent de celui de nanofils libérés. De plus, ceci permettrait d'appliquer des contraintes transverses et pas seulement longitudinales. Il sera également important de rajouter des jauges de références piézorésistives intégrées.

Enfin pour la mesure  $3\omega$ , il faudrait utiliser un détecteur synchrone dont la bande passante dépasse la fréquence de coupure thermique du nanofil. Grâce à cela, il deviendra possible mesurer la capacité calorifique des nanofils. Ainsi, tout le potentiel de la méthode  $3\omega$  pourra être exploité. Pour la variation de la conductivité thermique avec la contrainte, une étude dédiée de la variation du TCR avec la contrainte devra être entreprise.

# Annexe A : Calcul du Module de Young effectif d'une poutre composite SiO<sub>2</sub>/ Si/ SiO<sub>2</sub>

Soit une poutre composite dont la section est composée d'un cœur en silicium et de deux épaisseurs de silice: le cœur de module de Young  $E_{Si}$ , d'épaisseur  $c$  et de deux couche superficielle de silice de module de Young  $E_{ox}$  et d'épaisseur  $t_{ox}$ .  $t$  est l'épaisseur de la poutre.  $w$  est la largeur de la poutre sans les couches d'oxyde. Puisque les nanofils font  $t=160$  nm d'épaisseur, on néglige l'effet de l'oxyde sur les deux faces selon l'axe  $y$ .

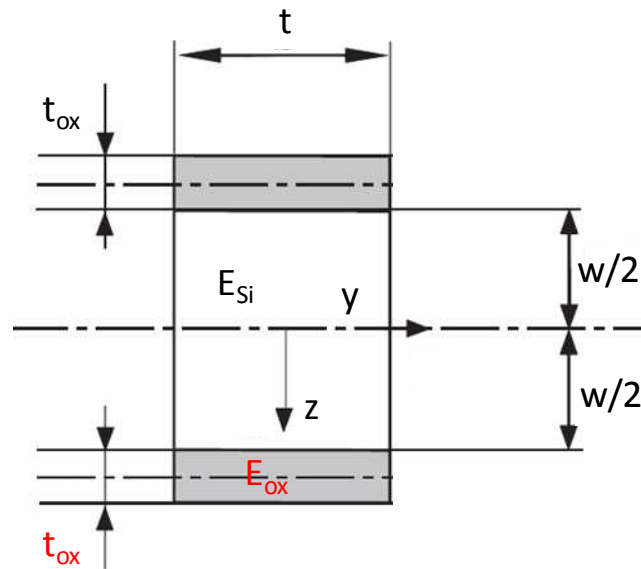


Figure 1: coupe d'une poutre en sandwich

Soit  $D$  la rigidité en flexion de cette poutre en « sandwich » donnée par [ZEN 95]:

$$D_{poutre} \stackrel{\text{def}}{=} \frac{E_{eff} I_{poutre}}{t} = E_{ox} \int_{-\frac{w}{2}-t_{ox}}^{-\frac{w}{2}} z^2 dz + E_{Si} \int_{-\frac{w}{2}}^{+\frac{w}{2}} z^2 dz + E_{ox} \int_{+\frac{w}{2}}^{+t_{ox}+\frac{w}{2}} z^2 dz$$

$$D_{poutre} = \frac{2}{3} E_{ox} t_{ox}^3 + E_{Si} \frac{w^3}{12} + 2E_{ox} \frac{w}{2} t_{ox} \left( t_{ox} + \frac{w}{2} \right)$$

Le moment quadratique de la poutre totale s'écrit :

$$I_{poutre} = \frac{(2t_{ox} + w)^3 t}{12}$$

On peut alors calculer le module de Young effectif de la poutre :

---

$$E_{eff} = \frac{tD_{poutre}}{I_{poutre}}$$

$$E_{eff}(w) = E_{Si} \frac{w^3}{(w + 2t_{Ox})^3} + E_{Ox} \frac{[8(t_{Ox})^3 + 6w^2t_{Ox} + 12w(t_{Ox})^2]}{(w + 2t_{Ox})^3}$$

[ZEN 95] D. Zenkert, "An Introduction to Sandwich Construction" Engineering Materials Advisory Services Ltd, UK, 1995,

# Annexe B : Constante de raideur du ressort de type double poutres repliées

Cette annexe donne les constantes de raideur selon les trois directions de l'espace du ressort utilisé comme suspension pour l'actionneur MEMS. Les images et les formules sont tirées de la thèse de Gary Keith Fedder sur le design des MEMS.

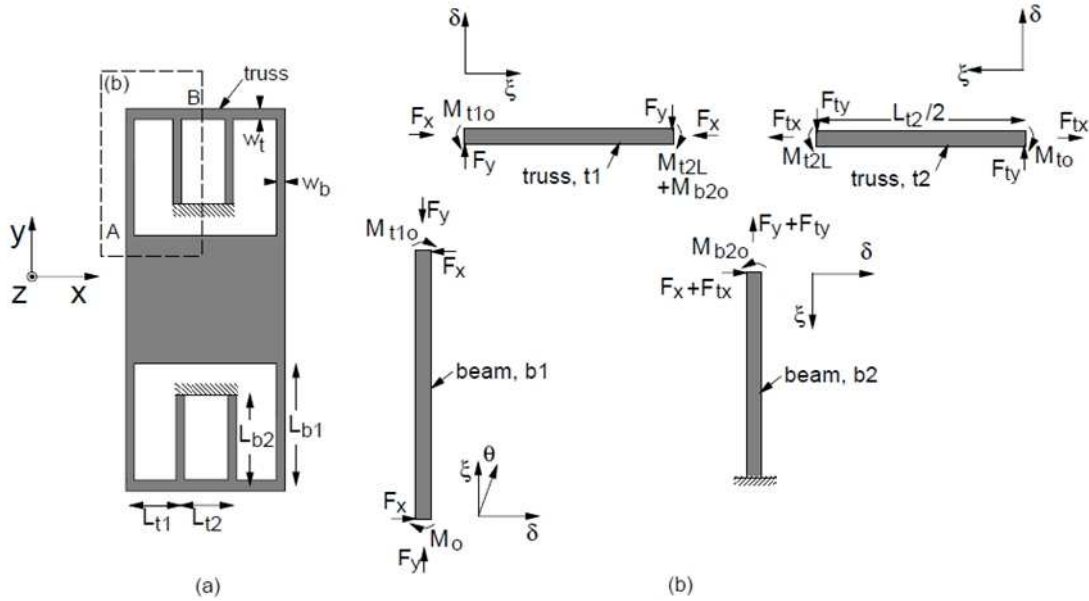


Figure 1: (a) Schéma sur ressort, (b) décomposition du treillis en poutres

$E$  est le module de Young de la poutre  $I_{z,t}$  est le moment quadratique correspondant à la flexion de la poutre autre de l'axe  $z$ .

Constante de raideur selon  $x$  et  $y$ :

$$k_x = \frac{24EI_{z,t}}{L_{b1}^3} \frac{\left( 12\alpha^2(2\tilde{L}_{t1} + \tilde{L}_{t2})\tilde{L}_{b2} + 6\alpha\tilde{L}_{b2}\tilde{L}_{t1}^2 + 4\alpha\tilde{L}_{t1}\tilde{L}_{t2}(1 + \tilde{L}_{b2}) + \tilde{L}_{t1}^2\tilde{L}_{t2} \right)}{\left\{ \begin{array}{l} 6\alpha^2\tilde{L}_{b2}(2\tilde{L}_{t1} + \tilde{L}_{t2})(1 + \tilde{L}_{b2}^3) + \\ \alpha(3\tilde{L}_{b2}\tilde{L}_{t1}^2(4 + \tilde{L}_{b2}^3) + \\ 2\tilde{L}_{t1}\tilde{L}_{t2}(\tilde{L}_{b2}^4 + 4\tilde{L}_{b2}^3 + 3\tilde{L}_{b2}^2 + 4\tilde{L}_{b2} + 1)) + \\ 2\tilde{L}_{t1}^2\tilde{L}_{t2}(1 + \tilde{L}_{b2}^3) \end{array} \right\}}$$

$$k_y = \frac{24EI_{z,t}\tilde{L}_{t1}}{L_{t1}^3} \frac{\alpha^2\tilde{L}_{b2} + 2\alpha(\tilde{L}_{t2} + \tilde{L}_{b2}(2\tilde{L}_{t1} + \tilde{L}_{t2})) + 8\tilde{L}_{t1}\tilde{L}_{t2}}{\alpha^2\tilde{L}_{b2}(2\tilde{L}_{t1} + 3\tilde{L}_{t2}) + 2\alpha\tilde{L}_{t1}(2\tilde{L}_{t2}(1 + \tilde{L}_{b2}) + \tilde{L}_{t1}\tilde{L}_{b2}) + 4\tilde{L}_{t1}^2\tilde{L}_{t2}}$$

Avec  $\alpha = I_{z,t}/I_{z,b}$ ,  $\tilde{L}_{b2} = L_{b2}/L_{b1}$ ,  $\tilde{L}_{t1} = L_{t1}/L_{b1}$ , et  $\tilde{L}_{t2} = L_{t2}/L_{b1}$

Constante de raideur selon la direction  $z$  :

$$k_z = \frac{48S_{cb}}{L_b^3} \left\{ \begin{array}{l} S_{ct} (S_{gt} + S_{gt}\bar{L}_{b2} + S_{cb}\bar{L}_{t1}) \times \\ \left( 2S_{ct}^2\bar{L}_{b2} + 2S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1} + S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{t2} + S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t2} + S_{gb}^2\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} \right) \end{array} \right\}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} 2S_{ct}^3S_{gt}\bar{L}_{b2} + 8S_{ct}^3S_{gt}\bar{L}_{b2}^2 - 12S_{ct}^3S_{gt}\bar{L}_{b2}^3 + 8S_{ct}^3S_{gt}\bar{L}_{b2}^4 + 2S_{ct}^3S_{gt}\bar{L}_{b2}^5 + \\ 8S_{cb}S_{ct}^3\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1} + 2S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1} + 8S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1} - 12S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^3\bar{L}_{t1} + \\ 8S_{cb}S_{ct}^3\bar{L}_{b2}^4\bar{L}_{t1} + 8S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^4\bar{L}_{t1} + 2S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^5\bar{L}_{t1} + 8S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^2 + \\ 8S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}^2 + 8S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^3 + 8S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}^4 + \\ 2S_{cb}S_{ct}S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^4 + 2S_{cb}S_{ct}S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}^4 + 2S_{cb}^2S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^5 + \\ S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{t2} + 5S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t2} - 2S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t2} - 2S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^3\bar{L}_{t2} + \\ 5S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^4\bar{L}_{t2} + S_{ct}^2S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^5\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + \\ S_{ct}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + 4S_{ct}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} - \\ 6S_{ct}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}^3\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + 4S_{ct}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{b2}^3\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + \\ 4S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}^4\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + S_{ct}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{b2}^4\bar{L}_{t1}\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}S_{ct}S_{gb}^2\bar{L}_{t1}^2\bar{L}_{t2} + \\ 12S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^2\bar{L}_{t2} + 12S_{cb}S_{ct}^2S_{gb}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}^2\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}S_{ct}S_{gb}^2\bar{L}_{b2}^3\bar{L}_{t1}^2\bar{L}_{t2} + \\ 4S_{cb}S_{ct}S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{t1}^3\bar{L}_{t2} + 12S_{cb}^2S_{ct}^2\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^3\bar{L}_{t2} + 8S_{cb}S_{ct}S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^3\bar{L}_{t2} + \\ 4S_{cb}S_{ct}S_{gb}S_{gt}\bar{L}_{b2}^2\bar{L}_{t1}^3\bar{L}_{t2} + 4S_{cb}^2S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{t1}^4\bar{L}_{t2} + S_{cb}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{t1}^4\bar{L}_{t2} + \\ 4S_{cb}^2S_{ct}S_{gb}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^4\bar{L}_{t2} + S_{cb}S_{gb}^2S_{gt}\bar{L}_{b2}\bar{L}_{t1}^4\bar{L}_{t2} + S_{cb}^2S_{gb}^2\bar{L}_{t1}^5\bar{L}_{t2} \end{array} \right\}$$

Avec :  $S_{cb} \equiv EI_{x,b}$ ,  $S_{ct} \equiv EI_{x,t}$ ,  $S_{gb} \equiv GJ_b$ , et  $S_{gt} \equiv GJ_t$ .

$I_{x,t}$  est le moment quadratique autour de l'axe  $x$ .  $G$  est le module de torsion défini par :

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

$\nu$  est le module de Poisson.  $J$  est une constante de torsion définie par :

$$J = \frac{1}{3}t^3w \left( 1 - \frac{192}{\pi^5} \frac{t}{w} \sum_{i=1, i \text{ odd}}^{\infty} \frac{1}{i^5} \tanh \left( \frac{i \pi w}{2t} \right) \right)$$

Cette expression générale dépend de l'épaisseur de la poutre  $t$ , la largeur de la poutre  $w$  qui doit être remplacée par  $w_b$  ou  $w_t$  pour calculer respectivement  $J_b$  ou  $J_t$  suivant que l'on considère la poutre « b » ou « t » définies dans la [Figure 1](#).

[FED 94] G. K. Fedder, [Simulation of Microelectromechanical Systems] Ph.D. dissertation, Eng.-Elect. Eng. and Comput. Sciences, Univ. California, Berkeley, 1994

Sujet : Etude des propriétés électro-thermo-mécaniques de nanofils en silicium pour leur intégration dans les microsystèmes

Les propriétés électro-thermo-mécaniques remarquables qui peuvent apparaître dans les nanofils de silicium font l'objet d'un nombre croissant de travaux de recherche. Ces travaux de thèse de nature fortement expérimentale, visent à donner une meilleure connaissance de ces propriétés dans le cas de nanofils, en silicium monocristallin, fabriqués par approche descendante.

Pour caractériser la piézorésistivité, deux méthodes de chargement mécaniques ont été développées : la flexion 4 points de puce et la traction/compression *in situ* avec un actionneur MEMS. La méthode  $3\omega$  a été choisie pour des mesures de conductivité thermiques. Ces propriétés ont été étudiées en fonction de la température et la contrainte dans une station sous pointes cryogénique.

Les résultats montrent que les nanofils fabriqués à partir de substrats SOI amincis peuvent, de manière inattendue, être fortement contraints en compression après fabrication. Les nanofils de type p présentent, même en régime de mesure dynamique, des coefficients piézorésistifs élevés qui décroissent fortement avec la température et permettent une détection intégrée de mouvement de MEMS avec une limite de détection inférieure à l'Ångström. Les mesures thermiques confirment l'effet d'échelle attendu de la conductivité thermique, la décroissance avec la température est compatible avec les résultats théoriques et expérimentaux précédemment publiés.

Mots clés : nanofil silicium, MEMS, NEMS, piézorésistance, conductivité thermiques, flambage,  $3\omega$

Subject: study of electro-thermo-mechanical properties of silicon nanowires for MEMS applications

Remarkable nanoscale electro-thermo-mechanical properties of silicon nanowires are increasingly studied. This experimental thesis investigates such properties for top-down fabricated monocrystal silicon nanowires.

A four points bending set-up and a MEMS actuator are developed to apply *ex situ* and *in situ* mechanical stress on nanowires. Those devices are characterised in a cryogenic environment within a microprobe station. Electrical properties and piezoresistivity are studied using those systems. Moreover, the  $3\omega$  method measures the thermal conductivity of these nanowires.

From buckling of silicon nanowires, unexpected high compressive stress (>100 MPa) was identified in top silicon layers of SOI substrates.

Drift-compensated measurements show that p type silicon nanowires present large piezoresistive coefficients which decrease with temperature. Additionally, the MEMS device demonstrates the possibility to detect ample MEMS movements with sub-ångström resolution using the nanowires as piezoresistive nanogauges.

The thermal conductivity was found consistent with previously reported values for silicon nanowires, and expectedly decreases with temperature.

Keywords: silicon nanowire, MEMS, NEMS, piezoresistance, thermal conductivity, buckling,  $3\omega$

