HAL
open science

Maitrise de la microstructure de films minces d'or par traitements de surface pour l'optimisation du contact mécanique et ohmique des micro-relais mems.

Brice Arrazat

To cite this version:

Brice Arrazat. Maitrise de la microstructure de films minces d'or par traitements de surface pour l'optimisation du contact mécanique et ohmique des micro-relais mems.. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2012. Français. NNT : 2012EMSE0644 . tel-01089963

HAL Id: tel-01089963

https://theses.hal.science/tel-01089963v1

Submitted on 2 Dec 2014

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.

Ecole Nationale Supérieure des Mines
SAINT-ETIENNE

NNT : 2012 EMSE 0644

THÈSE

présentée par

Brice ARRAZAT

pour obtenir le grade de
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Microélectronique

MAITRISE DE LA MICROSTRUCTURE DE FILMS MINCES D'OR PAR TRAITEMENTS DE SURFACE POUR L'OPTIMISATION DU CONTACT MECANIQUE ET OHMIQUE DES MICRO-RELAIS MEMS

Soutenue au Centre Microélectronique de Provence à Gardanne, le 21 février 2012

Membres du jury

Président :	Yves BRECHET	Professeur des Universités, Institut National Polytechnique de Grenoble
Rapporteurs :	Frédéric HOUZE	Chargé de Recherche CNRS, Laboratoire de Génie Électrique de Paris, Supelec, Orsay
	Pierre MONTMITONNET	Directeur de Recherche CNRS, Mines ParisTech, Centre de Mise en Forme des matériaux, Sophia Antipolis
Examinateurs :	Alain BOSSEBOEUF	Directeur de Recherche CNRS, Institut d'Electronique Fondamentale, Université Paris Sud
	Alain IOST	Professeur des Universités, Arts et Métiers ParisTech, Centre de Lille
	Henry PROUDHON	Chargé de Recherche CNRS, Mines ParisTech, Centre Des Matériaux, Evry
Directeur de thèse :	Karim INAL	Professeur des Ecoles des Mines, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne
Co-encadrant :	Vincent MANDRILLON	Ingénieur-Chercheur, CEA-LETI MINATEC Grenoble

Spécialités doctorales :	**Responsables :**
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX	J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS
MECANIQUE ET INGENIERIE	
GENIE DES PROCEDES	F. GRUY Professeur – Centre SPIN
SCIENCES DE LA TERRE	B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT	J. BOURGOIS Professeur – Fayol
MATHEMATIQUES APPLIQUEES	E. TOUBOUL Ingénieur – Fayol
INFORMATIQUE	O. BOISSIER Professeur – Fayol
IMAGE, VISION, SIGNAL	JC. PINOLI Professeur – Centre CIS
GENIE INDUSTRIEL	P. BURLAT Professeur – Fayol
MICROELECTRONIQUE	Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	Fayol
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	Fayol
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	Fayol
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSE	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	Fayol
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Sciences de la terre	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	Fayol
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	Fayol
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1ère classe
PR 2	Professeur 2ème classe
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

Centres :

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
Fayol	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

Dernière mise à jour le : 23 août 2011

Remerciements

Ces travaux de thèse sont le fruit d'une collaboration entre le Centre Microélectronique de Provence (CMP) à Gardanne, un centre de recherche de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, et le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) de Grenoble, plus précisément le LETI (Laboratoire d'Électronique et de Technologies de l'Information). Je tiens donc à remercier les chefs de laboratoire qui m'ont accueilli : Patrick Benaben (CMP/PS2) et Didier Bloch (LETI/DCOS/LCFM).

Je tiens tout particulièrement à remercier mon directeur de thèse, Karim Inal, pour m'avoir proposé cette aventure et pour son aide, notamment en fin de thèse pour la rédaction, mais surtout pour sa disponibilité et sa proximité. Je remercie également mon co-encadrant, Vincent Mandrillon, pour toutes nos discutions instructives au tour du contact mécanique et électrique. Je remercie aussi les membres du jury pour leurs remarques et intérêts portés à ces travaux, d'autant plus que le manuscrit fait 254 pages.

J'ai eu l'occasion d'effectuer plusieurs séjours forts agréables au sein du LCFM et je tiens à remercier l'ensemble de ses membres. Plus particulièrement, je tiens à remercier Christophe Poulain pour nos échanges scientifiques et pour les moments partagés lors de la conférence Holm. Je remercie également Pierre-Louis Charvet pour les bons moments passés en réunion FAME (projet ANR) et Frédéric Souchon pour nos échanges de MEMS. Je n'oublie surtout pas Estelle Brague sans qui je serai encore perdu dans les méandres administratifs du CEA. Enfin, je remercie mes chers confrères doctorants à qui je souhaite une bonne continuation : Alexandra, Daniel et Alexis. Je pense particulièrement à Maxime Vincent pour nos travaux communs sur le banc d'endurance et à David Mercier pour notre passion autour de la nano-indentation.

J'ai également eu la chance d'effectuer quelques séjours à Toulouse dans le cadre du projet FAME. J'ai beaucoup apprécié les moments partagés avec les équipes du LAAS (Patrice Pons et Fabio Coccetti), de Novamems (Adrien Broué et Jérémie Dhennin), du CNES (Frédéric Courtade) et de Thales (Barbara Bonnet et Olivier Vendier).

Au cours de ces 3 années de thèse, j'ai passé la majeure partie de mon temps au CMP. J'y ai passé des moments chaleureux grâce à l'ensemble de ses membres : Jacques, Jean-Michel, Cyril, Man, Gaëlle, Thomas, Alexandre, Aurélie, Mathieu R, Mathieu M, Eloïse, Véronique, Henda, Sylvain N, Daniel, Malika, Jérôme, Sinh, Amina, Renaud, Romuald R, Romuald L, Clément, Simon, Arthur, Diana, Ali et Mylène. Mes pensées vont également à Pierre. Et je remercie également les membres des autres départements : Anne-Lise, Jean-Max, Jean-Baptiste, Laurent, Lobna, Ali, Dion, Scherrine, Jean-Loup et Agnès.

Je pense aussi à l'aide indispensable pour la partie administrative de Barbara, Sabine, Véronique, Christelle, Anne-Marie et Michelle. Je remercie également le service informatique pour m'avoir sauvé la vie plusieurs fois : Gracien, Florent, Manon, Jonathan et Stéphane. Et je

me souviendrai toujours des rencontres effectuées en salle blanche avec la team Gemalto : Frédéric, Thierry et Béatrice ; et avec Michel.

Je tiens à m'excuser pour l'ensemble des blessures occasionnées lors de des foots du jeudi soir : Abdel, Oussama, Driss, Diego, Xenofon, Amine, Guillaume, Benjamin et Loïc.

Je pense également aux personnes que j'ai croisées le long de mon parcours avant de démarrer la thèse. Je remercie mes collègues de ST : Murielle, Sylvain, Roberto, Olivier, Valérie et plus particulièrement Christian pour ces conseils : « La thèse, c'est comme un marathon, il faut partir vite, garder le rythme et sprinter à la fin » et « Esprit sein dans un corps sein, donc arrête de manger des pizzas et fait du sport au moins une fois par semaine !!! ». Je pense aussi à Julien, qui m'a permis de vivre cette expérience à ST, avec qui j'ai fait mon master, puis la collocation lors du stage à Grenoble, et bien plus encore. Je me rappelle de mon expérience au LETI en métrologie en ligne et je tiens à remercier Sylvie, Fabrice, Véronique, Yann, Sandrine, Benjamin, Mathilde, Christophe, Guillaume, Thomas, Clément et Jean-François.

Voilà que nous arrivons vers la fin des remerciements et certaines personnes attendent avec impatience d'y voir leur prénom. En effet, j'ai gardé le meilleur pour la fin. Un grand merci à Sylvain B pour avoir développé la « zone de la blague » dans mon cerveau. Je remercie Mohamed pour tout : le foot, la déconne et le travail sérieux, même le dimanche après-midi (2 jours avant la soutenance).

J'ai eu le plaisir de découvrir un « vrai marseillais » et surtout sa grande variété de langage, merci Thierry. Je l'ai vu grandir sous mes yeux : le petit François est passé de stagiaire à CDD puis doctorant, bonne chance et merci pour tous ces moments de convivialité. J'en arrive à Miss Crousti, zoumba, Vaness etc… La femme aux mille surnoms : Jessica. Merci pour les caractérisations et les bons moments de rigolade en salle imagerie.

C'est maintenant le tour des doctorants. Je pense d'abord à Mamadou qui a débuté l'activité du contact électrique à l'école. Puis à Pierre-Yves qui a été mon mentor sur les mesures électriques dans le nano-indenteur XP. Je les remercie tous les deux grandement. Je remercie Bassem pour avoir jouer avec moi à la balle. Et puis merci les ***Romains***. Non, je rigole ! Je remercie Romain et Romaing pour tous les souvenirs inoubliables accumulés en D204. Oups, j'ai failli l'oublier ! Mais comment oublier la seule personne à être restée plus de 2 mois face à mon bureau. Mouchas gracias Esteban, bon, merci quoi. Prend soin de notre calendrier.

Enfin, le plus grand remerciement est adressé à ma femme pour m'avoir supporté tout au long de la thèse et même avant.

Introduction générale

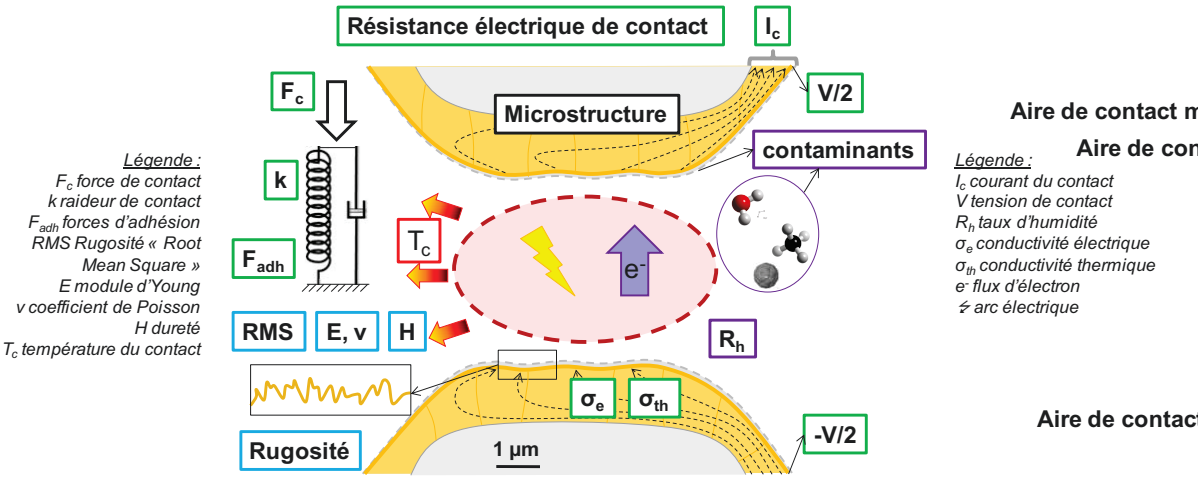
Depuis 1965, l'industrie de la microélectronique suit la loi de Moore pour la densification du nombre de transistors par unité de surface [Moore (1998)]. Ce développement technologique sur silicium appelé « More Moore » a permis de maitriser des procédés de fabrication à des échelles micro et nanométrique. Cela a ouvert le champ à de nouveaux domaines de recherche et ainsi à la création de nouveaux dispositifs électroniques. Leur développement et intégration sur les technologies silicium est appelée « More than Moore ».

Ainsi, dès les années 1970, une nouvelle famille de composants voit le jour : les microsystèmes électromécaniques ou « MicroElectroMechanical Systems » (MEMS). Les premiers MEMS commercialisés dans les années 1980 sont des capteurs de pression en silicium. Depuis, l'utilisation des MEMS est de plus en plus répandue : les micro-miroirs pour les vidéoprojecteurs, les accéléromètres pour les airbags et les gyroscopes pour les consoles de jeux. Le MEMS peut être un capteur, un actionneur et même un composant électronique actif.

De par le succès rencontré par ces MEMS, de nouvelles fonctions sont visées telles que les relais ou commutateurs. Le micro-relais MEMS ohmique n'est autre qu'un interrupteur d'une taille de l'ordre de la centaine de microns. Une structure mobile permet de fermer ou d'ouvrir un contact électrique. Ainsi, le signal peut transiter ou être interrompu. La réalisation d'un premier démonstrateur a mis en évidence leurs performances en terme de fréquences passantes et de miniaturisation devant les variantes conventionnelles en micro-technologies silicium (diodes ou transistors) [Larson (1991), Goldsmith (1995)]. Cependant, après de très nombreux cycles d'ouverture-fermeture du contact électrique, les performances se dégradent.

Depuis le début des années 2000, des études sont menées pour analyser les modes de défaillance et proposer des solutions concrètes pour augmenter la durée de vie. Le comportement du contact électrique à une échelle sub-micrométrique est complexe du fait des nombreux phénomènes interdépendants (figure ci-dessous).

En effet, lors de la fermeture du micro-relais MEMS, les surfaces rugueuses entrent en contact, se déforment et un courant électrique les parcourt. Ainsi, la topographie, en lien avec les propriétés mécaniques locales et la composition chimique des surfaces de contact, module la résistance électrique de contact. La surface de contact peut également être affectée thermiquement par le passage du courant et/ou la formation d'arc électrique. De plus, ces propriétés évoluent au cours du fonctionnement du micro-relais MEMS (après plusieurs millions de cycles).



Bilan schématique des différents paramètres à prendre en compte pour appréhender le contact électrique.

D'un point de vue plus technologique, des améliorations des performances (durée de vie) ont pu être faites au travers de deux axes majeurs : les procédés de réalisation (de la technologie film mince au packaging) et les matériaux de contact. L'optimisation de ces derniers conduit à la réalisation de matériaux à gradient de propriétés de plus en plus complexes.

C'est donc dans ce contexte (chapitre 1) que s'inscrivent les travaux de thèse présentés dans ce mémoire. Cette thèse fait partie d'une démarche concomitante, sur la fiabilité et l'étude de la résistance électrique de contact, au travers de projets (ANR FAME), de travaux de thèse (Maxime Vincent et Pierre-Yves Duvivier) et d'autres collaborations (CEA-LETI-MINATEC).

Cette thèse est dans la continuité de celle de Pierre-Yves Duvivier qui a conduit à plusieurs contributions, en particulier, la quantification du rôle essentiel de la topographie dans la résistance électrique de contact, et ceci par une approche statistique. De plus, des outils ont été mis en place : le nano-indenteur instrumenté pour la mesure de la résistance électrique de contact dans des conditions similaires au micro-relais MEMS ainsi que l'analyse d'images AFM qui permet d'extraire une représentation fine de la topographie réelle.

Pour les films minces d'or des micro-relais MEMS, des traitements superficiels novateurs seront mis en œuvre (chapitre 2). La caractérisation microstructurale sera menée afin d'expliquer les propriétés mécaniques locales des films minces d'or traités. Une nouvelle approche visant à reproduire les sollicitations mécaniques des micro-relais MEMS par nano-indentation sphérique sera mise en place (chapitre 3). Le fluage et le cyclage seront ainsi investigués sur les traitements de surface proposés. Une analyse discrète de la déformation des surfaces de contact pourra alors être effectuée à l'aide de l'analyse d'image afin de mettre en place une modélisation mécanique discrète du contact rugueux (chapitre 4). Une modélisation du contact électrique sera par la suite proposée et comparée à la mesure expérimentale de la résistance électrique de contact par nano-indentation instrumentée.

Table des matières

Introduction générale 1

Chapitre 1
Performances des matériaux de contact des micro-relais MEMS 9

1 Les micro-relais MEMS 10
1.1 Du premier MEMS au premier micro-relais MEMS 10
1.2 Les applications visées 13
1.3 Principe de fonctionnement 14
1.4 Durée de vie et dégradation 15
1.4.1 Dysfonctionnements constatés 16
1.4.2 Analyses post-mortem des surfaces de contact 18
1.4.2.1 Zones fondues 18
1.4.2.2 Transferts de matière 18
1.4.2.3 Croissance d'« hillocks » 19
1.4.2.4 Impact de la puissance du signal transmis 19
1.4.2.5 Usure des surfaces de contact 20
1.4.2.6 Polymère de frottement 21

2 Physique de la défaillance 22
2.1 Formation d'arc électrique 22
2.2 Phénomène d'émission électronique 22
2.3 Echauffement par la densité de courant 23
2.4 Contamination de la surface 25
2.5 Fluage des surfaces de contact 26
2.6 Forces d'adhésion 28
2.7 Sollicitations cycliques 31

3 Les améliorations apportées 33
3.1 Packaging 33
3.2 Nouveaux matériaux de contact 35
3.2.1 Apport de la mesure de la résistance électrique de contact en statique 35
3.2.2 Suivi de la résistance électrique de contact en dynamique 38
3.2.3 Tests sur micro-relais MEMS 43
3.3 Conclusions 45

4 Le durcissement de l'or 47
4.1 Alliages riches en or 47
4.2 Dispersion d'oxyde durcissant 50
4.3 Systèmes multicouches 50
4.4 Affinement de la taille de grains 53
4.5 Incorporation d'impuretés 55

5 Conclusions 58

Bibliographie 59

Chapitre 2
Microstructure et dureté induites par traitements superficiels du film mince d'or 67

Introduction 68

1 Traitements superficiels 69
1.1 Revêtements ultrafins de ruthénium 69
1.2 Implantation ionique de bore et d'azote 73
1.2.1 Choix des conditions de traitement 74
1.2.2 Caractérisation de la microstructure induite 75
1.2.2.1 Profils de concentration 75
1.2.2.2 Contrôle de la taille de grains 77
1.2.2.3 Résistivité électrique 80
1.2.2.4 Topographie et morphologie 81
1.2.3 Apport de la diffraction des rayons X 84
1.2.3.1 Analyse de phases et des largeurs de raies 84
1.2.3.2 Détermination des contraintes résiduelles 86
1.3 Conclusions 92

2 Nano-indentation sur films minces 94
2.1 Extraction des propriétés mécaniques 94
2.2 Mesure des duretés apparentes 98
2.3 Modèles de dureté multicouches 100
2.3.1 Modèle de Rahmoun et Iost 101
2.3.2 Modèle à cavité étendue 102
2.3.2.1 Modèle bi-couches : film mince d'or sur substrat silicium 103
2.3.2.2 Modèle multicouches : films minces d'or traités en surface 106

3 Extraction de la dureté intrinsèque 107
3.1 Film mince d'or sur substrat silicium 107
3.1.1 Modèle de Rahmoun et Iost 107
3.1.2 Modèle à cavité étendue 110
3.1.3 Bilan 111
3.2 Films ultrafins de ruthénium sur or 111
3.2.1 Modèle de Rahmoun et Iost 112
3.2.2 Modèle à cavité étendue 113
3.2.3 Bilan 114
3.3 Implantation ionique sur film mince d'or 115
3.3.1 Données brutes 115
3.3.2 Extraction de la dureté intrinsèque 118
3.3.3 Bilan 119

4 Conclusions 121

Bibliographie 125

Chapitre 3
Etude de la déformation des surfaces de contact des films minces d'or traités 128

Introduction 129

1 Démarche adoptée 131
1.1 Forces et pressions de contact dans les micro-relais MEMS 131
1.2 Apport de la nano-indentation sphérique pour représenter le micro-relais MEMS 133
1.3 Deux pointes sphériques, deux approches 134
1.3.1 Protocoles expérimentaux 135
1.3.2 Banc d'endurance 136
1.3.3 Caractérisation topographique des surfaces de contact 137

2 Etude des surfaces de contact après nano-indentation sphérique statique et cyclique 139
2.1 Chargements localisés avec la pointe de rayon de courbure de 50 µm 139
2.1.1 Charge/décharge unique 139
2.1.2 Cyclage 143
2.1.2.1 Courbes force-déplacement 134
2.1.2.2 Analyse du cyclage à une force de 1 mN 144
2.1.2.3 Analyse du cyclage pour des forces de 5 et 10 mN 146
2.1.3 Bilan intermédiaire 148
2.1.4 Fluage aux faibles forces 149
2.2 Analyse statistique de la topographie des empreintes résiduelles d'indentation avec la pointe de 150 µm de rayon de courbure 152
2.2.1 Répartition des pressions 152
2.2.2 Protocole expérimental 153
2.2.3 Evolution dans l'empreinte de la rugosité RMS 154
2.2.4 Rayon de courbure et répartition en hauteur des aspérités 156
2.3 Conclusions 159

3 Essais d'endurance 160
3.1 Résistance électrique de contact [Vincent (2010)] 161
3.2 Analyse des surfaces de contact après cyclage 162
3.2.1 Observations au microscope électronique à balayage [Vincent (2010)] 163
3.2.2 Cartographies d'orientations cristallines 164
3.2.2.1 Pointes 164
3.2.2.2 Films minces 165
3.2.3 Nano-indentation Berkovich des surfaces de contact 167
3.2.4 Bilan intermédiaire 168
3.3 Investigation microstructurale après sollicitations représentatives 170
3.3.1 Nano-indentation sphérique à fortes forces 170
3.3.2 Recuit rapide par traitement laser 173
3.4 Bilan 179

4 Conclusions 181

Bibliographie 183

Chapitre 4
Analyse du contact mécanique et électrique de films minces d'or 184

Introduction 185

1 Etude du contact mécanique rugueux 187
1.1 Analyse discrète de la déformation de la surface 187
1.1.1 Démarche expérimentale 187
1.1.2 Traitement discret des aspérités par analyse d'images AFM 190
1.1.3 Identification de la déformation de chaque aspérité 194
1.1.4 Bilan intermédiaire 196
1.2 Modélisation analytique discrète du contact rugueux 196
1.2.1 Principe du modèle proposé 197
1.2.2 Aire de contact des aspérités 198
1.2.3 Force de contact des aspérités 202
1.2.4 Affaissement du plan moyen autour d'une aspérité en contact 204
1.2.5 Synthèse du modèle mécanique 205
1.3 Nouvelle extraction de la dureté 206
1.4 Comparaison entre la modélisation et l'expérience 209
1.4.1 Effet de l'affaissement du plan moyen 209
1.4.2 Ajustement aux faibles forces 210
1.4.3 Comparaison à l'analyse discrète 212
1.5 Conclusions 214

2 Comportement électrique 215
2.1 Résistance de contact électrique par nano-indentation instrumentée 215
2.2 Mesure de la résistance électrique de contact au cours du fluage 217
2.2.1 Comparaison préliminaire des différents films minces d'or traités 218
2.2.2 Synthèse des analyses quantifiées du fluage 220
2.2.3 Observations des surfaces de contact après fluage 222
2.2.3.1 Ouverture ductile et/ou frottement 222
2.2.3.2 Traces carbonées sur le film mince d'or nitruré 224
2.3 Modélisation analytique de la résistance électrique de contact 226
2.3.1 Modélisation de la résistance électrique de contact 227
2.3.1.1 Transport électronique 227
2.3.1.2 Multistrictions 228
2.3.1.3 Tassement des lignes de champs 230
2.3.2 Première confrontation avec l'expérience 231

3 Conclusions 234

Bibliographie 235

Conclusions générales et perspectives 237

Annexes 240

1 Electron Back-Scattered Diffraction 242

2 Implantation ionique 243

3 Répartition en pression de contact 244

4 Modélisation du contact rugueux/rugueux 246

5 Evaluation de la contribution de « spreading » lors de la mesure de résistance électrique du contact entre films minces métalliques en configuration 4 fils 249

1 Configuration du problème 249
2 Evaluation de l'erreur par calcul éléments finis 250
3 Conclusions 253

Bibliographie 254

Chapitre 1
Performances des matériaux de contact des micro-relais MEMS

Depuis l'invention du premier micro-relais MEMS (Micro Electro-Mechanical System) [Petersen (1979)], ces dispositifs ont démontré des performances très attractives par rapport à la concurrence (partie 1 de ce chapitre). Leur atout principal étant la large gamme de fréquence que ces dispositifs peuvent propager ou couper. Cependant, leur industrialisation à grande échelle doit faire face à un problème majeur concernant leur robustesse dans le temps. Les principales défaillances des micro-relais MEMS se produisent au niveau des surfaces de contact à une échelle microscopique, voir nanoscopique (partie 1). Les phénomènes physiques entrainant ces défaillances sont identifiés et font l'objet de nombreuses études (partie 2). En parallèle de ces études fondamentales, des solutions efficaces sont mises en place de façon plus ou moins empirique en utilisant de nouveaux matériaux de contact (partie 3). Une revue sur le durcissement de l'or est ensuite effectuée (partie 4).

1 Les micro-relais MEMS

Le MEMS (Micro Electro-Mechanical System) est un système de taille micrométrique, composé d'un ou plusieurs éléments mécaniques déformables, qui est alimenté électriquement afin de réaliser une fonction. Les MEMS sont présents dans des domaines aussi variés que l'automobile, l'aéronautique, la médecine, la biologie, les télécommunications, ainsi que dans des applications quotidiennes telles que certains vidéoprojecteurs, manettes de jeux vidéo ou airbags.

1.1 Du premier MEMS au premier micro-relais MEMS

Ces systèmes sont produits à partir de procédés de l'industrie des semi-conducteurs tels que la lithographie, le micro-usinage et le dépôt de films minces. Ainsi, un des premiers MEMS (Figure 1), créé en 1967, est présenté comme un transistor à grille résonnante [Nathanson et al. (1967)].

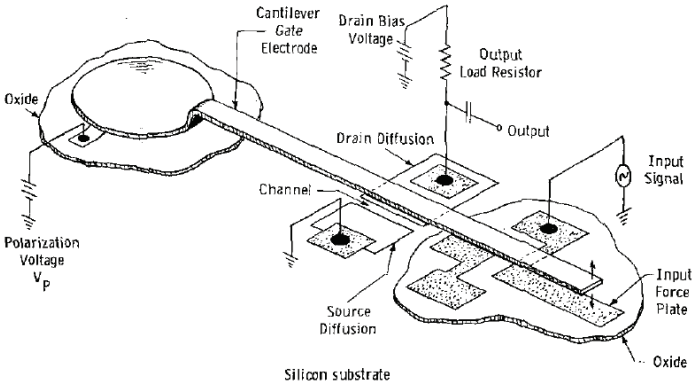


Figure 1 : Schéma et circuit du transistor à grille résonnante avec un bras mobile en or [Nathanson et al. (1967)].

La grille résonante du transistor correspond à un bras en or de 50 à 100 µm de long et 3 à 10 µm d'épaisseur. L'espacement entre le bras et la surface en silicium est de 8 à 12 µm. Le bras est mis en vibration verticale à sa propre fréquence de résonance mécanique (1 à 100 kHz) par une différence de potentiel. Les vibrations sont détectées par un transistor MOS (Métal Oxyde Semi-conducteur) se trouvant sous le bras. En effet, une tension de polarisation (V_p) de 85 V est appliquée sur le bras, ce qui exerce un champ électrique perpendiculaire à la surface du transistor. Le mouvement vibratoire du bras associé à ce champ électrique module la conductance du canal du transistor et donc son signal de sortie.

Ce système a une forte ressemblance avec le premier micro-relais MEMS [Petersen (1979)]. Les formes, dimensions, matériaux et procédés de réalisation sont similaires. Il est constitué d'un cantilever en SiO_2 et de contacts en or. L'actionnement est électrostatique. Il permet de couper ou de propager un courant électrique avec de hautes performances en termes de durée de commutation (40 µs) et d'isolation. Cependant, la résistance électrique de contact mesurée est de 5 Ω et reste à optimiser. Il reste que ce dispositif, avec sa compatibilité de réalisation, peut venir concurrencer les systèmes existants de micro-relais.

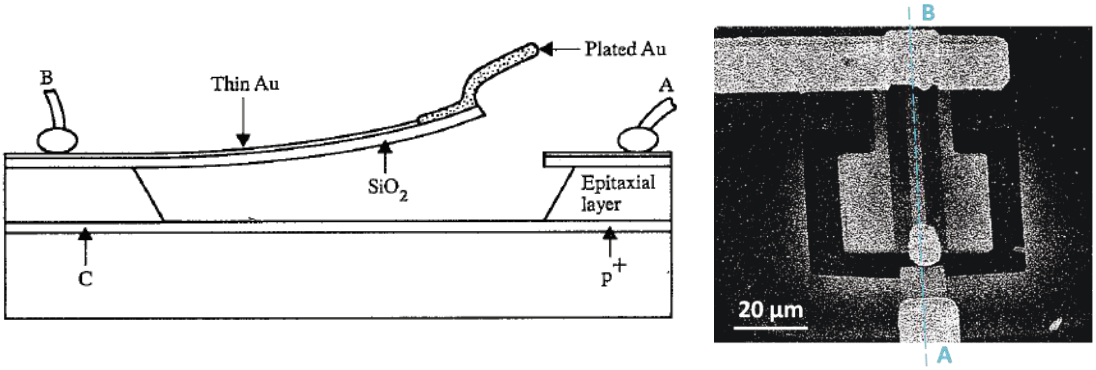


Figure 2 : Le premier micro-relais MEMS ohmique [Petersen (1979)].

Il existe trois grandes familles de micro-relais, qui se distinguent par les composants employés, dont les avantages et des inconvénients sont synthétisés dans le Tableau 1 :

Paramètres \ Composants	**MEMS**	**Diode p - i - n**	**GaAs FET**
Surface (mm²)	<0,1	~0,1	~1
Tension d'actionnement (V)	20 - 80	3 - 5	1 - 10
Consommation en courant (mA)	<0,01	3 - 20	<0,01
Consommation en puissance (mW)	0,05 - 0,1*	5 - 100	0,05 - 0,1
Temps de cyclage	1 - 200 µs	1 - 100 ns	1 - 100 ns
Capacité en état haut (fF)	1 - 6	40 - 80	70 - 140
Résistance en état bas (Ω)	0,5 - 2	2 - 4	4 - 6
Isolation (dB)	> 30 (120 GHz)	20~35 (10 GHz)	15~25 (10 GHz)
Perte par insertion (dB)	0,1 (120 GHz)	0,3~1 (10 GHz)	0,4~2 (10 GHz)
Traitement de puissance (W)	< 0,1	<10	<10
Fréquence de coupure (THz)	20 - 80	1 - 4	0,5 - 2
Coût final ($)	8 - 20	0,3 - 6	0,9 - 8
Durée de vie (cycles de commutation)	10^7	$>10^9$	$>10^9$
Isolation galvanique	Oui	Non	Non

Tableau 1 : Bilan comparatif des principaux paramètres caractéristiques des technologies concurrentes utilisées pour commuter un signal RF (incluant le convertisseur de tension) [Rebeiz & Muldavin (2001), Pothier (2003)] et [Johler (2003)].*

Un micro-relais MEMS a l'avantage de couvrir une large bande spectrale, de part sa fréquence de coupure élevée, avec d'excellentes performances en termes d'isolation, de perte par insertion et de consommation. Ces hautes performances le rendent attractif par rapport aux micro-relais à base de diodes p-i-n (dopage p - isolant – dopage n) et de transistors GaAs FET (Field Emission Transistor). Elles sont en partie dues à sa faible résistance électrique de contact.

Cependant, l'utilisation de forte tension pour l'actionnement du micro-relais MEMS dans un circuit électronique pose problème et implique l'utilisation d'un convertisseur, à l'instar des autres systèmes. De plus, le temps de commutation des micro-relais MEMS (quelques microsecondes) est mille fois plus long que les autres dispositifs, ce qui restreint leur utilisation (partie 1.2). Le prix à l'unité d'un tel système est pour le moment trop onéreux. Cela est lié en partie à la production qui se fait pour le moment en trop faible série. L'autre point bloquant sur le prix est la nécessité d'un fonctionnement sous atmosphère inerte afin d'augmenter leur durée de vie ce qui implique des étapes supplémentaires de réalisation. Par ailleurs, l'utilisation des micro-relais MEMS est limitée en puissance de transmission. De trop forte puissance transmise (au-delà de 1 mW Figure 5 et Figure 7) réduit grandement la durée de vie du système. Il en résulte que la durée de vie est le point fable le plus bloquant pour la commercialisation de ces systèmes (partie 1.4).

1.2 Les applications visées

Les micro-relais MEMS ont une gamme de fréquence des signaux à transmettre très large, jusqu'à 80 THz. Ils pourraient être utilisés dans tout type d'application communicante. Cependant, leur relative fragilité les restreint à des applications de faibles puissances, 0,1 à 10 mW, et donc aux applications RF [Rebeiz (2003)]. Ainsi, l'appellation « micro-relais MEMS RF » est utilisée. Leur coût de réalisation encore trop important les installe sur des domaines d'application militaire, aérospatiale et pour la métrologie. L'exemple le plus couramment cité est l'utilisation de matrice de micro-relais MEMS pour reconfigurer les antennes radars. Avec une réduction des coûts conséquente, l'application grand public visée est une matrice de commutation pour la téléphonie portable (Figure 3).

Figure 3 : Illustration de la multiplication des fréquences de communication pour la téléphonie portable.

Selon l'application visée, la sollicitation du système n'est pas la même. Pour la reconfiguration d'antenne dans l'aérospatiale, le système doit fonctionner jusqu'à 20 années. Le nombre maximum de commutations demandé est de quelques dizaines. Par exemple, le système doit pouvoir rester longuement fermé et s'ouvrir au bout de 5 ans. Pour des applications de téléphonie portable, le système ne reste pas longtemps fermé. Le composant doit pouvoir s'ouvrir et se fermer très rapidement. Une durée de vie de 5 ans est largement suffisante et il doit pouvoir commuter plus de 10^{11} fois.

L'accroissement significatif de la production de micro-relais ne peut se faire sans l'augmentation de leur durée de vie qui est 100 fois plus courte qu'un système électronique (transistors FET et diodes p - i - n).

1.3 Principe de fonctionnement

Le fonctionnement du micro-relais MEMS est ici présenté au travers de celui développé au CEA-LETI-MINATEC. Les avantages et inconvénients des micro-relais MEMS sont directement liés à leur mode de fonctionnement. Deux parties du micro-relais MEMS se distinguent (Figure 4) :

- une partie mobile composée d'un pont (une centaine de µm de long et une dizaine de µm de large), et d'une zone de contact mobile (une dizaine de µm²),
- une partie fixe composée de la ligne RF, d'électrodes d'actionnements et d'une zone de contact fixe (une dizaine de µm²).

Les micro-relais MEMS sont des interrupteurs qui possèdent deux états. Tout d'abord, en état haut (ouvert ou éteint), le système est en sa position initiale (de repos). Aucun courant ni tension ne sont appliqués au système. Les zones de contact sont alors distantes de quelques centaines de nm à 2 µm, ce qui implique une faible capacité en état haut.

En position fermée (bas), la partie mobile fléchit et les zones de contacts se touchent. La transition entre l'état ouvert et fermé se fait par un mouvement mécanique (centaine de µs) qui est toujours plus long qu'une commutation électrique (centaine de ns). Il s'agit d'un actionnement électrostatique. Il suffit alors d'appliquer une différence de potentiel entre la partie mobile et les électrodes. La force de contact est de l'ordre de la centaine de µN. Lorsque le système est fermé, la résistance électrique de contact doit être la plus petite possible afin que le micro-relais MEMS se rapproche d'une ligne métallique et donc que les fréquences de coupures soient très élevées.

Les faibles valeurs de résistance électrique de contact et de capacité expliquent les performances en termes d'isolation et de perte par insertion. De plus, le courant transmis ne peut pas être influencé par les courants et tensions utilisés pour piloter le système (isolation galvanique).

Pour basculer d'une position fermée à une position ouverte, il suffit d'annuler la différence de potentiel entre les électrodes et la partie mobile. La partie mobile, qui était fléchie, retrouve sa position initiale.

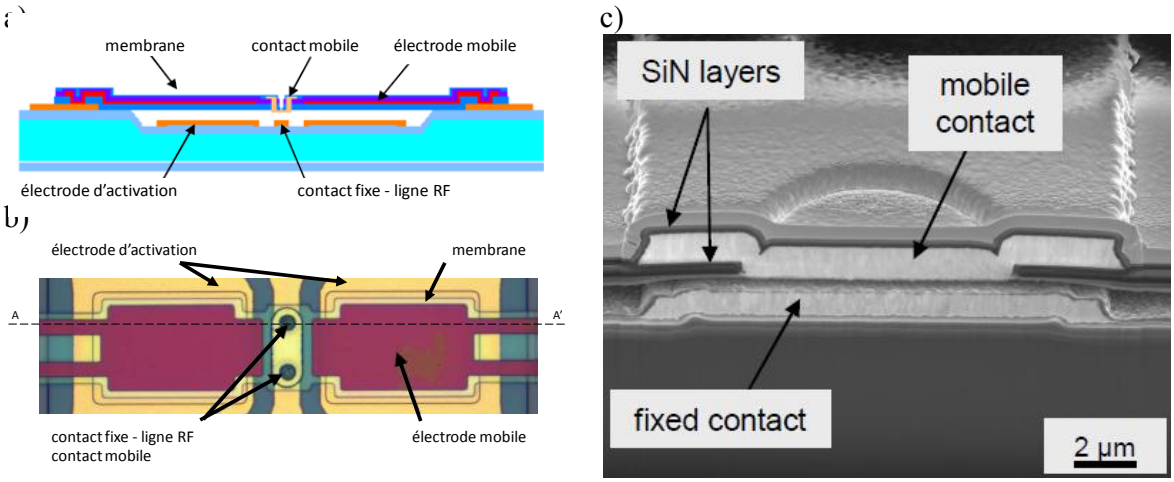


Figure 4 : Micro-relais MEMS de type membrane CEA LETI MINATEC ; schema de l'empilement des matériaux (a), vue de dessus (b) et coupe transversale des contacts (c) [Souchon et al. (2010)].

Il existe plusieurs variantes de micro-relais MEMS. Tout d'abord, le contact entre la partie mobile et la partie fixe peut-être plan/plan ou plan/sphère. L'actionnement peut être électrostatique, magnétique, thermique ou piézoélectrique. La taille des surfaces de contact varie de quelques µm² à une centaine de µm².

1.4 Durée de vie et dégradation

La durée de vie des micro-relais MEMS est la faiblesse principale retardant une commercialisation à grande échelle. Différentes défaillances ont été observées dans les micro-relais MEMS. Toutes mettent en exergue la surface de contact. Cependant, les études sur ce sujet portent sur des micro-relais MEMS ayant des architectures différentes et des modes d'utilisation différents. La puissance du signal à transmettre peut varier de 10 µW à 20 W. De plus, deux modes d'utilisation du micro-relais MEMS sont possibles :

- « cold switching » : il faut que le micro-relais MEMS soit fermé pour que le signal à transmettre soit émis. Le courant est injecté dans la ligne RF seulement si la membrane est en contact avec la partie fixe.
- « hot switching » : une différence de potentiel est toujours appliquée au niveau du contact électrique.

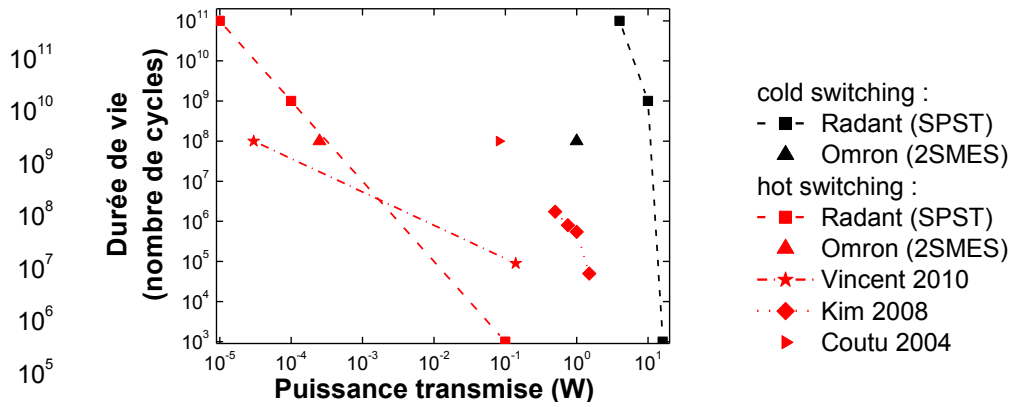


Figure 5 : Durée de vie des micro-relais MEMS en fonction de la puissance transmise [Randant (2012), Omron (2012), Coutu et al. (2004), Kim et al. (2008)] et [Vincent (2010)].

En fonction de ces modes d'utilisation et de la puissance du signal à transmettre, la durée de vie des micro-relais MEMS est considérablement modifiée en passant de quelques dizaines de milliards de cycles à quelques milliers (Figure 5).

1.4.1 Dysfonctionnements constatés

Le critère qui permet de déterminer le bon fonctionnement à long terme du micro-relais MEMS est sa Résistance électrique de Contact (RC). Lors des premiers cycles, la RC a tendance à diminuer (usure initiale du contact) [Broué et al. (2009)]. Puis la RC est stable. Enfin, les mécanismes de défaillance s'activent et aboutissent au dysfonctionnement du système. Le suivi de la RC a permis de mettre en avant deux dysfonctionnement majeurs [Fung (2005), Hiltmann et al. (2002)] :

- L'augmentation de la RC : la transmission du signal est parasitée, voir coupée. Le système peut continuer à commuter et les RC en état ouvert et fermé sont différentes. Cependant, la valeur de la RC en état fermé est trop importante pour propager des signaux RF.
- Le système reste fermé (ou plus rarement ouvert) : les états haut et bas ont la même RC.

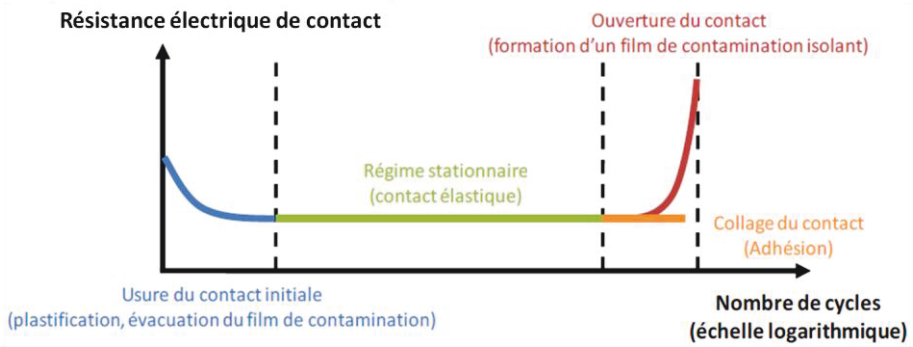


Figure 6 : Evolution de la résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycles [Broué et al. (2009)].

Ainsi, les premières études sur la défaillance des micro-relais mettent en avant l'importance des paramètres d'utilisation (Figure 7) :

- La diminution de la tension d'actionnement, et donc de la force de contact, augmente la durée de vie, mais la RC est plus élevée. Ce premier point met en avant l'usure mécanique et le matage des surfaces de contact [Goldsmith et al. (2001), Gregori & Clarke (2006)].
- Il est aussi constaté que plus la puissance transmise est faible (inférieure à 1 W), plus la durée de vie augmente. Des hypothèses sont alors élaborées sur l'aspect thermique des surfaces de contact (échauffements) [Zavracky et al. (1997), Yan et al. (2003), De Natale & Mihailovich (2003)].
- L'utilisation du « hot switching » dans le domaine des macro-relais a toujours été associée à la formation d'arc électrique [Coutu et al. (2004), Jensen et al. (2005)] et diminue nettement la durée de vie de ces derniers.
- Le packaging des micro-relais en atmosphère inerte a permis d'augmenter leur durée de vie. La présence de contaminants chimiques sur les surfaces de contact est discutée [Majumder et al. (2003), Ma et al. (2007)].

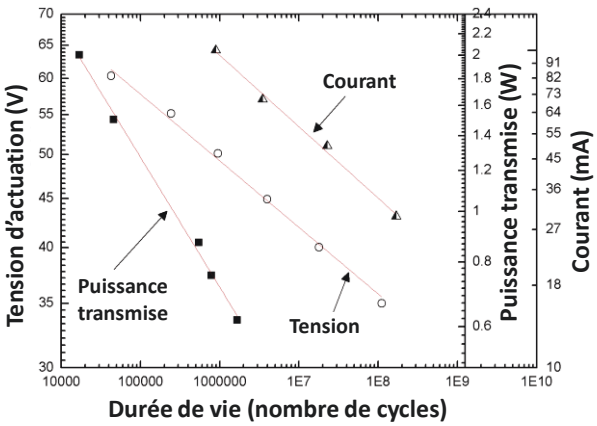


Figure 7 : Durée de vie de micro-relais MEMS en fonction de ses paramètres d'utilisation [Ruan (2010)].

L'analyse fine des surfaces de contact après cyclage a permis d'émettre ces hypothèses et d'avancer dans la compréhension des phénomènes physiques menant à ces défaillances.

1.4.2 Analyses post-mortem des surfaces de contact

Les observations MEB reportées dans la littérature sur les surfaces de contact des micro-relais MEMS après défaillance sont ici regroupées dans six catégories.

1.4.2.1 Zones fondues

En « hot switching », sous certaines conditions, des surfaces de contact présentent un aspect fondu. Un événement thermique ponctuel provoque une forte projection de matière. Sur la Figure 8-a, le courant est de 10 mA et la tension de 8,2 V [Coutu (2004)]. Il semble que le phénomène à l'origine de ces très importantes dégradations de la surface soit un arc électrique. Ainsi, en « hot switching », la durée de vie d'un micro-relais MEMS est beaucoup plus courte à cause des très fortes dégradations des surfaces de contact.

a) [Coutu (2004)] b) [Jensen et al. (2005)]

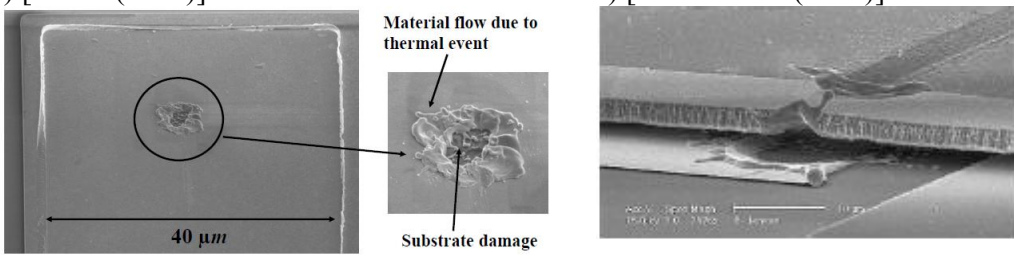
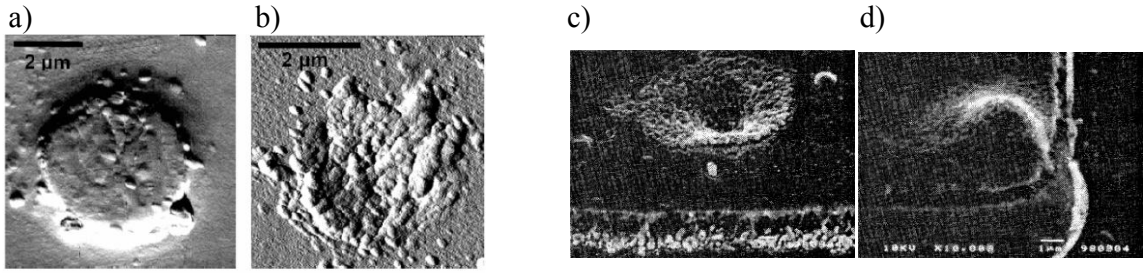


Figure 8 : Surfaces de contact après cyclage en « hot switching ».

1.4.2.2 Transferts de matière

En « hot switching », d'autres dégradations sont observées (Figure 9). Un transfert fin de matière opère entre les surfaces de contact. Un trou se forme à la surface de l'anode alors, que sur la cathode (en vis-a-vis) une bosse apparaît. Il semble que de la matière (de taille nanométrique) quitte l'anode pour se déposer sur la cathode (petits amas sphériques).



« hot switching » 1 V/1 mA (1 Hz et 150 µN) [Yang (2008)]

« hot switching » 10 V/10 mA (100 Hz et 500 µN) [Sakata et al. (1999)]

Figure 9 : Différenets observations de transferts de matière de l'anode(a-c) vers la cathode (b-d).

1.4.2.3 Croissance d'« hillocks »

Après des essais d'endurance en « hot switching » sous 5 V/1 mA à une force de contact de 150 µN et une fréquence de 2 Hz, des « hillocks » se sont formés sur la surface de contact en or (Figure 10). Leur diamètre est d'approximativement 1 µm et leur hauteur 750 nm. Ils apparaissent sur la partie fixe du contact quelque soit la polarité.

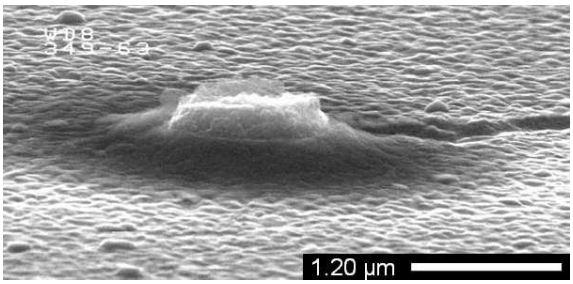


Figure 10 : Image MEB d'un « hillock » apparu durant les tests d'endurance sous 5 V/1 mA et une force de 150 µN à une fréquence de 2 Hz [Vincent (2010)].

1.4.2.4 Impact de la puissance du signal transmis

En « hot switching », plus la puissance à transmettre est importante, plus les dégradations des surfaces observées précédemment sont conséquentes. En « cold swtiching », plus l'intensité du courant à transmettre est importante, plus la surface de contact est dégradée. Ces deux points vont de paire avec une réduction de la durée de vie des micro-relais MEMS [De Natale & Mihailovich (2003)].

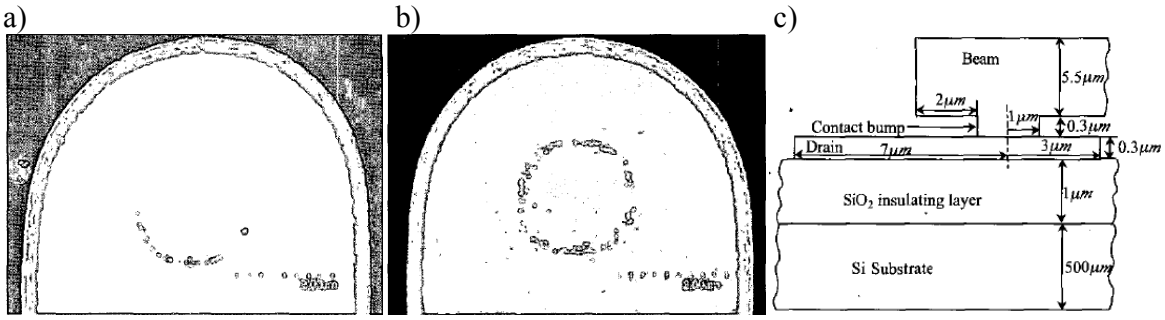


Figure 11 : Images MEB de la surface de contact d'un micro-relais MEMS sous 70 mA (a) et 210 mA (b). Schéma de la section transversale de la zone de contact (c) [Yan et al. (2003)].

Lors d'une mesure de la résistance électrique de contact, en cold switching [Yan et al. (2003)], la surface de contact or/or dégradée augmente avec l'intensité du courant de 70 à 350 mA (surface apparente ~3 µm², force de contact ~60µN) (Figure 11). De plus, cette dégradation est localisée sur la couronne extérieure de la surface de contact, là où la densité de courant est la plus forte [Holm (1969)]. Donc, en « cold switching », lorsque le courant est suffisamment faible, la détérioration des surfaces de contact est un mécanisme purement mécanique.

1.4.2.5 Usure des surfaces de contact

En « cold switching », lorsque le courant est faible, la surface de contact peut présenter deux aspects distincts : lisse ou rugueux (Figure 12).

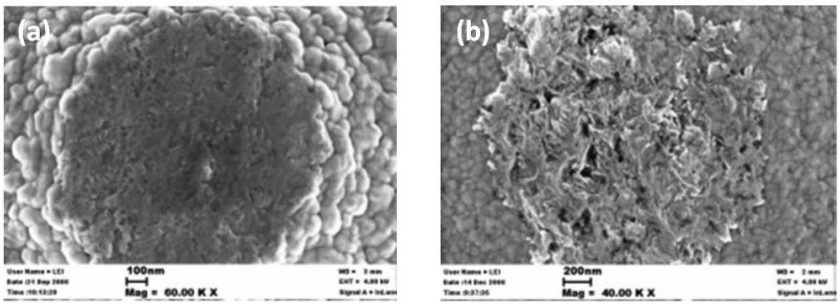


Figure 12 : Surface de contact en or après cyclage mécanique à 200 µN [Chen et al. (2008)].

La répétition des ouvertures/fermetures du micro-relais MEMS peut engendrer une usure des surfaces de contact ou leur matage. Dans le premier cas, la répétition des contacts métal/métal engendre la formation de trous (pitting), l'érosion des surfaces de contact et leur durcissement (Figure 12-b). Ces phénomènes ont tendance à réduire la surface de contact, à augmenter la résistance de contact et donc à entrainer la défaillance du système [Rebeiz (2003), Attia et al. (1998)]. Dans le second cas, le cyclage entraine le matage des surfaces de contact (Figure 12-a).

Le contact tend à devenir lisse/lisse et entraine le collage des surfaces de contact [Gregori & Clarke (2006)].

1.4.2.6 Polymère de frottement

Initialement, le frottement n'est pas pris en compte dans les micro-relais MEMS. En effet, il s'agit d'un contact normal. Mais, lors de l'étude post-mortem de la surface de contact des micro-relais MEMS, des traces de carbone [Vincent (2010)] sont alors visibles (Figure 13).

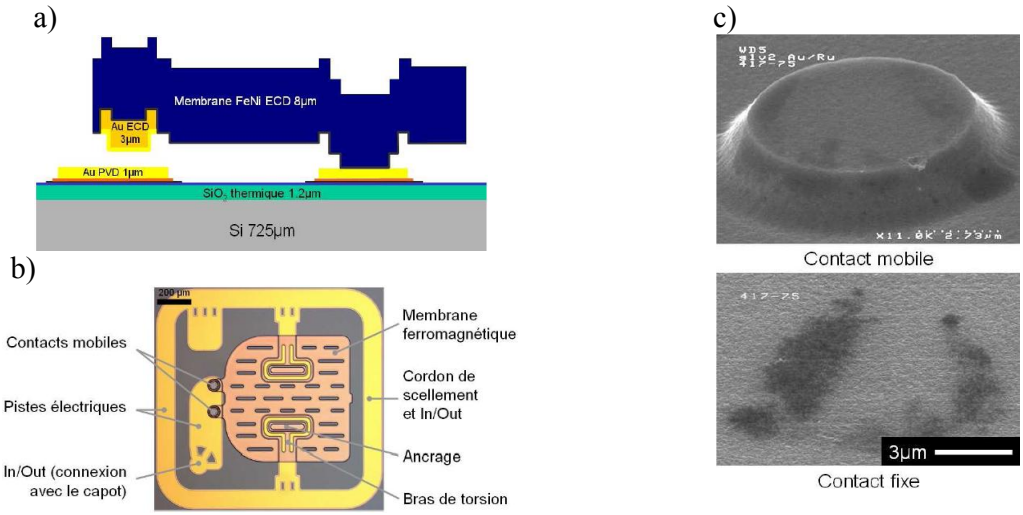


Figure 13 : Coupe de l'empilement des matériaux du micro-relais MEMS Schneider Electric CEA LETI MINATEC (a) et en vue de dessus par microscopie optique (b). Observations MEB des surfaces contact or/or avec un revètement ruthénium (c) après 100 millions de cycles mécaniques [Vincent (2010)].

Dans le cas du revêtement de ruthénium sur les surfaces de contact en or, des zones sombres sont observées (Figure 13-c) après 100 millions de cycles purement mécaniques à une force de contact de 150 µN et une fréquence de 2 Hz. Elles correspondent à des traces de carbone se localisant sur les surfaces de contact. Cela augmente la résistance électrique de contact.

Ces essais sont réalisés sur des micro-relais MEMS packagés sous azote. La principale explication sur l'accumulation de carbone au niveau des surfaces de contact est donnée par la formation de polymères de frottement. Le frottement engendre une accumulation des polymères présents à la surface de ruthénium vers la surface de contact.

Le frottement dans les micro-relais MEMS peut dans certains cas être un phénomène très important du point de vue de la fiabilité. Cependant, il ne fera pas l'objet d'étude spécifique dans cette thèse.

2 Physique de la défaillance

La revue précédente sur l'état des surfaces post-mortem met en évidence qu'un mode de défaillance correspond à un mode de fonctionnement du micro-relais MEMS. Il est ainsi possible d'identifier les mécanismes qui en sont à la source. Les différents phénomènes connus de dégradation des surfaces de contact sont ici présentés.

2.1 Formation d'arc électrique

En « hot switching », le phénomène d'arc électrique doit être pris en compte [Rebeiz (2003), Kruglick & Pister (1999)]. En effet, au vu des faibles distances de séparation entre les contacts métalliques et les courants mis en jeu, la formation d'un arc électrique en circuit ouvert est possible lorsque la tension est supérieure à la tension d'ionisation du matériau et que le courant dépasse une certaine limite. Ce scénario ne peut se réaliser que pour un courant minimum de 0,35 A et d'une tension minimale de 12,42 V pour de l'or, et ceci d'après deux études majeures sur des macro-contacts DC (low power) en fonction de la distance de séparation des électrodes (jusqu'à 100 nm) [Morin et al. (2001)] et du courant jusqu'au mA [Rieder (2000)].

Cependant, même en se plaçant dans les conditions d'arc électrique [Vincent (2010)], les mesures ne révèlent toujours pas leur formation. Il semble qu'un autre phénomène pourrait être à l'origine de ces dégradations, l'émission électronique.

2.2 Phénomène d'émission électronique

En « hot switching », lorsque les conditions de la formation d'arc électrique ne sont pas remplies, un nouveau phénomène, l'émission électronique (Figure 14), est mis en évidence [Vincent (2010)]. Lorsque les deux surfaces de contact se rapprochent (5 V), le champ électrique augmente. La rugosité de la surface de la cathode amplifie localement le champ électrique par effet de pointe. Quand la distance entre les surfaces de contact est de 10 à 30 nm, le champ local est suffisamment important pour déclencher l'émission d'électrons par effet Fowler-Nordheim. Ce flux d'électrons percute l'anode, et génère un échauffement local conduisant à son évaporation. Ce phénomène est très bref, de l'ordre de 10 ns. Les atomes ainsi

évaporés se déposent sur la cathode. Il est aussi envisageable que lors de l'émission d'électrons, les rugosités émettrices subissent un fort échauffement.

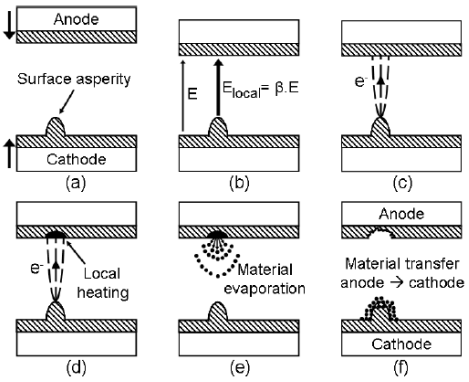
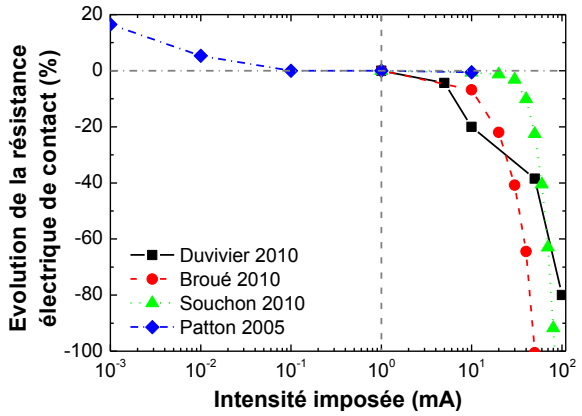


Figure 14 : Mécanisme de transfert de matière par émission électronique lors de la fermeture du contact électrique [Poulain et al. (2011)].

Ce phénomène décrit une évaporation locale de la surface ce qui correspond aux observations de petits amas sur les surface de contact (Figure 9). L'émission électronique peut aussi expliquer la formation des zones fondues (Figure 8) si la température atteinte par la surface est suffisamment importante.

2.3 Echauffement par la densité de courant

Dès le premier cycle, la Résistance électrique de Contact (RC) est fortement influencée par l'intensité du courant imposé. Plus cette intensité est importante, plus la RC est faible (Figure 15). Notre intérêt se porte plus particulièrement sur les travaux de Duvivier [Duvivier (2010)] qui a investigué l'effet de l'intensité du courant électrique de 1 à 100 mA sur le contact or/or, car le même montage expérimental est utilisé dans le chapitre 4. A noter que ces travaux sont cohérents avec ceux de Broué [Broué et al. (2010)], Souchon [Souchon et al. (2010)] et Patton [Patton & Zabinski (2005)] (Figure 15). Au-delà de 5 mA, la RC diminue significativement. En effet, à partir d'une certaine densité de courant de l'ordre du mA/µm² (Figure 15), la surface de contact s'échauffe. La densité de courant a la particularité d'être plus élevée sur la couronne extérieure de la surface de contact [Holm (1969)]. Lorsque la température de ramollissement de l'or est dépassée (approximativement 100°C), la surface de contact augmente et la RC diminue [Per (2011)].



Auteurs	Force de contact (µN)	Surface de contact apparente (µm²)
Duvivier	500	~1,2
Broué	120	~2
Souchon	~150	50
Patton	100	10

Figure 15 : Evolution relative de la résistance électrique de contact par rapport à sa valeur pour un courant imposé de 1 mA [Duvivier (2010)], [Broué et al. (2010)], [Souchon et al. (2010)] et [Patton & Zabinski (2005)].

En première approche, la diminution de la RC est favorable au micro-relais MEMS. Cependant, dans ce cas, elle est la signature de l'échauffement des surfaces de contact. Des dégradations importantes peuvent alors être causées à l'ouverture du système.

Si le contact s'ouvre, seules quelques aspérités sont en contact. La densité de courant augmente fortement. Il se peut que ses aspérités atteignent leur température de fusion. A mesure que les surfaces de contact se séparent des ponts fondus se forment. Une fois que le système s'est ouvert, ces ponts font court-circuit.

Dans un cas plus extrême, il se peut que la température de vaporisation soit atteinte. Alors, de la matière s'évapore et sous l'effet du champ électrique entre les deux électrodes, elle se retrouve déposée sur la cathode. Ce phénomène peut être vu comme un transfert de matière car le dépôt se fait toujours de l'anode vers la cathode.

Il est aussi envisageable que de forte densité de courant entraine un phénomène d'électromigration et un échauffement suffisamment important pour générer la formation d'« hillocks » [Vincent (2010)].

En statique, l'utilisation de densité de courant inférieure à 1 mA/µm² permet de limiter les effets d'échauffement des surfaces de contact et ainsi leur dégradation après ouverture.

A noter que Patton [Patton & Zabinski (2005)] met en évidence une augmentation de la RC pour un courant inférieur à 100 µA. Ce phénomène est réversible et est attribué à la présence d'un film de contaminant.

2.4 Contamination de la surface

La force de contact des micro-relais MEMS est de l'ordre de la centaine de µN. Dans certains cas, les forces locales exercées sur la surface ne sont pas suffisantes pour percer le film de contaminant des surfaces de contact. La résistance électrique de contact augmente. La possibilité d'un collage des surfaces de contact par capillarité augmente également [Dickrell & Dugger (2007)]. L'épaisseur et la composition de ce film de contaminant dépend du métal utilisé, du procédé de réalisation et de l'environnement [Ma et al. (2007)] :

- La réalisation de micro-relais MEMS nécessite un grand nombre d'étapes technologiques, dont l'utilisation de la photolithographie et de couche sacrificielle métallique, employant des solvants chimiques. Des traces résiduelles de film contaminant sont présentes sur les surfaces de contact.
- Une autre possibilité sur l'origine de la présence d'un film de contaminant est l'environnement. Les micro-relais MEMS sont généralement dans un package hermétique (N_2). Mais le package peut perdre sa propriété hermétique au cours du temps.
- L'or est choisi comme matériau de contact pour sa résistance à la corrosion. Cependant, l'or absorbe des monocouches d'hydrocarbure et d'eau lorsqu'il est exposé à l'air ambiant. Ces films adsorbés, d'une épaisseur comprise entre 20 et 40 Å[1], peuvent être mécaniquement percées par une force de quelques centaines de µN [Schimkat (1998), Holm (1969), Konchits & Kim (1999)].

Le fonctionnement du micro-relais peut également être une source ou engendrer l'accumulation de ces contaminants sur les surfaces de contact. A l'échelle nanométrique, le frottement entre les aspérités en contact doit être pris en compte [Johnson (1995)]. Ce frottement peut engendrer la formation de polymère ou accumuler les contaminants d'ores et déjà présents en surface.

[1] Des mesures XPS réalisées au laboratoire Claude Goux à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne sur nos échantillons d'or pur mettent en évidence la présence d'un film d'hydrocarbure d'approximativement 2 nm.

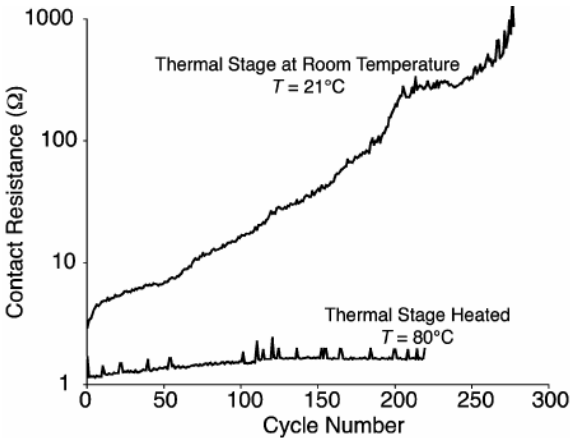
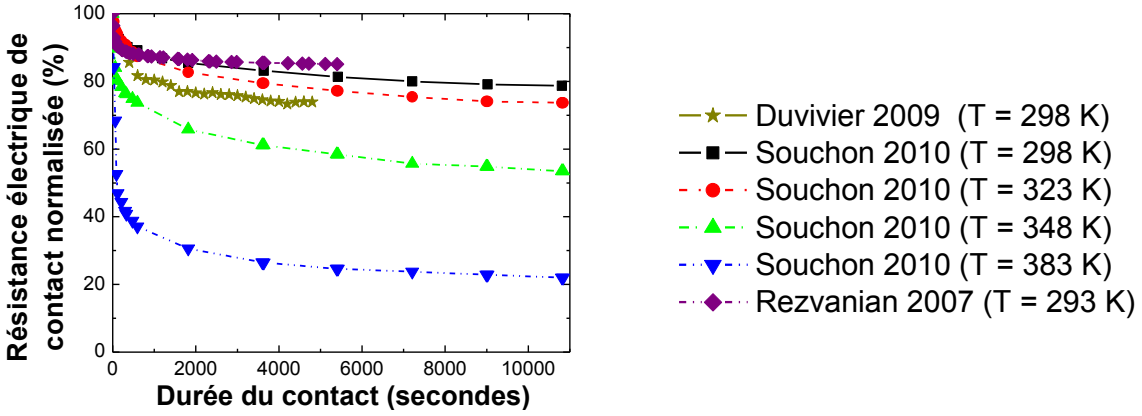


Figure 16 : Evolution de la résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycles d'ouverture/fermeture pour deux températures du support (21°C et 80°C) [Jensen et al. (2005)].

Ces films se désorbent au-delà d'une centaine de degrés [Jensen et al. (2005), Brown et al. (2008)]. Afin de mettre en exergue ce phénomène, Jensen mesure la résistance électrique de contact sur un micro-relais avec une force de contact 48 µN (insuffisante pour percer le film de contaminant) sous deux températures différentes. Tout d'abord, à température ambiante, la résistance de contact est de 5 Ω et augmente fortement avec le nombre de cycles ouvertures/fermetures au-delà de 1000 Ω. Cette forte augmentation est liée à l'accumulation ou à l'augmentation de l'épaisseur de contaminant sur les surfaces de contact. Alors qu'à 80°C, la résistance électrique de contact augmente peu, de 2 à 4 Ω, avec le nombre de cycles ce qui est lié à l'absence de film contaminant.

2.5 Fluage des surfaces de contact

Rezvanian [Rezvanian et al. (2007), Rezvanian et al. (2008)] démontre que la Résistance électrique de Contact (RC) or/or plan/plan de micro-relais MEMS évolue avec le temps lors de charge statique (Figure 17). Une diminution de 15% au bout de 90 minutes est mesurée avec un courant de 0,1 mA, donc sans effet d'échauffement induit. Les micro-relais MEMS sont placés dans une enceinte hermétique. Dans un premier temps, un vide de 1 à 5 mTorr est réalisé puis saturé en hélium, et maintenu à une pression de 760 Torr à une température de 293 K (approximativement la température ambiante). Ils subissent initialement 250 cycles en mode « cold switching » avant leur mesure en fonction du temps en position fermée. L'auteur associe cette diminution au fluage de la surface de contact car l'atmosphère du micro-relais MEMS est dite « sèche ».



Auteurs	Force de contact (µN)	Courant imposé (mA)	Surface apparente de contact (µm²)	Pression moyenne (MPa)
Duvivier	100	1	~1	~100
Souchon	~150	1	50	~3
Rezvanian	50	0,1	4	12,5

Figure 17 : Résistance électrique de contact normalisée par sa valeur initiale (à 0 seconde) en fonction de la durée du contact pour un contact or/or [Duvivier (2010)], [Souchon et al. (2010)], [Rezvanian et al. (2008)], et [Rezvanian et al. (2007)].

Souchon [Souchon et al. (2010)] démontre que cette diminution de la RC est encore plus importante avec des températures supérieures à 293 K (Figure 17). Les micro-relais MEMS à contact or/or plan/plan sont packagés sous azote. Les mesures électriques sont réalisées dans un « prober » environnemental équipé d'une platine chauffante. Pour un courant de 1 mA supposé sans effet d'échauffement, la RC diminue de 20% après 3 heures. Cette diminution est de plus en plus importante avec la température. Pour exemple, la diminution de la RC est de 80% après 3 heures à 383 K. Le fluage est un mécanisme de déformation qui est thermiquement activité. Les mesures de Souchon vont dans ce sens. Dans le cas de l'or comme matériau de contact, la température de ramollissement est voisine de 373 K, donc la diminution de la RC à 383 K peut être accentuée. De plus, les contaminants de surface se désorbent autour de 100°C, ce qui a pour effet de diminuer la RC.

A noter que les mesures de la RC or/or en fonction du temps effectuées par Duvivier [Duvivier (2010)] avec un flux d'azote (Figure 17) sont cohérentes avec celles des auteurs présentés précédemment. Le même montage expérimental sera utilisé dans le chapitre 4.

Bien que la mesure de la RC ne soit pas un moyen direct pour mesurer le fluage des surfaces de contact, il semble que les résultats des différents auteurs étayent cette hypothèse. Cependant, il y a beaucoup de paramètres qui influencent la RC et il est possible que cette diminution de la soit en partie due à une évacuation du film de contamination à la surface de l'or.

Le fluage est un mécanisme qui augmente les surfaces de contact et qui peut également être la cause de dysfonctionnement du micro-relais MEMS par exemple par collage. Pour des applications spatiales, le dispositif peut-être utilisé une seule fois par an. Il reste alors très longuement fermé ou ouvert. Le fluage est donc un mécanisme à maitriser et une investigation est proposée partie 2.5.

2.6 Forces d'adhésion

Les théories sur les forces d'adhésion dépendent toutes de l'énergie d'adhésion de Dupré $\Delta\gamma$ (1.1), de la géométrie du contact et du mode de déformation (élastique ou plastique). L'énergie d'adhésion de Dupré dépend des énergies de surfaces des matériaux en contact (γ_1 et γ_2) et de l'énergie d'interface (γ_{12}) :

$$\Delta\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \qquad 1.1$$

Tabor [Tabor (1977)] introduit un paramètre sans dimension (μ) pour départager les modèles dans le cadre d'un contact sphère/plan en déformation élastique (1.2) :

$$\mu = \left(\frac{r\Delta\gamma^2}{E_r^{\,2} z_0^{\,3}} \right)^{1/3} \qquad 1.2$$

avec r le rayon de courbure, E_r le module d'Young réduit et de l'espace d'équilibre interatomique (z_0, séparation entre deux plans atomiques). Dans le domaine élastique, les forces d'adhésion (F_{adh}) sont définies par les modèles JKR (Johnson, Kendall et Roberts) [Johnson et al. (1971)] lorsque $\mu > 3$ et DMT (Derjaguin, Muller et Toporov) [Derjaguin et al. (1975)] lorsque $\mu < 0{,}1$ (1.3) :

$$F_{adh} = -\alpha\pi\Delta\gamma r \quad \text{avec} \quad \alpha_{JKR} = 3/2 \qquad 1.3$$
$$\alpha_{DMT} = 2$$

Le modèle analytique de Maugis [Maugis (2000)] permet de faire la transition entre ces deux modèles. Dans le domaine plastique, les forces d'adhésion sont proportionnelles au rayon de contact résiduel (a_{res}).

$$F_{adh} = -\alpha\pi\Delta\gamma a_{res} \qquad 1.4$$

Lors de la séparation des surfaces de contact, deux modes distincts sont observés [Du et al. (2008)] : fragile et ductile. La rupture fragile apparait brutalement avec peu ou pas de déformation. Dans le cas ductile, la rupture apparait plus graduellement avec une déformation plastique significative. Un transfert de matière considérable peut alors être observé d'un côté du contact à l'autre [Fortini et al. (2008), Jensen et al. (2003)].

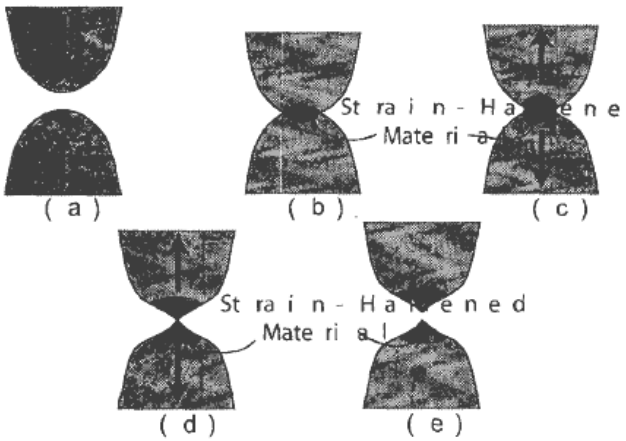


Figure 18 : Contact entre deux aspérités avec une ouverture ductile [Jensen et al. (2003)].

Deux paramètres adimensionnels sont introduits afin de déterminer la sensibilité d'un matériau à avoir une rupture ductile ou fragile (θ_A) [Adams & McGruer (2010)] et la possibilité que deux surfaces rugueuses puissent rester collées (θ_F) [Fuller & Tabor (1975)].

Le paramètre θ_A (équation 1.5) dépend de la dureté des matériaux de contact (H_0), de l'espace d'équilibre interatomique (Z_0) et de l'énergie d'adhésion de Dupré. Ce paramètre représente le rapport entre l'énergie d'adhésion du matériau par sa dureté. Si θ_A est inférieur à 1,2 alors, la dureté est plus importante que l'adhésion, donc la séparation des surfaces est fragile. Si θ_A est supérieur à 1,2 alors la séparation des surfaces est ductile. En se projetant sur les surfaces de contact des micro-relais MEMS, un moyen efficace de lutter contre la dégradation par ouverture ductile est d'augmenter la dureté et de diminuer les énergies d'adhésion.

$$\theta_A = \frac{\Delta\gamma}{z_0 H_0} \qquad 1.5$$

Le paramètre de Fuller & Tabor, θ_F, prend en compte des paramètres descriptifs de la surface rugueuse, tel que le rayon de courbure moyen des aspérités (r_{moy}) et l'écart type de la distribution en hauteur des sommets des aspérités (σ). Lorsque θ_F est supérieur à 12, les forces d'adhésion sont négligeables. Lorsque θ_F est inférieur à 1, les forces d'adhésion sont supérieures au retour élastique du matériau, et donc les surfaces de contact restent collées. Les surfaces de contact idéales doivent avoir un module d'Young réduit élevé, de faibles énergies d'adhésion, une forte répartition en hauteur du sommet des aspérités avec un petit rayon de courbure.

$$\theta_F = \frac{E_r}{\Delta\gamma}\sqrt{\frac{\sigma^3}{r_{moy}}} \qquad 1.6$$

Les paramètres matériaux extraits la littérature pour l'or et le ruthénium sont intégrés dans le Tableau 2. L'énergie d'adhésion correspond à celle de l'or pur dans le vide et est utilisée pour le

ruthénium à titre de comparaison. Les rayons de courbure moyens correspondent à ceux extrait de [Duvivier (2010)].

Matériaux	r_{moy} (nm)	σ (nm)	E (GPa)	H_0 (GPa)	z_0 (nm)	$\Delta\gamma$ (J/m²)	μ	θ_A	θ_F
Ru	330	13	410	15	0,169	1,41*	0,9	0,56	665
Au	280	13	80	1	0,184	1,41	2,4	7,7	160

*Tableau 2 : Paramètres descriptifs des surfaces de contact pour le calcul de paramètres adimensionnés sur les forces d'adhésion (*paramètre de l'or pur).*

Le ruthénium a un paramètre θ_A inférieur à 1,2, c'est-à-dire une ouverture fragile. Cela correspond aux observations des surfaces de contact en ruthénium après 100 millions de cycles mécaniques (Figure 13). L'or a un paramètre θ_A significativement supérieur à 1,2 et donc sujet à une ouverture ductile.

Lors des cycles de fermeture/ouverture du micro-relais MEMS, la répétition des ouvertures fragile ou ductile engendre de fortes modifications des surfaces de contact, entraînant le dysfonctionnement du système.

2.7 Sollicitations cycliques

Dans le cas du contact or/or, les surfaces sont dans un premier temps matées, puis leur rugosité augmente fortement avec le nombre de cycles (Figure 19). Cette dégradation est la signature de l'ouverture ductile.

Une interprétation de cette évolution de la morphologie est proposée par Gregori & Clarke [Gregori & Clarke (2006)] par une analyse de la surface de contact d'un micro-relais MEMS à contact sphère/plan après 30 000, 1,5 millions et 12 millions de cycles fermeture/ouverture et ceci pour une force de contact de 180 µN.

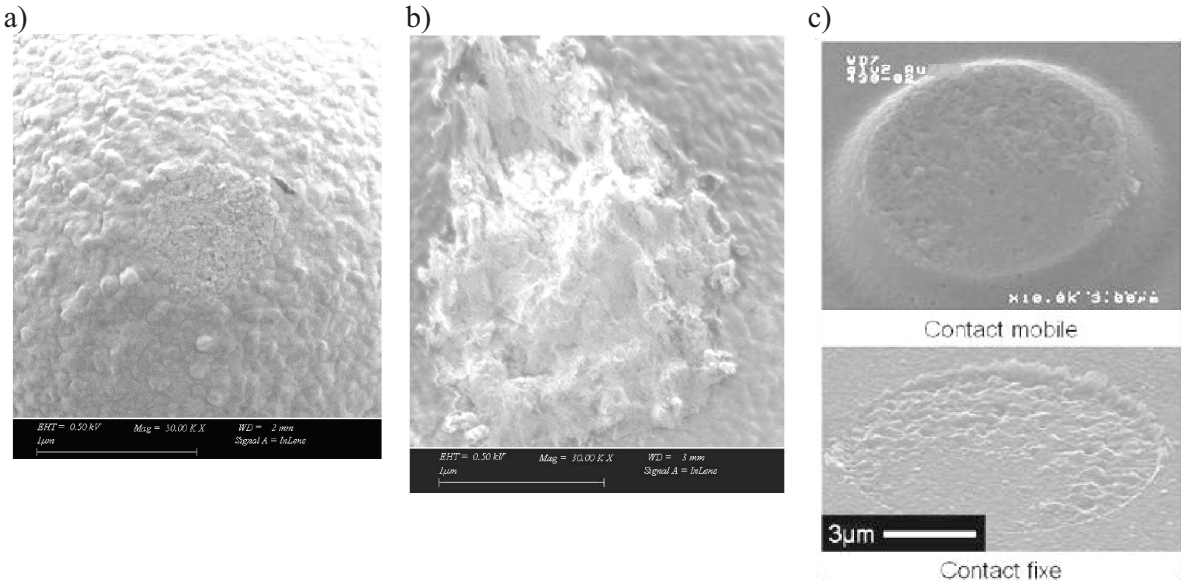


Figure 19 : Observations MEB des surfaces de contact or/or après 1000 cycles (a), 1 million de cycles (b) en « cold switching » (2,1 V/1 mA) à une force de contact de 200 µN [McGruer et al. (2006)], et après 100 millions de cycles mécaniques à une force de 150 µN et une fréquence de 2 Hz [Vincent (2010)].

Le diamètre de l'empreinte résiduelle augmente de 2,2 à 3,2 µm de 30000 à 1,5 millions de cycles (Figure 20-a et b). Cette empreinte résiduelle est la trace de la déformation plastique des surfaces de contact. De plus, son augmentation avec le nombre de cycle tend à montrer que la déformation plastique est de plus en plus importante. Les auteurs montrent que le rayon de courbure moyen des aspérités de la surface de contact augmente de 120 nm à 270 nm (Figure 20-c) et que la rugosité Root-Mean-Square (RMS) dans l'empreinte résiduelle diminue de 3,5 nm à 2 nm, de leur état initial à celui après 12 millions de cycles.

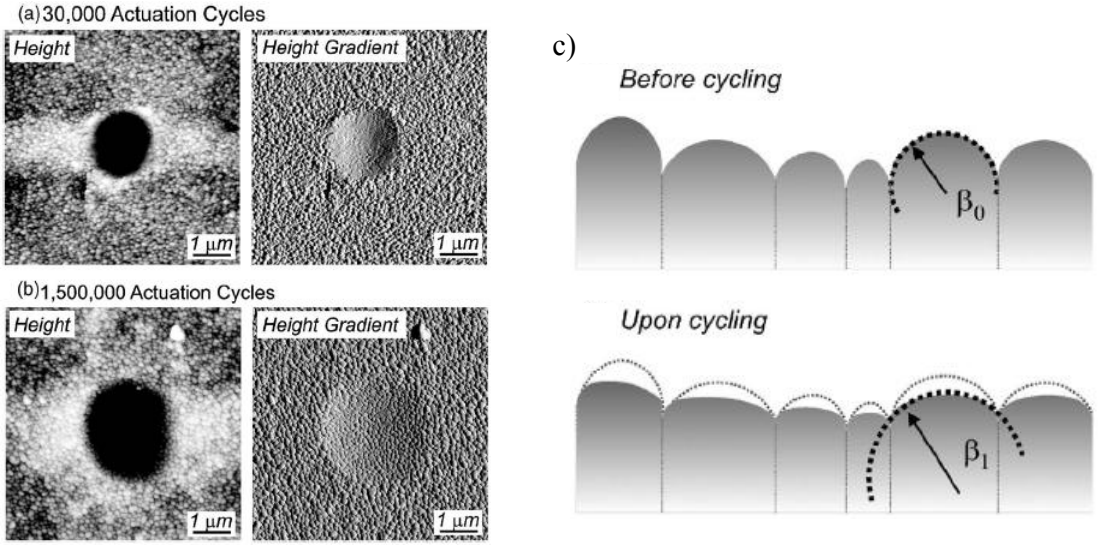


Figure 20 : Images AFM de la surface de contact en hauteur et gradient de hauteur après 30 000 (a) et 1,5 million de cycles (b). Augmentation du rayon de courbure des aspérités due à leur déformation plastique (c) [Gregori & Clarke (2006)].

L'agrandissement du rayon apparent de contact et le matage des aspérités de la surface augmentent les forces d'adhésion. Deux cas de figures sont alors à prendre en compte :

1. Si les forces d'adhésion dépassent la force de rappel de la partie mobile, alors le système reste fermé.
2. Lorsque les forces d'adhésion sont inférieures à la force de rappel et que le matériau a une ouverture ductile, alors la surface se déforme plastiquement entrainant un durcissement et une augmentation de sa rugosité. Ces fortes modifications diminuent l'aire de contact et donc mènent à une augmentation de la résistance électrique de contact.

3 Les améliorations apportées

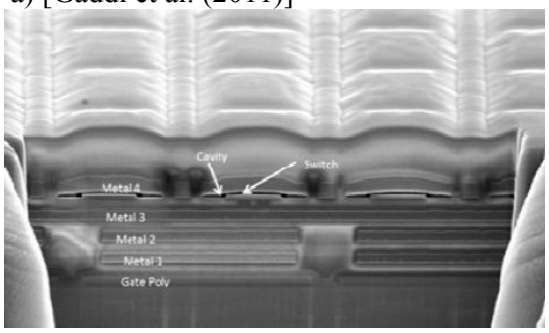
Tous les modes de défaillances des micro-relais MEMS (partie 1.4) mettent tous en exergue la surface de contact. En effet, il s'agit du cœur du dispositif par lequel doit passer le signal. D'après les études menées pour interpréter les phénomènes de dégradation des surfaces de contact, le matériau de contact en est la clé de voute. Ainsi, la ductilité de l'or et sa relative faible température de fusion par rapport à d'autres métaux activent la dégradation des surfaces de contact. Afin d'améliorer la durée de vie de ces systèmes, la principale piste d'exploration porte sur le matériau de contact.

Il a été démontré l'importance d'une atmosphère inerte pour le bon fonctionnement des micro-relais MEMS. Ce point s'ajoute à la problématique autour de leur intégration avec des circuits électroniques. Différentes solutions existent et apportent leur amélioration sur la durée de vie.

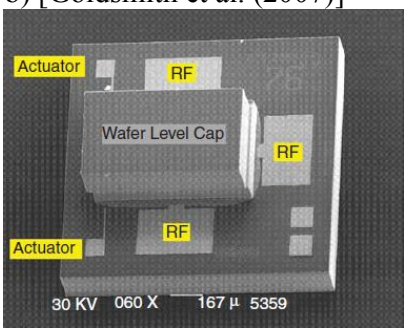
3.1 Packaging

Il a été très rapidement démontré que les micro-relais MEMS nécessitent un environnement contrôlé. Il faut alors incorporer le système dans une enveloppe hermétique contenant un gaz neutre (azote et argon sont généralement proposés) avec un taux d'humidité minimisé, sans altérer les performances. Le procédé d'encapsulation doit être inférieur à 250°C et ne pas rejeter de gaz [Rebeiz & Muldavin (2001)]. De plus, le packaging des micro-relais MEMS est associé à leur intégration avec les circuits intégrés. Plusieurs possibilités sont envisageables (Figure 21).

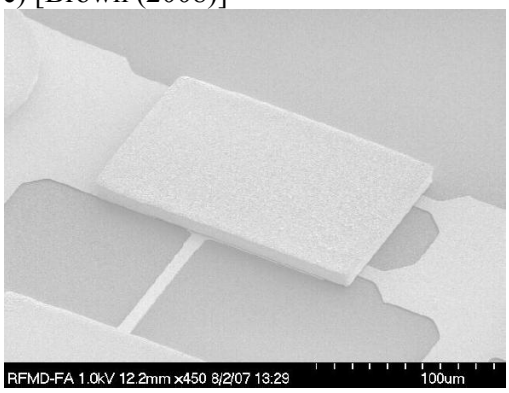
a) [Gaddi et al. (2011)]



b) [Goldsmith et al. (2007)]



c) [Brown (2008)]



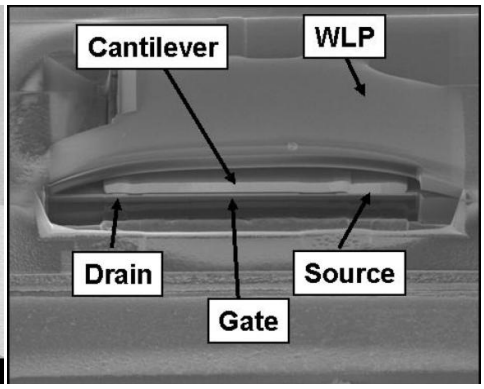


Figure 21 : MEMS intégré dans les lignes de métaux d'une technologie silicium (a). Encapsulastion par un substrat silicium amincit (b) et par une couche métallique (c).

En 2003, la première proposition de packaging hermétique qui n'altère pas les résultats des performances RF du micro-relais est présentée [Majumder et al. (2003)]. En effet, la conception doit être optimisée pour avoir à la fois une bonne herméticité et des performances RF [Barrière et al. (2010)].

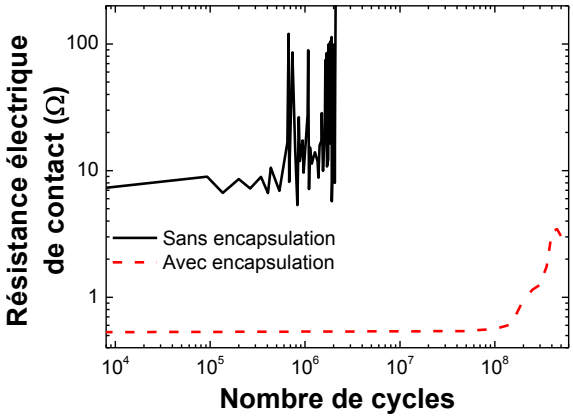


Figure 22 : Durée de vie en cyclage « cold switching » (tension d'actionnement de 40 V) d'un micro-relais MEMS avec et sans packaging [Wunnicke et al. (2011)].

Le groupe de recherche NXP-TMSC [Wunnicke et al. (2011)] a ainsi augmenté la durée de vie de leur micro-relais MEMS de 2 à 500 millions de cycles (Figure 22). En plus des

différentes solutions de packaging, il est possible d'utiliser des couches de piégeage de gaz, appelées « getter » [Sparks et al. (2003)].

3.2 Nouveaux matériaux de contact

Dès la présentation des premiers micro-relais MEMS, l'utilisation de l'or en tant que matériau de contact est critiquée : sa relative ductilité serait la principale cause de défaillance. Alors, un micro-relais MEMS avec des contacts en platine est présenté avec de très bonnes performances RF et une durée de vie d'un milliard de cycles [Duffy et al. (2001)]. Un autre micro-relais avec d'encore meilleures performances RF et une durée de vie de 100 milliards de cycles est présenté avec, comme matériau de contact, un métal du groupe platine [Majumder et al. (2003)].

Ces démonstrations de micro-relais MEMS à haute durée de vie ont conduit à l'étude des métaux du groupe platine (ruthénium, rhodium, palladium et platine) en tant que matériaux de contact. Différentes stratégies sont alors mises en place pour évaluer leur intérêt :

- Mesure de la Résistance électrique de Contact (RC) en statique
- Mise en place de mesure dynamique de la RC
- Réalisation de micro-relais MEMS

3.2.1 Apport de la mesure de la résistance électrique de contact en statique

Dès 1998, un alliage Au-$Ni_{5\%}$ et le rhodium pur sont proposées comme matériau de contact [Schimkat (1998)] en comparant les Résistances électriques de Contact (RC) en fonction de la force de contact de ces matériaux avec l'or pur (Figure 23). La RC est mesurée sous 4 mA sous une atmosphère saturée en azote.

a) b)

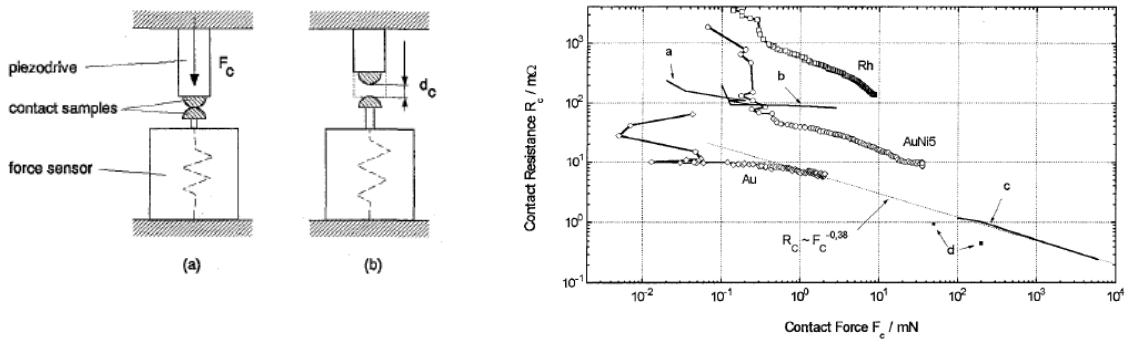


Figure 23 : Représentation du dispositif expérimental de mesure de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée et ses résultats pour l'or, le rhodium et l'alliage Au-Ni$_{5\%}$ [Schimkat (1998)].

Des critères sont mis en place afin de comparer les matériaux. La force de contact minimale (F_{min}) à partir de laquelle la RC est stable, la RC associée à cette force (RC_{Fmin}) et les forces d'adhésion (F_{adh}) pour chacun de ces matériaux sont mesurées (Tableau 3).

Paramètres \ Matériaux	Au	AuNi5%	Rh
F_{min} (mN)	< 0,1	0,3	0,6
RC_{Fmin} (mΩ)	< 30	< 100	< 1000
F_{adh} (mN)	2,7	0,3	< 0,1

Tableau 3 : La force de contact minimale (F_{min}), la résistance électrique de contact (RC_{Fmin}) et la force d'adhésion (F_{adh}) de [Schimkat (1998)].

Les forces d'adhésion de l'alliage AuNi5% et du Rh sont bien inférieures à celle de l'or. Ces matériaux semblent donc être moins sensibles aux défaillances par collage. La force de contact dépend de la conception du micro-relais MEMS, mais n'excède pas 1 mN. La RC doit être la plus faible possible afin d'avoir les meilleures performances RF. Il semble donc que l'utilisation de l'alliage AuNi5% soit la plus adaptée.

L'augmentation de la RC de l'alliage AuNi$_{5\%}$ et du rhodium par rapport l'or pur est confirmée par des études plus récentes utilisant des montages expérimentaux différents [Ma et al. (2007), Duvivier (2010)].

De nouvelles variantes sont également étudiées [Duvivier (2010)]. Par un système de bras de levier réglables, les forces de contact sont ajustables dans une gamme de 10 mN à 4 N (Figure 24-a). Un demi-cylindre, fixé sur ce bras, est mis en contact avec un deuxième demi-cylindre sous lequel un capteur de force est situé. Les deux demi-cylindres sont perpendiculaires entre eux de telle sorte à être équivalent à un contact sphère/plan ponctuellement. La mesure de la RC est faite en configuration 4 fils sous 5 mA (en laboratoire). Les courbes RC en fonction de la force de contact sont présentées sur la Figure 24-b. Les échantillons suivants sont analysés :

- Au : une couche mince d'or d'1 µm déposée par pulvérisation cathodique sur une couche d'accroche en titane de 20 nm (sur un cylindre en silice)
- Ru20 et Ru100 : échantillon Au avec un film mince surfacique de ruthénium d'épaisseur égale à 20 ou 100 nm
- AuNi : une couche d'accroche de 30 nm Cr / Ni surmontée de 500 nm d'or déposés par pulvérisation et d'une couche superficielle de 500 nm $AuNi_{5\%}$
- RuRMT : échantillon identique au précédent, sauf que la couche superficielle est composée de ruthénium

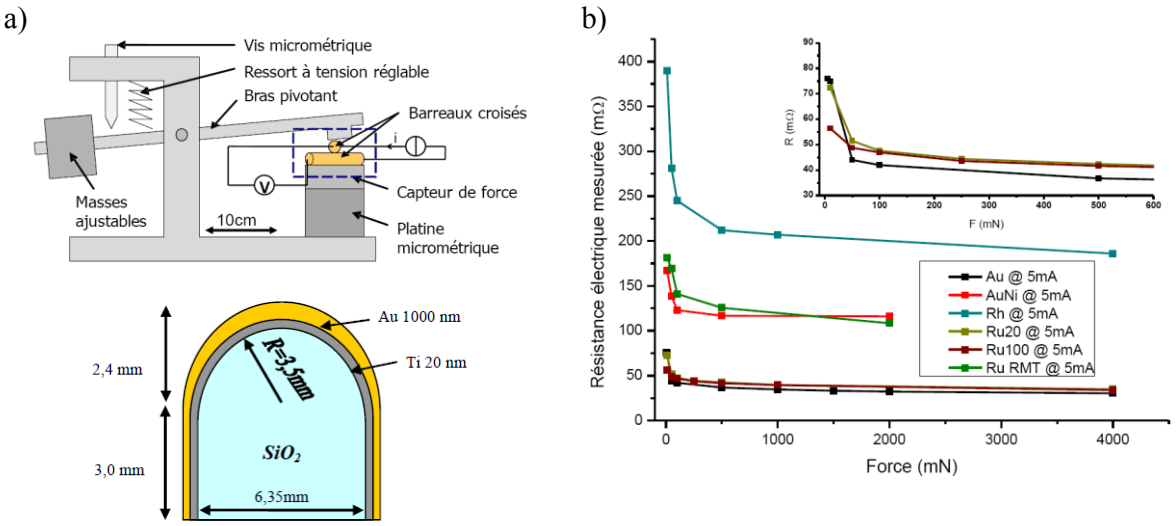


Figure 24 : Montage expérimentale de la mesure de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée sur barreaux croisés (a) et ses résultats pour différents matériaux de contact (b) [Duvivier (2010)].

Les échantillons Ru20 et Ru100 ont une RC similaire à Au. Alors que l'utilisation d'une couche épaisse de ruthénium (RuRMT) est plus résistive, comme $AuNi_{5\%}$ (Figure 24-b). L'utilisation d'un revêtement de ruthénium permet d'augmenter la dureté de la surface de contact tout en conservant une faible RC.

Pour conclure, cette méthode expérimentale de la mesure de la RC est très riche. Elle a permis de démontrer que l'utilisation de nouveaux matériaux de contact permet de diminuer les forces d'adhésion. Par contre, cela induit une augmentation de la RC. Alors, l'utilisation de revêtement est très prometteuse car elle permet de conserver de faible RC en augmentant la dureté de la surface de contact. Ces mesures de la RC en statique sont riches d'information et permettent de valider de nouveaux concepts en vue de mesure dynamique.

3.2.2 Suivi de la résistance électrique de contact en dynamique

Tout comme pour la mesure de la Résistance électrique de Contact (RC) en statique, il existe beaucoup de véhicules tests permettant d'investiguer l'évolution de la RC en dynamique. Les différentes études ici présentées ont permis de mettre en évidence des points clés sur le matériau de contact optimum.

Une étude est menée sur l'utilisation du platine, du ruthénium et du rhodium, et de leurs alliages avec l'or [Chen et al. (2007)]. Ces matériaux sont déposés sous forme de film mince de 300 nm d'épaisseur sur un substrat en silicium. Des essais en « cold switching » sous 2,1 V/1 mA à une force de contact de 200 à 250 µN sont effectués par le dispositif présenté Figure 25.

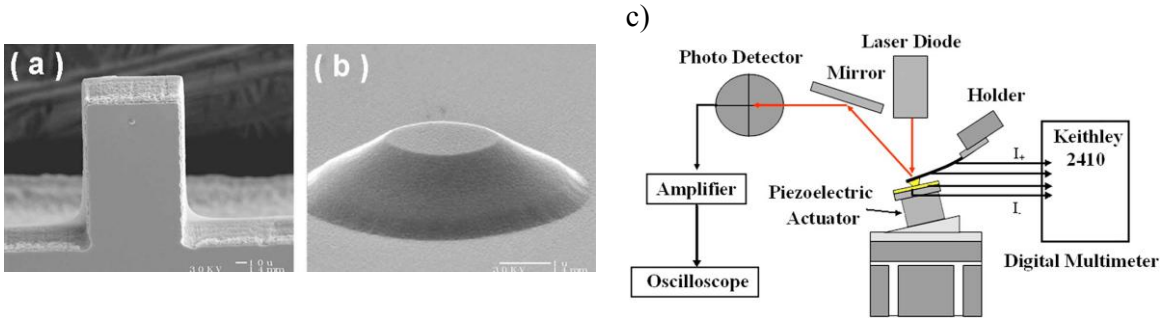


Figure 25 : Dispositif utilisant un SPM pour réaliser la mesure de la résistance électrique de contact en cyclage (c) et des observation MEMS du levier (a) et du bump (b) [Chen et al. (2007)].

Les matériaux purs (Rh, Ru et Pt) ont tendance à former des polymères de frottement sur les surfaces de contact [Chen et al. (2007)]. Ainsi, leur RC augmentent fortement avec le nombre de cycles. Leur durée de vie est alors inférieure à l'or pur (Figure 26). Il en est de même pour les alliages d'or lorsque la concentration atomique en additif est supérieure à 20%at (atomique). Ainsi, les alliages $AuRu_{5\%}$ et $AuPt_{10\%}$ permettent d'atteindre le même nombre de cycles sans modification de la RC. Ainsi, en utilisant ce montage expérimental, il est possible d'investiguer rapidement si un matériau de contact est sensible à la formation de polymère de frottement.

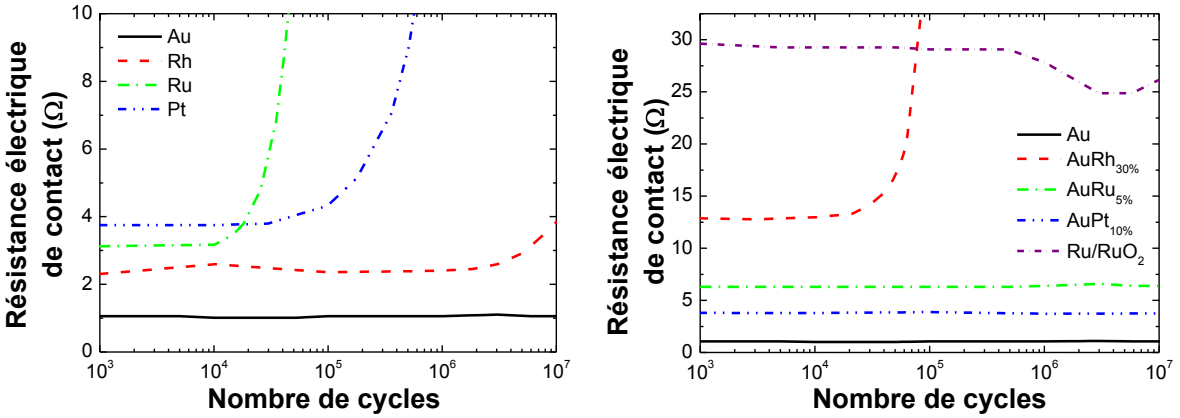


Figure 26 : Résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycle en « cold switching » (2,1 V/1 mA) à une force de contact de 200 à 250 µN [Chen et al. (2007), McGruer et al. (2006)].

D'après [McGruer et al. (2006)], ces matériaux purs (Rh, Ru et Pt) adsorbent les vapeurs organiques présentent dans l'air ou provenant d'un film de contaminant. L'augmentation du nombre de cycles nécessaires pour augmenter de façon significative la RC est due à la vitesse de croissance d'une couche isolante sur les surfaces de contact qui dépend du matériau de contact.

La croissance d'un oxyde de ruthénium de 250 nm sur la surface du film mince de ruthénium permet de remédier à la formation de polymères de frottement [McGruer et al. (2006)]. Par contre, la RC est beaucoup plus élevée.

Pour l'investigation de nouveaux alliages, les préconisations précédentes sont appliquées [Chen et al. (2007)]. Ainsi, sur un nouveau montage expérimental (Figure 27), l'utilisation d'alliage AuNi est investiguée pour des concentrations en nickel inférieure à 20%at [Yang (2008)]. Le cantilever d'un micro-relais MEMS (wiSpry) est positionné sur un support de pointe AFM. Le reste du composant, avec en particulier la zone de contact, est placé sur le porte-échantillon. Le cyclage est effectué en « hot switching » sous 1 V/1 mA à une fréquence de 1 Hz et une force de contact de 150 µN [Yang (2008)].

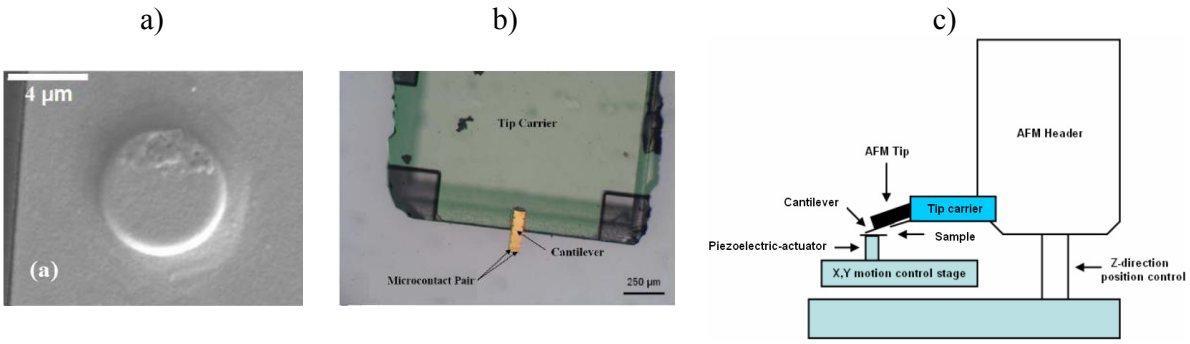


Figure 27 : Montage expérimental pour mesurer la résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycles [Yang (2008)].

Avec l'augmentation de la concentration atomique en nickel, jusqu'à 20%, la durée de vie augmente d'un facteur 12 (Tableau 4) et est principalement due à l'augmentation de la dureté (d'un facteur 2) [Yang (2008)]. Alors qu'en « hot switching », la principale cause de défaillance est due à la formation d'arc électrique ou à l'émission électronique, qui ne sont pas directement liés à la dureté.

Un gain en durée de vie encore plus important est obtenu pour l'échantillon $AuNi_{20\%}$ biphasé alors que sa dureté est inférieure à l'échantillon $AuNi_{20\%}$. L'échantillon $AuNi_{20\%}$ biphasé est obtenu après un recuit à 600°C pendant 30 secondes de l'échantillon $AuNi_{20\%}$. En combinant une analyse de Diffraction des Rayons X et XPS, le scénario suivant est proposé : pendant le recuit, des précipités riches en nickel se forment et des atomes de nickel migrent en surface puis s'oxydent (Ni_2O_3) [Yang (2008)]. La rugosité RMS de cet échantillon est d'ailleurs plus faible que les autres alliages (Tableau 4).

Matériaux Résultats	Au	$AuNi_{7,8\%}$	$AuNi_{12,8\%}$	$AuNi_{20\%}$	$AuNi_{20\%}$ biphasé
RC (Ω)	0,16	0,62	0,75	0,95	0,4
Durée de vie moyenne (nombre de cycles)	100	420	780	1180	1300
Dureté (GPa)	2,7	4,3	4,8	6,1	4,1
Résistivité (µΩ.cm)	3,8	10,5	13,2	20,5	15,5
Rugosité RMS (nm)	3,2	7,5	8	10	3,5
Amplitude maximale en hauteur (nm)	10	31	31	35	10

Tableau 4 : Résultats des mesures de la durée de vie, de la dureté, de la rugosité RMS, de la résistance électrique de contact, de la résistivité pour différents alliages AuNi [Yang (2008)].

L'amélioration de la durée de vie en « hot switching » dans cette étude dépend plus de la composition chimique des surfaces de contact et de leur topographie que de leur dureté. Il est possible qu'il y ait des effets combinés qui permettent de retarder l'augmentation de la RC. Cette étude met en avant qu'à partir de la maîtrise de la microstructure, il est possible d'obtenir des performances encore plus importantes [Yang (2008)].

L'utilisation de la dispersion d'oxyde durcissant (ODS) V_2O_5 est investiguée pour les matériaux de contact des micro-relais MEMS [Bannuru et al. (2007)]. Des nanoparticules V_2O_5 de 2,2 nm de rayons sont dispersées dans le film mince d'or. Ce matériau, ainsi que l'or et l'alliage AuRu5% sont comparés lors de la mesure de la RC dynamique sur un nouveau montage expérimental [Gilbert (2009)] (Figure 28). Le cyclage est effectué en « hot switching » à 0,5 mA à une force de 400 µN et une fréquence de 100 Hz, en laboratoire.

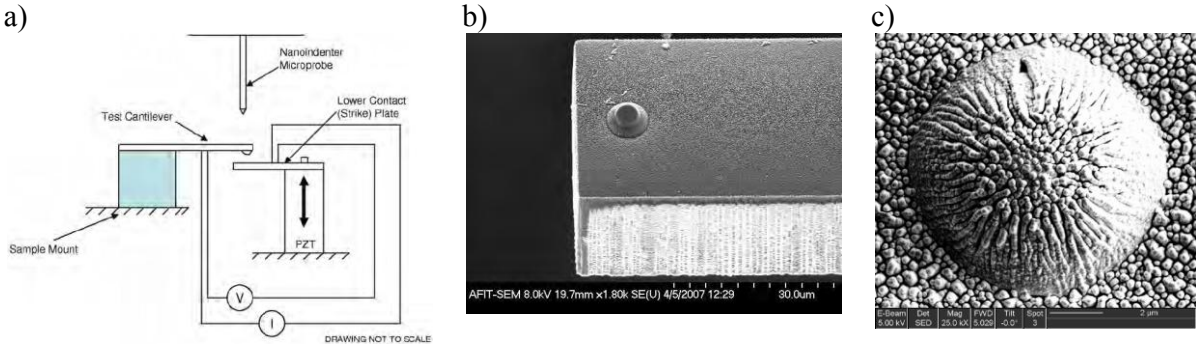


Figure 28 : Montage expérimentale de la mesure de la résistance électrique de contact (a) et observations MEB du levier (b) et du bump (c) [Gilbert (2009)].

Les résultats de cette étude sont récapitulés dans le Tableau 5. Comme l'indique l'étude précédente [Chen et al. (2007)], l'utilisation de l'alliage AuRu5% permet d'augmenter de façon significative la durée de vie. Le gain en durée de vie est encore plus important par l'utilisation de Au-V_2O_5 4%vol. Ces améliorations sont cohérentes avec la diminution des forces d'adhésion.

Résultats \ matériaux	Au	$AuRu_{5\%}$	Au-V_2O_5 4%vol
RC (Ω)	2,1	10,8	8,5
Forces d'adhésion (µN)	50-125	10-40	25-60
Durée de vie moyenne (x 10^6)	0,4	2,18	4,85
Ecart type sur la durée de vie (x 10^6)	0,6	3,17	6,83
Module d'Young (GPa)	86	122	175
Dureté (GPa)	1,04	2,42	4
Résistivité (µΩ.cm)	3,6	38,5	17,7

Tableau 5 : Résultats des mesures de la durée de vie, des forces d'adhésion, de la résistance électrique de contact, des propriétés mécaniques et de la résistivité pour différents matériaux [Gilbert (2009)].

Pour conclure, l'utilisation des véhicules tests a permis de mettre en évidence la formation de polymère de frottement avec des matériaux de contact tels que le ruthénium, le platine et le rhodium. Cette pollution entraine une augmentation drastique de la RC et provient de l'atmosphère ou de la surface environnante. Pour l'utilisation du ruthénium, un nettoyage de la surface et l'utilisation d'une atmosphère inerte permet de limiter, voir bloquer ce phénomène. L'oxydation de sa surface est également efficace mais entraine une forte augmentation de la RC.

Une autre solution, plus simple à mettre en œuvre consiste à utiliser des alliages riches en or avec un minimum de 80%at d'or. L'utilisation de l'alliage AuRu5% permet d'augmenter la durée de vie d'un facteur 5 et l'alliage $AuNi_{20\%}$ d'un facteur 12.

De plus, de nouveaux matériaux, à la microstructure plus complexe permettent d'augmenter encore plus la durée de vie ($AuNi_{20\%}$ biphasé et Au-V_2O_5 4%vol). Plus les études sur les matériaux de contact avancent, plus la maîtrise de leur microstructure devient un point fondamental.

3.2.3 Tests sur micro-relais MEMS

Les études des matériaux de contact sur des micro-relais MEMS sont beaucoup plus rares. En effet, leur réalisation nécessite un grand nombre d'étapes et la maîtrise technologique de ces nouveaux matériaux. Cependant, la réalisation de dispositif réel est indispensable pour valider les concepts précédents.

Une telle réalisation est effectuée sur des alliages d'or [Coutu et al. (2004)] et [Coutu et al. (2006)]. La fabrication du micro-relais MEMS est standard, sauf qu'une étape de dépôt des alliages d'or par pulvérisation est ajoutée (Figure 29). Le contact est ainsi composé d'une couche d'accroche en chrome de 20nm, de 300 nm d'or et de 50 nm d'alliage d'or. Il s'agit donc de système multicouche d'or avec des revêtements d'alliages d'or. Les alliages d'or ici investigués correspondent aux préconisations décrites précédemment [Chen et al. (2007)]. La concentration minimale en or est de 93,7%. De plus, l'utilisation du cuivre et d'un contact bimétallique sont étudiés.

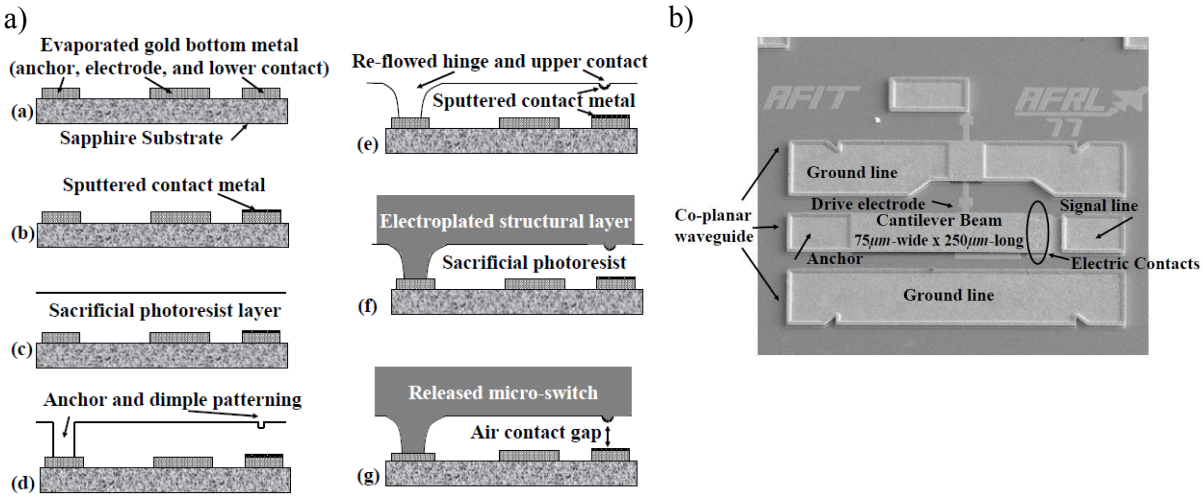


Figure 29 : Procédé de réalisation des micro-relais MEMS incluant différents matériaux de contact (a) et observation MEB du dispositif final (b) [Coutu et al. (2004), Coutu et al. (2006)].

Le cyclage est effectué en « hot switching » sous 8,2 V/10 mA à une force d'environ 80 µN et une fréquence de 1 Hz. La durée de vie augmente avec l'utilisation des alliages $AuPt_{6,3\%}$ et $AuPd_{3,7\%}$ d'approximativement un facteur 3 (Figure 30).

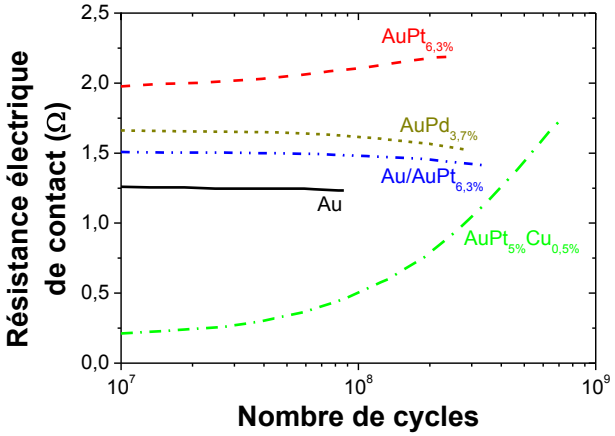


Figure 30 : Résistance électrique de contact sur les micro-relais MEMS avec diffétents matériaux de contact [Coutu et al. (2004), Coutu et al. (2006)].

L'utilisation d'un contact bimétallique permet également d'augmenter la durée de vie. Ces trois variantes à l'or comme matériau de contact ont toute une défaillance par collage. Le meilleur gain est obtenu avec l'alliage ternaire $AuPt_{5\%}Cu_{0,5\%}$ avec un facteur 7. La défaillance du micro-relais survient avec l'augmentation de la RC. L'augmentation de la durée de vie semble ici être directement liée à la dureté des matériaux de contact (Tableau 6). A noter que la dureté est mesurée par nano-indentation à une profondeur comprise entre 35 et 50 nm [Coutu (2004)].

Résultats \ matériaux	Au	$AuPd_{3,7\%}$	$AuPt_{6,3\%}$	$AuPt_{6,3\%Cu0,5\%}$
RC (Ω)	1,25	1,66	2	0,2
Durée de vie moyenne (x 10^8)	1	2,9	2,7	7
Dureté (GPa)	1,7	1,9	2	2,2
Résistivité (µΩ.cm)	3,9	6,37	7,17	N/A

Tableau 6 : Résultats des mesures de la durée de vie, de la dureté, de la résistivité et de la résistance électrique de contact sur micro-relais MEMS [Coutu et al. (2004), Coutu et al. (2006)].

L'utilisation d'un revêtement en ruthénium de 100 nm d'épaisseur sur des surfaces de contact en or est investiguée [Vincent (2010)]. Le cyclage est effectué en « hot switching » sous 14 V/10 mA à une force de 150 µN et une fréquence de 2 Hz. Les résultats de cette étude sont synthétisés dans le Tableau 7. L'utilisation du revêtement permet d'éviter la défaillance par collage des contacts en or et d'augmenter la durée de vie. Cependant, cette proposition souffre de la formation de polymères de frottement. Un nettoyage de la surface et l'utilisation d'une atmosphère inerte permet de limiter, voir bloquer ce phénomène. La RC se trouve alors diminuée et aucun collage n'est observé.

Résultats \ Auteurs \ matériaux	[Vincent (2010)]		[Ke et al. (2008)]	
	Au	Ru/Au	Au	Ru/Au
RC (Ω)	1,5	1,9	0,3	0,73
Durée de vie moyenne	90 000	115 000	$28,9 \times 10^6$	126×10^6
Dureté (GPa)	1	5-8	1,6	10,1

Tableau 7 : Résultats des mesures de la durée de vie, de la dureté et de la résistance électrique de contact sur micro-relais MEMS [Vincent (2010), Ke et al. (2008)].

Une étude similaire est réalisée [Ke et al. (2008)] avec un revêtement de 50 nm de ruthénium (Tableau 7). Le cyclage est effectué en « cold switching » sous 1,6 mA à une force de contact comprise entre 200 et 400 µN et une fréquence de1 kHz. Dans ce cas, l'utilisation du revêtement de ruthénium induit un gain en durée de vie d'un facteur 4.

3.3 Conclusions

Au travers des différentes investigations, l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS est liée à un environnement inerte avec des surfaces de contact « propre » et à une dureté « importante » des surfaces de contact.

L'augmentation de la dureté des matériaux de contact permet effectivement d'augmenter la durée de vie des micro-relais MEMS (Figure 31). Mais il n'existe pas de relation directe. En effet, la topographie de la surface et sa microstructure jouent un rôle important [Yang (2008)]. Ce résultat est mis en avant par la comparaison des échantillons $AuNi_{20\%}$ et $AuNi_{20\%}$ biphasé.

De plus, l'utilisation de nouveaux matériaux de contact induit une augmentation de la RC jusqu'à un facteur 6 (Figure 31). Cependant, il est possible de réduire la RC et d'augmenter la durée de vie par l'utilisation de $AuPt_{5\%}Cu_{0,5\%}$ [Coutu et al. (2006)]. L'utilisation de multicouches permet également d'augmenter la dureté de la surface de contact tout en conservant une faible RC [Vincent (2010), Ke et al. (2008)].

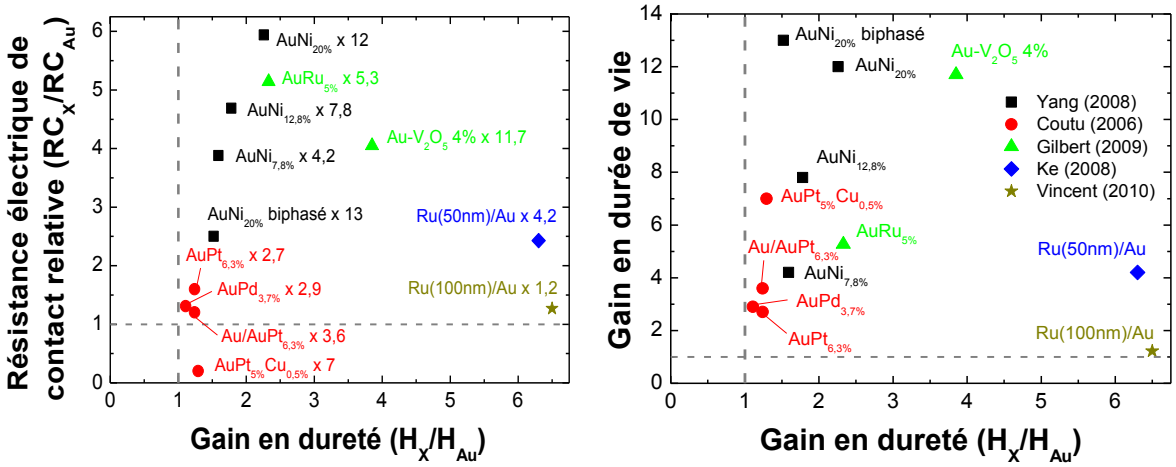


Figure 31 : Résistance électrique de contact relative (a) et gain en durée de vie (b) en fonction du gain en dureté de nouveaux matériaux de contact par rapport à l'or pur [Vincent (2010), Ke et al. (2008), Coutu et al. (2004), Coutu et al. (2006), Gilbert (2009)] et [Yang (2008)].

L'optimisation des matériaux de contact est de plus en plus complexe. Les premiers essais sont réalisés avec des métaux purs du groupe platine. Puis l'utilisation des alliages est investiguée. Enfin, l'utilisation d'ODS et de systèmes multicouches est effectuée. Ce processus d'étude des matériaux de contact a permis d'augmenter la durée de vie d'un facteur 13.

Leur microstructure doit être maîtrisée et optimisée pour obtenir des gains en durée de vie encore plus importants.

4 Le durcissement de l'or

Les meilleures solutions permettant l'augmentation de la durée de vie des micro-relais MEMS sont basées sur le durcissement de l'or :

- Alliage d'or binaire ou ternaire, monophasé ou biphasé (AuRu5% et AuPt10% [Chen et al. (2007)], AuNi20% [Yang et al. (2007)], AuPt6,3% [Coutu et al. (2004)], AuPd3,7% et Au-Pt5%-Cu0,5% [Coutu et al. (2006)])
- Systèmes multicouches (Au / RuO_2 [Walker et al. (2010)], Au / Ru [Vincent (2010)])
- Dispersion d'oxyde durcissant (Au-V_2O_5 4% volumique [Gilbert (2009)])

L'utilisation de ces matériaux permet d'augmenter la durée de vie jusqu'à un facteur 13, en augmentant la dureté du matériau de contact. La concentration en or doit être au minimum de 80% atomique. Lorsque la concentration en or est inférieure à cette limite « empirique », aucun gain de durée de vie n'est constaté [Chen et al. (2007)]. Ainsi, une revue est effectuée sur les méthodes utilisées pour augmenter la dureté de l'or en s'intéressant à d'autres domaines scientifiques tels que l'orfèvrerie, les interconnexions filaires, les électrodes glissantes, la métallurgie et les macro-relais. Pour toutes ces applications, la ductilité de l'or pur est la problématique majeure.

4.1 Alliages riches en or

Le durcissement de l'or par alliage est largement étudié pour augmenter la durée de vie des micro-relais MEMS. Ainsi, un grand nombre d'additif est étudié, avec un fort intérêt pour les métaux du groupe platine (Ru, Rh, Pd et Pt) et le nickel. De plus, les alliages proposés sont majoritairement binaires avec une concentration atomique en or dépassant 80% atomique. Il existe donc encore beaucoup de possibilités de réalisation et de combinaison d'alliage avec d'autres additifs. Il s'avère que l'utilisation d'alliage pour durcir l'or est historiquement la plus ancienne méthode, et elle est liée au domaine de l'orfèvrerie. D'ailleurs, il existe une certaine similitude entre les solutions apportées par le domaine de l'orfèvrerie et des micro-relais MEMS.

Dans le domaine de l'orfèvrerie, il y existe plusieurs gammes de pureté de l'or, nommées carats (Tableau 8). Plus le carat est élevé, plus la concentration en or est élevée. L'or 24 carats est également nommé 3N pour trois neuf, soit 99,9 pourcents massique. A noter que dans ce domaine, les concentrations sont toujours données en % massique (%wt). Lorsque cela est possible, la concentration est donnée en % atomique (%at) afin d'être comparée aux autres résultats.

Carats	Pureté de l'or (% massique)
24	99,9
22	91,6
21	87,5
20	83,34
19,2	80
18	75
14	58,5
8	33,3

Tableau 8 : Equivalence entre le nombre de carat et la concentration massique en or (World Gold council 2011).

Dans chacune de ces gammes, le but est de résister à l'usure et la rayure en améliorant la dureté du matériau, tout en conservant la couleur caractéristique de l'or. A noter que la méthode utilisée pour mesurer la dureté est dite Vickers (chapitre 2 partie 2.1). Une force est appliquée sur une pointe à base carrée (pointe Vickers) et l'aire de l'empreinte résiduelle est mesurée. La dureté Vickers est définie par le rapport de la force par cette aire. Pour cela, l'or est généralement associé avec de l'argent et du cuivre. Ainsi, l'utilisation d'alliages est investiguée avec différentes gammes de concentration en or. D'après les résultats obtenus (chapitre 1 partie 3.2) sur l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS par de nouveaux matériaux de contact, notre intérêt se tourne vers des carats supérieurs ou égaux à 18. Notons que la réalisation des alliages dans le domaine de l'orfèvrerie nécessite des étapes métallurgiques hautes températures telles que de la fusion (au-delà de 1000°C). Toutefois, les alliages ainsi proposés peuvent être réalisés sous forme de film mince pour les technologies MEMS.

Pour l'or 22 carats (soit 91,6 % massique), plus la proportion de cuivre dans l'alliage Au-Ag-Cu est importante, plus l'alliage est dur [Fischer-Buhner (2005)] (Tableau 9). L'utilisation de cet alliage n'a jamais été envisagée pour les micro-relais. Des mesures de dureté et de résistivité sur des alliages Au-Ag (jusqu'à 10%at d'argent) sous forme de film mince sont réalisées [Coutu et al. (2004)]. Leur utilisation est alors exclue car le gain en dureté est trop faible (inférieur à 10%) en comparaison avec le platine et le palladium [Coutu et al. (2004)]. De plus, le soufre présent dans l'atmosphère réagit avec la surface pour former un sulfure (Ag_2S). Cette couche est fortement résistive et entraîne une augmentation drastique de la résistance de contact, observée sur les macro-relais [Wang et al. (1993)]. Pour ce qui est de l'utilisation du cuivre, son incorporation avec l'or et le platine ($AuPt_{5\%}Cu_{0,5\%}$) permet un gain d'un facteur 7 sur la durée de vie [Coutu et al. (2006)].

Matériaux ajoutés à l'or pur	Pourcentage massique	Pourcentage atomique	Dureté relative par rapport à l'or pur	Auteurs
Ti	1	4	1,67	Gafner
Gd	0,3	0,4	1,47	Corti
Gd	0,5	0,6	1,13	
Tb	0,5	0,6	1,47	
Dy	0,5	0,6	2,33	
Y	0,3	0,7	1,17	
Y	0,4	0,9	1,07	
Y	0,5	1,1	2,03	
Ag / Cu	5,5 / 2,8	10 / 8,7	1,25	Fischer
Ag / Cu	2,8 / 5,5	5,1 / 17	1,75	
Ag / Cu	4,15 / 4,15	7,6 / 12,9	1,5	
Ag / Cu / Sb	3,65 / 3,65 / 1	6,7 / 11,3 / 1,6	1,63	
Ag / Cu / Co	3,15 / 3,15 / 2	5,8 / 9,8 / 6,7	2,63	
Ag / Cu / Co	4 / 2,3 / 2	7,3 / 7,1 / 6,7	2,88	
Ag / Cu / Co	2,3 / 4 / 2	4,2 / 12,4 / 6,7	3,25	
Ag / Cu / Ni	3,15 / 3,15 / 2	5,8 / 9,8 / 6,7	2,25	
Ag / Cu / Fe	3,15 / 3,15 / 2	5,8 / 9,8 / 7,1	1,88	

Tableau 9 : Mesure de la dureté relative par rapport à l'or pur de différents alliages supérieur à 22 carats [Fischer-Buhner (2005), Gafner (1989)] et [Corti (1999)].

De plus, différents additifs (nickel, fer, cobalt et antimoine) à l'alliage Au-Ag-Cu sont étudiés car les additions de cuivre et d'argent ne permettent pas d'augmenter suffisamment la dureté de l'alliage. L'ajout de 6,7 %at de nickel permet également d'augmenter la dureté d'un facteur 2,25. L'alliage or-nickel a déjà été exploré comme matériau de contact pour les macro-relais [Johler (2003)] avec une même concentration et pour les micro-relais MEMS avec une concentration allant jusqu'à 20 %at [Yang et al. (2007)], pour une augmentation de la durée de vie (15% [Johler (2003)] et d'un facteur 13 [Yang et al. (2007)]). L'addition de 1,6 %at d'antimoine augmente la dureté d'un facteur 1,68. Son utilisation en alliage Au-Sb et Au-Ag-Sb jusqu'à des concentrations de 50 %at a été étudiée pour les applications macro-relais pour limiter la formation de polymère de frottement sur les surfaces de contact [Wang et al. (1993)]. La dureté des alliages est alors jusqu'à 3,5 fois supérieure à celle de l'or et la durée de vie du contact électrique est approximativement augmentée d'un facteur 10.

L'utilisation de fer ou de cobalt comme additif dans des alliages n'a jamais été investigué pour les applications micro-relais MEMS. Il s'avère que l'ajout de 6,7 %at de cobalt a le meilleur effet durcissant sur cet alliage avec un facteur de 3,5 sur la dureté par rapport à l'or pur (Tableau 9). L'ajout de 7,1 %at de fer augmente d'un facteur 1,88 la dureté de l'alliage Au-Ag-Cu par rapport à l'or pur. D'autres propositions d'alliages élaborés dans l'orfèvrerie n'ont jamais été envisagées pour les micro-relais MEMS :

- Un mélange d'or-titane, à teneur en titane de 4 %at a un gain en dureté de 1,67 [Gafner (1989)] (Tableau 9).

- L'utilisation de terres-rares est investiguée avec une concentration inférieure à 1,1 %at [Corti (1999)]. De très bons résultats en termes d'augmentation de la dureté par rapport à l'or pur sont mesurés : l'ajout de 0,6 %at de dysprosium ou de 1,1 %at d'yttrium permet d'augmenter d'un facteur deux la dureté (Tableau 9).

4.2 Dispersion d'oxyde durcissant

L'utilisation d'ODS pour durcir les surfaces de contact des micro-relais MEMS et ainsi augmenter leur durée de vie est très récente. L'utilisation de V_2O_5 avec une teneur de 4% volumique est investiguée [Bannuru et al. (2007)] et la durée de vie de véhicules tests augmente d'un facteur 12 [Gilbert (2009)]. La taille des particules de V_2O_5 est de 2,2 nm et la taille de grain de l'or est de 35 nm.

L'incorporation de 2 % volumique de ZrO_2 est proposée pour durcir un film mince d'or pur de 1 µm d'épaisseur [Williams & Clarke (2008)]. Pendant le dépôt du film mince d'or pur, une cible de zirconium est pulvérisée. Les ions de zirconium ainsi émis réagissent avec un plasma d'oxygène pour former des particules de ZrO_2. Ces particules s'insèrent dans l'or (Figure 32). Les particules de ZrO_2 d'une taille de quelques nanomètres semblent se situer indifféremment aux joints de grain et dans les grains.

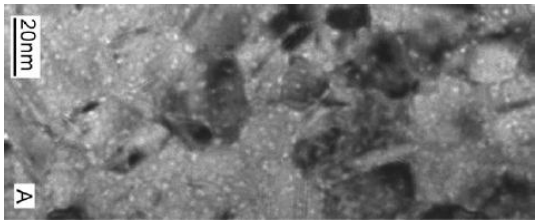


Figure 32 : Image TEM en contraste de Fresnel du film mince d'or avec des nanoparticules ZrO_2 qui sont plus claires [Williams & Clarke (2008)].

La dureté et la résistivité sont comparées à un même dépôt sans ajout de Zr. La dureté est mesurée par nano-indentation « cube corner ». Aucune précision sur le modèle utilisé n'est donnée, mais les empreintes résiduelles après nano-indentation sont suffisamment différentes entre l'or pur et la variante proposée pour correspondre aux gains en dureté présentés. Un recuit de 500°C pendant 10 minutes est également effectué pour analyser l'évolution de ces paramètres. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 10. En effet, le matériau proposé a une dureté supérieure à l'or d'un facteur 1,85, tout en conservant une faible résistivité, seulement 1,55 fois plus élevée par rapport à l'or. De plus, après recuit, le matériau proposé a toujours une dureté et une résistivité supérieure à l'or. La taille de grains est toujours de 50 nm.

Film mince (1 µm)	Après dépôt			Après recuit (500°C 10 minutes)		
	Taille de grain latérale (nm)	Dureté (GPa)	Résistivité (µΩ.cm)	Taille de grain latérale (nm)	Dureté (GPa)	Résistivité (µΩ.cm)
Au	100	2,7	4	~1000	2,3	3,4
Au-ZrO_2 (2%)	50	5	6,2	50	3,8	4,5
	/ 2	+85%	+55%	/ 20	+65%	+32%

Tableau 10 : Taille de grain latérale, dureté et résistivité du film mince d'or avec et sans nanoparticules de ZrO_2 [Williams & Clarke (2008)].

Ces propositions d'ODS sont très prometteuses car l'amélioration de la durée de vie de véhicules tests est conséquente (facteur 12 [Gilbert (2009)]) et la stabilité des propriétés mécaniques telles que la dureté après recuit d'un tel procédé est intéressante. L'emploi des ODS pour durcir un matériau est très répandu en métallurgie. Plus particulièrement en orfèvrerie, la dispersion d'oxyde durcissant tel que ThO_2, Al_2O_3, Y_2O_3, CeO_2 et TiO_2 à des concentrations inférieures à 1 %wt, est investiguée par différents auteurs ([Fuschillo & Gimpl (1970)], [Poniatowski & Clasing (1972)] et [Hill (1976)]). L'étude présentée ci-dessous [Hill (1976)] à l'avantage de comparer et analyser tous ces ODS avec une concentration inférieure à 0,4 %wt. Les échantillons sont réalisés en mélangeant de l'or 4N (99,99 % massique) avec ces additifs sous forme de poudre. Des fils d'un diamètre de 0,5 à 1,2 mm et des « lingots » sont réalisés par différents procédés métallurgiques à haute température. Des mesures de dureté (Brinell), de résistance électrique et d'usure sont effectuées sur ces échantillons en comparaison avec l'or 4N. L'essai d'usure consiste à mesurer la masse perdue par abrasion du matériau [Hill (1976)]. Ces ODS n'ont jamais été étudiés pour les applications micro-relais MEMS. Bien que cette étude ne soit pas récente, elle investigue et compare l'utilisation de différents ODS, qui sont potentiellement intéressants pour les matériaux de contact.

			Sans recuit			Recuit (600°C- 1h)	
Matériaux ajoutés à l'or	Pourcentage massique	Pourcentage Volumique approximatif	Dureté relative	Résistance électrique relative	Relative résistance à l'usure	Dureté relative	Résistance électrique relative
ThO_2	0,2	0,38	1,17	1,03	1,75	1,33	1,04
Al_2O_3	0,18	1	0,97	1,08	2,3	1,04	1,04
Y_2O_3	0,26	1	1,09	1,03	1,75	1,33	1,02
CeO_2	0,38	1	1,16	1,03	2	1,33	1
TiO_2	0,24	1	1,19	0,99	1,75	1,2	0,99

Tableau 11 : Mesure de dureté, de résistance électrique et à l'usure de différentes dispersions d'oxydes par rapport à l'or pur [Hill (1976)].

L'addition de ces ODS [Hill (1976)] augmente très peu la résistance électrique (inférieure à 8 %). La dureté augmente jusqu'à 19 % (Tableau 11). Les résultats sur la résistance à l'usure sont plus significatifs avec un gain compris entre 1,75 et 2,3 par rapport à l'or pur. La masse perdue de l'échantillon est approximativement deux fois moins importantes avec ces additifs. De plus le gain en dureté n'est pas proportionnel à la résistance à l'usure. Typiquement,

l'addition d'Al_2O_3 diminue la dureté de façon négligeable (3%) mais propose le meilleur gain en résistance à l'usure avec un facteur 2,3.

4.3 Systèmes multicouches

Les systèmes multicouches permettent d'augmenter la durée de vie des micro-relais MEMS [Coutu et al. (2004), Coutu et al. (2006)] et [Vincent (2010)]. L'utilisation d'un revêtement plus dur sur l'or permet de répondre immédiatement au problème de ductilité de la surface de contact.

D'autres systèmes multicouches plus complexes peuvent être envisagés. L'utilisation de multicouches or / chrome comme matériau de contact est investiguée [Mulloni et al. (2009)] car le chrome est déjà présent dans le procédé de réalisation des micro-relais MEMS et est plus dur que l'or. Deux variantes de multicouche sont étudiées (Tableau 12).

échantillons	Empilement (matériaux et épaisseurs)
A	Si (substrat) / Cr (5 nm) / Au (150 nm)
B	Si (substrat) / Cr (5 nm) / Au (120 nm) / Cr (3 nm) / Au (30 nm)
C	Si (substrat) / Cr (5 nm) / Au (110 nm) / Cr (2,5 nm) / Au (10 nm) / Cr (2,5 nm) / Au (30 nm)

Tableau 12 : Descriptif des empilemenst d'or/chrome étudiés [Mulloni et al. (2009)].

Cette approche est originale car la couche superficielle est toujours en or. Les couches d'or superficielles sont très fines afin que les couches sous-jacentes jouent un rôle de durcissement artificiel par confinement de la déformation plastique de l'or. De plus, la réalisation d'un système multicouches très fin permet de faciliter l'interdiffusion. La dureté est mesurée par nano-indentation Berkovich avec le modèle d'Oliver & Pharr (chapitre 2 partie 2.1).

Les deux propositions de multicouches (B et C dans le Tableau 13) ont une dureté et une résistivité plus élevées que le film mince d'or pur (A dans le Tableau 13). Les gains en dureté et résistivité sont encore plus forts après un recuit de 200°C pendant 30 minutes. Cependant, l'oxydation du chrome doit être évitée, donc la surface doit rester libre de chrome. Il ne faut donc pas que la proportion de chrome soit trop importante dans le multicouches.

échantillons	Dureté (GPa)	Dureté après recuit (GPa)	Résistivité (µΩ.cm)	Résistivité après recuit (µΩ.cm)
A	2,2 +/- 0,15	2,1 +/- 0,2	3,38	3,36
B	+16%	+31%	+4,4%	+92%
C	+27%	+33%	+25%	+162%

Tableau 13 : Mesure de dureté et de résistivité des empilements d'or chrome étudié par [Mulloni et al. (2009)] avec et sans recuit de 200°C pendant 30 minutes.

L'analyse de la littérature concernant le contact tribologique permet d'envisager d'autres systèmes multicouches. Par exemple, l'utilisation des Alliages à Mémoire de Forme (AMF) dans un système multicouche permet d'améliorer les propriétés mécaniques des surfaces de contact. Les AMF ont des propriétés mécaniques très intéressantes : super-élasticité et effet caoutchoutique.

Les AMF sont utilisés dans différentes applications tribologiques. Par exemple, le nitrure de chrome (CrN) est utilisé comme revêtement dur sur l'aluminium (Al 6061 T6). L'utilisation d'une couche $Ni_{48,3}Ti_{51,7}$ (AMF) sous-jacente permet de réduire les contraintes résiduelles et l'usure de la couche superficielle [Zhang et al. (2007)].

Il est possible de réaliser des AMF à base d'or [Besseghini et al. (2007)]. Cela ouvre un très large éventail de possibilités pour les AMF en tant que couche enterrée ou directement en matériau de contact.

4.4 Affinement de la taille de grains

Le raffinement de la taille de grain est un mécanisme de durcissement très répandu en métallurgie pour augmenter la dureté des matériaux par le blocage des dislocations aux joints de grains. La loi de Hall et Petch [Hall (1951)] et [Petch (1953)] permet de décrire l'effet de la taille de grains sur la dureté : plus la taille de grains est petite, plus la dureté est élevée, ce qui se traduit par l'équation 1.7, où H est la dureté du matériau, H_0 sa dureté intrinsèque, K_y un coefficient qui dépend du matériau et d est la taille de grain.

$$H = H_0 + \frac{K_y}{\sqrt{d}} \qquad 1.7$$

Cet effet de durcissement est investigué sur des films minces d'or pur (Figure 33) [Cao et al. (2006)]. Dans cette étude, le contrôle de la taille de grain permet d'augmenter de 49 % la dureté. D'après la loi de Hall et Petch ajustée sur ces données expérimentales, la dureté de l'or peut atteindre 2,05 GPa pour une taille de grain de 20 nm. La dureté intrinsèque de l'or (H_0) étant de

0,41 GPa. En dessous d'une taille de grains d'une dizaine de nm, un effet inverse est observé ([Chokshi (1989)] et [Conrad (2000)]).

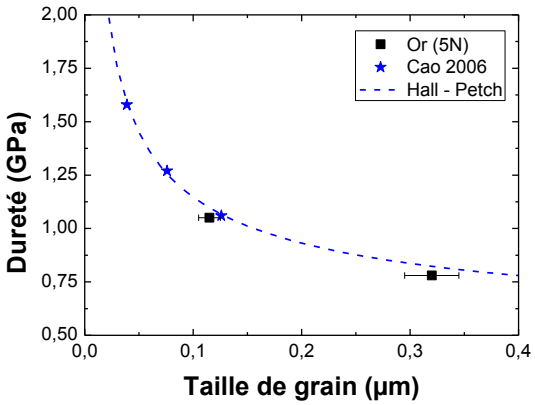
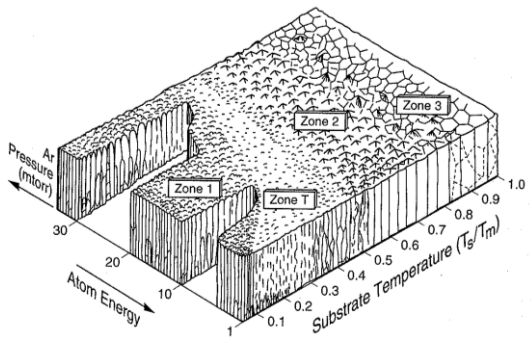


Figure 33 : Dureté en fonction de la taille de grains d'un film mince d'or (données expérimentale de [Cao et al. (2006)] et ajustement avec la loi de Hall et Petch).

Il est possible, par un contrôle de la température du substrat et de la pression lors du dépôt, de contrôler la taille de grain et la structure du film mince [Nastasi et al. (1996)] (Figure 34). Afin de réaliser des films minces d'or avec la taille de grains la plus petite, la température du substrat doit être la plus faible possible. Une série de dépôt d'or pur est réalisée [Lo et al. (1979)] en diminuant la température du substrat jusqu'à 50°C soit un ratio T_s/T_m de 0,24. Une augmentation de la dureté Vickers est alors mesurée avec la diminution de T_s.

a)



b)

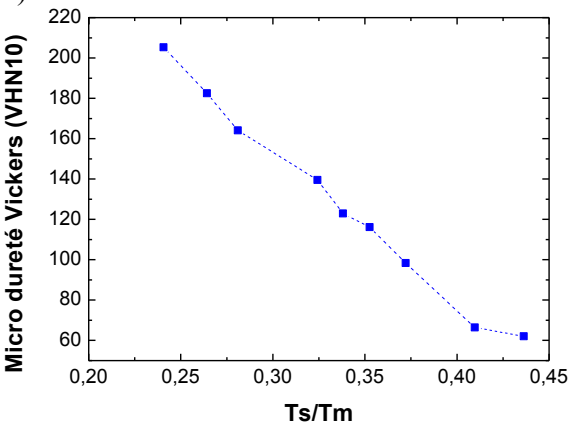


Figure 34 : Schématisation de la structure des grains en fonction de la température du substrat lors du dépôt de film mince métallique [Nastasi et al. (1996)] et mesure expérimentale sur l'or [Lo et al. (1979)].

Dans la littérature, le procédé de dépôt de film mince des matériaux de contact ne semble pas être optimisé dans ce but et la taille de grain n'est généralement pas contrôlée.

4.5 Incorporation d'impuretés

En métallurgie, l'incorporation de très faibles quantités d'impuretés, inférieure à 0,1 %wt soit 1000 ppm massique (partie par million) dans un matériau permet de modifier ses propriétés mécaniques, par exemple l'hydrogène et le carbone dans les alliages de fer [Matsui et al. (1979)] et l'acier [Hirth (1980)]. Pour l'or pur, ce phénomène a été utilisé dans le domaine des connexions filaires qui sont employées pour lier électriquement le circuit intégré au packaging ou à d'autres circuits intégrés. L'or est employé comme matériau de référence de par sa faible résistivité et sa compatibilité avec le procédé de réalisation de soudure thermosonique ultra-rapide, sa résistance à la corrosion et la réalisation d'un contact permanent or-aluminium. Il est donc important que les connexions filaires conservent un taux de pureté en or élevé.

Un essai mécanique s'est imposé pour vérifier la solidité des connexions filaires : le « pull-test ». Un crochet saisit le fil en son milieu et tire dessus avec une force verticale jusqu'à ce que le fil soit rompu. Cette force limite est la charge à la rupture. L'élongation du fil à la rupture est également un paramètre important. Initialement, aucune mesure de dureté, ni de module d'Young ne sont effectuées, mais la charge à la rupture et l'élongation sont des données expérimentales qui dépendent de ces paramètres intrinsèques.

Le lien entre la pureté de l'or et ses performances en termes de charge à la rupture et d'élongation est mis en évidence pour des connexions filaires en or de 25 µm de diamètre [Bonkohara (1978)]. Pour un fil d'or pur 5N (99,999 %wt, soit 10 ppm wt d'impuretés), la charge à la rupture est de 9 g et l'élongation est de 6 %. En incorporant 200 ppm wt (soit 0,02 % massique) d'impuretés (Al, Fe, Si, Mg, Pb, Cu et Ag), la charge à la rupture augmente de 44 % et l'élongation de 67 %.

Des études sont ensuite effectuées pour identifier les espèces chimiques les plus performantes (Figure 35). Ainsi, un grand nombre d'espèces et d'association d'espèces sont investigués.

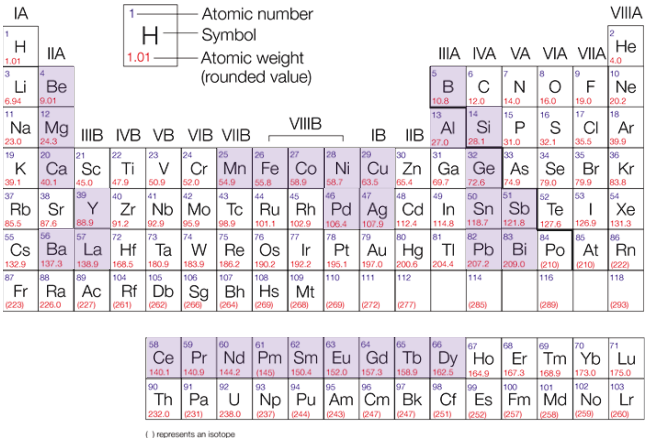


Figure 35 : Tableau périodique des éléments chimiques investigués (en violet) pour l'amélioration de la robustesse des connexions filaires en or.

Les résultats les plus marquants sont regroupés par auteur dans le Tableau 14. Tout d'abord, une seule espèce chimique à la fois est investiguée avec l'or. Le meilleur gain en charge à la rupture (83%) est obtenu avec 140 ppm at de baryum [E. Asada (1988)] et le meilleur gain en dureté (1,33) avec 1,8 %at de béryllium [Uchiyama (1995)]. A noter que le gain en charge à la rupture est proportionnel à celui de la dureté.

L'association d'impuretés permet d'obtenir des résultats plus importants. Pour exemple [Uchiyama (1995)], l'association de 2820 ppm at de calcium et de 1,74 %at de béryllium augmente la dureté de 94 %.

Matériaux ajoutés à l'or	ppm massique	ppm atomique	Charge à la rupture relative	Dureté relative	Auteurs
Ca / Ba	3 / 50	15 / 72	1,67	N/A	
Ba	100	140	1,83	N/A	Asada
Ca / Ba	10 / 20	49 / 14	1,97	N/A	
Be	841	18 400	1,33	1,84	
Ge	865	2 350	1,24	1,78	
Ca	404	1 950	1,19	1,66	
B	391	7 120	1,20	1,59	
Ca / Be	573 / 798	2 820 / 17 400	1,32	1,94	
Ge / B / Co	180 / 160 / 91	490 / 3 500 / 300	1,68	2,06	Uchiyama
Be / Al	212 / 273	4 600 / 19 900	1,73	2,09	
Ge / Ce	231 / 740	630 / 21 790	1,49	2,13	
Ca / Ge / Gd / Sb	876 / 890 / 731 / 148	4 300 / 2 400 / 920 / 240	1,98	2,34	
Ca / Pd	60 / 20	295 / 328	1,35	N/A	Chew
Ca	90	440	N/A	1,2	Saraswasati

Tableau 14 : Récapitulatif des ajouts d'impuretés dans l'or (en ppm wt et ppm at) avec ses performances (gain en « tensile strength » et en dureté par auteurs [E. Asada (1988)], [Uchiyama (1995)], [Sritharan et al. (2003)] et [Chew et al. (2004)].

Lors des différentes études, le calcium est l'espèce chimique qui révèle avoir le plus grand intérêt pour les connexions filaires en or. Des analyses fines de la microstructure de ces fils sont effectuées pour comprendre et maitriser les mécanismes de durcissement. Ainsi, l'utilisation de 440 ppm at de calcium diminue la taille de grain d'un facteur 10 par rapport à l'or pur [Saraswati et al. (2004)]. Aucun précipité de calcium n'est observé sur les coupes TEM.

5 Conclusions

D'après la bibliographie effectuée sur l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS par le génie des matériaux de contact (partie 3.2), il apparaît que l'or est un matériau de contact incontournable, mais nécessite un durcissement. Trois méthodes sont alors présentées dans la littérature pour les applications MEMS : les oxydes dispersifs durcissant, les alliages et les systèmes multicouches. Par la suite, le revêtement de ruthénium est investigué de même que l'or pur car il est utilisé comme référence dans toutes les études présentées précédemment.

Le domaine des micro-relais MEMS n'est pas le seul, ni le premier à se confronter au durcissement de l'or. Ainsi, au travers de domaines « technologiques » divers et variés tels que l'orfèvrerie, les connexions filaires, et les macro-relais, de nouvelles propositions d'ODS (TiO_2 et Al_2O_3), d'alliages (Co, Sb) et de systèmes multicouches (Cr et AMF) sont mises en évidence (Figure 36). De plus, cette ouverture vers d'autres domaines scientifiques apporte de nouvelles méthodes de durcissement de l'or encore inexplorées pour les applications micro-relais MEMS telles que le raffinement de la taille de grain (contrôle du procédé de dépôt des films minces), l'utilisation d'AMF (pour leurs propriétés mécaniques exceptionnelles) et l'insertion d'impuretés (Ca, B, Ba, Be) qui permettent une augmentation de la dureté. Ainsi une nouvelle gamme de matériaux de contact pour les micro-relais MEMS est dévoilée (Figure 36).

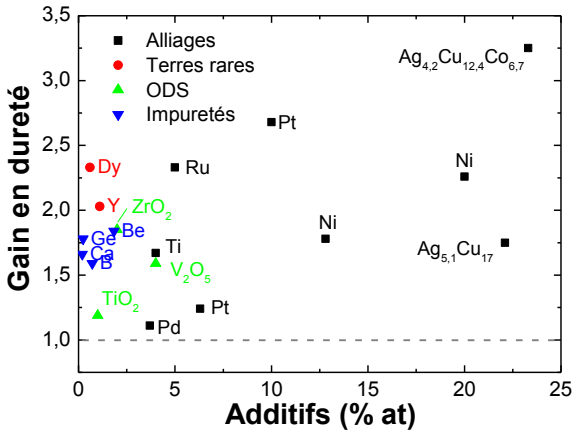


Figure 36 : Bilan des différentes propositions de durcissement de l'or.

L'augmentation de la dureté est généralement associée à l'augmentation d'additif (cas des alliages). Pour les matériaux de contact des micro-relais MEMS, le but est de durcir l'or avec un minimum d'additif. La récente utilisation des ODS est cohérente avec cette approche. L'utilisation de terre rare semble très prometteuse et n'a encore pas fait l'objet d'étude pour cette application. L'utilisation d'impuretés pour durcir l'or est investiguée par la suite.

Bibliographie

[Adams & McGruer (2010)] Adams, George G. & Nicol E. McGruer (2010), 'A review of adhesion in an ohmic microswitch', *Journal of Adhesion Science and Technology* **24**(15-16), 2571–2595.

[Attia et al. (1998)] Attia, P, G Tremblay, R Laval & P Hesto (1998), 'Characterisation of a low-voltage actuated gold microswitch', *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B-SOLID STATE MATERIALS FOR ADVANCED TECHNOLOGY* **51**(1-3), 263–266. 2nd International Conference on Low Dimensional Structures and Devices, LISBON, PORTUGAL, MAY 19-21, 1997.

[Bannuru et al. (2007)]Bannuru, T., S. Narksitipan, W. L. Brown & R. P. Vinci (2007), Effects of v additions on the mechanical behavior of au thin films for mems contact switches, Vol. 6463, SPIE, p. 646306.

[Barrière et al. (2010)] Barrière, Fabien, Aurelian Crunteanu, Annie Bessaudou, Arnaud Pothier, Françoise Cosset, David Mardivirin & Pierre Blondy (2010), Zero level metal thin film package for rf mems, *in* '10th Topical Meeting on Silicon Monolithic Integrated Circuits in RF Systems', New Orleans, Etats-Unis.

[Besseghini et al. (2007)] Besseghini, Stefano, Francesca Passaretti, Elena Villa, Paolo Fabbro & Franca Ricciardi (2007), 'Gold with a martensitic transformation: Which opportunities?', *Gold Bulletin* **40**, 328–335. 10.1007/BF03215607.

[Bonkohara (1978)] Bonkohara, Manabu (1978), 'Fine gold wire for use in connection in a semiconductor device'.

[Broué et al. (2009)] Broué, A., J. Dhennin, C. Seguineau, X. Lafontan, C. Dieppedale, J.-M. Desmarres, P. Pons & R. Plana (2009), Methodology to analyze failure mechanisms of ohmic contacts on mems switches, *in* 'Reliability Physics Symposium, 2009 IEEE International', pp. 869 –873.

[Broué et al. (2010)] Broué, Adrien, Thibaut Fourcade, Jérémie Dhennin, Frédéric Courtade, Pierre-Louis Charvet, Patrick Pons, Xavier Lafontan & Robert Plana (2010), 'Validation of bending tests by nanoindentation for micro-contact analysis of mems switches', *Journal of Micromechanics and Microengineering* **20**(8), 085025.

[Brown et al. (2008)] Brown, C., A.S. Morris, A.I. Kingon & J. Krim (2008), 'Cryogenic performance of rf mems switch contacts', *Microelectromechanical Systems, Journal of* **17**(6), 1460 –1467.

[Brown (2008)] Brown, Christopher John (2008), Impact of Environmental Conditions on the Contact Physics of Gold Contact RF Microelectromechanical Systems (MEMS) Switches, PhD thesis, North Carolina State University.

[Cao et al. (2006)] Cao, Yifang, Seyed Allameh, Derek Nankivil, Steve Sethiaraj, Tom Otiti & Wole Soboyejo (2006), 'Nanoindentation measurements of the mechanical properties of polycrystalline au and ag thin films on silicon substrates: Effects of grain size and film thickness', *Materials Science and Engineering: A* **427**(1-2), 232 – 240.

[Chen et al. (2007)] Chen, L., H. Lee, Z. J. Guo, N. E. McGruer, K. W. Gilbert, S. Mall, K. D. Leedy & G. G. Adams (2007), 'Contact resistance study of noble metals and alloy films using a scanning probe microscope test station', *Journal of Applied Physics* **102**(7), 074910.

[Chen et al. (2008)] Chen, L., N. E. McGruer, G. G. Adams & Y. Du (2008), 'Separation modes in microcontacts identified by the rate dependence of the pull-off force', *Applied Physics Letters* **93**(5), 053503.

[Chew et al. (2004)] Chew, Y. H., C. C. Wong, C. D. Breach, F. Wulff, S. G. Mhaisalkar, C. I. Pang & Saraswati (2004), 'Effects of calcium and palladium on mechanical properties and stored energy of hard-drawn gold bonding wire', *Thin Solid Films* **462-463**, 346 – 350. Proceedings of the International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2003), Symposium L: Advances in Materials for Si Microelectronics - From Processing to Packaging.

[Chokshi (1989)] Chokshi, A. H. ; Rosen, A. ; Karch J. ; Gleiter H. (1989), 'On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials', *Scripta Metallurgica* **23**(10), 1679–1684.

[Conrad (2000)] Conrad, Hans; Narayan, Jagdish (2000), 'On the grain size softening in nanocrystalline materials', *Scripta Materialia* **42**(11), 1025–1030.

[Corti (1999)] Corti, CW (1999), 'Metallurgy of microalloyed 24 carat golds', *GOLD BULLETIN* **32**(2), 39–47.

[Coutu et al. (2004)] Coutu, R. A., P. E. Kladitis, L. A. Starman & J. R. Reid (2004), 'A comparison of micro-switch analytic, finite element, and experimental results', *Sensors and Actuators A: Physical* **115**(2-3), 252–258.

[Coutu et al. (2006)] Coutu, R.A., J.R. Reid, R. Cortez, R.E. Strawser & P.E. Kladitis (2006), 'Microswitches with sputtered au, aupd,au-on-aupt, and auptcu alloy electric contacts', *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions on* **29**(2), 341–349.

[Coutu (2004)] Coutu, Ronald A. (2004), Electrostatic Radio Frequency (RF) MicroElectroMechanical Systems (MEMS) switches with metal alloy electric contacts, PhD thesis, DEPARTMENT OF THE AIR FORCE AIR UNIVERSITY.

[De Natale & Mihailovich (2003)] De Natale, J. & R. Mihailovich (2003), Rf mems reliability, *in* 'TRANSDUCERS, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 12th International Conference on, 2003', Vol. 2, pp. 943 – 946 vol.2.

[Derjaguin et al. (1975)] Derjaguin, B. V., V. M. Muller & Yu. P. Toporov (1975), 'Effect of contact deformations on the adhesion of particles', *Journal of Colloid and Interface Science* **53**(2), 314 – 326.

[Dickrell & Dugger (2007)] Dickrell, D.J. & M.T. Dugger (2007), 'Silicone oil contamination and electrical contact resistance degradation of low-force gold contacts', *Microelectromechanical Systems, Journal of* **16**(1), 24–28.

[Du et al. (2008)] Du, Yan, George G. Adams, Nicol E. McGruer & Izhak Etsion (2008), 'A parameter study of separation modes of adhering microcontacts', *Journal of Applied Physics* **103**(6), 064902.

[Duffy et al. (2001)] Duffy, S., C. Bozler, S. Rabe, J. Knecht, L. Travis, P. Wyatt, C. Keast & M. Gouker (2001), 'Mems microswitches for reconfigurable microwave circuitry', *Microwave and Wireless Components Letters, IEEE* **11**(3), 106–108.

[Duvivier (2010)] Duvivier, Pierre-Yves (2010), Étude expérimentale et modélisation du contact électrique et mécanique quasi-statique entre surfaces rugueuses d'or : application aux micro-relais MEMS, PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne.

[E. Asada (1988)] E. Asada, Kazuo Yokoyama, Masahiro Yata Kenichi Hirano (1988), 'Bonding wire'.

[Fischer-Buhner (2005)] Fischer-Buhner, J (2005), 'Hardening of low-alloyed gold', *GOLD BULLETIN* **38**(3), 120–131.

[Fortini et al. (2008)] Fortini, Andrea, Mikhail I. Mendelev, Sergey Buldyrev & David Srolovitz (2008), 'Asperity contacts at the nanoscale: Comparison of ru and au', *Journal of Applied Physics* **104**(7), 074320.

[Fuller & Tabor (1975)] Fuller, K. N. G. & D. Tabor (1975), 'The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids', *Royal Society of London Proceedings Series A* **345**, 327–342.

[Fung (2005)] Fung, C. (2005), Industry study on issues of mems reliability and accelerated lifetime testing, *in* 'Reliability Physics Symposium, 2005. Proceedings. 43rd Annual. 2005 IEEE International', pp. 312 – 316.

[Fuschillo & Gimpl (1970)] Fuschillo, N. & M. L. Gimpl (1970), 'Electrical and tensile properties of cu-tho2, au-tho2, pt-tho2 and au-al2o3, pt-al2o3 alloys', *Journal of Materials Science* **5**, 1078–1086. 10.1007/BF00553895.

[Gaddi et al. (2011)] Gaddi, R., C. Schepens, C. Smith, C. Zambelli, A. Chimenton & P. Olivo (2011), Reliability and performance characterization of a mems-based non-volatile switch, *in* 'Reliability Physics Symposium (IRPS), 2011 IEEE International', pp. 2G.2.1 –2G.2.6.

[Gafner (1989)] Gafner, G (1989), 'The development of 990 gold–titanium, and its production, use, and properties', *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy* **89**(6), 173–181.

[Gilbert (2009)] Gilbert, Kevin W. (2009), Investigation into contact resistance and damage of metal contacts used in RF-MEMS switches, PhD thesis, Air Force Institute of Technology.

[Goldsmith et al. (2001)] Goldsmith, C., J. Ehmke, A. Malczewski, B. Pillans, S. Eshelman, Z. Yao, J. Brank & M. Eberly (2001), Lifetime characterization of capacitive rf mems switches, *in* 'Microwave Symposium Digest, 2001 IEEE MTT-S International', Vol. 1, pp. 227 –230 vol.1.

[Goldsmith et al. (2007)] Goldsmith, C., J. Maciel & J. McKillop (2007), 'Demonstrating reliability', *Microwave Magazine, IEEE* **8**(6), 56 –60.

[Gregori & Clarke (2006)] Gregori, Giuliano & David R. Clarke (2006), 'The interrelation between adhesion, contact creep, and roughness on the life of gold contacts in radio-frequency microswitches', *Journal of Applied Physics* **Volume 100 / Issue 9**.

[Hall (1951)] Hall, E. O. (1951), 'The deformation and ageing of mild steel: Iii discussion of results', *Proceedings of the Physical Society. Section B* **64**, 747.

[Hill (1976)] Hill, J. (1976), 'Dispersion-strengthened gold', *Gold Bulletin* **9**, 76–80. 10.1007/BF03215407.

[Hiltmann et al. (2002)] Hiltmann, K, A Schumacher, K Guttmann, E Lemp, H Sandmaier & W Lang (2002), 'New micromachined membrane switches in silicon technology', *IEEE TRANSACTIONS ON COMPONENTS AND PACKAGING TECHNOLOGIES* **25**(3), 397–401. 47th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts, MONTREAL, CANADA, SEP 10-12, 2001.

[Hirth (1980)] Hirth, Johnh (1980), 'Effects of hydrogen on the properties of iron and steel', *Metallurgical and Materials Transactions A* **11**, 861–890. 10.1007/BF02654700.

[Holm (1969)] Holm, R. (1969), *Electric Contacts: Theory and Application*, Berlin.

[Jensen et al. (2005)] Jensen, B.D., L.L.-W. Chow, Kuangwei Huang, K. Saitou, J.L. Volakis & K. Kurabayashi (2005), 'Effect of nanoscale heating on electrical transport in rf mems switch contacts', *Microelectromechanical Systems, Journal of* **14**(5), 935–946.

[Jensen et al. (2003)] Jensen, BD, Z Wan, L Chow, K Saitou, K Kurabayashi & JL Volakis (2003), Integrated electrothermal modeling of rf mems switches for improved power handling capability, *in* '2003 IEEE TOPICAL CONFERENCE ON WIRELESS COMMUNICATION TECHNOLOGY', pp. 10–11. IEEE Topical Conference on Wireless Communication Technology/2nd Wireless Grantees Workshop, Honolulu, HI, OCT 15-17, 2003.

[Johler (2003)] Johler, W (2003), 'Rf performance of ultra-miniature high frequency relays', pp. 179–189. 49th IEEE Holm Conference on Electrical Contacts, WASHINGTON, D.C., SEP 08-10, 2003.

[Johnson (1995)] Johnson, K. L. (1995), 'Contact mechanics and the wear of metals', *Wear* **190**(2), 162 – 170.

[Johnson et al. (1971)] Johnson, K. L., K. Kendall & A. D. Roberts (1971), 'Surface energy and the contact of elastic solids', *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences* **324**(1558), 301–313.

[Ke et al. (2008)] Ke, Feixiang, Jianmin Miao & J. Oberhammer (2008), 'A ruthenium-based multimetal-contact rf mems switch with a corrugated diaphragm', *Microelectromechanical Systems, Journal of* **17**(6), 1447 –1459.

[Kim et al. (2008)] Kim, Jong-Man, Sanghyo Lee, Chang-Wook Baek, Youngwoo Kwon & Yong-Kweon Kim (2008), 'Cold- and hot-switching lifetime characterizations of ohmic-contact rf mems switches', *IEICE Electronics Express* **5**(11), 418–423.

[Konchits & Kim (1999)] Konchits, V. V. & C. K. Kim (1999), 'Electric current passage and interface heating', *Wear* **232**(1), 31 – 40.

[Kruglick & Pister (1999)] Kruglick, E.J.J. & K.S.J. Pister (1999), 'Lateral mems microcontact considerations', *Microelectromechanical Systems, Journal of* **8**(3), 264 –271.

[Lo et al. (1979)] Lo, C. C., J. A. Augis & M. R. Pinnel (1979), 'Hardening mechanisms of hard gold', *Journal of Applied Physics* **50**(11), 6887–6891.

[Ma et al. (2007)] Ma, Qing, Quan Tran, Tsung-Kuan A. Chou, John Heck, Hanan Bar, Rishi Kant & Valluri Rao (2007), Metal contact reliability of rf mems switches, Vol. 6463, SPIE, p. 646305.

[Majumder et al. (2003)] Majumder, S., J. Lampen, R. Morrison & J. Maciel (2003), A packaged, high-lifetime ohmic mems rf switch, Vol. 3, pp. 1935–1938 vol.3.

[Matsui et al. (1979)] Matsui, H., H. Kimura & S. Moriya (1979), 'The effect of hydrogen on the mechanical properties of high purity iron i. softening and hardening of high purity iron by hydrogen charging during tensile deformation', *Materials Science and Engineering* **40**(2), 207 – 216.

[Maugis (2000)] Maugis, Daniel (2000), *Contact, adhesion, and rupture of elastic solids*, Vol. 130, Springer.

[McGruer et al. (2006)] McGruer, N.E., G.G. Adams, L. Chen, Z.J. Guo & Du Y. (2006), 'Mechanical, thermal, and material influences on ohmic-contact-type mems switch operation', *IEEE MICROWAVE MAGAZINE* .

[Morin et al. (2001)] Morin, L., N. Ben Jemaa, D. Jeannot & H. Sone (2001), Transition from the anodic arc phase to the cathodic metallic arc phase in vacuum at low dc electrical level, *in* 'Electrical Contacts, 2001. Proceedings of the Forty-Seventh IEEE Holm Conference on', pp. 88 –93.

[Mulloni et al. (2009)] Mulloni, V., R. Bartali, S. Colpo, F. Giacomozzi, N. Laidani & B. Margesin (2009), 'Electrical and mechanical properties of layered gold–chromium thin films for ohmic contacts in rf-mems switches', *Materials Science and Engineering: B* **163**(3), 199 – 203.

[Nastasi et al. (1996)] Nastasi, Michael, James W. Mayer & James K. Hirvonen (1996), *Ion Solid Interactions: Fundamentals and applications*, University of Cambridge.

[Nathanson et al. (1967)] Nathanson, H.C., W.E. Newell, R.A. Wickstrom & Jr. Davis, J.R. (1967), 'The resonant gate transistor', *Electron Devices, IEEE Transactions on* **14**(3), 117–133.

[Omron (2012)] Omron (2012), 'Brochure descriptive du micro-relais mems omron 2smes-01'. http://components.omron.com/components/web/PDFLIB.nsf/0/8B06D373BFF754C6862574FE007B0E26/*file*/2*SMES*-01$_1$210.*pdf*

[Patton & Zabinski (2005)] Patton, S.T. & J.S. Zabinski (2005), 'Fundamental studies of au contacts in mems rf switches', *Tribology Letters* **Volume 18, Number 2**, 215–230.

[Per (2011)] Per, L. (2011), Numerical study of asperity distribution in an electrical contact, *in* 'Electrical Contacts (Holm), 2011 IEEE 57th Holm Conference on', pp. 1 –5.

[Petch (1953)] Petch, N. J. (1953), *Journal of Iron Steel Institute* **174**, 25.

[Petersen (1979)] Petersen, K. E. (1979), 'Micromechanical membrane switches on silicon', *IBM J. Res. Dev.* **23**, 376–385.

[Poniatowski & Clasing (1972)] Poniatowski, M. & M. Clasing (1972), 'Dispersion hardened gold', *Gold Bulletin* **5**, 34–36. 10.1007/BF03215158.

[Pothier (2003)] Pothier, Arnaud (2003), CONCEPTION, REALISATION ET TEST DE MICROCOMMUTATEURS MICRO-ELECTROMECANIQUES ET APPLICATION AUX CIRCUITS HYPERFREQUENCES RECONFIGURABLES, PhD thesis, UNIVERSITE DE LIMOGES. 72-2003.

[Poulain et al. (2011)] Poulain, C., A. Peschot, M. Vincent & N. Bonifaci (2011), A nano-scale investigation of material transfer phenomena at make in a mems switch, *in* 'Electrical Contacts (Holm), 2011 IEEE 57th Holm Conference on', pp. 1 –7.

[Randant (2012)] Randant (2012), 'Brochure descriptive du micro-relais mems radant spst'. http://www.radantmems.com/radantmems.data/Library/Radant-Datasheet101_1.3.pdf

[Rebeiz (2003)] Rebeiz, Gabriel M. (2003), *RF MEMS Theory, design, and technology*, John Wiley & Sons, Inc., pp. i–v.

[Rebeiz & Muldavin (2001)] Rebeiz, G.M. & J.B. Muldavin (2001), 'Rf mems switches and switch circuits', *Microwave Magazine, IEEE* **2**(4), 59–71.

[Rezvanian et al. (2008)] Rezvanian, O., C. Brown, M. A. Zikry, A. I. Kingon, J. Krim, D. L. Irving & D. W. Brenner (2008), 'The role of creep in the time-dependent resistance of ohmic gold contacts in radio frequency microelectromechanical system devices', *Journal of Applied Physics* **104**(2), 024513.

[Rezvanian et al. (2007)] Rezvanian, O, M A Zikry, C Brown & J Krim (2007), 'Surface roughness, asperity contact and gold rf mems switch behavior', *Journal of Micromechanics and Microengineering* **17**(10), 2006.

[Rieder (2000)] Rieder, W.F. (2000), 'Low current arc modes of short length and time: a review', *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions on* **23**(2), 286 –292.

[Ruan (2010)] Ruan, Jinyu Jason (2010), Analyse et modélisation de l'impact des décharges électrostatiques et des agressions électromagnétiques sur les microcommutateurs microondes (MEMS RF), PhD thesis, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

[Sakata et al. (1999)] Sakata, M., Y. Komura, T. Seki, K. Kobayashi, K. Sano & S. Horiike (1999), Micromachined relay which utilizes single crystal silicon electrostatic actuator, *in* 'Micro Electro Mechanical Systems, 1999. MEMS '99. Twelfth IEEE International Conference on', pp. 21 –24.

[Saraswati et al. (2004)] Saraswati, T. S., T. Sritharan, C. I. Pang, Y. H. Chew, C. D. Breach, F. Wulff, S. G. Mhaisalkar & C. C. Wong (2004), 'The effects of ca and pd dopants on gold bonding wire and gold rod', *Thin Solid Films* **462-463**, 351 – 356. Proceedings of the International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2003), Symposium L: Advances in Materials for Si Microelectronics - From Processing to Packaging.

[Schimkat (1998)] Schimkat, J. (1998), 'Contact materials for microrelays', *Micro Electro Mechanical Systems, 1998. MEMS 98. Proceedings., The Eleventh Annual International Workshop on* pp. 190–194.

[Souchon et al. (2010)] Souchon, F., A. Peschot, P.L. Charvet & C. Poulain (2010), Impact of creep and softening mechanisms on the contact resistance of rf mems ohmic switches: Study of the current and time effects on au-to-au microcontacts in static contact conditions, *in* 'Electrical Contacts (HOLM), 2010 Proceedings of the 56th IEEE Holm Conference on', pp. 1 – 7.

[Sparks et al. (2003)] Sparks, D.R., S. Massoud-Ansari & N. Najafi (2003), 'Chip-level vacuum packaging of micromachines using nanogetters', *Advanced Packaging, IEEE Transactions on* **26**(3), 277 – 282.

[Sritharan et al. (2003)] Sritharan, S.T., C.D. Breach, F. Wulff & S.G. Mhaisalkar (2003), Mechanical properties and microstructure of ca-doped gold bonding wire, *in* 'Electronics Packaging Technology, 2003 5th Conference (EPTC 2003)', pp. 569 – 573.

[Tabor (1977)] Tabor, D. (1977), 'Surface forces and surface interactions', *Journal of Colloid and Interface Science* **58**(1), 2 – 13. International Conference on Colloids and Surfaces.

[Uchiyama (1995)] Uchiyama, Noaki (1995), 'Golden ornament material hardenend by alloying with minor components'.

[Vincent (2010)] Vincent, Maxime (2010), Etude des mécanismes de défaillance du contact électrique dans un micro-interrupteur en technologie MEMS, PhD thesis, Institut Polytechnique de Grenoble.

[Walker et al. (2010)] Walker, M., C. Nordquist, D. Czaplewski, G. Patrizi, N. McGruer & J. Krim (2010), 'Impact of in situ oxygen plasma cleaning on the resistance of ru and au-ru based rf microelectromechanical system contacts in vacuum', *Journal of Applied Physics* **107**(8), 084509.

[Wang et al. (1993)] Wang, Bor-Jenq, N. Saka & E. Rabinowicz (1993), Au-sb and au-ag-sb alloys as low-voltage contact materials, pp. 283–291.

[Williams & Clarke (2008)] Williams, Jesse R. & David R. Clarke (2008), 'Strengthening gold thin films with zirconia nanoparticles for mems electrical contacts', *Acta Materialia* **56**(8), 1813 – 1819.

[Wunnicke et al. (2011)] Wunnicke, O., H. Kwinten, L. van Leuken-Peters, M. in ’t Zandt, K. Reimann, V. Aravindh, H.M.R. Suy, M.J. Goossens, R.A.M. Wolters, W.F.A. Besling, J.T.M. van Beek & P.G. Steeneken (2011), Small, low-ohmic rf mems switches with thin-film package, *in* ‘Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2011 IEEE 24th International Conference on’, pp. 793 –796.

[Yan et al. (2003)] Yan, X., N.E. McGruer, G.G. Adams & S. Majumder (2003), ‘Finite element analysis of the thermal characteristics of mems switches’, *TRANSDUCERS, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 12th International Conference on, 2003* **1**, 412–415 vol.1.

[Yang et al. (2007)] Yang, Z, D Lichtenwalner, A Morris, S Menzel, C Nauenheim, A Gruverman, J Krim & A I Kingon (2007), ‘A new test facility for efficient evaluation of mems contact materials’, *Journal of Micromechanics and Microengineering* **17**(9), 1788.

[Yang (2008)] Yang, Z. (2008), Contact material optimization and contact physics in metal-contact MicroElectroMechanical Systems (MEMS) switches, PhD thesis, North Carolina State University.

[Zavracky et al. (1997)] Zavracky, P.M., S. Majumder & N.E. McGruer (1997), ‘Micromechanical switches fabricated using nickel surface micromachining’, *Microelectromechanical Systems, Journal of* **6**(1), 3 –9.

[Zhang et al. (2007)] Zhang, Yijun, Yang-Tse Cheng & David S. Grummom (2007), ‘Novel tribological systems using shape memory alloys and thin films’, *SURFACE & COATINGS TECHNOLOGY* **202**(4-7), 998–1002. 34th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, CA, APR 23-27, 2007.

Chapitre 2
Microstructure et dureté induites par traitements superficiels du film mince d'or

Introduction

Dans le premier chapitre, plusieurs facteurs visant à augmenter la durée de vie des micro-relais MEMS ont été mis en évidence : l'herméticité du packaging (contrôle de son environnement) et l'augmentation de la dureté des matériaux de contact. Nos travaux s'orientent vers le génie des matériaux de contact. L'objectif est de proposer un matériau de contact dont la surface est plus dure que l'or, avec une résistance électrique de contact la plus faible possible pour des performances RF accrues.

Dans ce chapitre, de nouvelles solutions de durcissement superficiel sont proposées par un procédé d'implantation ionique ainsi que le dépôt de couches ultra-minces sur le film mince d'or. Des échantillons sont réalisés en technologie film mince et une caractérisation fine de leur microstructure est faite (partie 1.2).

Une attention particulière a été portée au durcissement du film mince d'or sur les 100 à 200 premiers nanomètres. Cependant, la mesure de la dureté sur ces faibles profondeurs est complexe. La technique de mesure la plus répandue pour les films minces est la nano-indentation Berkovich. Quelques modèles permettent d'extraire la dureté intrinsèque de chaque matériau constituant un système multicouches tel que les échantillons réalisés. Dans un premier temps, le choix est fait d'utiliser des modèles analytiques simples à mettre en œuvre (partie 2.3). Les duretés ainsi extraites pour les nouvelles surfaces de contact sont ensuite comparées aux meilleurs résultats de la littérature (partie 3). Enfin, un couplage de plusieurs techniques expérimentales est utilisé pour expliquer le durcissement généré par le procédé d'implantation ionique .

1 Traitements superficiels

Afin de durcir les surfaces de contact pour une meilleure résistance aux sollicitations mécaniques, tout en conservant une couche d'or pur sous-jacente pour sa bonne conductivité électrique, deux solutions sont donc étudiées :

- La solution la plus immédiate pour augmenter la durée de vie des micro-relais MEMS : l'utilisation d'un revêtement ultrafin en ruthénium.
- Une nouvelle voie exploratoire pour les micro-relais MEMS : l'incorporation d'impuretés par implantation ionique de bore et d'azote. Ce qui a été présenté dans le chapitre 1 comme incorporation d'impuretés (atomes) correspond à la formation d'alliage à faible concentration en atomes ajoutés.

1.1 Revêtements ultrafins de ruthénium

En connaissance des résultats obtenus dans la littérature sur l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS avec un tel revêtement de ruthénium sur or, cet empilement doit être considéré comme une nouvelle référence.

Des échantillons sont réalisés au CEA LETI MINATEC avec trois épaisseurs de revêtement de ruthénium : 20, 50 et 100 nm. Les films minces sont déposés par pulvérisation cathodique (dans le même bâti) sur un substrat de silicium {100} d'approximativement 700 µm d'épaisseur et de 200 mm de diamètre. L'empilement suivant est réalisé :

- plaquette de silicium monocristallin,
- couche d'accroche en tungstène de 20 nm,
- barrière de diffusion en nitrure de tungstène de 50 nm,
- film mince d'or pur de 1 µm.

Ensuite, différentes épaisseurs (20, 50 ou 100 nm) de ruthénium sont déposées sur le film d'or. Le dépôt d'or est strictement identique pour les quatre échantillons (Figure 1).

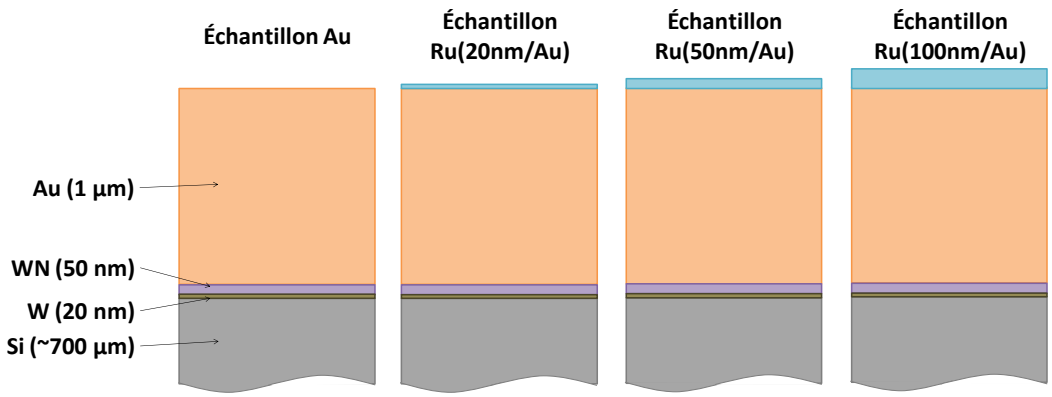


Figure 1 : Représentation des empilements étudiés (or sur silicium, et revêtement de ruthénium sur or).

Une analyse de la surface des dépôts est réalisée par microscopie à force atomique. La rugosité RMS (« Root Mean Square ») du film mince d'or pur (Figure 2-a) est de 6 nm et l'amplitude maximale des hauteurs, de 36 nm. Le rayon de courbure moyen des aspérités est alors de 280 nm et leur densité est de 70 par µm². Le revêtement de ruthénium de 100 nm d'épaisseur est très similaire au film mince d'or pur (Figure 2-b). Sa rugosité RMS est ainsi de 7 nm et l'amplitude maximale en hauteur est de 42 nm. Le rayon de courbure moyen des aspérités est de 330 nm et leur densité de 75 par µm².

a) b)

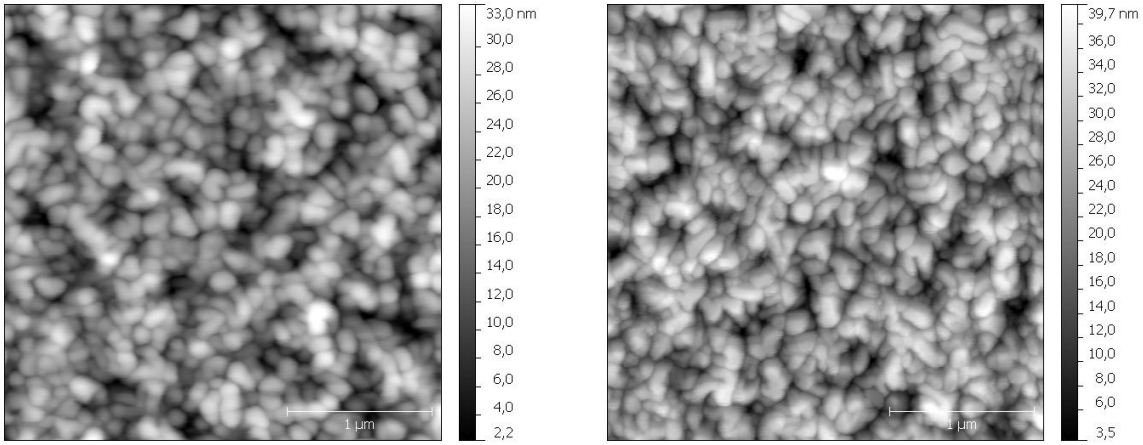


Figure 2 : Images AFM (3 x 3 µm², 512 lignes) du film mince d'or pur (a) et du revêtement de ruthénium de 100 nm d'épaisseur (b).

Une cartographie EBSD des surfaces du film mince d'or et des revêtements en ruthénium est réalisée. Cette technique permet de déterminer à la fois la texture cristallographique et la taille moyenne de grains. Quatre cartographies de 8 x 8 µm² avec un pas de 20 nm sont réalisées à la surface de tous les échantillons. Plus de détails sur cette technique sont fournis en annexe.

Le film mince d'or présente une texture cristallographique de fibre {111} selon la normale à la surface de l'échantillon, caractéristique du dépôt par pulvérisation d'un métal cubique à faces centrées (Figure 3). La taille moyenne de grains dans le plan du film est de 115 nm +/- 25 nm. De plus, les grains ont une structure colonnaire (Figure 4) correspondant ainsi à un rapport 10 entre le diamètre d'un grain et sa longueur dans l'épaisseur.

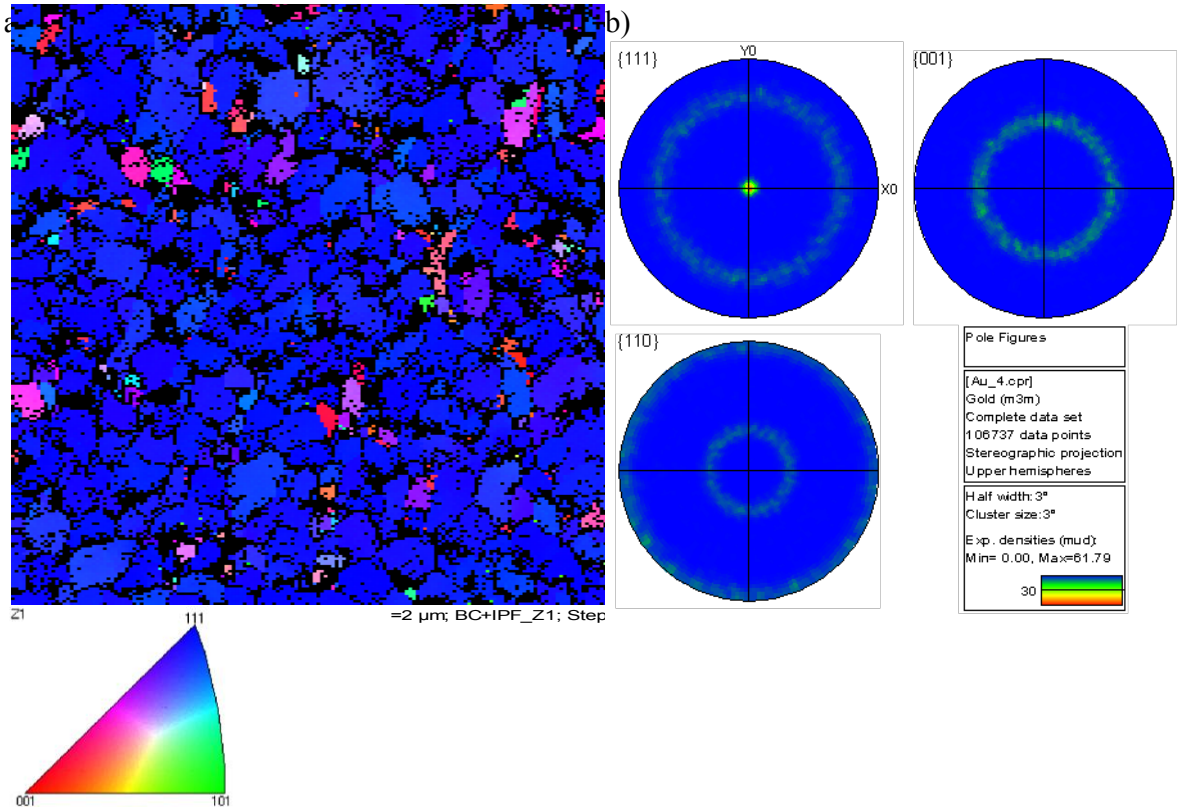


Figure 3 : Cartographie d'orientation cristalline (3 x 3 µm² avec un pas de 20 nm) de la surface du film mince d'or pur (a) et son calcul de densité d'orientation sur les figures de poles (b).

Le revêtement ultrafin de ruthénium déposé sur l'or a une texture de fibre {0001} caractéristique du dépôt par pulvérisation d'un métal à structure hexagonale. La taille de grains est de 100 nm +/-25 nm. Les topographies et les tailles de grains sont similaires entre l'or et le ruthénium car ce dernier croît sur la surface de l'or (Figure 4).

a) b)

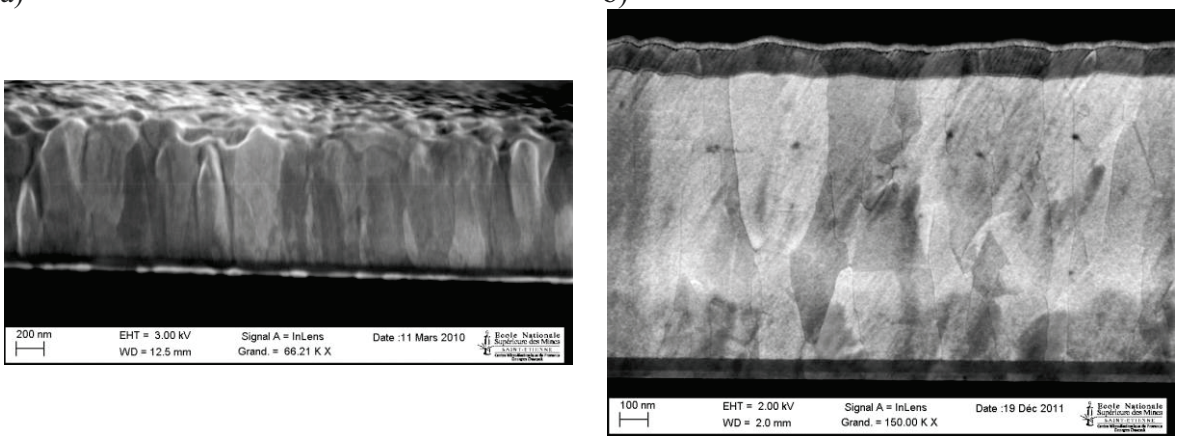


Figure 4 : Coupes transversales du film mince d'or pur déposé sur silicium (a) et avec un revêtement en ruthénium de 100 nm d'épaissseur (b).

La mesure de résistivité des films minces métalliques est effectuée à l'aide d'un banc de test électrique en mode quatre pointes en ligne. Si l'espacement (s) entre les pointes est très supérieur à l'épaisseur du film mince considéré (t), la résistivité est donnée par la relation suivante (2.1) [Topsoe (1968)] :

$$\rho = \frac{V\pi t}{I\ln(2)} \qquad 2.1$$

avec ρ la résistivité, V la tension mesurée et I le courant imposé. Dans notre cas, l'espacement entre les pointes est de 200 µm, l'épaisseur des films minces est de 1 µm et le courant imposé est compris entre 1 et 4,5 mA avec un pas de 0,05 mA. Une régression linéaire est effectuée sur les tensions mesurées en fonction des courants imposés pour extraire la résistivité. Cette méthode est appliquée à tous les films minces, même dans le cas des systèmes multicouches. Il s'agit donc d'une résistivité équivalente de l'ensemble du film mince. Une dizaine de mesure est effectuée par échantillon.

La résistivité mesurée du film mince d'or pur est de 2,9 µΩ.cm. La mesure de la résistivité est inchangée avec les films ultrafins de ruthénium. Cette méthode de mesure n'est cependant pas la plus adaptée pour extraire la résistivité de la couche ultramince de ruthénium. Des pointes coniques avec un rayon de courbure de 5 µm et des pointes sphériques avec un rayon de courbure de l'ordre du millimètre sont toutefois utilisées avec le même résultat. La sensibilité de cette mesure n'est, en effet, pas liée aux pointes mais plutôt au dimensionnement du système. Ainsi, comme la couche de ruthénium est fortement résistive, le potentiel mesuré est en majorité dû à la conduction des électrons dans la couche d'or pur sous-jacent. Dans la littérature, la résistivité du ruthénium est pratiquement 4,6 fois plus importante que celle de l'or soit 13,8 µΩ.cm [Lee et al. (2006)].

1.2 Implantation ionique de bore et d'azote

L'implantation ionique permet d'insérer des impuretés (atomes) avec une concentration et une profondeur contrôlée. Il s'avère que ce procédé est utilisé pour durcir des surfaces (Tableau 1) mais avec de très fortes concentrations. C'est pourquoi, le terme « d'alliage » est aussi utilisé.

Matériaux implantés	Implantation	Dureté relative	Auteurs
Pd	B^+ (38% at)	+45%	Antler
Pd60-Ag40	18,5, 6,5, 3,2 et 2,3 x 10^{16} ions / cm^2	+25%	
CA725	à 150, 75, 45, et 25 keV	+45%	
Pd	N_2^+ (26% at)	+41%	Leech
Au70-Ag24-Cu6	2 x 10^{17} ions / cm^2 à 100 keV	+12,6%	
Au 18 carats	N_2^+ (~50% at)	+60%	Quertech

Tableau 1 : Augmentation relative de la dureté des matériaux cibles après différentes implantations de bore [Antler et al. (1982)] et d'azote [Leech (1990)].

[Antler et al. (1982)] ont effectué une série d'implantations ioniques de bore sur une surface de palladium, d'un alliage $Ag_{40\%}Pd_{60\%}$ et d'un alliage CuNiSn nommé CA725. Ces matériaux sont utilisés pour les surfaces de contact d'électrodes mobiles afin d'améliorer la résistance à l'usure sans altérer la résistance électrique de contact. Les multiples implantations sont réalisées afin de générer un profil plat de la surface à une profondeur de 200 nm avec une dose totale équivalente de 3 x 10^{17} ions / cm^2 (soit 38% at). Le gain en dureté est alors de 45% pour le palladium et l'alliage CA725, et de 25% pour l'alliage $Ag_{40\%}Pd_{60\%}$. La résistance de contact des électrodes n'est toutefois pas influencée par cette implantation.

Des propriétés similaires ont été obtenues par [Leech (1990)] lors de l'implantation ionique d'azote à une énergie de 100 keV et une dose de 2 x 10^{17} ions / cm^2 (soit 26% at) effectuée sur du palladium et un alliage ternaire $Au_{70}Ag_{24}Cu_6$. Le profil de concentration d'azote suite à cette implantation est une gaussienne centrée sur 100 nm de profondeur avec une largeur à mi-hauteur de 75 nm. La résistance électrique de contact de ces électrodes n'est pas non plus influencée par cette implantation.

De plus, un brevet a été déposé par la société Quertech pour leur procédé Hardion$^+$ d'implantation ionique d'azote dans une gamme d'énergie de 200 à 1000 keV. Le gain en dureté peut alors atteindre 60% sur de l'or 18 carats.

Alors que l'utilisation d'impuretés avec une concentration inférieure à 2% at dans les connexions filaires en or double la dureté, le procédé d'implantation ionique de bore ou d'azote à des concentrations atomiques plus importantes permet un gain en dureté de 60%. Ainsi, dans la suite, le choix est pris de réaliser des traitements sur des films minces d'or avec des concentrations allant de quelques ppm à plusieurs %at.

1.2.1 Choix des conditions de traitement

Afin de viser une profondeur d'implantation de 100 nm, le logiciel libre de simulation d'implantation ionique SRIM est utilisé [Ziegler (2010)]. Quelques notions essentielles sur l'implantation ionique sont synthétisées en annexe (Annexe 2) [Nastasi et al. (1996)].

Le Tableau 2 présente le plan d'expérience utilisé pour réaliser les échantillons implantés avec du bore et de l'azote. Par la suite, les échantillons sont nommés par leur concentration atomique en bore ou azote.

Dose (ions/cm^2)	**Energie (keV)**	**Espèce chimique**	**Concentration**		**Données expérimentales**	
			(ppm at)	**(% at)**	**Durée (min)**	**Température (°C)**
2,68 x 10^{12}	90	B	3,5	0,00035	0,5	20
2,63 x 10^{13}	90	B	35	0,00350	0,5	20
1,47 x 10^{14}	90	B	200	0,02000	0,75	30
7,36 x 10^{14}	90	B	1 000	0,10000	1,5	50
7,36 x 10^{15}	90	B	10 000	1,00000	15	150
7,36 x 10^{16}	90	B	100 000	10,00000	100	180
2,73 x 10^{12}	130	N	3,5	0,00035	0,5	20
2,73 x 10^{13}	130	N	35	0,00350	0,5	20
1,56 x 10^{14}	130	N	200	0,02000	0,75	35
7,80 x 10^{14}	130	N	1 000	0,10000	1,5	60
7,80 x 10^{15}	130	N	10 000	1,00000	15	180
7,80 x 10^{16}	130	N	100 000	10,00000	75	250

Tableau 2 : Conditions d'implantation, concentrations, durée et estimation de la température atteinte lors des implantations ioniques de bore et d'azote fournies par la société IBS.

Les implantations ioniques sont réalisées par la société Ion Beam Service (IBS). Il s'avère que pour certaines conditions d'implantation (Tableau 2), la température de la surface peut augmenter de façon significative. D'après une expérience de référence sur l'implantation ionique sur substrat silicium, où un thermocouple est collé sur la surface implantée, la société IBS a donné une indication de la température atteinte avec une précision de 20% lors de l'implantation (Tableau 2).

Dans notre étude, pour une espèce donnée, l'énergie cinétique (tension d'accélération) des ions incidents est constante. Par contre, la densité (dose) des ions incidents augmente fortement provoquant un nombre de collision (interaction élastique et inélastique ions/atomes) plus important. L'énergie dissipée par ces collisions se traduit alors par une augmentation de la température. De plus, la durée des implantations augmente avec la dose. Pour les concentrations inférieures à 0,1% at, les implantations ioniques de bore et d'azote sont effectuées à une température inférieure à 60°C et leur durée est inférieure à 1 minute et 30 secondes. Par contre,

pour les concentrations atomiques supérieures à 1%, la température atteinte est supérieure à 150°C et la durée est supérieure à 15 minutes. Ces quatre implantations (supérieure à 1% at) se différencient fortement des autres de par leurs températures et durées de réalisations. En effet, au-delà de 100°C, des modifications microstructurales irréversibles se produisent sur le film mince d'or [Gall et al. (2004)].

1.2.2 Caractérisation de la microstructure induite

Comme pour les revêtements ultrafins de ruthénium sur or, une caractérisation fine de la microstructure après implantation ionique de bore ou d'azote dans le film mince d'or pur est réalisée. Les profils de concentrations de bore ou d'azote dans le film mince d'or pur sont extraits par mesure SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). Par rapport au dépôt d'un revêtement de ruthénium, le procédé d'implantation ionique implique des modifications microstructurales plus complexes. Une analyse par Diffraction des Rayons X (DRX) est effectuée pour compléter cette étude et comprendre l'évolution microstructurale.

1.2.2.1 Profils de concentration

La sensibilité du SIMS à détecter le bore et l'azote dans l'or n'est pas aussi bonne que dans le silicium. Ainsi, la limite de détection du bore dans l'or est de 2×10^{18}at / cm^3 (soit 35 ppm at) et celle de l'azote est de 5×10^{18}at / cm^3 (soit 85 ppm at). Ainsi, seuls les profils pour des concentrations supérieures à 1000 ppm at sont caractérisés. Les profils de concentration obtenus par SIMS sont très similaires sauf pour la plus forte concentration d'azote. L'hypothèse peut donc être faite que, pour des concentrations inférieures, les profils de concentration ont la même tendance.

Pour les implantations ioniques de bore, une très bonne corrélation est observée entre les profils de concentration et l'approximation gaussienne (Figure 5). La profondeur moyenne d'implantation est de 100 nm et sa largeur à mi-hauteur de 100 nm.

Au-delà de 200 nm, les concentrations extraites par SIMS sont plus élevées que le modèle gaussien. Il existe plusieurs explications à cela. Lors de la mesure SIMS, il se peut que les ions implantés soient également repoussés dans la profondeur lors de l'abrasion. L'autre hypothèse pouvant expliquer cet écart est liée à la nature cristalline du film d'or et à la possibilité d'un effet de canalisation des ions, non pris en compte dans la modélisation gaussienne. Il se peut que l'angle de 7° entre le faisceau d'ions incident et la normale à la surface ne permette pas de contourner totalement cet effet.

De plus, pour la dose maximale de bore, le profil SIMS est décalé vers la surface. Il est possible que l'apport en énergie thermique due à l'implantation engendre une ségrégation du bore. Une autre possibilité est directement liée au procédé d'implantation aux fortes doses. Au cours de l'implantation (100 minutes), il devient de plus en plus difficile aux ions incidents de pénétrer le film mince d'or parce qu'il y a de plus en plus de matière à traverser : les atomes d'or auxquels il faut ajouter les atomes de bore déjà implantés.

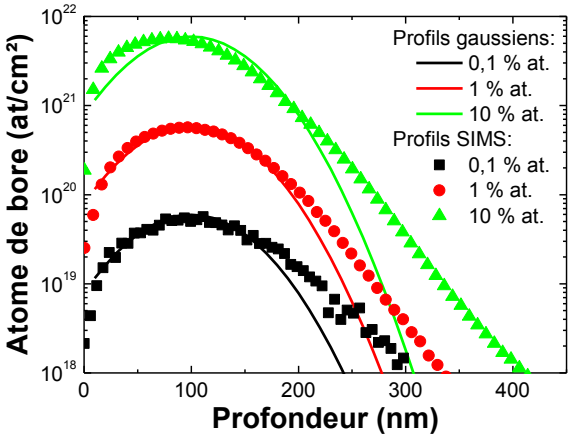


Figure 5 : Profils SIMS et gaussiens des implantations ioniques de bore en fonction de la profondeur dans le film mince d'or.

A des concentrations atomiques équivalentes, les profils SIMS de concentration d'azote sont légèrement plus larges que ceux de bore, de par leur masse plus élevée (Figure 6). Tout comme pour les implantations de bore, un décalage est observé aux profondeurs supérieures à 200 nm. Les hypothèses précédentes s'appliquent aussi ici.

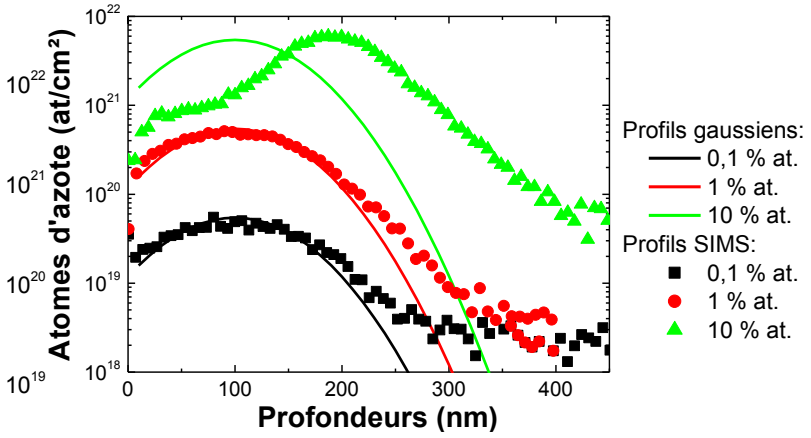


Figure 6 : Profils SIMS et gaussiens des implantations ioniques d'azote en fonction de la profondeur dans le film mince d'or.

Le profil d'azote pour la dose maximale (7,8 x 10^{16} at/cm^2) est significativement différent (Figure 6). Son profil n'a plus une forme gaussienne (Figure 6). La profondeur moyenne est de 200 nm et la largeur de 100 nm. Cette implantation engendre la plus haute température d'échauffement, près de 250°C (Tableau 2). La profondeur moyenne est décalée vers des

profondeurs plus importantes. Ces différences sont dues à l'apport d'énergie thermique lors du procédé d'implantation. Il se peut que les atomes d'azote soient alors plus mobiles et se répartissent de façon plus homogène dans le film d'or.

1.2.2.2 Contrôle de la taille de grains

Une caractérisation par EBSD est également effectuée sur la surface du film mince après implantation ionique (pour rappel, la profondeur d'analyse correspond à approximativement 15 nm). Les barres d'erreurs (Figure 7) correspondent à l'écart type sur la distribution de la taille de grain. Le procédé d'implantation ionique ne modifie pas la texture de fibre {111} du film mince d'or pur. Pour de faibles doses, la taille de grains ne change pas. Pour les implantations ioniques de bore, si la dose dépasse 7,36 x 10^{15} (soit 1 % at), alors la taille de grain augmente de 115 à 150 nm (Figure 7-a). Dans le cas des implantations ioniques d'azote, la taille de grains augmente au-delà d'une dose de 1,47 x 10^{14} (soit 0,02% at), de 115 à 190 nm (Figure 7-a). Ces variations sont significatives et vont donc influencer la dureté et la résistivité électrique.

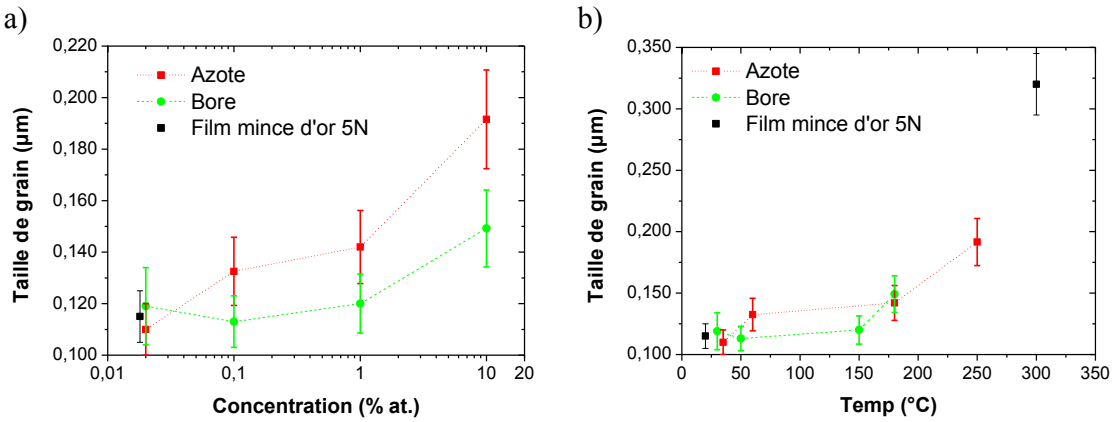


Figure 7 : Evolution de la taille moyenne de grains des films minces d'or en fonction de la concentration en bore et azote après implantation ionique (a) et en fonction de la température de ce procédé (b). L'or pur après dépôt et recuit est également reporté.

Cette augmentation de la taille de grain est due à l'échauffement durant le procédé d'implantation ionique à fortes doses (Tableau 2 et Figure 7-b). Ces tailles sont cohérentes avec celles mesurées sur le film mince d'or pur après dépôt (115 nm) et après un recuit de 300°C pendant 3 heures (325 nm).

1.2.2.3 Résistivité électrique

La mesure de résistivité est effectuée dans les mêmes conditions que précédemment (partie 1.1). Les valeurs mesurées sont très proches de celle du film mince d'or pur. Cette méthode de mesure n'est pas la plus adaptée pour extraire la résistivité intrinsèque de la couche d'or implantée. Toutefois, les tendances mesurées donnent quelques indications intéressantes sur l'évolution microstructurale du film mince d'or pur après implantation ionique.

Les résistivités des échantillons de bore sont toujours supérieures à celles des échantillons d'azote pour une concentration donnée. Pour les deux espèces, la résistivité augmente avec la concentration jusqu'à 1% at, puis diminue (Figure 8). Le procédé d'implantation ionique génère un échauffement qui conduit, entre autre, à une augmentation de la taille de grain caractérisée ci-dessus (Figure 7). D'après le modèle de Mayadas [Mayadas & Shatzkes (1970)], la taille de grain est une des principales contributions à la résistivité des films minces. Plus la taille de grain est petite, plus la résistivité augmente. La diminution de la résistivité observée lorsque la concentration augmente de 1 à 10% at pour le bore et l'azote est donc cohérente avec l'augmentation de la taille de grain mesurée (Figure 8-a et b).

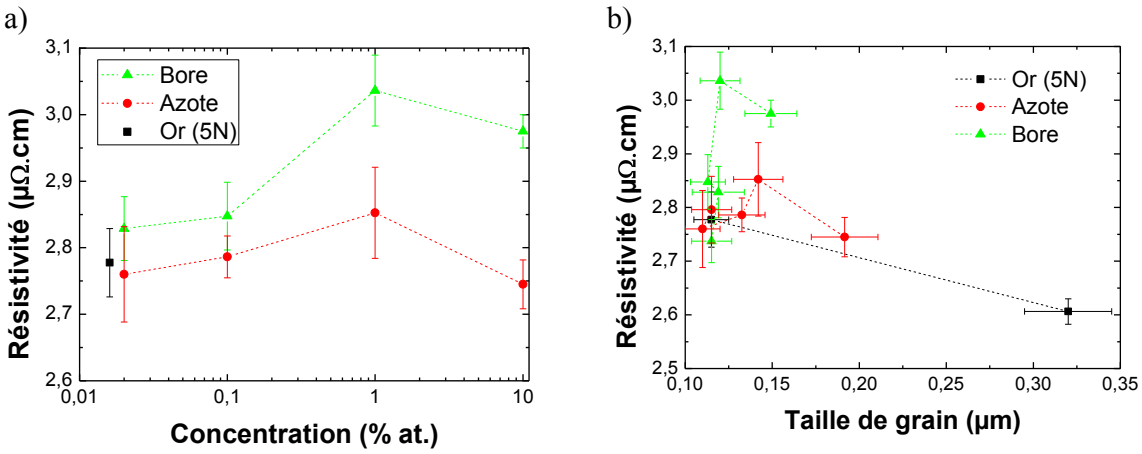


Figure 8 : Evolution de la résistivité en fonction de la concentration en azote ou en bore (a) et de la taille moyenne de grains (b).

De plus, le procédé d'implantation ionique induit des défauts dans le réseau cristallin (Figure 9). Les atomes du réseau cristallin peuvent être éjectés de leur position initiale par ce bombardement. Cela entraine la formation de lacunes et dislocations. Ces atomes éjectés peuvent se recombiner ou retrouver une position substitutionnelle (initiale - dans le réseau cristallin). Les ions énergétiques incidents sont donc sources d'un grand nombre de perturbations du réseau cristallin. Sachant que c'est ce réseau cristallin qui assure la conductivité des électrons, plus le réseau est perturbé, plus la résistivité augmente. En première approximation, plus la dose augmente, plus la densité de défauts augmente et donc plus la résistivité augmente. Cela est bien le cas pour les concentrations atomiques de bore ou d'azote inférieures à 1% at car une augmentation de la résistivité est bien constatée.

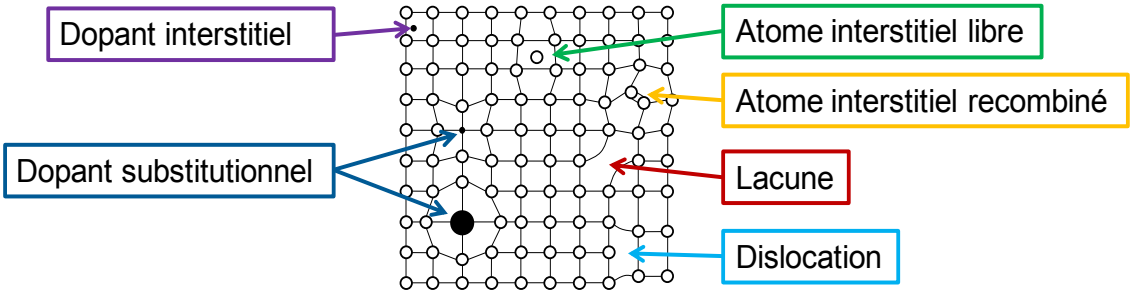


Figure 9 : Défauts engendrés par l'implantation ionique (dopant) sur un réseau cristallin.

Les ions incidents peuvent se retrouver en position interstitielle dans le réseau cristallin ou être en position substitutionnelle. Cette dernière possibilité est peu envisageable dans notre étude. Une méthode proposée par Darken et Gurry (1953) permet de prédire la solubilité d'un élément d'alliage (espèce implantée) dans un substrat (réseau cristallin d'atomes). Cette méthode consiste à comparer les rayons atomiques et l'électronégativité des espèces chimiques d'alliage et du substrat. Ces paramètres, pour le substrat (ici le film mince d'or pur) et l'élément ajouté (le bore ou l'azote), doivent être proches. Que ce soit avec les limites de Sood ou Hume-Rothery (Figure 10), il semble que ni le bore ni l'azote ne peuvent se placer en position substitutionnelle.

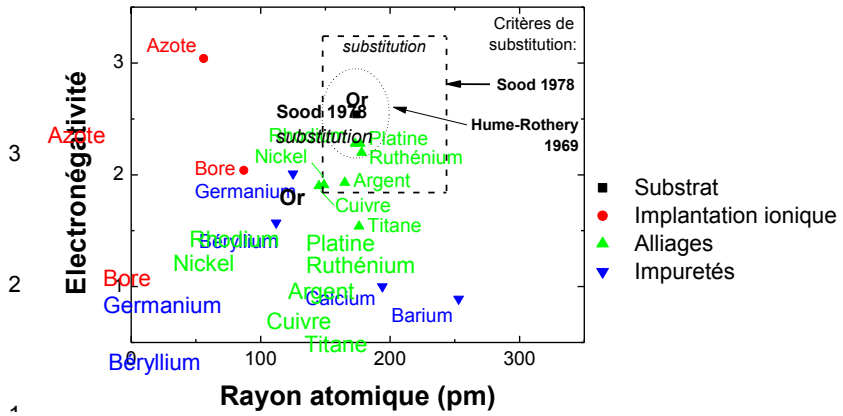


Figure 10 : Représentation de la méthode Darken et Gurry avec l'électronégativité en fonction du rayon atomique d'espèces chimiques et les conditions de Sood et Hume-Rothery pour prédire la possibilité de la formation d'une solution solide métastable par substitution.

Il est donc plus probable que les atomes de bore et d'azote soient en insertion dans le réseau cristallin de l'or. Ainsi, les atomes se placent dans les sites où ils introduiront le moins de déformation possible. La structure du réseau d'or est un cristal cubique à faces centrées. Il possède deux sites d'insertion : tétraédrique et octaédrique (Figure 11). L'atome par insertion se place au milieu d'un site. Plus le rapport du rayon atomique de l'espèce en insertion (r_B = 87 pm

et $r_N = 56$ pm) sur le paramètre de maille du réseau hôte ($a_{Au} = 492$ pm) est faible, plus la solubilité par insertion augmente. Ce rapport est de 0,18 pour le bore et 0,11 pour l'azote.

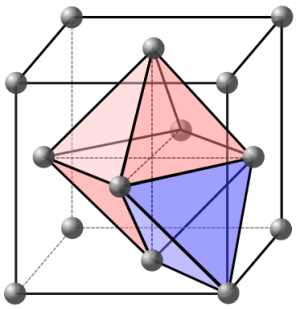


Figure 11 : Représentation schématique d'une maille d'un cubique à faces centrées et de ses sites d'insertion tétraédrique (bleu) et octaédrique (rouge).

La présence d'atomes en position interstitielle est également un frein à la propagation des électrons dans le réseau cristallin d'or. Ainsi, avec l'augmentation de la dose, de plus en plus d'atomes sont en position interstitielle et la résistivité augmente.

Toutes les détériorations du réseau cristallin décrites ci-dessus conduisent à une augmentation de la résistivité. Mais, au-delà de 1% at une diminution de la résistivité est observée pour les deux espèces. Les hypothèses précédentes ne sont plus applicables.

Il est aussi possible, qu'avec cet apport thermique, les défauts de type lacune et dislocation générés lors de l'implantation soient immédiatement guéris. Il se peut également qu'il y ait formation de précipités ou que les atomes en position interstitielle quittent alors le réseau cristallin de l'or pour s'agglomérer [Yang (2008)]. Ces deux phénomènes ont des conséquences similaires sur le passage du courant électrique et donc sur la résistivité. Si la taille de ces agglomérats, ou précipités, est nettement inférieure à celle des grains d'or, alors la résistivité se rapproche de celle d'un film mince d'or pur. Il semble que ce soit le cas pour l'implantation ionique d'azote car la résistivité diminue de façon significative et se trouve très voisine de celle de l'or pur. Par contre, pour l'implantation ionique de bore, la diminution de la résistivité n'est pas aussi marquée. La valeur de la résistivité pour 10% at de bore est bien supérieure à celle de l'or pur à une taille de grain équivalente (Figure 8-b).

Afin d'investiguer ces hypothèses, les diagrammes de phase sont étudiés, même si le procédé d'implantation ionique ne se fait pas à l'équilibre. Pour le système or-bore, un composé défini AuB_2 est reporté [Elliott (1965)], mais n'est pas confirmée par des mesures plus récentes [Moffatt (1981)]. Et pour une concentration inférieure à 5% atomique de bore, il y a une réaction eutectique entre l'or et le bore à 1056°C. Pour le système or-azote, deux composants métastables existent : AuN_3 et Au_3N_2 [Elliott (1965)]. Donc il serait possible de former des précipités de nitrure d'or. Des analyses complémentaires sont effectuées afin d'explorer ces hypothèses (partie 1.2.3).

1.2.2.4 Topographie et morphologie

Le procédé d'implantation ionique engendre un échauffement du film mince d'or. La mesure de la taille de grain par EBSD a permis de mettre en évidence un phénomène de croissance de grain. D'autre part, la mesure de la résistivité soulève d'autres hypothèses. En plus de la croissance de grain, il se peut qu'il y ait une formation de précipités ou simplement un phénomène de guérison. Que ce soit la croissance de grain ou la formation de précipités, ces phénomènes peuvent engendrer des modifications de la surface des films minces. Une analyse de l'évolution de la morphologie et de la topographie des surfaces des films minces d'or après implantation ionique de bore et d'azote est effectuée par imagerie AFM.

Lorsque la concentration atomique en azote est inférieure ou égale à 1% at, le procédé n'influence pas la rugosité et l'amplitude maximale en hauteur, bien qu'une croissance de grain soit observée. Ces paramètres augmentent de façon significative pour la concentration maximale de 10% at, tout comme la topographie de la surface (Figure 12), par rapport au film mince d'or pur (Figure 2). La rugosité RMS est de 9 nm et l'amplitude maximale en hauteur de 71 nm.

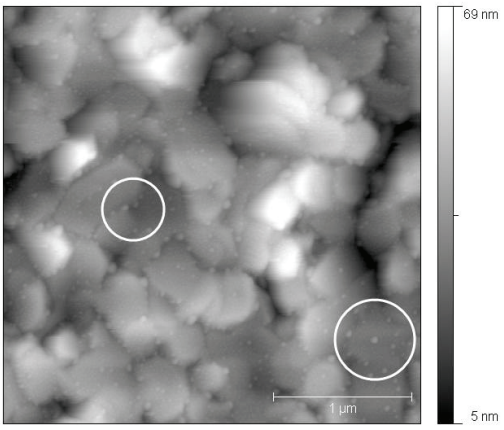


Figure 12 : Image AFM (3x3µm², 512 pixels par ligne) de la surface du film mince d'or pur après implantation ionique à 10%at d'azote. La rugosité RMS est de 9 nm et l'amplitude maximale en hauteur de 71 nm.

La forme des grains a fortement évolué en fonction de la dose implantée. Ainsi, pour 10% at d'azote les joints de grains semblent plus rectilignes. De plus, deux types d'amas sont observés sur la surface (encerclé sur la Figure 12). Tout d'abord, les amas les plus gros, de 30 à 80 nm de diamètre et de 4 à 10 nm de hauteur sont observés préférentiellement aux joints de grains, et quelques uns à l'intérieur des grains. Enfin, de petits amas, de 15 à 20 nm de diamètre et de 1 à 2 nm de hauteur, sont observés à l'intérieur des grains.

Des observations similaires ont été effectuées [Brieva et al. (2009)] sur un film mince d'or de 1 µm d'épaisseur (déposé par pulvérisation sur un substrat en silicium de 3 pouces avec un oxyde thermique de 400 nm d'épaisseur) après le traitement suivant : un plasma RF

(13,56 MHz) d'azote de 30 minutes à une puissance de 300W et une polarisation de -240 V de l'échantillon. Pendant ce procédé, la pression de l'azote est de 8,3 mbar et le flux est de 50 cm^3/s. Deux types d'agrégats sont observés à la surface de l'échantillon après traitement. Les petits agrégats ont une hauteur de 2,3 nm +/- 0,9 nm et un diamètre de 20 nm +/- 5 nm. Les gros agrégats ont un diamètre d'une centaine de nanomètres et une hauteur de 7,9 nm +/-1,4 nm. Les auteurs ont démontré la présence de nitrure d'or par mesure de photoémission [Siller et al. (2005)] sans distinguer à quel type d'agrégats ils sont dus.

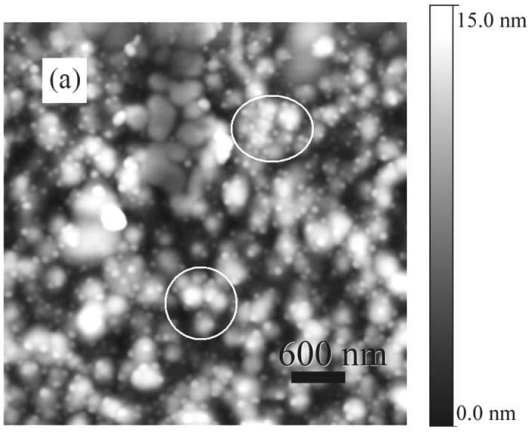


Figure 13 : Image AFM (4,5x4,5 µm²) de la surface du film mince d'or après nitruration par traitement plasma [Brieva et al. (2009)].

Les amas observés après implantation ionique d'azote pour une concentration maximale de 10% at sont similaires aux petits agrégats observés après traitement plasma. Les petits amas observés à la surface du film mince d'or (10% at d'azote) sont probablement des précipités de nitrure d'or. D'autres facteurs tendent à confirmer cela :

- le diagramme de phase du système or-azote indique que des composés définis métastables peuvent se former (AuN_3 et Au_3N_2), de surcroît avec une concentration atomique en azote suffisamment importante (10% at)
- la résistivité du film mince d'or avec 10% at d'azote tend vers celle du film mince d'or pur, ce qui suppose que l'azote (une partie ou la totalité) quitte le réseau cristallin de l'or
- la formation de Au_3N est observée lors de l'irradiation de l'or par de l'azote à 500 eV et 2 keV [Krishnamurthy et al. (2004)]

L'implantation ionique de bore induit également une évolution de la morphologie de la surface. Les paramètres de rugosité RMS et de l'amplitude maximale en hauteur ne varient que pour l'implantation ionique à une concentration de 10% at. La rugosité RMS diminue de 7 à 4,9 nm et l'amplitude en hauteur diminue légèrement de 42 à 37 nm. Contrairement à l'implantation ionique d'azote, la formation de petits agrégats n'est pas observée. Seule une augmentation de la taille des grains est constatée par rapport au film mince d'or pur, ce qui est cohérent avec les mesures EBSD précédentes (Figure 7).

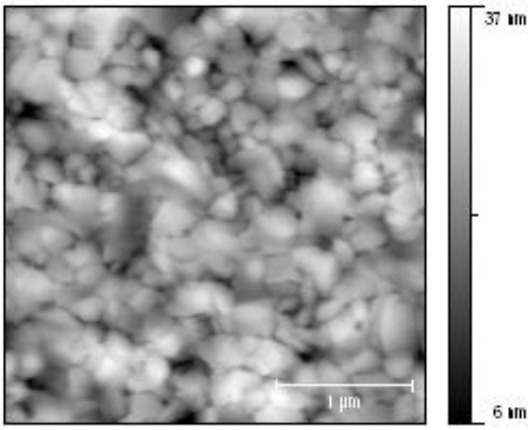


Figure 14 : Image AFM (3x3µm², 512 pixels par ligne) de la surface du film mince d'or pur après des implantations ionique à 10%at de bore. La rugosité RMS est de 4,9 nm et l'amplitutude maximale en hauteur de 37 nm.

Il semble donc que l'implantation ionique de bore sous ces conditions (avec notamment un échauffement bien plus faible) ne conduit pas à la formation de précipités. La diminution de la résistivité mesurée précédemment (Figure 8) correspond donc seulement à l'augmentation de la taille de grain et à une guérison du réseau cristallin. D'ailleurs, la rugosité RMS et l'amplitude maximale des hauteurs sont très similaires entre ceux de l'or pur après un recuit de 300°C pendant 3 heures et le film mince d'or avec une concentration atomique de 10% de bore (Figure 15).

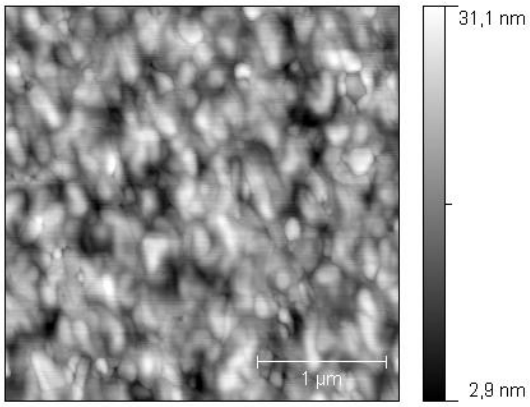


Figure 15 : Image AFM (3x3µm², 512 pixels par ligne) de la surface du film mince d'or pur après un recuit de 300°C pendant 3 heures. La mesure de la rugosité RMS est de 4,9 nm et l'amplitutude maximale en hauteur de 34 nm.

1.2.3 Apport de la diffraction des rayons X

Par mesure EBSD, l'évolution de la taille de grain est quantifiée en fonction de l'échauffement dû au procédé d'implantation ionique. Avec les mesures de résistivité et surtout l'observation de la surface des films minces d'or après implantation ionique, la formation de précipités de nitrure d'or dans le cas de l'implantation ionique d'azote à une concentration de 10% at est mise en évidence. D'une façon similaire, aucune formation de précipité par implantation de bore n'est observée.

Afin d'analyser ces modifications microstructurales, des mesures par Diffraction des Rayons X (DRX) sont effectuées au CEA sur les films minces d'or avant et après implantation. Plusieurs informations peuvent être extraites à partir de ces mesures.

1.2.3.1 Analyse de phases et des largeurs de raies

Avec les conditions standards d'acquisition retenues pour ces mesures diffractométriques, la pénétration des rayons X, et donc la profondeur analysée, dépasse l'épaisseur du film mince. Le diffractogramme réalisé sur l'échantillon avec une concentration atomique en azote de 10% est donné Figure 16.

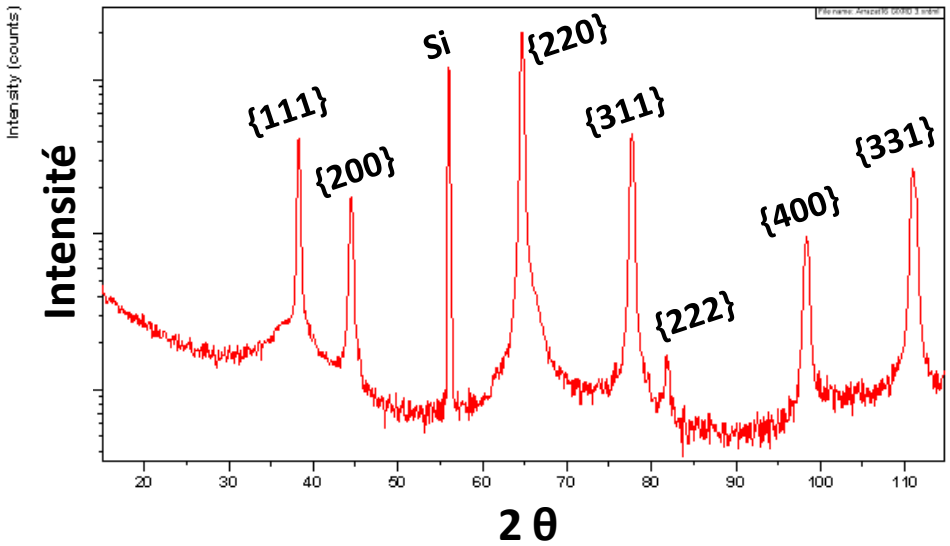


Figure 16 : Intensité diffractée en fonction de 2θ sur l'échantillon N10%.

Un léger tilt volontaire de l'échantillon permet de réduire l'intensité de la raie {311} du silicium (substrat diffractant également) permettant d'affiner les analyses sur les raies de l'or.

En particulier, plusieurs mesures sont réalisées sur les échantillons aux plus fortes doses. Elles sont présentées sur la Figure 17.

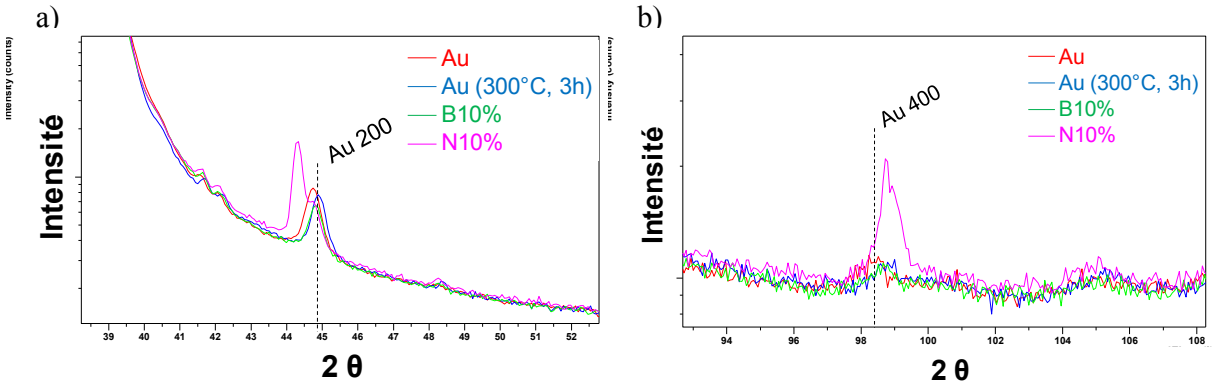


Figure 17 : Intensité diffractée en fonction de 2θ (a et b).

Il apparaît clairement que l'échantillon N10% se démarque, avec deux raies plus intenses, proches des raies {200} et {400} (Figure 17). Cela confirme que cet échantillon contient probablement des précipités de nitrure d'or. Cela dit, aucune information sur la structure cristallographique et les paramètres de maille d'une phase Au_3N_2 ou AuN_3 ne sont reportés dans la littérature. Il n'est donc pas possible sans compléments de mesure de statuer complètement. Cette phase aurait un paramètre de maille voisin de celui de la maille de l'or. De plus, cette phase coexisterait avec la matrice d'or plus ou moins appauvrie en azote car une raie de diffraction moins intense persiste, conduisant à un épaulement vers les plus forts angles 2θ.

La largeur de raies (mesurée à mi-hauteur) est un paramètre qui permet d'analyser le réseau cristallin. Plus la largeur est importante, plus le réseau présente des défauts (lacunes, dislocations et atomes en solution solide) et des microdéformations. L'analyse qualitative des largeurs de raies permet donc de révéler l'impact de l'implantation ionique sur la qualité du réseau cristallin.

Le film mince d'or pur après dépôt a une valeur de largeur de raies de 0,52 (Figure 18 - a). L'implantation ionique de bore pour des concentrations comprises entre 0,1 et 10% at conduit toujours à une largeur de raies supérieure à celle de l'or pur. L'implantation ionique de bore dans notre étude induit une détérioration du réseau cristallin de l'or. Toutefois, une diminution de la largeur de raies de 0,57 à 0,53 est observée avec l'augmentation de la concentration en bore. Cette diminution est encore plus flagrante pour l'implantation d'azote. La largeur de raies diminue de 0,56 à 0,45 (Figure 18 - a). Cette diminution semble être due aux températures atteintes lors du procédé d'implantation ionique (Figure 18 - b) : plus la température atteinte est élevée, plus le réseau cristallin guérit les défauts générés lors de l'implantation ionique. Pour comparaison, la valeur de la largeur de raies de l'or après un recuit de 3 heures à 300°C est de 0,40. Quelle que soit l'espèce implantée, au delà de 150°C, la largeur de raies diminue avec l'augmentation de la température, jusqu'à tendre vers la valeur du film mince d'or.

La largeur de raies du film mince d'or après l'implantation ionique d'azote est toujours plus faible que celle du bore, même en prenant en compte la température atteinte lors du procédé (Figure 18-b). Cela est cohérent avec la formation de précipités de nitrure d'or définis car l'azote quitte le réseau cristallin de l'or, et ainsi ne le perturbe plus.

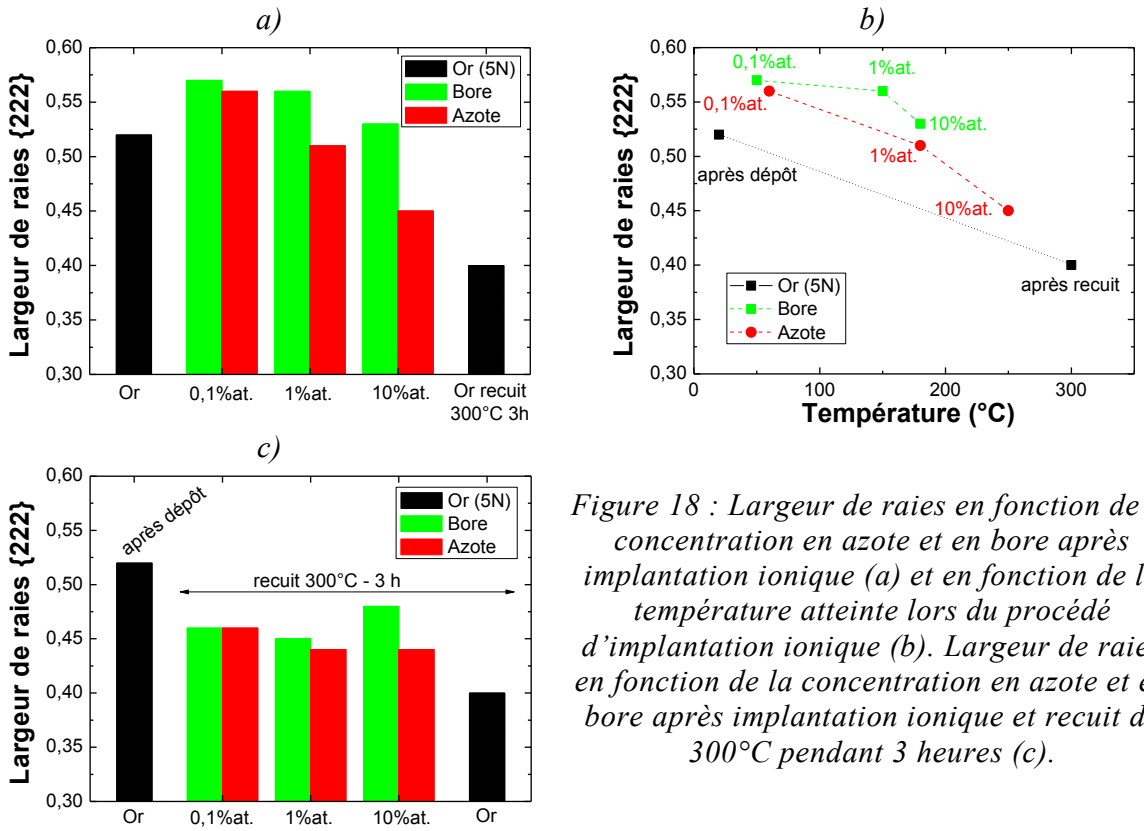


Figure 18 : Largeur de raies en fonction de la concentration en azote et en bore après implantation ionique (a) et en fonction de la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique (b). Largeur de raies en fonction de la concentration en azote et en bore après implantation ionique et recuit de 300°C pendant 3 heures (c).

La largeur de raies est également mesurée après un recuit de 300°C pendant 3 heures pour tous les échantillons. Les valeurs de largeur de raies des films minces d'or contenant plus de 0,1% at de bore ou d'azote sont inférieures à l'or pur sans recuit. Cette diminution correspond à une guérison du réseau cristallin de l'or qui doit être partielle car la valeur référence du film mince d'or pur après recuit n'est pas atteinte.

Après recuit, deux échantillons se démarquent. Pour une concentration en bore de 10% at, la largeur de raies est significativement supérieure aux autres implantations. Il est possible que le taux de bore en insertion soit plus important. Pour une concentration en azote de 10% at, la largeur de raies n'est pas influencée par le recuit. Il est envisageable que la microstructure soit stabilisée (par la formation des précipités).

1.2.3.2 Détermination des contraintes résiduelles

La température atteinte durant le procédé d'implantation ionique joue un rôle très important sur la modification des caractéristiques microstructurales : la taille de grains augmente et le réseau cristallin se restaure avec l'augmentation de la température au-delà de 150°C. Il y a également formation de précipités de nitrure d'or avec une température maximale de 250°C lors de l'implantation ionique d'azote.

De plus, sur les technologies de films minces métalliques sur substrat en silicium, il est connu que la température joue un rôle important sur l'évolution des contraintes suivant un schéma bien défini. Après un rappel sur l'évolution des contraintes dans un film mince métallique déposé sur un substrat en silicium en fonction de la température, une analyse sur l'évolution des contraintes résiduelles dans le film mince d'or est effectuée en fonction des concentrations en espèce implantée et également après un recuit de 300°C pendant 3 heures. La contrainte résiduelle correspond à la contrainte après retour à la température ambiante.

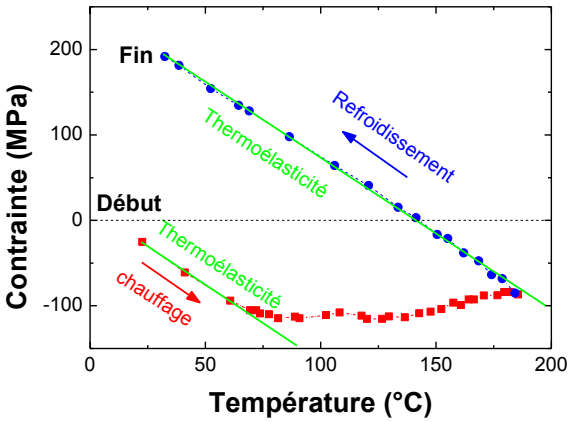


Figure 19 : Evolution de la contrainte mesurée par courbure du film mince d'or déposé sur un substrat en silicium au cours d'un recuit à 190°C [Hodge et al. (1997)].

Une étude sur l'évolution de la contrainte dans un film mince d'or pur similaire à notre cas est effectuée dans [Hodge et al. (1997)] (Figure 19). Sur un substrat en silicium {100} de 100 mm de diamètre et de 525 µm d'épaisseur, une fine couche d'accroche en titane de 10 nm puis un film mince d'or pur d'un micron sont déposés. En utilisant l'équation de Stoney et la mesure in-situ de la courbure, il est possible de déterminer la contrainte du film mince. A noter que la convention métallurgique de la contrainte est définie de telle façon que la tension est positive et que la compression est négative. Après dépôt, le film mince d'or pur est légèrement en compression à -25 MPa. La montée en température jusqu'à 190°C est effectuée avec une rampe de 1°C/min. De la température ambiante jusqu'à 70°C, le film a un comportement thermo-élastique. La contrainte en compression augmente jusqu'à une valeur seuil de -115 MPa. Le coefficient d'expansion thermique de l'or est de 14,2 x 10^{-6} °C^{-1}, soit 5,5 fois plus important que celui du silicium (2,6 x 10^{-6} °C^{-1}). Le film mince d'or pur a donc tendance à s'étirer de façon

plus importante que le substrat en silicium. Le film mince d'or pur se retrouve alors en compression (Figure 20).

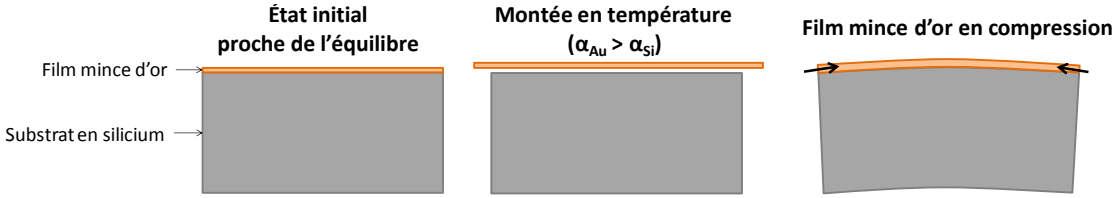


Figure 20 : Représentation schématique de l'évolution de la courbure et de la contrainte dans un film mince d'or lors de la montée en température.

A partir de 70°C, le film mince n'est plus en déformation thermoélastique. Il subit alors des déformations plastiques. Lorsque la température augmente jusqu'à 190°C, la contrainte diminue légèrement de -115 MPa à -85 MPa. Il s'agit d'un phénomène de relaxation. Plusieurs mécanismes sont identifiés : mécanismes de plasticité, modification de la microstructure (restauration, recristallisation et croissance de grains) et mécanismes de diffusion de matière (fluage). Ces déformations plastiques tendent vers un nouvel équilibre entre le film mince et le substrat.

La descente en température de 190°C à l'ambiante est effectuée à 1°C / min. Elle suit la même pente thermo-élastique que lors de la montée en température de l'ambiante à 70°C. La contrainte passe d'un état de compression de -85 MPa à une tension de 220 MPa. Il s'agit ici du cas contraire à celui de la montée en température. Le coefficient d'expansion thermique de l'or étant plus important que celui du silicium, le film mince d'or a tendance à plus se contracter que le substrat en silicium. Ainsi, le film mince d'or pur se retrouve en tension.

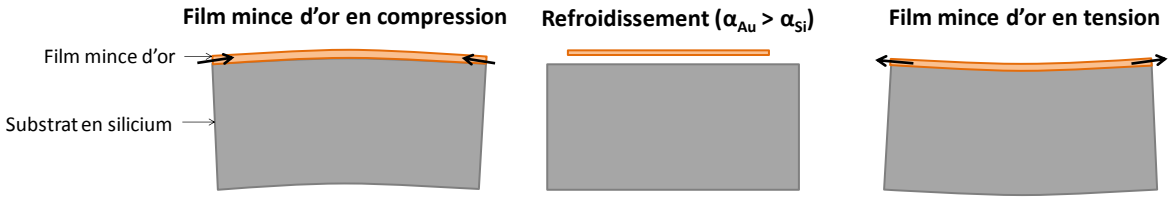


Figure 21 : Représentation schématique de l'évolution de la courbure et de la contrainte dans un film mince d'or lors de la descente en température.

Ce recuit est réalisé deux fois de suite dans les mêmes conditions [Hodge et al. (1997)] (Figure 22). Le premier cycle induit des modifications microstructurales irréversibles. Le deuxième cycle suit la pente thermoélastique du premier cycle en montée et redescente en température avec un très léger décalage. Il n'y a pas de modification microstructurale irréversible lors de ce deuxième recuit car elle est stabilisée. Il faut dépasser la température maximale atteinte lors du premier recuit pour engendrer de nouvelles modifications microstructurales.

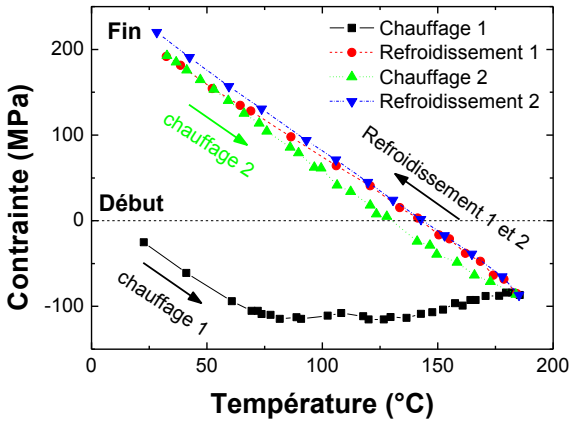


Figure 22 :Evolution de la contrainte mesurée par courbure du film mince d'or déposé par pulvérisation sur un substrat en silicium au cours de deux recuits à 190°C [Hodge et al. (1997)].

La détermination de la contrainte du film mince ne peut être effectuée comme dans cette étude [Hodge et al. (1997)], par mesure de la courbure car nos échantillons sont des morceaux carrés d'approximativement un centimètre de côté. Le film mince fait un micromètre d'épaisseur et le substrat silicium 720 µm. Il est donc impossible de mesurer une courbure significative. La détermination de la contrainte est donc effectuée par DRX par la méthode $\sin^2\psi$ [Macherauch (1961)].

Le film mince d'or pur après dépôt est légèrement en tension à 25 MPa (Figure 23). Cette valeur est légèrement différente de [Hodge et al. (1997)] dû aux différences dans le procédé de réalisation des échantillons (couches d'accroche, épaisseur du substrat en silicium, bâti de dépôt). Il faut retenir que les films minces d'or pur après dépôt par pulvérisation sont faiblement contraints. Après un recuit de 300°C pendant 3 heures du film mince d'or pur, la contrainte résiduelle est en tension à 253 MPa (Figure 23) et est supérieure à celle extraite par Hodge après un recuit de 190°C car notre température maximale est supérieure à celle de Hodge, donc la mise en tension est plus importante. Nos résultats expérimentaux sont cohérents avec [Hodge et al. (1997)]. Par contre, l'évolution de la contrainte au cours même du recuit de notre film mince d'or pur n'est pas connue car cette mesure in-situ n'a pu être menée. Elle pourrait s'avérer intéressante dans un second temps. Alors, au vu de la cohérence de ces résultats, pour des températures de recuit inférieures à 190°C, la pente de thermoélasticité mesurée sur les données [Hodge et al. (1997)] est utilisée pour donner une approximation de la contrainte du film mince d'or pur. Au-delà de 190°C, il semble que le refroidissement ne soit pas thermoélastique car la contrainte résiduelle est de 253 MPa après un recuit de 300°C pendant 3 heures (Figure 23). En appliquant un refroidissement thermoélastique, la contrainte serait de 500 MPa.

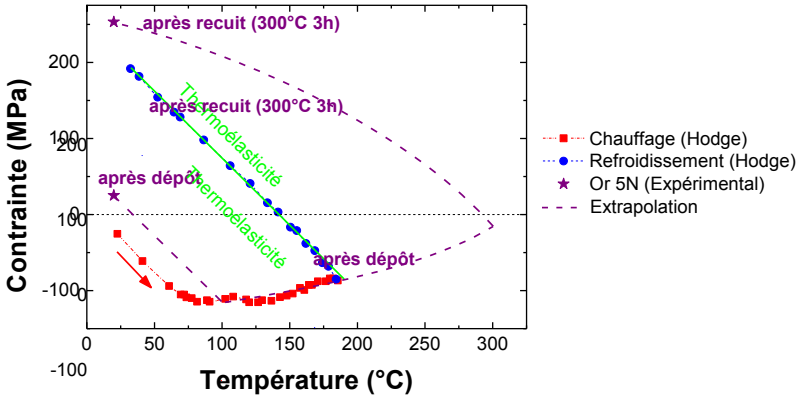


Figure 23 : Evolution de la contrainte mesurée par courbure du film mince d'or déposé par pulvérisation sur un substrat en silicium au cours de deux recuits à 190°C [Hodge et al. (1997)] et mesure de la contrainte par DRX après dépôt et après un recuit à 300°C pendant 3 heures.

Les implantations à faibles concentrations (0,1% at) d'azote ou de bore mettent le film mince d'or en compression autour de -20 MPa (Figure 24-a). En première approche, l'ajout de matière dans un milieu confiné induit sa compression. La variation de la contrainte est faible et le film mince d'or est très proche d'un état sans contrainte résiduelle.

Cependant, lorsque la concentration en impuretés augmente au-delà de 1% at, le film mince d'or se met en tension (Figure 24-a), alors que l'on pourrait s'attendre à une augmentation de la compression. Cette mise en tension semble être due à la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique (Figure 24-c). En se basant sur les résultats de Hodge (Figure 23) lorsque la température excède 80°C au chauffage, le film mince entre en tension après refroidissement. Avec l'augmentation de la concentration au-delà de 1% at ainsi qu'une température dépassant 150°C, le film mince d'or a sa contrainte en tension qui augmente.

En utilisant la pente thermoélastique [Hodge et al. (1997)] appliquée à nos données expérimentales de contraintes résiduelles du film mince d'or pur après dépôt et après un recuit de 300°C pendant 3 heures (Figure 23), les valeurs des contraintes résiduelles pour des températures comprises entre 80 et 190°C peuvent être approximées (Figure 24-c). Ainsi, la mise en tension, pour toutes les implantations ioniques de bore (de 0,1 à 10% at) et pour celles d'azote de 0,1 à 1% at, est cohérente avec cette extrapolation. La contrainte résiduelle est alors pilotée par l'échauffement généré lors du procédé d'implantation ionique. Plus la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique est élevée, plus la contrainte résiduelle en tension est élevée. Ce qui explique que :

- pour une concentration atomique de 1%, l'azote (180°C) met plus le film en tension que le bore (150°C)
- la contrainte résiduelle après implantation ionique (température maximale de 250°C) est toujours inférieure au film mince d'or pur après un recuit de 300°C pendant 3 heures.

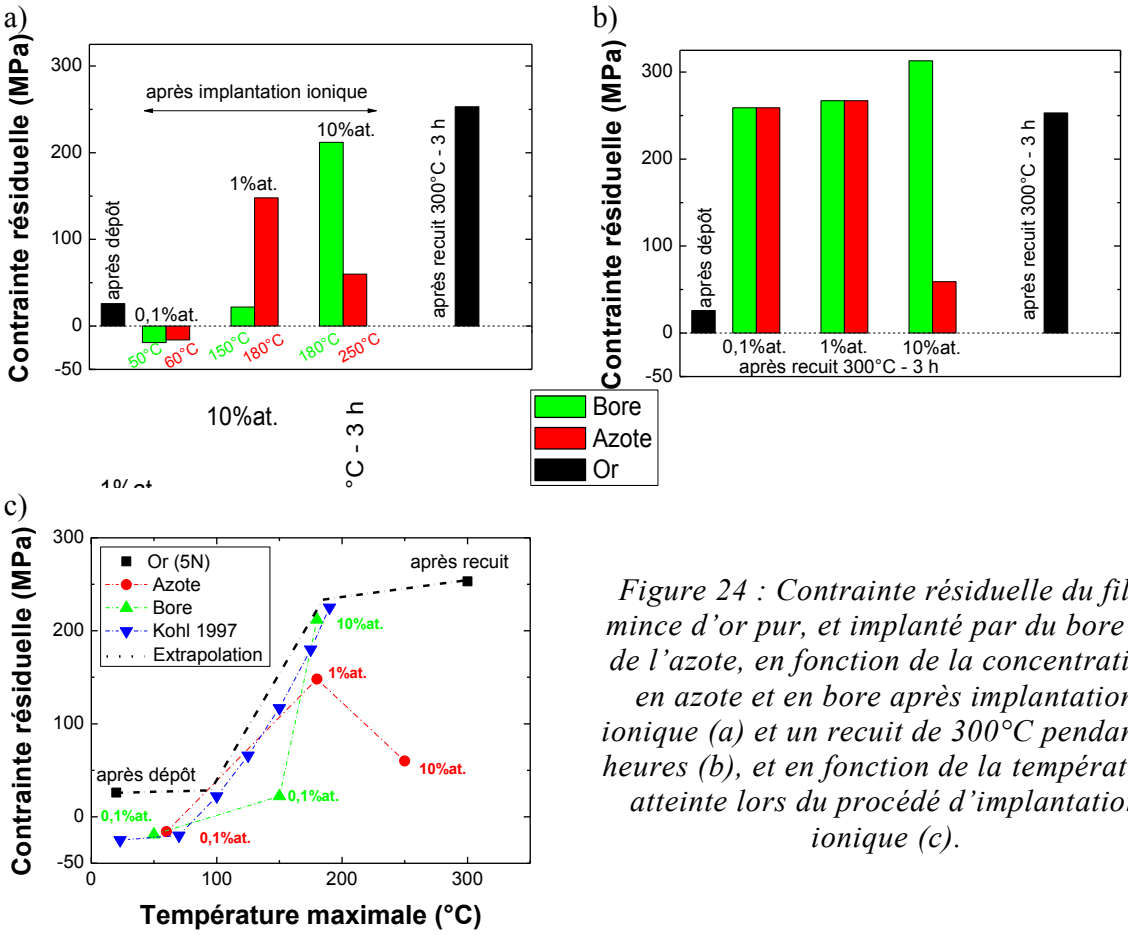


Figure 24 : Contrainte résiduelle du film mince d'or pur, et implanté par du bore ou de l'azote, en fonction de la concentration en azote et en bore après implantation ionique (a) et un recuit de 300°C pendant 3 heures (b), et en fonction de la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique (c).

Cette hypothèse est cohérente avec tous les résultats (Figure 24-c), sauf pour la concentration maximale en azote (10% at). La contrainte en tension pour le film mince d'or avec une concentration en azote de 10% at est de 60 MPa. Elle est plus faible que pour son équivalent en bore, et par rapport à la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique (250°C). En utilisant l'hypothèse précédente, la contrainte résiduelle devrait être comprise entre 220 et 250 MPa. Pour cette implantation ionique, il y a formation de précipités de nitrure d'or. Pour précision, la détermination de la contrainte résiduelle est effectuée sur des raies de diffraction du réseau d'or. Ainsi, la contrainte résiduelle donnée correspond uniquement au réseau cristallin de l'or ou de l'or-azote en cas d'insertion d'azote. Il est donc possible que l'or après implantation ionique d'azote à 10% at soit moins contraint, mais que les précipités de nitrure d'or soient fortement contraints du fait de la distribution des contraintes par phase. Il est également probable que la germination de phase influe les contraintes résiduelles par la différence de volume spécifique entre les deux phases.

Un recuit de 300°C pendant 3 heures est réalisé sur les films minces après implantation ionique (Figure 24-b). La contrainte résiduelle est légèrement supérieure à celle du film mince d'or pur après un même recuit (253 MPa en tension). La contrainte en tension augmente de 259 à 313 MPa avec l'augmentation de la concentration en bore de 0,1 à 10% at. La présence de

bore augmente donc la tension après recuit. Il en est de même pour l'azote à une concentration atomique de 0,1 et 1%. La contrainte en tension augmente de 259 à 267 MPa. Il est possible que la limite de thermoélasticité soit augmentée, ou que le coefficient de dilatation diminue, ou que les phénomènes irréversibles soient modifiés : la croissance de grains peut être ralentie voir bloquée, comme les mécanismes de diffusion de matière.

Par contre, pour la concentration à 10% at d'azote, la contrainte résiduelle en tension est la même qu'avant le recuit (59 MPa en tension). La microstructure formée lors du procédé d'implantation ionique d'azote à une concentration atomique de 10% (à 250°C) est stable même après un recuit de 300°C pendant 3 heures.

Les mesures diffractométriques apportent plusieurs informations et mériteraient d'être poursuivies. Par exemple, quelques mesures préliminaires en incidence rasante ont permis de confirmer la présence d'un gradient. A mi-épaisseur, la contrainte en tension augmente de 207 à 240 MPa pour la concentration atomique en bore de 10%, et de 48 à 97 MPa pour la concentration atomique en azote de 10%. Les paramètres de maille augmentent légèrement de 4,079 à 4,080 Å pour ces deux cas, mais pas de façon significative.

1.3 Conclusions

Au regard des connaissances sur l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS par l'augmentation de la dureté des matériaux de contact (chapitre 1 partie 3.2), et plus particulièrement l'augmentation de la dureté de l'or par diverses méthodes (chapitre 1 partie 4), deux solutions innovantes ont été sélectionnées : dépôt d'un revêtement ultrafin de ruthénium et l'incorporation d'impuretés par implantation ionique.

Les procédés de réalisation de ces deux solutions sont très différents. Tout d'abord, le revêtement ultrafin de ruthénium sur les contacts en or des micro-relais MEMS est effectué par pulvérisation cathodique. La microstructure du ruthénium est fortement liée à celle de l'or sous-jacent. Cela ouvre une perspective sur le contrôle de la microstructure du ruthénium pour optimiser encore ces performances en tant que matériau de contact.

L'incorporation d'impuretés au niveau de la surface de l'or est effectuée par implantation ionique. Ce procédé est également bien connu et contrôlé. Ainsi, l'espèce chimique à implanter, la concentration et la profondeur peuvent être déterminées. Cependant, il s'avère que pour de fortes concentrations, la température de la surface atteint 250°C. Ainsi la taille de grains augmente de 115 à 190 nm. Cela ne va pas dans le sens d'une augmentation de la dureté (loi Hall et Petch chapitre 1 partie 4.4). De fortes modifications microstructurales sont alors caractérisées sur le film mince d'or après implantation ionique. Pour une implantation ionique

d'azote à une concentration atomique de 10%, des précipités de nitrure d'or se forment à la surface.

En connaissance des modifications microstructurales apportées au film mince d'or par le procédé d'implantation ionique, la prochaine section de ce chapitre va s'intéresser aux modifications de la dureté correspondantes.

2 Nano-indentation sur films minces

Le durcissement de la surface de l'or par un revêtement ultrafin de ruthénium ou une implantation ionique de bore ou d'azote est investiguée par nano-indentation Berkovich. Cependant, cette mesure est complexe sur ces échantillons car les propriétés mécaniques des matériaux (or, ruthénium, silicium) sont différentes. L'extraction de la dureté intrinsèque nécessite l'utilisation d'un modèle multicouches.

L'utilisation de modèles analytiques est privilégiée pour extraire la dureté. Ainsi, le modèle de dureté multicouches de Rahmoun & Iost (R&I) est utilisé et un nouveau modèle basé sur l'expansion de la zone plastique sous la pointe d'indentation combiné avec une loi de mélange volumique est proposé.

2.1 Extraction des propriétés mécaniques

Depuis plus d'un siècle, les machines d'indentation sont employées pour effectuer une mesure de dureté locale [Fischer-Cripps (2004)]. Une force normale est appliquée sur une pointe placée en contact avec la surface d'un échantillon (Figure 25). La pointe s'enfonce dans le matériau jusqu'à atteindre la force indiquée, puis elle se retire. Une empreinte résiduelle s'est formée à la surface de l'échantillon. Le rapport entre la force appliquée (F) et l'aire de cette empreinte (A) est égale à la dureté du matériau (équation 2.2) :

$$H = \frac{F}{A} \qquad 2.2$$

Par rapport aux essais de traction, cette méthode a l'avantage d'être rapide à mettre en œuvre et ne nécessite pas la fabrication d'éprouvette. Plusieurs mesures de dureté existent et dépendent de la forme de la pointe et de la force appliquée. Les plus employées sont les mesures de dureté Brinell et Vickers (Figure 25).

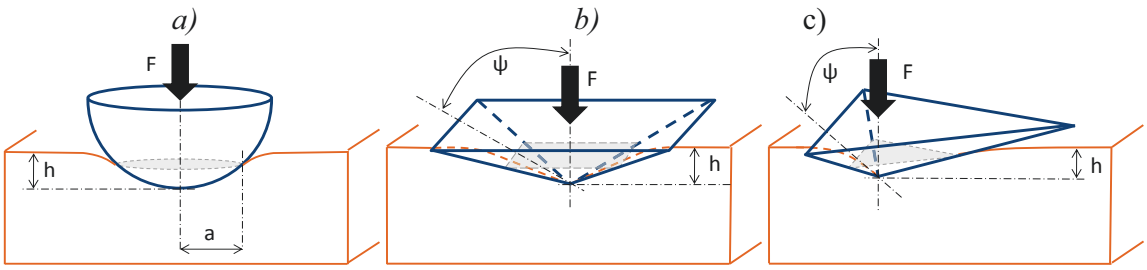


Figure 25 : (a) Pointes sphérique et pyramidale (b) à base carrée (Vickers) et triangulaire (Berkovich).

Depuis quelques décennies, la technique d'indentation a fortement évolué avec la mesure simultanée de la force appliquée (F) avec une précision de l'ordre du µN et du déplacement de la pointe (h) en nanomètre. Cela correspond à la transition entre la micro et la nano-indentation. Les courbes de charge-décharge en fonction de l'enfoncement (Figure 26) sont très sensibles aux propriétés mécaniques du matériau, tels que le module d'Young (E) et la dureté (H).

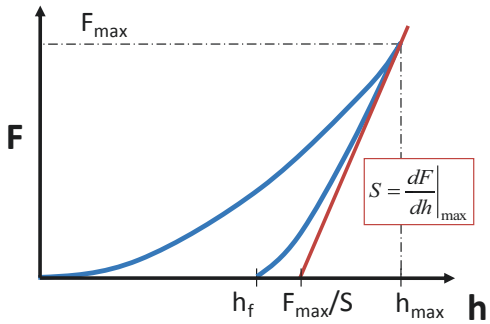


Figure 26 : Schéma représentatif d'une courbe de charge-décharge en fonction du déplacement.

De plus, l'indenteur Berkovich (Figure 25 c) est le plus communément utilisé en nano-indentation. Elle induit un champ de contraintes plus étendu en surface et moins profond que celui de la pointe Vickers, donc plus adapté aux mesures sur film mince.

$$S = \left.\frac{dF}{dh}\right|_{max} = 2\beta_p E_r \sqrt{\frac{A_c(h_{max})}{\pi}} \qquad 2.3$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_f^2}{E_f} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \qquad 2.4$$

La décharge étant élastique [Oliver & Pharr (1992)], la raideur de contact S, pente de la décharge à l'enfoncement et à la force maximales (Figure 26), est proportionnelle au module d'Young réduit [Oliver & Pharr (1992)] (E_r dans l'équation 2.3). Ce module dépend des modules d'Young et coefficients de Poisson de l'indenteur (E_i et ν_i) et du matériau (E_f et ν_f). Cette relation provient de la description du comportement élastique de Hertz entre deux corps en

contact. De plus, le facteur de correction géométrique β_p (Tableau 3) est utilisé pour assimiler la pointe utilisée à une pointe avec une symétrie de révolution (cône).

	Pointes d'indentation		
Paramètres	**Conique**	**Vickers**	**Berkovich**
Facteur de correction géométrique β_p	1	1,012	1,034
Facteur d'interception $\varepsilon_{O\&P}$	0,72	0,75	0,75
Angle d'ouverture (θ)	θ	68°	65,23°
Angle équivalent (ψ)	θ	70,3°	70,32°

Tableau 3 : Facteurs de correction géométrique, d'interception, angles d'ouverture et équivalent de pointes d'indentation (conique, Vickers et Berkovich).

Il est essentiel de connaitre l'aire de contact en fonction de l'enfoncement pour calculer le module d'Young (2.3 et 2.4) et la dureté (2.2). Il existe deux approches complémentaires permettant de calculer l'aire de contact à partir des données expérimentales d'enfoncement (h) et de force appliquée (F) : les méthodes d'Oliver et Pharr [Oliver & Pharr (1992)], et de Loubet [Loubet et al. (1993)].

Oliver et Pharr proposent une formulation de la profondeur de contact (2.5) avec $\varepsilon_{O\&P}$ une constante dépendante de la géométrie de l'indenteur (0,72 pour un indenteur conique et 0,75 pour un indenteur pyramidal).

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon_{O\&P} \frac{F_{\max}}{S} \qquad 2.5$$

Le calcul de l'aire de contact à partir de la profondeur de contact est effectué par un polynôme de degré 8 (2.6). Les constantes C_n sont calculées à partir d'essais sur un échantillon massif de silice fondue dont le module d'Young est connu.

$$A_c = \sum_{n=0}^{8} C_n (h_c)^{\frac{1}{2^{(n-1)}}} = C_0 h_c^{\,2} + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + C_3 h_c^{\frac{1}{4}} + \ldots + C_8 h_c^{\frac{1}{128}} \qquad 2.6$$

Les formules proposées par Oliver et Pharr correspondent aux cas de l'affaissement ou « sink-in » (Figure 27), lorsque la profondeur de contact (h_c) est inférieure à l'enfoncement (h). Dans le cas inverse, l'utilisation des formules d'Oliver et Pharr induit une forte erreur sur l'extraction de la dureté et du module d'Young.

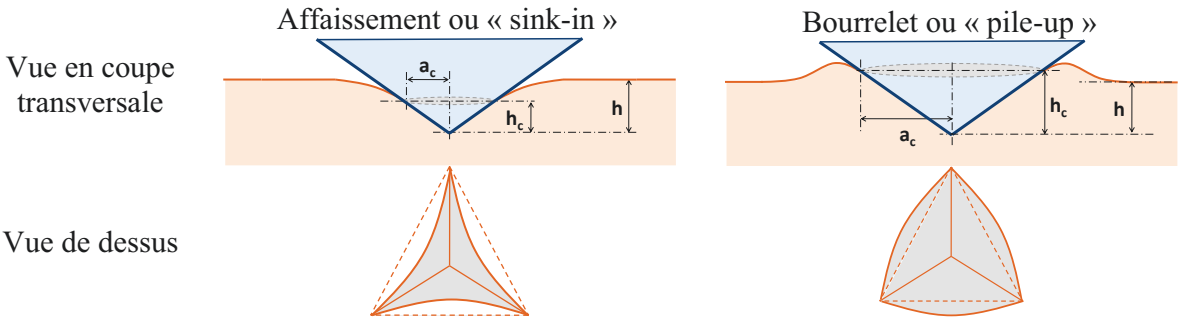


Figure 27 : Représentation schématique du contact entre la surface de l'échantillon et l'indenteur (sink-in et pile-up) en vue de coupe transversale et de dessus.

Loubet propose d'utiliser une formulation (2.7) dans le cas où la profondeur de contact (h_c) est supérieure à l'enfoncement (h). Comme le paramètre $\varepsilon_{O\&P}$ dans l'équation 2.5 d'Oliver et Pharr, le paramètre α (égal à 1,2) intervient dans le calcul de la profondeur de contact (h_c). Il introduit également h_{def} comme une dimension correspondant aux défauts en bout de pointe. Ce paramètre est calibré à l'aide de mesure sur la silice fondue. La pointe, dans le modèle de Loubet, est assimilée à un cône tronqué (Figure 28).

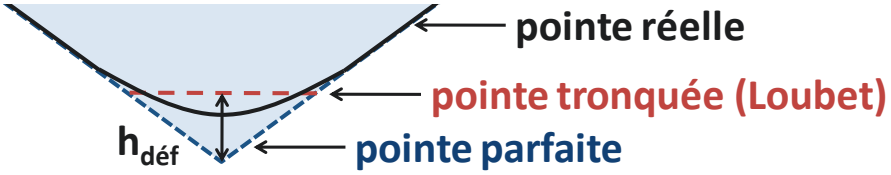


Figure 28 : Représentation schématique de l'extrémité d'une pointe Berkovich parfaite, réelle (émoussée) et tronquée [Loubet et al. (1993)].

La dureté effective mesurée n'est donc pas valide pour des profondeurs d'enfoncement inférieures aux défauts de la pointe (h_{def}). L'aire de contact est supposée parfaite car les erreurs dues aux défauts de la pointe et à la formation d'un bourrelet sont déjà pris en compte avec h_{def} et α [Loubet et al. (1993)].

$$h_c = \alpha\left(h_{\max} + h_{def} - \frac{F_{\max}}{S}\right) \qquad 2.7$$

$$A_c = \pi\left(h_c \tan\psi\right)^2 \qquad 2.8$$

Selon le matériau indenté, il est possible de se trouver dans le cas du bourrelet avec $h_c / h > 1$ ou celui de l'affaissement avec $h_c / h < 1$ (Figure 27 et Figure 29). D'après leur rapport (H/3xE), l'indentation dans l'or ou le ruthénium peut engendrer un affaissement ou un bourrelet.

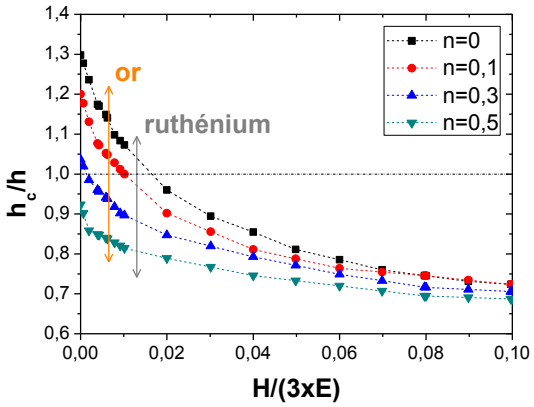


Figure 29 : Simulation par éléments finis des relations dimensionnelles entre le rapport h_c / h et H/(3E) pour différentes valeurs de coefficient d'écrouissage (n) [Cheng & Cheng (2004)].

Une nouvelle avancée de la technique d'indentation est effectuée avec la mesure en continue de la raideur de contact (S). Ce mode est appelé « Continuous Stiffness Measurement » en anglais (CSM). Ce mode permet de déterminer la rigidité de contact pendant l'enfoncement de la pointe dans l'échantillon par superposition de faibles oscillations d'enfoncement durant la charge. Ainsi, la dureté et le module d'Young sont mesurés en continu au cours de l'enfoncement de l'indenteur.

Une récente étude [Pharr et al. (2009)], concernant l'effet du mode CSM sur les courbes de force-déplacement, implique les corrections suivantes :

$$F_{act} = F_{mes} + \Delta F / 2 \qquad 2.9$$
$$h_{act} = h_{mes} + \Delta h / 2 \qquad 2.10$$

permettant de remplacer les valeurs moyennes de la force (F_{mes}) et du déplacement (h_{mes}) sur une oscillation par leurs maxima (F_{act} la force appliquée et h_{act} la profondeur d'indentation).

2.2 Mesure des duretés apparentes

Un nano-indenteur XP (MTS instruments) est utilisé pour déterminer les propriétés mécaniques des échantillons en utilisant le module DCM (Dynamic Contact Module) avec une pointe Berkovich en mode continu de mesure de la rigidité (CSM). Les mesures sont effectuées avec une oscillation en déplacement de 1 nm, une fréquence d'oscillation de 50 Hz et une vitesse de charge constante de 0,05 s^{-1}. Une moyenne est calculée à partir des 64 essais réalisés par échantillon à une profondeur limite d'enfoncement de 350 nm.

Dans la suite du manuscrit, les notations suivantes sont utilisées :

- Au : film mince d'or pur de 1 µm d'épaisseur déposé sur un substrat en silicium,
- Ru(e)/Au : revêtements de ruthénium d'une épaisseur e (en nm) sur l'échantillon Au,
- Nx ou Bx : implantation ionique d'azote ou de bore sur l'échantillon Au pour une concentration atomique donnée (x).

Les courbes de force-déplacement des échantillons Au, N10%, B10% et Ru(100)/Au sont présentées Figure 30. Pour un enfoncement donné, la force appliquée est de plus en plus élevée sur les échantillons N10%, Au, B10% et Ru/Au. Les variantes proposées à l'or pur comme matériau de contact ont toutes une réponse différente.

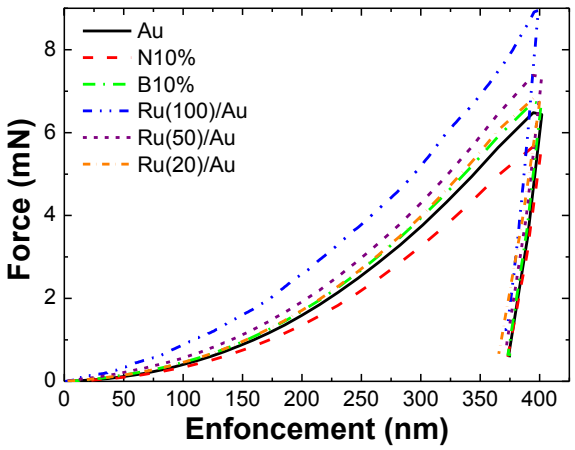


Figure 30 : Courbes de force-déplacement lors de la nano-indentation Berkovitch des échantillons Au, Ru(100)/Au, N10% et B10% .

Dans tous les cas, un bourrelet est observé autour des empreintes d'indentation. De ce fait, le modèle de Loubet est utilisé pour extraire la dureté mesurée (H_{mes}). Le défaut de pointe ($h_{déf}$) déduit à partir d'une mesure sur un échantillon de référence en silice fondue est de 4,5 nm.

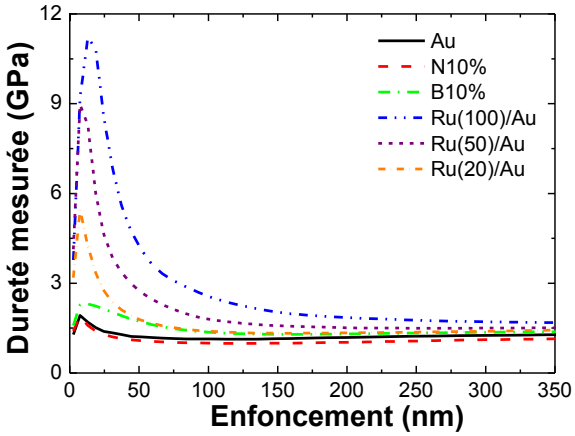


Figure 31 : Dureté mesurée (GPa) en fonction de l'enfoncement lors de la nano-indetation Berkovitch des échantillons Au, Ru(100)/Au, Ru(50)/Au, Ru(20)/Au, N10% et B10%.

Les valeurs de dureté mesurée (H_{mes}) obtenues à travers le modèle de Loubet sont présentées Figure 31 et correspondent à la dureté mesurée des échantillons Au, Ru(100)/Au, Ru(50)/Au, Ru(20)/Au, N10% et B10%.

Une augmentation de H_{mes} est observée avec l'augmentation de la profondeur jusqu'à 15 nm et est principalement due à la non prise en compte du rayon de courbure de la pointe dans le calcul de l'aire projetée. La pointe dans le modèle de Loubet, étant assimilée à un cône tronqué, la dureté mesurée n'est donc valide que pour des profondeurs d'enfoncement supérieures au minimum à 10 nm. De plus, le calcul de l'aire de contact ne prend pas en compte la rugosité des surfaces de ces échantillons. La dureté mesurée est donc entachée d'une forte incertitude pour des enfoncements inférieurs à 25 nm.

Une diminution progressive de la dureté est observée à partir de 10 à 20 nm selon le système étudié pour se stabiliser et augmenter selon les empilements à partir d'une centaine de nanomètres. Dans le cas de l'échantillon Au, le premier effet est généralement décrit phénoménologiquement sous la dénomination ISE (« Indentation Size Effect ») et prend en compte les effets de taille suivants : perfection accrue des matériaux lorsque la taille du contact diminue, existence de propriétés mécaniques différentes en surface et aux interfaces. Pour les empilements de ruthénium, cette décroissance est accentuée par la déformation plastique du film d'or sous-jacent.

Comme le préconise Bückle [Bückle (1959)], il est possible de déterminer la dureté d'un dépôt seul si la profondeur de pénétration est inférieure au dixième de son épaisseur. Pour l'échantillon Au, il s'agit de la dureté mesurée à 100 nm d'enfoncement. Au delà de 10% d'enfoncement relatif, la présence du substrat de silicium plus dur peut être à l'origine de l'augmentation de la dureté mesurée. De plus, en connaissance des incertitudes sur la dureté mesurée aux faibles profondeurs, la proposition de Bückle est indicative et non quantitative. Il est donc nécessaire d'utiliser un modèle permettant de décorréler ces différents effets sur la dureté mesurée (H_{mes}) dans les différents empilements.

2.3 Modèles de dureté multicouches

La dureté mesurée à partir des données expérimentales est complexe à interpréter et l'utilisation de modèles analytiques multicouches est nécessaire.

Deux types de modèles analytiques sont répandus utilisant une loi de mélange surfacique ou volumique des duretés. La première catégorie a été initiée par les travaux de Jönsson & Hogmark [Jönsson & Hogmark (1984)] dédiés à l'indentation Vickers de systèmes bi-couches. Une récente évolution (R&I) [Rahmoun et al. (2009)] permet d'adresser l'indentation Berkovich

de systèmes tri-couches. Dans ce dernier modèle, la diminution de l'épaisseur des films minces sous l'indenteur due à l'écoulement plastique ou à leur compression est prise en compte.

La deuxième catégorie de modèle est basée sur la loi de mélange volumique des duretés introduites par Sargent [Sargent (1986)]. Dans ce travail, elle est modifiée en prenant en compte les effets de confinements induits par la présence du substrat en silicium en déformation élastique lors de l'indentation. Ainsi, un nouveau modèle dit « à cavité étendue » est proposé.

2.3.1 Modèle de Rahmoun et Iost

Le modèle initial de Jönssons & Hogmark est basé sur une loi de mélange des aires pour un système bi-couches. C'est-à-dire que la dureté de chacune des couches influence la dureté mesurée de façon pondérée par rapport à la surface sollicitée (2.11). Les aires sont calculées de façon géométrique pour deux cas : couche parfaitement ductile (mou/dur) ou formation de fissures (dur/mou). De plus, ce modèle est conçu dans le cas d'indentation Vickers. Récemment, ce modèle a été adapté à l'indentation Berkovich et au système tri-couches (R&I) [Rahmoun et al. (2009)].

$$H_{mes} = \frac{A_f}{A} H_f + \frac{A_i}{A} H_i + \frac{A_s}{A} H_s \qquad 2.11$$

Cette extension est également l'occasion d'enrichir le modèle avec la prise en compte de la déformation des films minces sous l'indenteur (Figure 32).

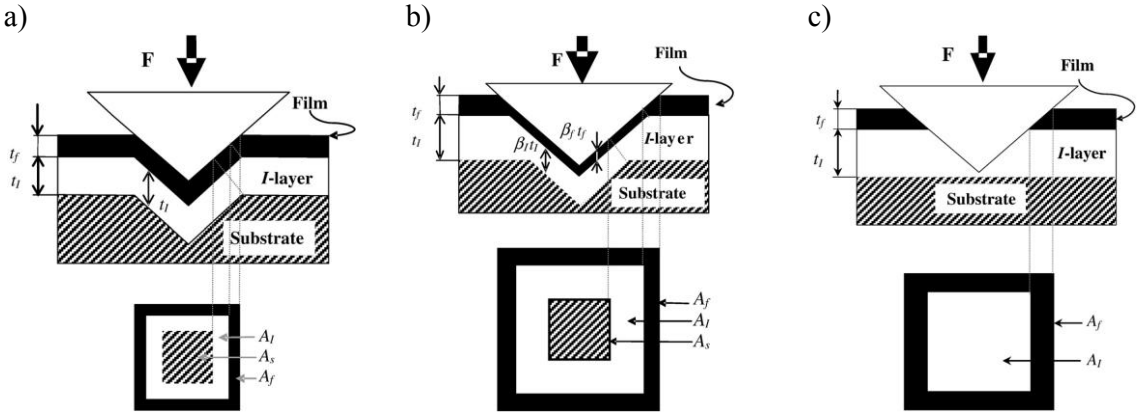


Figure 32 : Représentation schématique de la loi de mélange des aires pour l'extraction de la dureté [Rahmoun et al. (2009)].

Les aires des couches sollicitées sont calculées à partir des équations 2.12 à 2.14 avec t_f et t_i les épaisseurs respectives du film supérieur et du film intermédiaire, et h la profondeur d'indentation.

$$\frac{A_f}{A} = \frac{2C'_f t_f}{h} - \left(\frac{C'_f t_f}{h}\right)^2 \qquad 2.12$$

$$\frac{A_i}{A} = \frac{2C'_i t_i}{h} - \left(\frac{C'_i t_i}{h}\right)^2 - 2\frac{C'_i t_i\, C'_f t_f}{h^2} \qquad 2.13$$

$$\frac{A_s}{A} = 1 - 2\frac{C'_f t_f + C'_i t_i}{h} + \left(\frac{C'_f t_f + C'_i t_i}{h}\right)^2 \qquad 2.14$$

Les coefficients C' sont déterminés géométriquement dans le cas où le matériau se déforme plastiquement (C'_1) ou se fissure (C'_2). L'angle ψ est celui de la pointe d'indentation. Le coefficient $\beta_{R\&I}$ est utilisé pour prendre en compte la déformation plastique (l'écrasement/la diminution de l'épaisseur) du film au cours de l'indentation.

$$C'_1 = 1 - \beta_{R\&I} \sin\psi \qquad 2.15$$

$$C'_2 = 1 - \beta_{R\&I} \sin^2\psi \qquad 2.16$$

Les ratios des aires (équations 2.12 à 2.14) doivent être comprises entre 0 et 1, de même que les coefficients $\beta_{R\&I}$. De plus, la dureté extraite (H) de chaque matériau est reliée à la dureté intrinsèque (H_0) par l'équation 2.17 (exemple pour le film mince superficiel) où B est un coefficient d'ajustement. Comme observé expérimentalement sur les mesures, il est bien connu que lors de l'indentation des matériaux massifs ou en couche mince aux faibles enfoncements des effets d'échelle impliquent une diminution de la dureté mesurée quand l'enfoncement augmente. Ce comportement décrit phénoménologiquement sous la dénomination ISE (« Indent Size Effet ») [Bull (2005)] peut être pris en compte par cette équation. Cette description permet de rendre compte des effets d'interface et de surface présents dans les films minces [Berasategui et al. (2004)].

$$H_f = H_{0-f} + \frac{B_f}{h} \qquad 2.17$$

Il existe une autre modélisation de l'ISE plus répandue dans la littérature, il s'agit de celle de Nix et Gao [Nix & Gao (1998)]. Pour la suite de l'étude, celle de l'équation 2.17 est privilégiée. Elle est utilisée par le modèle R&I et est initialement utilisée dans les modèles analytiques de dureté multicouches par loi de mélange surfacique et volumique.

2.3.2 Modèle à cavité étendue

Un nouveau modèle est proposé en partant de la loi de mélange des volumes de Sargent [Sargent (1986)] et du modèle d'expansion de cavité hémisphérique en déformation plastique décrit par Johnson [Johnson (1995)], qui est généralement utilisé pour décrire l'indentation [Fischer-Cripps (2004)].

2.3.2.1 Modèle bi-couches : film mince d'or sur substrat silicium

Le modèle de mélange volumique des duretés développé ici pour analyser la dureté mesurée des systèmes multicouches et en extraire la dureté intrinsèque de chacun des constituants permet de séparer la contribution des effets d'ISE et de confinement de la déformation plastique par le substrat. Le modèle de cavité en expansion de Johnson [Johnson (1995)] (Figure 33) s'est imposé pour décrire la déformation engendrée par indentation. La surface de l'indenteur en contact avec le matériau définit un noyau hémisphérique de pression hydrostatique moyenne $P_m = H$ et de rayon a_L. Cette zone est entourée d'une deuxième région hémisphérique de rayon R_J en déformation plastique (formant un volume V_{massif}) dont la contrainte principale est radiale et comprise entre H et H/C (C=3, condition de Tabor). A l'extérieur de cette zone, la déformation du matériau est élastique.

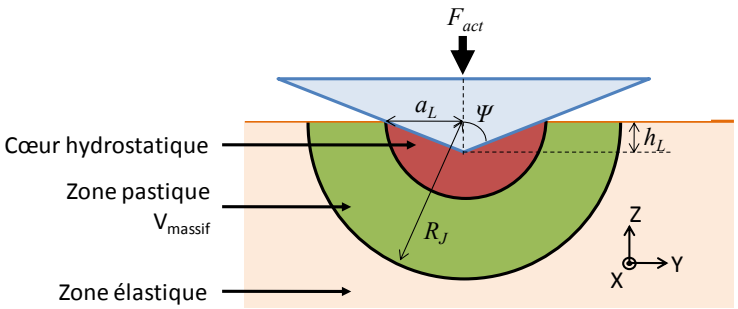


Figure 33 : Représentation schématique du modèle de cavité en expansion [Johnson (1995)].

Johnson [Johnson (1995)] propose une relation permettant de quantifier le rapport β du rayon de la zone en déformation plastique sur le rayon du noyau hydrostatique (a_L dans l'équation 2.18).

$$\beta = \frac{R_J}{a_L} = \left[\frac{\sqrt{3}\varepsilon + 8(1-2\nu)}{12(1-\nu)}\right]^{1/3} \qquad 2.18$$

$$a_L = h_L \tan \Psi \qquad 2.19$$

Le coefficient géométrique ε (2.20) dépend du module d'Young réduit E_r (2.21) et de la dureté H du matériau indenté, et de l'angle Ψ (70,3° pour une pointe Berkovich). L'enfoncement h_L est défini comme étant la profondeur de matériau en contact avec la pointe.

$$\varepsilon = \frac{E_r}{(H/3)\tan\psi} \qquad 2.20$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_i^2}{E_i} + \frac{1-\nu^2}{E} \qquad 2.21$$

ν est le coefficient de Poisson et l'indice i fait référence aux propriétés de la pointe d'indentation.

Dans le cas de l'échantillon Au, la relation 2.18 n'est plus valable à cause de la modification du champ de contraintes par le substrat en silicium, lorsque le rayon de la frontière de la région en déformation plastique (R_J) est égal à l'épaisseur du film. Pour le film d'or seul, d'une épaisseur de 1 µm sur un substrat de silicium, cela se produit à partir de 100 nm d'enfoncement (2.18). Par souci de simplification, pour un enfoncement inférieur à 100 nm, le modèle de déformation plastique sphérique de Johnson est utilisé et la totalité de la zone de déformation plastique de l'or est un hémisphère de rayon R_{Au}. A cet enfoncement, la contrainte radiale à l'interface or/silicium peut être assimilée à celle donnée par le modèle de Johnson [Johnson (1995)], soit $H_{Au} / 3 = 333$ MPa (si la dureté du film mince d'or est de 1 GPa). Cette pression n'est pas suffisante pour déformer plastiquement le substrat en silicium car sa limite élastique n'est pas atteinte (Tableau 4). Lorsque l'enfoncement augmente, la zone de déformation plastique de l'or est confinée dans le film.

Matériaux	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Module d'Young réduit (GPa)	Dureté intrinsèque (GPa)
Or	80	0,42	65,8	1
Ruthénium	295-475	0,25	385	15
Silicium	168	0,28	182	12

Tableau 4 : Module d'Young (GPa), Coefficient de Poisson, Module d'Young réduit (GPa) et dureté (GPa) de l'or, du ruthénium et du silicium [Lee et al. (2006)], [for Metals (1990)] et [B. Bhushan (1997)].

Pour des enfoncements supérieurs à 100 nm, et afin de prendre en compte ce phénomène de confinement de la déformation plastique du film mince d'or, une loi de mélange volumique des duretés est utilisée de la façon suivante :

$$H_{eff-Au/Si} = \frac{H_{Au}V_{seg-Au} + H_{conf-Au}V_{cal-Au}}{V_{seg-Au} + V_{cal-Au}} \qquad 2.22$$

a) le volume du segment sphérique intersection de la demi-sphère de matière en déformation plastique qui se développerait dans un matériau massif avec le film est nommé V_{seg-Au}. Ce volume se déforme comme dans un massif et il est donc associé à H_{Au}, la dureté du film mince d'or (Figure 34).
b) Le volume de la calotte, noté V_{cal-Au}, est associé à une dureté $H_{conf-Au}$ qui correspond à l'effort supplémentaire pour déformer plastiquement la matière dans une zone confinée (Figure 34). Cette valeur n'est pas connue. Pour simplifier l'écriture du problème, le paramètre α est introduit de telle façon que cette dureté $H_{conf-Au}$ soit proportionnelle à H_{Au}.

$$H_{conf-Au} = \alpha H_{Au} \qquad 2.23$$

La même définition de l'ISE que pour le modèle R&I est ici utilisée afin d'être cohérent avec leur approche et les modèles de dureté basés sur des lois de mélange. Le modèle de confinement associé à celui de l'ISE est utilisé pour interpréter les mesures expérimentales effectuées sur le

film d'or déposé sur silicium. La dureté effective mesurée $H_{eff\text{-}Au}$ s'exprime donc sous la forme suivante :

$$H_{Au} = H_{0-Au} + \frac{B_{Au}}{h} \qquad 2.24$$

$$H_{eff-Au/Si} = \left(H_{0-Au} + \frac{B_{Au}}{h}\right)\left(\frac{V_{seg-Au} + \alpha V_{cal-Au}}{V_{seg-Au} + V_{cal-Au}}\right) \qquad 2.25$$

Le volume de déformation plastique de l'or est alors décrit comme la somme du volume segment sphérique ($V_{seg\text{-}Au}$), intersection de $V_{massif\text{-}Au}$ avec le film d'or, et du volume de la calotte ($V_{cal\text{-}Au}$), intersection de $V_{massif\text{-}Au}$ avec le substrat, pondéré par un coefficient de confinement α défini (2.27) et décrit Figure 34 :

$$V_{massif-Au} = V_{seg-Au} + V_{cal-Au} \qquad 2.26$$

$$V_{conf-Au} = V_{seg-Au} + \alpha V_{cal-Au} \qquad 2.27$$

Aux enfoncements atteints durant cette étude, le noyau hydrostatique ne rejoint jamais le silicium. On considère donc que les contraintes n'y sont jamais supérieures à H_{Au} et qu'il est ainsi toujours en régime élastique car sa limite élastique n'est jamais atteinte.

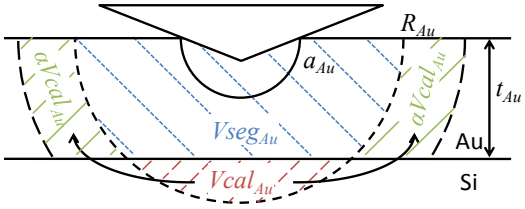


Figure 34 : Modèle de confinement de la zone plastique.

Cette relation permet bien, pour de faibles enfoncements (pas de confinement : $V_{cal\text{-}Au} = 0$), de retrouver la dureté de l'or ($H_{eff\text{-}Au/Si} = H_{Au}$), puis lorsque la zone de déformation plastique de l'or atteint le substrat de décrire une augmentation de la dureté ($H_{eff\text{-}Au/Si} > H_{Au}$ avec un coefficient $\alpha > 1$).

2.3.2.2 Modèle multicouches : films minces d'or traités en surface

En ce qui concerne les empilements plus complexes (revêtements de ruthénium et implantations ioniques), la loi de mélange volumique initialement proposée par Sargent [Sargent (1986)] est utilisée. La dureté composite (H_{mel}) est alors égale aux duretés intrinsèques de chaque matériau déformé plastiquement pondérées par les volumes en déformation plastique des deux couches. Soit, pour le cas du revêtement de ruthénium :

$$H_{eff-Ru/Au/Si} = \frac{H_{Au}V_{Au} + H_{Ru}V_{Ru}}{V_{Au} + V_{Ru}} \qquad 2.28$$

Le volume en déformation plastique de chaque matériau étant simplement défini par l'intersection de la frontière entre les films et la zone hémisphérique de Johnson calculée avec les paramètres de chaque matériau (Figure 35).

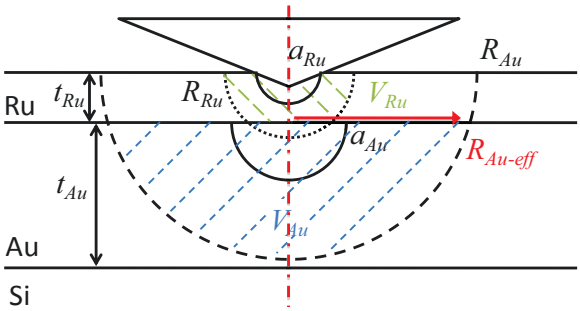


Figure 35 : Loi de mélange volumique et position du noyau hydrostatique effectif dans l'or.

En ce qui concerne l'empilement complet avec le ruthénium, la loi de mélange doit prendre en compte les effets d'ISE du ruthénium, les effets d'ISE de l'or et l'expression de la dureté confinée de l'or, sous la forme :

$$H_{eff-Ru/Au} = \frac{\left(H_{0-Au} + \frac{B_{Au}}{h}\right)\left(V_{seg-Au} + aV_{cal-Au}\right) + \left(H_{0-Ru} + \frac{B_{Ru}}{h}\right)V_{seg-Ru}}{V_{seg-Au} + V_{cal-Au} + V_{seg-Ru}} \qquad 2.29$$

Pour le cas des implantations ioniques, il suffit de remplacer les paramètres du ruthénium. Ainsi, deux modèles analytiques sont disponibles pour extraire la dureté intrinsèque de l'or, du ruthénium et des couches implantées.

3 Extraction de la dureté intrinsèque

Une première analyse est effectuée sur l'échantillon Au pour extraire sa dureté intrinsèque. Les paramètres de confinement α et d'effet de taille B_{Au} pour le modèle de cavité étendue, β_f et B_f pour le modèle R&I sont également déterminés. L'ensemble de ces paramètres est appliqué à la couche d'or pur sous-jacente dans le cas des systèmes multicouches des revêtements ultrafins de ruthénium et des couches implantées pour extraire leur dureté intrinsèque. Les résultats sont comparés et confrontés à une approche expérimentale.

3.1 Film mince d'or sur substrat silicium

Les résultats expérimentaux de nano-indentation de l'échantillon Au sont traités avec les deux modèles présentés précédemment.

3.1.1 Modèle de Rahmoun et Iost

Le modèle R&I est appliqué sur ce système bi-couche. L'épaisseur du film d'or ($t_f = 1$ µm) et la dureté du substrat en silicium ($H_s = 10$ GPa) sont connus. Les quatre autres paramètres ($H_{0,f}$, B_f, β_f et B_s) sont ajustés de telle façon à ce que la somme des moindres carrés entre le modèle et les points expérimentaux soit la plus faible possible (entre 20 et 350 nm d'enfoncement). Les barres d'erreur sur les points expérimentaux correspondent à l'écart type des 64 mesures. Les résultats ainsi obtenus correspondent à la courbe A (Figure 36 et Tableau 5).

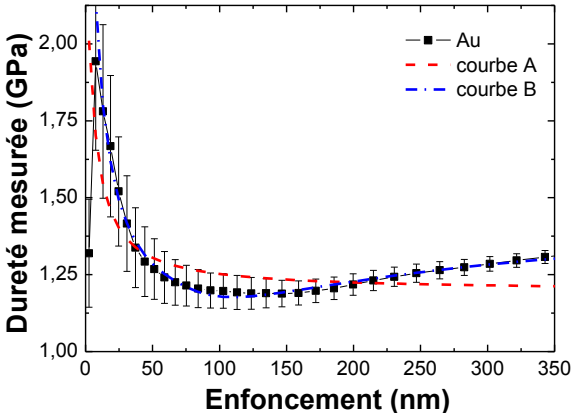


Figure 36 : Dureté mesurée par nano-indentation Berkovich du film mince d'or (1 µm) sur substrat silicium en fonction de l'enfoncement. Ajustement des points expérimentaux avec le modèle de Rahmoun & Iost.

Les inflexions des points expérimentaux ne sont pas fidèlement suivies par la courbe A. L'hypothèse du modèle de cavité étendue est appliquée ici (Figure 37) : c'est-à-dire que le substrat est en déformation élastique et donc que le volume de déformation plastique est confiné dans le film d'or. Les paramètres du film mince correspondent à la partie de l'or qui se déforme comme dans le cas d'un massif. Les paramètres du substrat sont associés au film mince en déformation plastique confinée (Tableau 5). Afin de représenter ce phénomène avec le modèle R&I, l'épaisseur du film d'or est un paramètre ajustable et le paramètre d'ISE du substrat est alors fixé à 0 car il s'agit de la déformation du même matériau (la déformation du film mince d'or est continue). La valeur de la dureté du substrat ($H_{0,s}$) est libre. La courbe B est ainsi obtenue avec un meilleur ajustement aux données expérimentales que pour la courbe A (Figure 36). La dureté intrinsèque du film mince d'or est de 1,03 GPa et celle du film mince d'or en déformation plastique confinée est de 1,45 GPa.

Paramètres \ courbes	A	B
$H_{0,f}$ (GPa)	1,18	1,03
B_f (GPa.nm)	9,16	15,6
β_f (-)	0-0,71	1
t_f (nm)	1000 (fixé)	512
$H_{0,s}$ (GPa)	10 (fixé)	1,45
B_s (GPa.nm)	0	0 (fixé)
Somme des moindres carrés entre 20 et 350 nm	0,115	0,0046

Tableau 5 : Paramètres du modèle de dureté bi-couches de Rahmoun et Iost pour ajuster les mesures de dureté sur l'empilement du film mince d'or sur un substrat silicium.

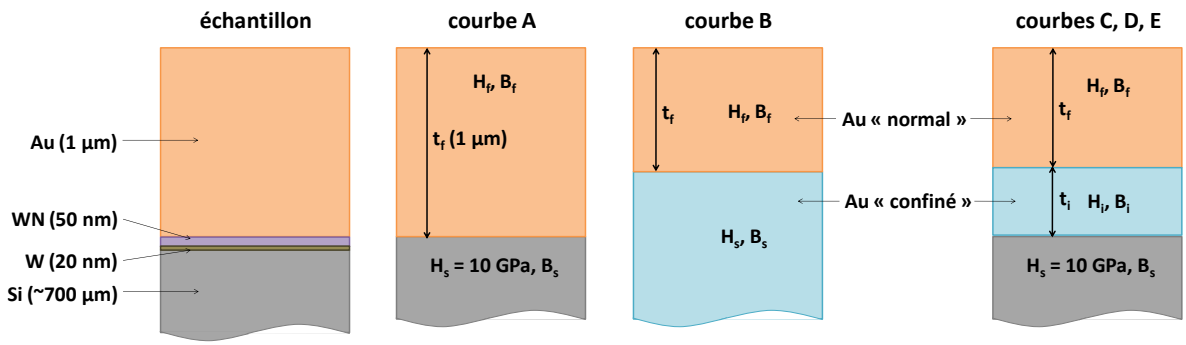


Figure 37 : Représentation schématique de l'empilement du film mince d'or sur silicium (échantillon) et de ses approximations lors de la modélisation (courbes A à E).

Le modèle tri-couche est également employé afin de prendre en compte la partie du film mince d'or qui se déforme comme dans un massif (d'épaisseur t_f), celle en déformation confinée (d'épaisseur t_i), et le substrat en silicium (Figure 37). L'épaisseur du film d'or est d'un micromètre et elle doit être égale à la somme de t_i et t_f. De plus, le coefficient d'effet de taille de la couche intermédiaire (B_i) est nul car il s'agit en réalité de la déformation du même film. Les paramètres obtenus après ajustement sont dans le Tableau 6. Les courbes C, D et E sont superposées à la B, avec un ajustement optimisé lorsque t_f est compris entre 100 et 500 nm.

Paramètres \ courbes	C	D	E
$H_{0,f}$ (GPa)	1,05	1,05	1,05
B_f (GPa.nm)	14	14,1	14,2
β_f (-)	0,96	0,80	0,01
t_f (nm) avec (t_f+t_i=1000)	500	300	100
$H_{0,i}$ (GPa)	1,48	1,48	1,47
B_i (GPa.nm)	0 (fixé)	0 (fixé)	0 (fixé)
β_i (-)	0 - 0,45	0 - 0,7	0 - 0,8
t_i (nm) avec (t_f+t_i=1000)	500	700	900
Somme des moindres carrés entre 20 et 350 nm	0,0036	0,0036	0,0035

Tableau 6 : Paramètres du modèle de dureté tri-couche de Rahmoun et Iost pour ajuster les mesures de dureté sur l'empilement du film mince d'or sur un substrat silicium avec comme conditions : la somme des épaisseurs des films supérieur et intermédiaire est égale à 1000 nm. La dureté du substrat sous-jacent est de 10 GPa.

Pour obtenir cet ajustement optimum, les couples de paramètres t_f - β_f et t_i - β_i sont modifiés de telle façon à ce que l'aire du substrat (A_s) soit toujours nulle. Pour les courbes C, D et E, la dureté intrinsèque du film supérieur est de 1,05 GPa et celle de la couche intermédiaire de 1,48 GPa. De même, le coefficient d'effet de taille du film supérieur est de 14 GPa.nm. Dans notre étude, les indentations sont de 350 nm de profondeur et donc, sans déformation plastique du substrat. L'épaisseur du film supérieur est arbitrairement fixée à 300 nm et donc les paramètres de la courbe D son utilisés pour l'ajustement des empilements de ruthénium sur le film mince d'or pur et pour les implantations ioniques.

3.1.2 Modèle à cavité étendue

Dans le cas de l'échantillon Au, les modèles de confinement et d'effet de taille sont utilisés. Le paramètre d'ISE permet d'ajuster la diminution de la dureté effective mesurée expérimentalement aux faibles enfoncements alors que le coefficient de confinement permet de l'ajuster aux forts enfoncements. Les deux paramètres sont ajustés simultanément par minimisation aux moindres carrés entre 20 et 350 nm d'enfoncement (Figure 38). La dureté $H_{0\text{-}Au}$ de l'or obtenue est de 1,05 GPa, avec le paramètre d'ISE égal à 11 GPa.nm et le coefficient de confinement égal à 1,39.

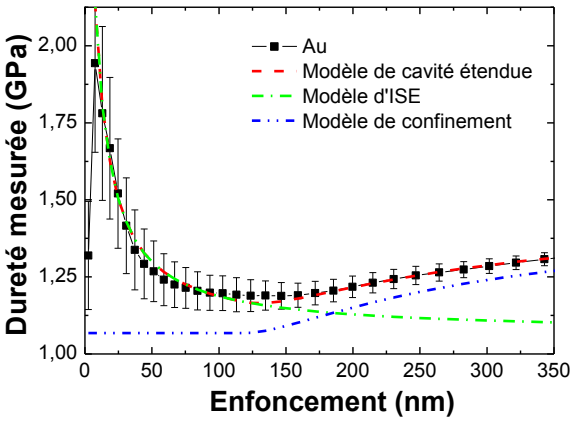


Figure 38 : Dureté mesurée de l'empilement d'or (1µm) sur substrat silicium avec ses modèles d'ISE (K_{Au} = 10,6 GPa.nm) et de confinement (α = 1,39). La dureté de l'or ainsi modélisée est de 1,05 GPa.

Ces paramètres sont utilisés pour déterminer la dureté des films ultra minces de ruthénium. Figure 38, la contribution de l'ISE et du confinement à la dureté effective ainsi que le comportement correspondant au modèle complet sont représentés et comparés aux données expérimentales. La valeur de dureté intrinsèque extraite est toujours inférieure aux données expérimentales.

3.1.3 Bilan

Quel que soit le modèle utilisé, la dureté intrinsèque du film mince d'or est de 1,05 GPa. Les coefficients d'effet de taille sont également similaires. Pour optimiser l'ajustement des données expérimentales avec le modèle R&I, il ne faut pas se contenter d'employer un système film mince sur substrat. Il est nécessaire d'utiliser une troisième couche pour prendre en compte le confinement de la déformation plastique du film mince d'or. Les paramètres à ajuster sont : $H_{0\text{-}f}$, B_f, β_f, t_f et $H_{0\text{-}i}$. Le paramètre B_f permet d'ajuster la courbe dans les profondeurs inférieures à 100 nm (10% d'enfoncement). Les paramètres β_f et t_f sont ajustés afin de déterminer le point de changement de pente des données expérimentales autour de 100 nm. $H_{0\text{-}f}$ est la dureté intrinsèque du film d'or (1,05 GPa) et $H_{0\text{-}i}$ correspond à la dureté du film confiné (1,48 GPa). Avec le nouveau modèle proposé, la profondeur à partir de laquelle le phénomène de confinement intervient est déterminée à partir de l'équation 2.18. Seul trois paramètres sont ajustés. La dureté intrinsèque de l'or est de 1,05 GPa et le coefficient d'ISE est de 11 GPa.nm. Le coefficient α de confinement est de 1,39. Dans le modèle proposé, le produit de α par la dureté intrinsèque de l'or correspond à la dureté confinée ($H_{conf\text{-}Au} = H_{0\text{-}Au} \times \alpha = 1{,}45$ GPa). Avec ces 2 modèles basés sur des lois de mélange différentes (volume et aire), les meilleures solutions d'ajustement aboutissent à des valeurs de dureté similaires.

Modèles \ Paramètres	$H_{0\text{-}Au}$ (GPa)	B_{Au} (GPa.nm)	$H_{conf\text{-}Au}$ (GPa)	Nombres de paramètres ajustables
Rahmoun&Iost	1,05	14	1,48	6
Cavité étendue	1,05	11	1,45	3
Bückle	1,14	N/A	N/A	0

Tableau 7 : Dureté intrinsèque, paramètre d'effet de taille et dureté confinée extraites par le modèle de Rahmoun & Iost et le modèle proposé. La dureté extraite à 10% d'enfoncement est également donnée à titre indicatif (Bückle).

3.2 Films ultrafins de ruthénium sur or

Sur l'observation MEB (Figure 39) des empreintes résiduelles après indentation Berkovich, la présence de fissures à l'intérieur de l'empreinte est observée. Les fissures apparaissent le long des joints de grain du film mince de ruthénium. De plus, les fissures sont plus claires que le film mince de ruthénium. Il est possible qu'il s'agisse d'extrusion d'or qui remplisse les fissures. L'or ayant une masse atomique supérieure à celle du ruthénium, sa brillance sur l'image MEB est plus élevée. Pour le modèle R&I, la déformation du ruthénium en fissure est prise en compte (partie 2.3.1).

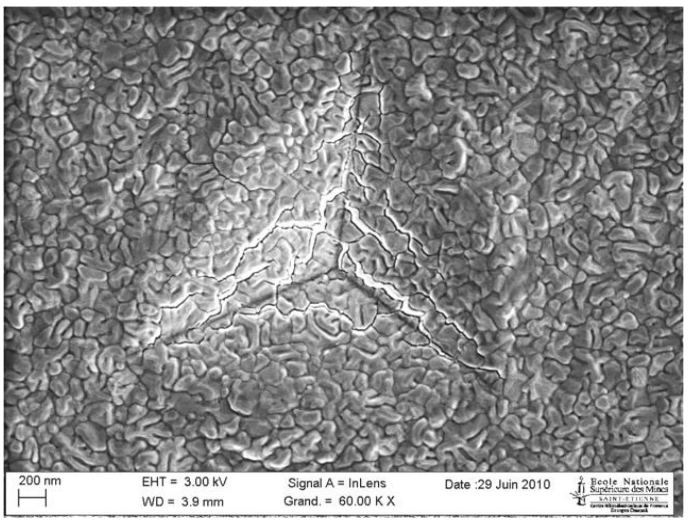


Figure 39 : Observation MEB de la surface de l'échantillon ruthénium (100 nm) / or (1 µm) après indentation Berkovich à une profondeur de 350 nm (mode CSM).

3.2.1 Modèle de Rahmoun et Iost

Les données expérimentales sont ajustées par minimisation des moindres carrées entre 20 et 350 nm d'enfoncement avec deux approches. Soit, chaque courbe est ajustée séparément. Soit la dureté intrinsèque du film mince de ruthénium est la même pour les trois épaisseurs (20,50 et 100 nm). Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 8.

Paramètres \ courbes	F	G	H	I	J	K
$H_{0,f}$ (GPa)	8,30	8,66	7,45		8,35	
B_f (GPa.nm)	142,5	91	124,3	141	102,4	90,1
β_f (-)		1			1	
t_f (nm)	100	50	20	100	50	20
Somme des moindres carrés entre 20 et 350 nm	0,042	0,021	0,023	0,043	0,027	0,030

Tableau 8 : Paramètres du modèle de dureté tri-couche de Rahmoun et Iost pour ajuster les mesures de dureté sur les empilements de ruthénium sur film mince d'or avec comme conditions : le film mince d'or est divisé en deux parties dont la somme des épaisseurs est de 1000 nm et $H_{0,i}$ = 1,05 GPa, B_i = 14,1 GPa.nm, β_i = 0,8, t_i = 300 nm, $H_{0,s}$ = 1,48 GPa.

Les résultats obtenus avec les deux méthodes d'ajustement sont similaires en termes de dureté intrinsèque du ruthénium et en sommes des moindres carrés. Les courbes expérimentales sont fidèlement ajustées par les courbes F à K (Figure 40).

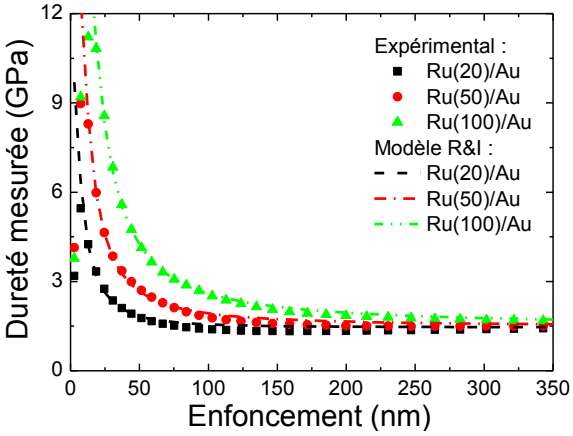


Figure 40 : Duretés mesurées des empilements de ruthénium (20, 50 ou 100 nm) sur l'or (1 µm) ajustées avec le modèle R&I (courbes F à K).

La dureté intrinsèque du film mince de ruthénium est de 8,35 GPa +/- 10%. Le coefficient β_f est égal à 1, ce qui indique que le film de ruthénium n'est pas écroui pendant l'indentation. Les paramètres B_s et β_s n'interviennent pas dans les formules de calcul d'aires. Les différentes combinaisons possibles pour le film d'or présentées Tableau 6 sont également utilisées. La dureté intrinsèque du film de ruthénium varie de moins de 2%.

3.2.2 Modèle à cavité étendue

Par rapport à l'analyse précédente, la loi de mélange des duretés ainsi que l'ISE du ruthénium sont pris en compte, les paramètres de dureté et d'ISE de l'or étant ceux déterminés précédemment. Les données expérimentales sont ajustées séparément ou avec une unique valeur de dureté intrinsèque du film de ruthénium. Les résultats sont obtenus par minimisation aux moindres carrés pour des profondeurs d'enfoncement supérieures à 20 nm (Tableau 9).

Paramètres \ courbes	L	M	N	O	P	Q
$H_{0\text{-}Ru}$ (GPa)	14,3	15,5	13	14,5		
B_{Ru} (GPa.nm)	10	22	80	6	35	68
t_f (nm)	100	50	20	100	50	20
Somme des moindres carrés entre 20 et 350 nm	0,063	0,018	0,046	0,062	0,073	0,079

Tableau 9 : Duretés, coefficients d'ISE et de confinement du ruthénium et de l'or.

Avec ces deux méthodes, la dureté intrinsèque du ruthénium est de 14,4 GPa +/- 10% et les effets de taille augmentent avec la diminution de l'épaisseur de 100 à 20 nm. Dans les deux cas,

l'ajustement des paramètres du modèle avec les données expérimentales est très bon (Figure 41).

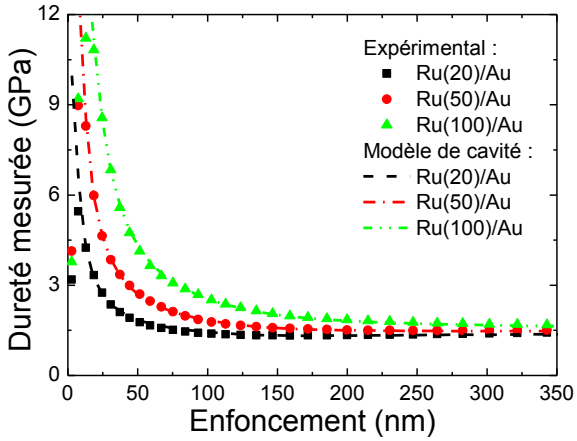


Figure 41 : Duretés mesurées des empilements de ruthénium (20, 50 ou 100 nm) sur l'or (1 µm) sur substrat silicium avec le modèle de confinement de l'or, l'ISE de l'or, la loi de mélange des duretés et l'ISE du ruthénium.

3.2.3 Bilan

L'extraction des valeurs de dureté et d'ISE de films ultra minces de 20, 50 et 100 nm de ruthénium déposés sur l'or est effectuée à l'aide de deux modèles analytiques de dureté multicouches basés sur une loi de mélange des duretés volumique et surfacique prenant en compte les effets d'ISE et de confinement du film d'or sous jacent. D'après la littérature, la dureté intrinsèque du ruthénium est de 15,4 GPa [Lee et al. (2006)].

Les coefficients d'ISE des films ultraminces de ruthénium extraits avec le modèle R&I sont très élevés en comparaison de celui du film d'or. Cela explique en partie que la dureté intrinsèque du ruthénium avec ce modèle soit faible (pratiquement deux fois plus faible que la dureté du ruthénium de la littérature). A faible enfoncement, l'ISE et la loi de mélange des duretés ont un fort impact sur le modèle. Il est donc difficile de décorréler les deux effets.

Avec le modèle de cavité étendue, la dureté intrinsèque du ruthénium extraite est similaire à celle de la littérature. A titre indicatif, la dureté mesurée est de 10,9 GPa à 20 nm d'enfoncement dans l'échantillon Ru(100 nm)/Au (Bückle* dans le Tableau 10).

Modèles \ Paramètres	$H_{0\text{-}Ru}$ (GPa)	B_{Ru} (GPa.nm) t_{Ru} (nm)			Nombres de paramètres ajustables
		100	50	20	
Rahmoun&Iost	8,35	141	102,4	90,1	7
Cavité étendue	14,4	6	35	65	4
Bückle*	10,9*	N/A	N/A	N/A	0

*Tableau 10 : Dureté intrinsèque et paramètre d'effet de taille du multicouche ruthénium / or / silicium extraite par le modèle de Rahmoun & Iost et le modèle de cavité étendue. *La dureté extraite à 20% d'enfoncement est également donnée à titre indicatif pour une épaisseur de ruthénium de 100 nm seulement (Bückle*).*

L'ajustement des données expérimentales est également effectué en laissant le coefficient d'ISE de l'or (B_{Au}) libre. La dureté intrinsèque du film de ruthénium ne varie que de 1%.

Les valeurs de dureté intrinsèque extraites de 1,05 GPa pour l'or et 14,4 GPa pour le ruthénium sont cohérentes avec la littérature. La démarche d'analyse des résultats ne permet pas d'évaluer les modifications d'ISE de l'or induites par le dépôt de ruthénium. Ce modèle reste cependant simple à utiliser et permet d'apprécier la contribution de la dureté intrinsèque, de l'ISE et du confinement à la valeur de dureté effective mesurée.

3.3 Implantation ionique sur film mince d'or

3.3.1 Données brutes

Les duretés mesurées des films d'or après implantation ionique sont présentées Figure 42. La dureté mesurée de l'or implanté avec du bore est systématiquement supérieure à celle de l'or pur. Plus la dose de bore est importante, plus la dureté mesurée est élevée. Par contre, pour les implantations d'azote, la dureté mesurée augmente avec la dose (jusqu'à 0,1%) puis diminue.

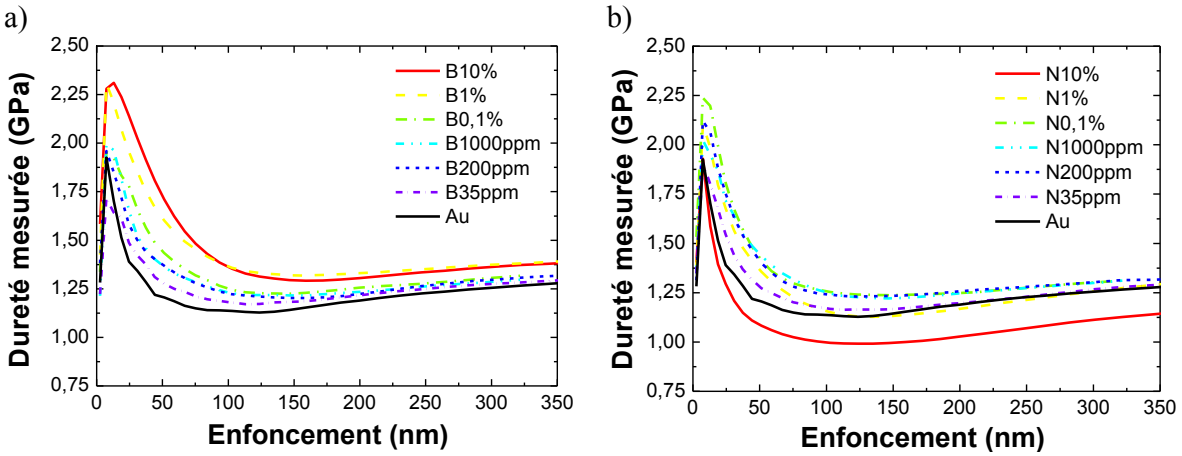


Figure 42 : Dureté mesurée en nano-indentation Berkovich (GPa) en fonction de l'enfoncement dans un film mince d'or (1 µm) ayant subi des implantations ioniques de bore à 90 keV ou d'azote à 130 keV à différentes dose (at/cm^2).

La dureté mesurée est fortement influencée aux faibles profondeurs par l'implantation. Par rapport au cas initial d'un film mince d'or pur, il faut ici prendre en compte une couche d'or implantée de 200 nm sur une couche d'or « pur » de 800 nm sur un substrat silicium. Le gain en dureté (G) est calculé à partir de l'équation 2.30 :

$$G_i = \frac{H_{0-i} - H_{0-Au}}{H_{0-Au}} \times 100 \qquad 2.30$$

où i indique l'espèce chimique implantée.

Le gain en dureté peut également être tracé en fonction de l'enfoncement (Figure 43). D'après l'approximation de Bückle [Bückle (1959)], la dureté intrinsèque de la couche implantée peut être extraite à un enfoncement correspondant à 10% de son épaisseur, soit 20 nm. Cependant, pour les implantations ioniques de bore, il semble que le gain en dureté maximum soit observé entre 25 et 50 nm. Il ne s'agit pas ici d'un système multicouche « classique ». L'hypothèse la plus probable est que le profil de concentration d'espèce chimique (bore ou azote) implique un gradient de propriété mécanique.

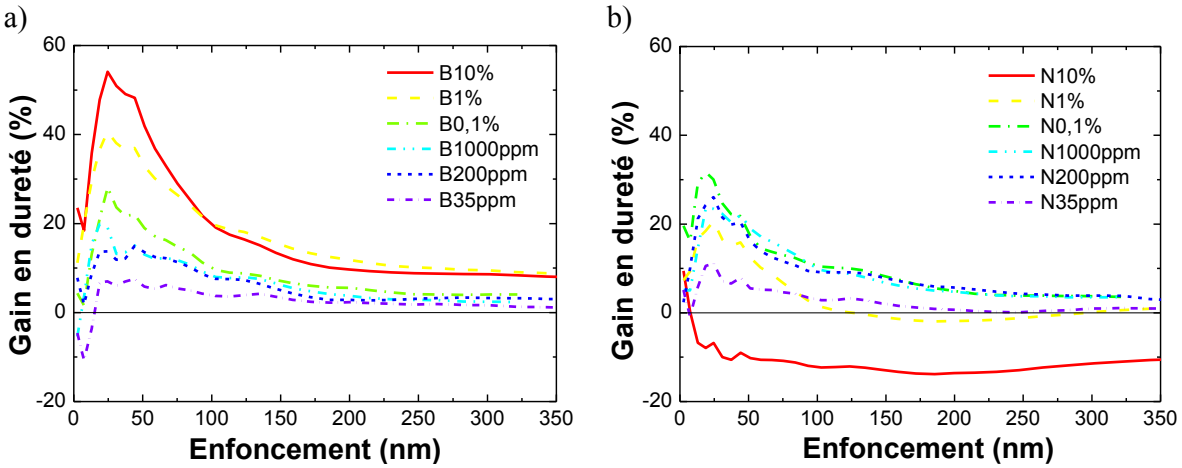


Figure 43 : Gain en dureté mesurée en nano-indentation Berkovich (GPa) en fonction de l'enfoncement dans un film mince d'or (1 µm) ayant subi des implantations ioniques de bore à 90 keV ou d'azote à 130 keV à différentes doses (at/cm^2).

Le gain en dureté dit Bückle est mesuré à 20 nm d'enfoncement, et également les gains en dureté maximal et minimal compris entre 25 et 50 nm sont mesurés. Les résultats sont présentés dans la Figure 44. Les tendances décrites par ces trois paramètres expérimentaux sont semblables. Seules les valeurs diffèrent de 10 à 15%. Avec l'augmentation de la concentration de bore, le gain en dureté augmente. Avec l'azote, le gain en dureté augmente jusqu'à une concentration de 0,1 % at, puis le gain en dureté diminue.

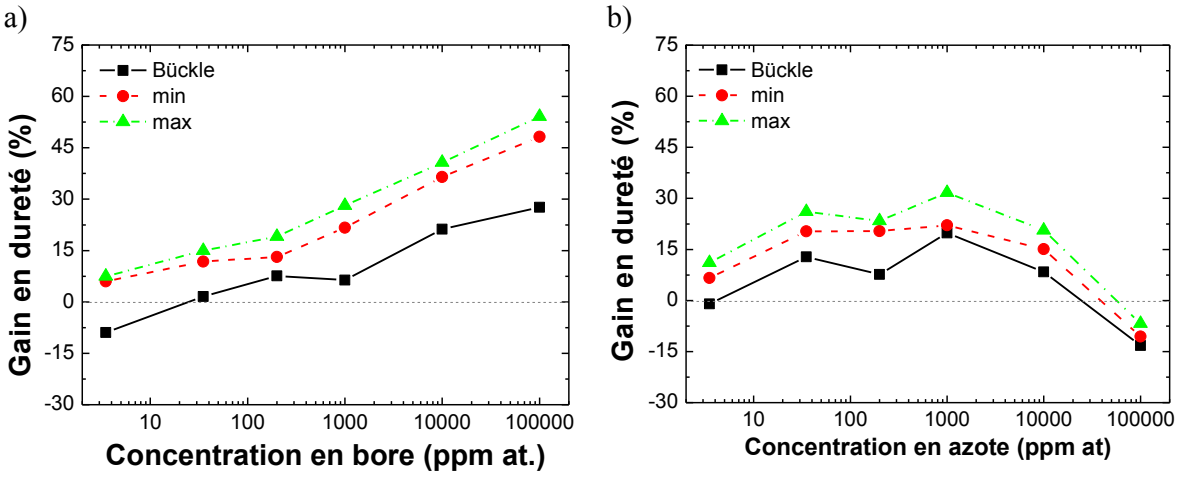


Figure 44 : gain en dureté mesurée à 20 nm d'enfoncement, et gain maximal et minimal mesurés entre 25 et 50 nm d'enfoncement à différentes concentrations de bore (G_B) et d'azote (G_N) dans le film mince d'or.

Avec ces nouveaux paramètres expérimentaux, une fourchette expérimentale de détermination du gain en dureté apporté par l'implantation ionique est déterminée (Bückle pour une limite inférieure et le gain maximum mesuré entre 25 et 50 nm d'enfoncement pour une

limite supérieure), et elle est comparée aux valeurs extraites par les modèles R&I et de cavité étendue.

3.3.2 Extraction de la dureté intrinsèque

Les variations de dureté observées sont significatives. Dans cette partie, le modèle R&I est utilisé pour extraire la dureté intrinsèque des couches d'or implantées. Les résultats sont récapitulés dans le Tableau 11.

Concentration (ppm at)	$H_{0\text{-}B}$ (GPa)	B_B (Gpa.nm)	G_B (%)	$H_{0\text{-}N}$ (GPa)	B_N (GPa.nm)	G_N (%)
100000 (10%)	1,30	27,3	+24,1	0,87	13,4	-16,9
10000 (1%)	1,37	18,6	+30,8	0,96	23,3	-7,9
1000 (0,1%)	1,13	20,4	+7,9	1,04	24,1	-0,6
200	1,09	17,4	+3,9	1,19	17,2	+13,3
35	1,10	15,6	+5,3	1,11	20,2	+6,1
3,5	1,06	13,8	+1,5	1,03	16,1	-2

Tableau 11 : Dureté intrinsèque, coefficient d'ISE et gain en dureté extraits à partir du modèle de dureté multicouche de Rahmoun & Iost à différentes concentrations de bore ($H_{0\text{-}B}$, B_B et G_B) et d'azote ($H_{0\text{-}N}$, B_N et G_N) dans le film mince d'or.

Le même travail est effectué avec le modèle de cavité étendue (Tableau 12). Les mêmes tendances sont observées sauf que les gains en dureté sont plus élevés. Pour exemple, le gain en dureté maximum pour une concentration de 1 % atomique de bore est de 69,8 %.

Concentration (ppm at.)	$H_{0\text{-}B}$ (GPa)	B_B (GPa.nm)	G_B (%)	$H_{0\text{-}N}$ (GPa)	B_N (GPa.nm)	G_N (%)
100000 (10%)	1,77	12,8	+65,7	0,78	15,8	-26,8
10000 (1%)	1,82	4	+69,8	0,97	23,6	-9,8
1000 (0,1%)	1,33	13,9	+26,6	1,22	18,4	+14,1
200	1,25	11,8	+19	1,27	14,9	+18,6
35	1,27	9,7	+20,7	1,22	16,8	+13,7
3,5	1,11	11,7	+6	1,05	15,6	0

Tableau 12 : Dureté intrinsèque, coefficient d'ISE et gain en dureté extraits à partir du modèle de cavité étendue à différentes concentrations de bore ($H_{0\text{-}B}$, B_B et G_B) et d'azote ($H_{0\text{-}N}$, B_N et G_N) dans le film mince d'or.

Le gain en dureté en fonction de la concentration en bore et azote extrait à partir des données expérimentales et des modèles de dureté multicouche R&I et de cavité étendue est présenté Figure 45. Quelle que soit l'approche utilisée, les tendances sont similaires. L'augmentation de la concentration de bore augmente la dureté intrinsèque jusqu'à atteindre un plateau au-delà

d'une concentration de 1% at. En augmentant la concentration d'azote jusqu'à quelques centaines de ppm at, la dureté intrinsèque augmente. Au-delà de cette limite, la dureté intrinsèque diminue.

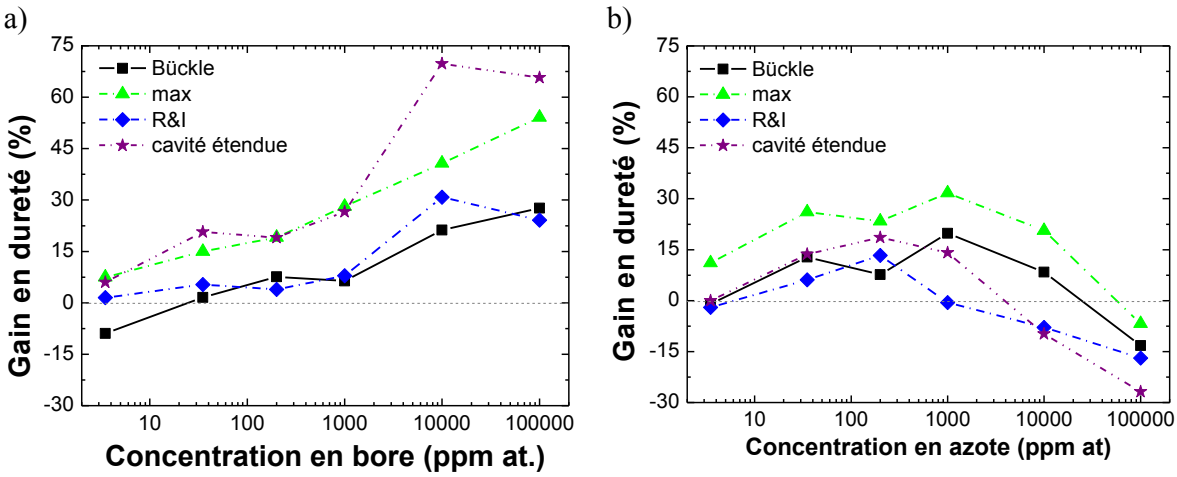


Figure 45 : Extraction du gain en dureté en fonction de la concentration en bore et azote avec l'approximation de Bückle, et les modèles de dureté multicouche de Rahmoun & Iost et de cavité étendue.

3.3.3 Bilan

Le gain en dureté extrait à partir du modèle R&I est voisin de celui de l'approximation de Bückle, qui correspond à notre fourchette minimale du gain en dureté expérimental. Comme dans le cas du système multicouche de ruthénium sur or, les duretés intrinsèques extraites à partir du modèle de R&I sont inférieures à celles extraites à partir du modèle de cavité étendue. Et les valeurs extraites par le modèle de cavité étendue sont alors plus proches de celle de la littérature. Donc, pour la suite de l'étude, les valeurs de dureté intrinsèque extraite par le modèle de cavité étendue sont utilisées.

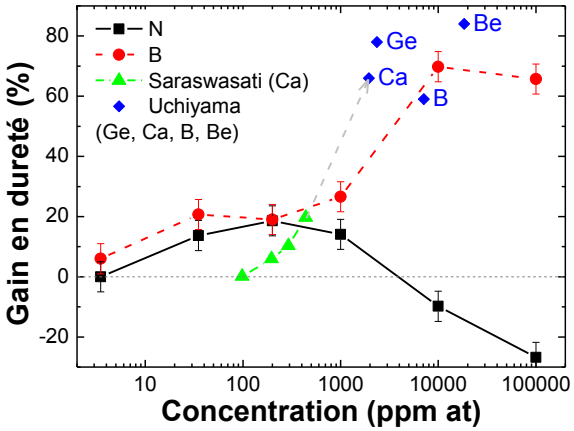


Figure 46 : Extraction du gain en dureté en fonction de la concentration en bore et azote avec le modèle de cavité étendue, et des données de références des études de Sarawasati et Uchiyama sur le calcium, le bore, le germanium et le béryllium.

Le gain en dureté extrait avec le modèle de cavité étendue en fonction des concentrations de bore et d'azote est représenté Figure 46 avec des données de références présentées dans le chapitre 1. Par rapport à notre étude, un point de comparaison pour le bore avec une concentration de 7120 ppm at et un gain en dureté de 58% est proposé par Uchiyama [Uchiyama (1995)] (Figure 46). Cette donnée s'inscrit bien dans l'évolution du gain en dureté de l'or avec l'augmentation de la concentration de bore. En connaissance des autres résultats d'Uchiyama, il est intéressant d'utiliser d'autres espèces telles que le calcium, le germanium et le béryllium.

4 Conclusions

L'implantation ionique permet d'augmenter la dureté du film mince d'or pur (5N). Par exemple, une dose de bore de 7,4x10^{17}at/cm^2 à une énergie de 90 keV, soit une concentration atomique de 10%, la dureté augmente de 65,7%. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer une telle augmentation. L'incorporation d'ions énergétiques dans un matériau cristallin est complexe et met en jeu plusieurs phénomènes :

1. déformation du réseau cristallin : génération de zones amorphes, de dislocations, de lacunes, ions implantés et atomes du réseau cristallin en position interstitielle
2. ions implantés en position substitutionnelle : aléatoire, ordonné, regroupement
3. restauration et recristallisation (échauffement au cours de l'implantation)

Une analyse complète de la microstructure des films minces d'or après implantation ionique est effectuée dans la partie 3.3.3. A partir de la mesure de largeur de la raie {222}, les qualités du réseau cristallin du film mince d'or pur après dépôt et après un recuit de 300°C pendant 3 heures, après l'implantation ionique de bore ou d'azote à des concentrations atomiques comprises entre 0,1 et 10% sont comparées (Figure 47). Pour le film mince d'or pur, pour l'implantation ionique d'azote pour toutes les concentrations et celle de bore uniquement pour 0,1% at, la dureté est proportionnelle à la largeur de raies. Plus le réseau cristallin est détérioré, plus la largeur de raies est élevée et plus la dureté est importante. En effet, la présence de défauts comme les dislocations augmente la limite d'élasticité. Donc, l'implantation de bore ou d'azote à une concentration de 0,1% at permet d'augmenter la dureté par la création de défauts.

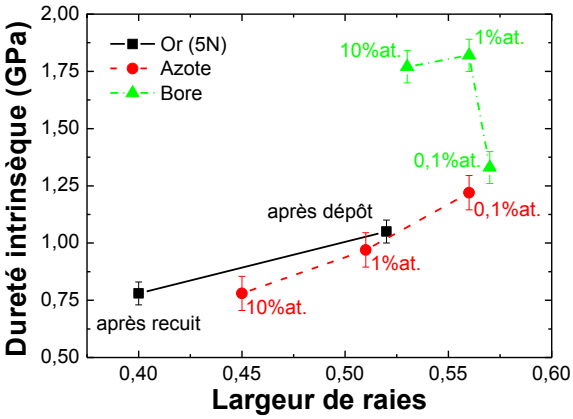


Figure 47 : Evolution de la dureté en fonction de la largeur de raies pour le film mince d'or pur après dépôt et implantation ionique de bore ou d'azote à des concentrations comprises entre 0,1 et 10% at. Pour le film mince d'or pur après dépôt, un recuit de 300°C pendant 3 heures est également effectué.

Lorsque la concentration en azote est supérieure à 0,1% at la dureté diminue, tout comme la largeur de raies. Cette guérison du réseau cristallin est due à un apport d'énergie thermique générée lors du procédé d'implantation ionique. La température peut atteindre 250°C. Cela entraine également une croissance de grain : la taille de grain augmente de 115 à 190 nm. Ces

deux phénomènes induisent une diminution importante de la dureté (Figure 48). La formation de nitrure d'or pour la concentration atomique maximale d'implantation de 10% est démontrée. Il ne semble pas que ces précipités aient un pouvoir durcissant sur le film mince d'or car, en prenant en compte l'augmentation de la taille de grain, la dureté mesurée pour une concentration atomique d'azote de 10% est inférieure à la prédiction du modèle d'Hall - Petch. Seule une fine précipitation entraine une augmentation de la dureté. Dans notre cas, il se peut que la taille des précipités de quelques dizaines de nanomètres de diamètre soit trop grande.

Pour une augmentation de la concentration atomique de bore de 1 à 10%, une diminution de largeur de raies est observée tout comme une augmentation de la taille de grains. De façon similaire au cas de l'implantation ionique d'azote, l'échauffement induit une augmentation de la taille de grain et une guérison du réseau cristallin induisant une diminution de la dureté.

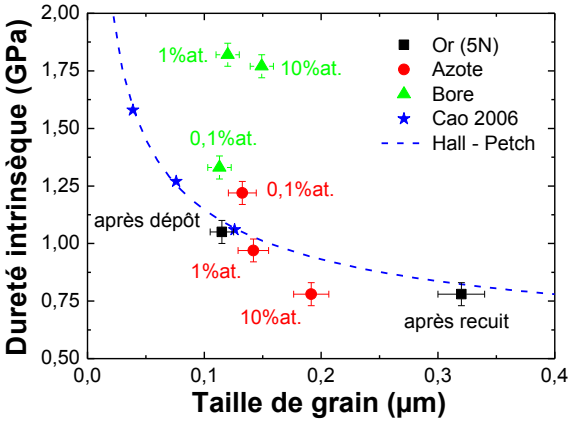


Figure 48 : Evolution de la dureté en fonction de la taille de grains pour le film mince d'or pur après dépôt et implantation ionique de bore ou d'azote. Les données expérimentales sont comparées à celles de Cao [Cao et al. (2006)] ajustée par le modèle de Hall - Petch.

Par contre, de 0,1 à 1% at de bore, un fort durcissement est mesuré. Ni la taille de grains, ni la largeur de raies n'évoluent. Le durcissement ne peut être dû à la génération de défauts dans le réseau cristallin ou à la diminution de la taille de grain. De plus, il s'agit du gain en dureté le plus important. La contrainte résiduelle passe d'une faible compression (-19 MPa) à une faible tension (+22 MPa). Cette augmentation de la contrainte en tension est due à la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique. Un nouveau mécanisme de durcissement doit entrer en compte :

- Il est possible que le bore forme des agglomérats (intragranulaires ou aux joints de grains). La mobilité des atomes de bore étant facilitée par l'augmentation de la température due au procédé d'implantation.
- De plus en plus d'atomes de bore sont en insertion. Il y a alors un durcissement par solution solide par insertion.

La dureté intrinsèque de la couche implantée est mesurée à partir du modèle de cavité étendue après un recuit de 300°C pendant 3 heures (Figure 48). Pour l'implantation ionique de bore, le recuit implique une diminution de la dureté sauf pour la concentration maximale en bore (10%at.). Par comparaison au film mince d'or pur ou avec des concentrations inférieures en bore après recuit, la largeur de raies et la contrainte résiduelle sont les plus élevées pour la concentration maximale en bore. Le durcissement effectué lors de l'implantation ionique est ici conservé.

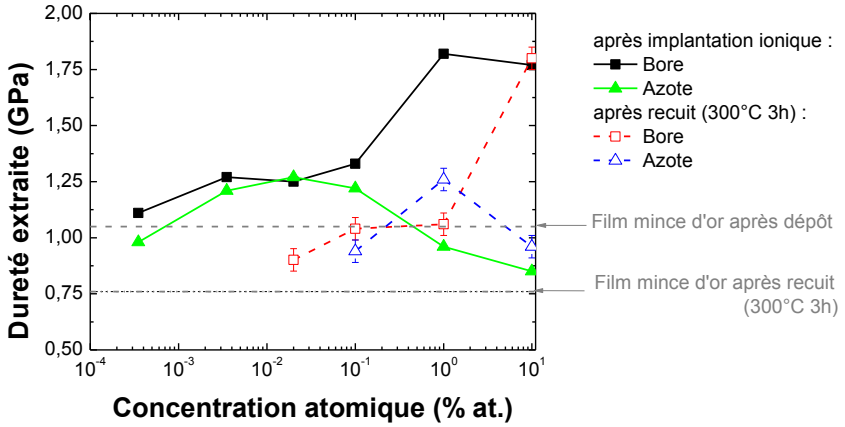


Figure 49 : Evolution de la dureté en fonction de la concentration de bore ou d'azote avant et après un recuit de 300°C pendant 3 heures.

Avant recuit, le gain en dureté par rapport au film mince d'or pur est identique pour une concentration atomique en bore de 1 et 10%. Après recuit, le gain en dureté est deux fois plus important pour une concentration atomique en bore de 10% que pour 1%. On peut supposer qu'après implantation ionique, le gain en dureté à 1% at de bore est dû aux défauts cristallins et à l'insertion. Par contre après recuit, seul l'insertion engendre un gain en dureté. De même, après implantation ionique à 10% at de bore le gain en dureté est seulement dû à l'insertion car la température atteinte lors du procédé d'implantation ionique est suffisante pour guérir ces défauts. Le phénomène d'insertion étant plus important avec l'augmentation de la dose, il est logique que le gain en dureté soit plus important pour une concentration atomique en bore de 10% que de 1%.

La mesure de la dureté intrinsèque du film mince d'or pur après recuit est cohérente avec celle mesurée après implantation ionique d'azote. Avec l'augmentation de la concentration en azote, une augmentation de la dureté est mesurée. Toutefois, lorsque cette concentration atomique dépasse 1%, la formation de précipités de nitrure d'or est rendue possible. Les atomes d'azote quittent le réseau cristallin de l'or minimisant ainsi le durcissement par solution solide par insertion. En effet, après recuit les mesures de dureté pour le bore ou l'azote sont très similaires lorsque la concentration atomique est inférieure ou égale à 1%.

L'utilisation du bore comme élément durcissant est donc très intéressant pour les applications micro-relais MEMS, car elle permet d'augmenter la dureté de façon significative, même après un recuit de 300°C pendant 3 heures. Dans le chapitre 4, la résistance de contact électrique de ces nouvelles surfaces est investiguée.

Bibliographie

[Antler et al. (1982)] Antler, M., C. Preece & E. Kaufmann (1982), 'The effect of boron implantation of the sliding wear and contact resistance of palladium, 60pd40ag, and a cunisn alloy', *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on* **5**(1), 81 – 85.

[B. Bhushan (1997)] B. Bhushan, X. Li (1997), 'Micromechanical and tribological characterization of doped single-crystal silicon and polysilicon films for microelectromechanical systems devices', *J. Mater. Res.* **12**(1).

[Bückle (1959)] Bückle, H. (1959), 'Progress in micro-indentation hardness testing', *International Materials Reviews* **4**(1), 49–100.

[Berasategui et al. (2004)] Berasategui, E. G., S. J. Bull & T. F. Page (2004), 'Mechanical modelling of multilayer optical coatings', *Thin Solid Films* **447-448**, 26 – 32. Proceedings of the 30th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films.

[Brieva et al. (2009)] Brieva, A. C., L. Alves, S. Krishnamurthy & L. Šiller (2009), 'Gold surface with gold nitride–a surface enhanced raman scattering active substrate', *Journal of Applied Physics* **105**(5), 054302.

[Bull (2005)] Bull, S J (2005), 'Nanoindentation of coatings', *Journal of Physics D: Applied Physics* **38**(24), R393.

[Cao et al. (2006)] Cao, Yifang, Seyed Allameh, Derek Nankivil, Steve Sethiaraj, Tom Otiti & Wole Soboyejo (2006), 'Nanoindentation measurements of the mechanical properties of polycrystalline au and ag thin films on silicon substrates: Effects of grain size and film thickness', *Materials Science and Engineering: A* **427**(1-2), 232 – 240.

[Cheng & Cheng (2004)] Cheng, Yang-Tse & Che-Min Cheng (2004), 'Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements', *Materials Science and Engineering: R: Reports* **44**(4-5), 91 – 149.

[Elliott (1965)]Elliott, R.P. (1965), 'Constitution of binary alloys', *McGraw-Hill, New York* .

[Fischer-Cripps (2004)] Fischer-Cripps, Anthony C. (2004), *Nanoindentation*.

[for Metals (1990)] for Metals, American Society (1990), *Metals Handbook*, Vol. Volume 2, ASM International.

[Gall et al. (2004)] Gall, Ken, Neil West, Kevin Spark, Martin L. Dunn & Dudley S. Finch (2004), 'Creep of thin film au on bimaterial au/si microcantilevers', *Acta Materialia* **52**(8), 2133 – 2146.

[Hodge et al. (1997)] Hodge, T.C., S.A. Bidstrup-Allen & P.A. Kohl (1997), 'Stresses in thin film metallization', *Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part A, IEEE Transactions on* **20 Issue:2**, 241 – 250.

[Jönsson & Hogmark (1984)] Jönsson, B. & S. Hogmark (1984), 'Hardness measurements of thin films', *Thin Solid Films* **114**(3), 257 – 269.

[Johnson (1995)] Johnson, K. L. (1995), 'Contact mechanics and the wear of metals', *Wear* **190**(2), 162 – 170.

[Krishnamurthy et al. (2004)] Krishnamurthy, S., M. Montalti, M. G. Wardle, M. J. Shaw, P. R. Briddon, K. Svensson, M. R. C. Hunt & L. SŠiller (2004), 'Nitrogen ion irradiation of au(110): Photoemission spectroscopy and possible crystal structures of gold nitride', *Phys. Rev. B* **70**, 045414.

[Lee et al. (2006)] Lee, Hyukjae, Ronald A Coutu, Shankar Mall & Kevin D Leedy (2006), 'Characterization of metal and metal alloy films as contact materials in mems switches', *Journal of Micromechanics and Microengineering* **16**(3), 557.

[Leech (1990)] Leech, P.W. (1990), 'The tribological properties of n2+ implanted auagcu alloy and palladium in sliding contact with gold electroplate', *Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Transactions on* **13**(2), 353–357.

[Loubet et al. (1993)] Loubet, J.-L., M Bauer, A Tonck, S Bec & B Gauthier-Manuel (1993), 'Nanoindentation with a surface force apparatus', *Mechanical Properties and Deformation Behavior of Materials Having Ultra-Fine Microstructures* pp. 429–447.

[Macherauch (1961)] Macherauch, E. & Müller, P. (1961), 'Effect of residual stresses on hydrogen permeation in iron', *Zeitschrift für angewandte Physik* **13**, 305–312.

[Mayadas & Shatzkes (1970)] Mayadas, A. F. & M. Shatzkes (1970), 'Electrical-resistivity model for polycrystalline films: the case of arbitrary reflection at external surfaces', *Phys. Rev. B* **1**(4), 1382–1389.

[Moffatt (1981)] Moffatt, W.G. (1981), 'The handbook of binary phase diagrams', *General Electric Corp.* .

[Nastasi et al. (1996)] Nastasi, Michael, James W. Mayer & James K. Hirvonen (1996), *Ion Solid Interactions: Fundamentals and applications*, University of Cambridge.

[Nix & Gao (1998)] Nix, William D. & Huajian Gao (1998), 'Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity', *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **46**(3), 411 – 425.

[Oliver & Pharr (1992)] Oliver, W.C. & G.M. Pharr (1992), 'An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments', *Journal of Materials Research* **7**, 1564–1583.

[Pharr et al. (2009)] Pharr, G. M., J. H. Strader & W. C. Oliver (2009), 'Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement', *JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH* **24**(3), 653–666. International Symposium on Indentation Behavior of Materials, Hyderabad, INDIA, FEB, 2008.

[Rahmoun et al. (2009)] Rahmoun, K., A. Iost, V. Keryvin, G. Guillemot & N.E. Chabane Sari (2009), 'A multilayer model for describing hardness variations of aged porous silicon low-dielectric-constant thin films', *Thin Solid Films* **518**(1), 213 – 221.

[Sargent (1986)] Sargent, P. M. (1986), 'Use of the intation size effect on microhardness for materials characterization', *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering* pp. 168–174.

[Siller et al. (2005)] Siller, L., N. Peltekis, S. Krishnamurthy, Y. Chao, S. J. Bull & M. R. C. Hunt (2005), 'Gold film with gold nitride - a conductor but harder than gold', *Applied Physics Letters* **86**(22), 221912.

[Topsoe (1968)] Topsoe, H. (1968), *Geometric factor in four point resistivity measurement*, Vol. 13, Division.

[Uchiyama (1995)] Uchiyama, Noaki (1995), 'Golden ornament material hardenend by alloying with minor components'.

[Yang (2008)] Yang, Z. (2008), Contact material optimization and contact physics in metal-contact MicroElectroMechanical Systems (MEMS) switches, PhD thesis, North Carolina State University.

[Ziegler (2010)] Ziegler, James F. (2010), 'Srim'. http://www.srim.org/

Chapitre 3
Etude de la déformation des surfaces de contact des films minces d'or traités

Introduction

Dans le premier chapitre, le micro-relais MEMS est présenté comme un dispositif aux performances RF accrues mais souffrant d'une durée de vie limitée à quelques millions de cycles. Pour faire face aux différentes défaillances observées, plusieurs études ont porté sur l'optimisation de la dureté des matériaux de contact tout en conservant une faible résistivité électrique. Cette approche plus ou moins « empirique » a permis d'améliorer la durée de vie d'un facteur 13 (chapitre 1 partie 3). Dans cette voie, dans le chapitre 2, des traitements de surface du film mince d'or pur sont mis en place : revêtement ultrafin de ruthénium et implantation ionique de bore ou d'azote. Leur durcissement a été quantifié et interprété. Ainsi, dans le cas de l'implantation ionique de bore à une concentration atomique de 10%, la sub-surface (environ 200 nm de profondeur) a un gain en dureté de 65% par rapport à l'or pur.

Dans ce chapitre, l'évolution de la surface de contact des films minces réalisés précédemment est analysée après des sollicitations mécaniques et électriques similaires à celles des micro-relais MEMS. Le but est de contribuer à la compréhension des mécanismes de défaillance et d'étudier l'impact du durcissement de la surface.

Dans la littérature, la dureté et la résistivité sont des paramètres de première importance dans le choix des matériaux de contact mais ils ne sont pas suffisants :

1. La résistivité ne permet pas de prédire à elle seule la résistance électrique de contact. En effet, la présence de film contaminant et la topographie des surfaces sont des paramètres tout aussi importants. S'agissant d'un contact rugueux/rugueux normal, la surface est composée d'aspérités assimilables à des calottes sphériques d'une centaine de nm de diamètre et d'une dizaine de nm de hauteur. Les forces de contact sont inférieures au mN et ainsi les déformations sont inférieures à la répartition en hauteurs des aspérités. L'aire de contact réelle ne représente que quelques pourcent de l'aire de contact apparente (quelques µm²) et est composée d'une somme de spots de contact. Un spot de contact résulte du contact entre une aspérité de la partie mobile du micro-relais MEMS avec une autre aspérité de la partie fixe (Figure 1). Le rayon de contact d'un spot dépend des propriétés mécaniques des surfaces de contact et de la morphologie des aspérités. En fonction de la présence et de la nature d'un film de contaminant, le spot de contact n'est pas entièrement conducteur. La partie concernant la résistance électrique du contact rugueux/rugueux sera abordée dans le chapitre 4.
2. La dureté peut être considérée comme un indicateur de la résistance aux usures mécaniques bien qu'il n'existe pas de relation directe entre la durée de vie des micro-relais MEMS et la dureté de leur surface de contact. Beaucoup d'autres paramètres entrent en compte. La topographie et la chimie des surfaces de contact évoluent pendant sa fermeture et au cours des cycles fermeture/ouverture et conduisent à son dysfonctionnement. Ces deux points sont clairement identifiés par plusieurs auteurs lors d'études post-mortem.

Dans ce chapitre, une démarche novatrice est proposée par l'utilisation de la nano-indentation sphérique (partie 2) pour reproduire différentes sollicitations des micro-relais MEMS (charge-décharge unique, cyclage et fluage).

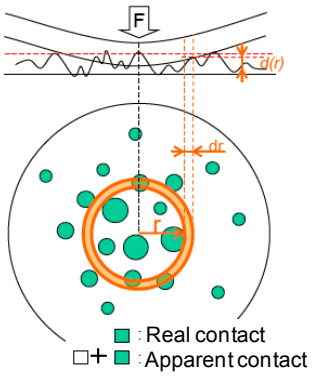


Figure 1 : Représentation schématique des aires de contact réelle et apparente dans le cas d'un contact sphère/plan lisse/rugueux.

Un banc d'endurance est utilisé pour reproduire un plus grand nombre de cycles en « cold » et « hot switching » sur film mince (partie 3). Une approche originale, dite microstructurale, de l'analyse des surfaces de contact après ces essais est proposée.

1 Démarche adoptée

Tout d'abord, une partie est consacrée à l'évolution de la topographie des surfaces de contact après nano-indentation sphérique. La rugosité RMS, le rayon de courbure moyen et la répartition en hauteur des aspérités sont investigués (partie 2) après différentes sollicitations mécaniques représentatives des micro-relais MEMS. Le cyclage et le fluage sont donc reproduits au nano-indenteur. De plus, à partir des courbes force-déplacement de nano-indentation, il est possible de mesurer les forces d'adhésion. Il s'agit d'une utilisation nouvelle du nano-indenteur, qui, par ses caractéristiques, permet de reproduire les sollicitations mécaniques des micro-relais MEMS (en termes de force de contact et d'enfoncement).

Les études sur la dégradation des surfaces de contact mettent en avant de très grandes différences en fonction du pilotage des micro-relais MEMS. En « hot switching », des surfaces fondues et des évaporations sont reportées dans la littérature (observations MEB). Des véhicules tests sont développés pour reproduire ces phénomènes lors de l'ouverture et de la fermeture du contact. Notre étude ne porte pas sur l'identification de ces phénomènes, mais sur leur impact sur la microstructure des surfaces de contact (partie 3). La caractérisation de la texture cristallographique, de la taille de grains, et la mesure des propriétés mécaniques locales par nano-indentation Berkovich sont ainsi menées.

1.1 Forces et pressions de contact dans les micro-relais MEMS

Les pressions moyennes de contact sont calculées en prenant en compte la grande variété des sollicitations mécaniques des surfaces de contact des micro-relais MEMS. Les forces et les aires de contact diffèrent d'un auteur à l'autre et d'un fabricant à l'autre. La force de contact peut ainsi varier de 50 à 2000 µN et l'aire de contact d'un à cent µm². De plus, le contact peut être plan/plan ou sphère/plan (Figure 4). Afin de prendre en compte toutes ces différences, les pressions moyennes de contact dans le cas plan/plan ($\overline{P}_{p/p}$) suivant l'équation 3.1 et dans le cas du contact sphère/plan ($\overline{P}_{s/p}$) suivant l'équation 3.2 du contact élastique de Hertz [Hertz (1882)] sont calculés :

$$\overline{P}_{p/p} = \frac{F}{A} \qquad 3.1$$

$$\overline{P}_{s/p} = \frac{1}{\pi}\left(\frac{4E_r}{3R}\right)^{2/3} F^{1/3} \qquad 3.2$$

$$E_r = \left(\frac{1-\upsilon_1^2}{E_1} + \frac{1-\upsilon_2^2}{E_2}\right)^{-1} \qquad 3.3$$

F étant la force de contact, A l'aire de contact, E_r le module d'Young réduit du contact or/or et R le rayon de courbure du contact sphérique. Les évolutions des pressions moyennes dans le cas du contact plan/plan ($\overline{P}_{p/p}$) et sphère/plan ($\overline{P}_{s/p}$) sont présentées Figure 2.

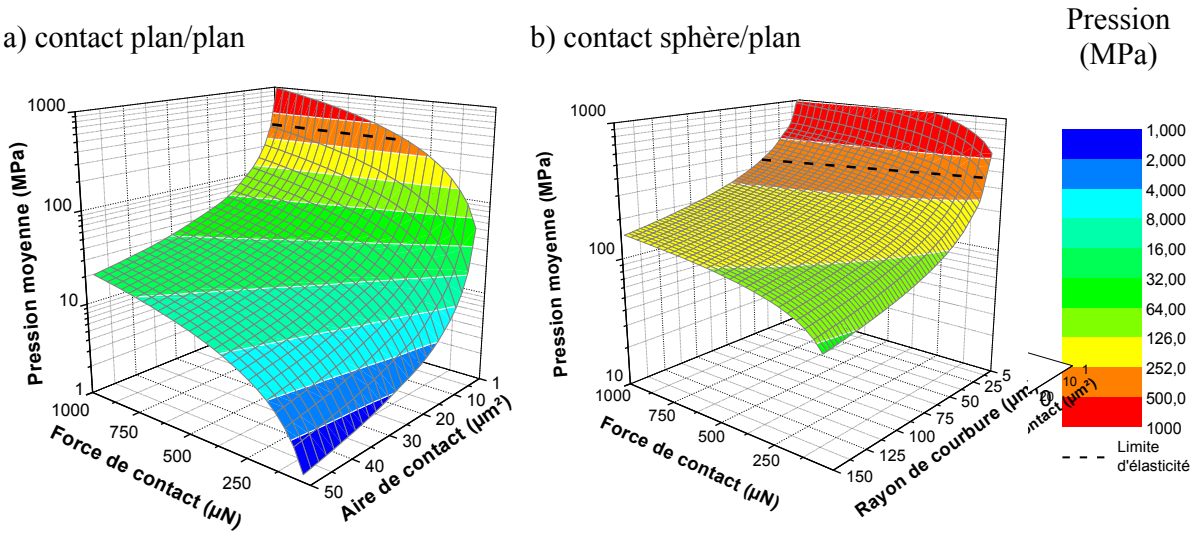


Figure 2 : Pression moyenne de contact en fonction de la force, de l'aire et du rayon de courbure pour un contact plan/plan (a) et sphère/plan (b).

La pression moyenne de contact varie de quelques MPa à 1 GPa. D'après la condition de Tabor, pour un film mince d'or pur, la limite d'élasticité est le tiers de la dureté, soit 350 MPa. Cela indique, par exemple, dans le cas du contact plan/plan, la limite d'élasticité est dépassée lorsque la force de contact est supérieure à 300 µN pour une aire de contact de 1 µm². Et dans le cas du contact sphère/plan, cette limite est dépassée pour une force de contact de 55 µN et un rayon de courbure de bump de 10 µm.

Pour reproduire des pressions de contact des micro-relais MEMS comprises entre quelques MPa et 1 GPa, en prenant en compte la gamme de force applicable par le nano-indenteur, des pointes sphériques avec un rayon de courbure de quelques µm à une centaine de µm sont utilisées.

1.2 Apport de la nano-indentation sphérique pour représenter le micro-relais MEMS

L'utilisation du nano-indenteur permet de contrôler la force appliquée avec une grande précision (de l'ordre du µN). De plus, lors de l'essai, le déplacement de la pointe dans la matière est mesuré avec une précision de l'ordre du nanomètre (Figure 3). Les profondeurs d'enfoncement maximum et résiduel, la raideur de contact et les forces d'adhésion sont mesurées.

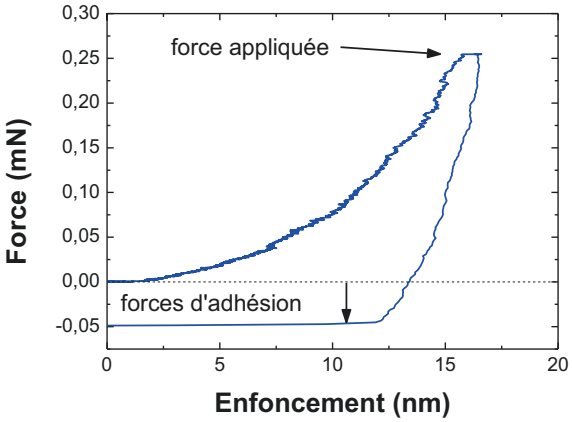


Figure 3 : Courbes de force-déplacement de nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) sur le film mince d'or pur.

Le contact normal or/or sphère/plan rugueux/rugueux d'un micro-relais MEMS (Figure 4-b) est reproduit par nano-indentation sphérique sur film mince, soit un contact normal diamant/or ou saphir/or sphère/plan lisse/rugueux (Figure 4-a). Cette méthode est la plus rapide et la plus simple à mettre en œuvre par rapport aux autres méthodes présentées dans la littérature car elle nécessite seulement la réalisation d'échantillons sous forme de films minces. De plus, elle est d'une grande précision.

a) b)

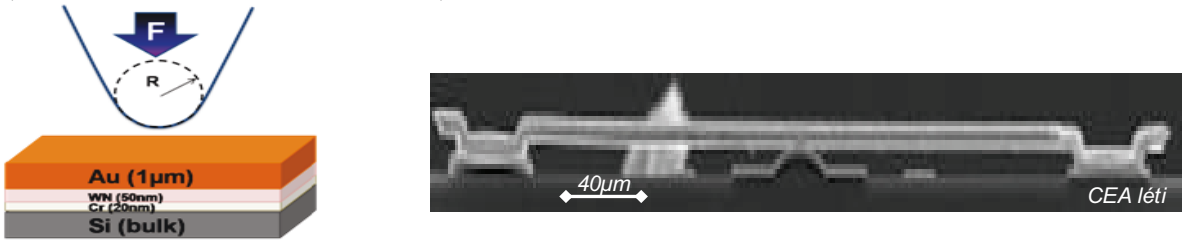


Figure 4 : Représentation schématique du contact sphère/plan par nano-indentation sphérique sur le film mince d'or pur et vue en coupe d' un micro-relais MEMS à contact sphère/plan.

A noter que dans notre étude, les pointes sphériques d'indentation sont rigides et lisses. Leur rugosité RMS de 0,2 nm est inférieure à celle des films minces compris entre 5 et 8 nm. Leur dureté (diamant ou saphir) est nettement supérieure à celle des films minces. Le but est de se placer dans le cas d'école suivant : lisse/rugueux et rigide/déformable. Seule la partie rugueuse initiale des films minces verra ses caractéristiques de surfaces (rugosité, rayon de courbure et répartition en hauteur des aspérités) modifiées.

1.3 Deux pointes sphériques, deux approches

Deux pointes sphériques avec des rayons de courbure différents sont utilisées :

- une pointe en saphir (E = 420 GPa, ν = 0,2) d'un rayon de courbure de 150 µm pour effectuer une analyse statistique de l'évolution du rayon de courbure et de la hauteur des sommets des aspérités après une charge/décharge unique. Cette approche est plus détaillée dans la partie 2.2.
- une pointe en diamant (E = 1141 GPa, ν = 0,07) d'un rayon de courbure de 50 µm pour sa dimension similaire à celle des contacts sphériques micro-relais MEMS. Avec cette pointe, la mesure de la rugosité, du diamètre de l'empreinte résiduelle et des forces d'adhésion est effectuée après une charge/décharge unique, le cyclage et le fluage des surfaces de contact.

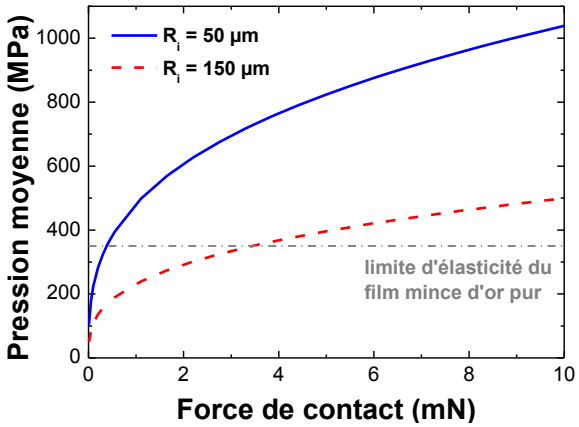


Figure 5 : Pression moyenne (MPa) de Hertz (3.2) pour la nano-indentation sphérique du film mince d'or pur en fonction de la force de contact (mN).

Les gammes de pression de contact des micro-relais MEMS sont ainsi investiguées (Figure 5) et leurs différentes sollicitations sont reproduites par nano-indentation sphérique sur les nouvelles surfaces de contact présentées et caractérisées précédemment (Chapitre 2).

1.3.1 Protocoles expérimentaux

De nouvelles recettes sont développées sur le logiciel Testwork qui pilote le nano-indenteur XP afin de réaliser des essais mécaniques représentatifs des micro-relais MEMS (Figure 6). Tout d'abord, une recette de charge/décharge unique complète est créée avec la possibilité de régler la durée de plateau, la force appliquée et les vitesses de charge et décharge. Ainsi, l'effet d'une charge unique sur les films minces, mais également le fluage des matériaux de contact en faisant varier la durée du plateau (jusqu'à 5000 s) est étudiée (partie 2.1). Une deuxième recette est créée spécifiquement pour effectuer des cycles de charge/décharge complète (avec ouverture du contact) pour imiter le cyclage des micro-relais MEMS (jusqu'à 1000 cycles). La force appliquée est réglable (Figure 6). La taille des fichiers gérée par le logiciel étant limitée, la fréquence d'acquisition des données expérimentales est optimisée pour obtenir un bon compromis entre précision de mesure et le nombre de cycles réalisés. Les vitesses de charge et décharge sont également optimisées afin de réaliser le plus grand nombre de cycles possible en respectant les consignes de la force appliquée. Ainsi, la fréquence de cyclage est de 0,12 Hertz et le nombre maximum de cycles atteint est de 1000.

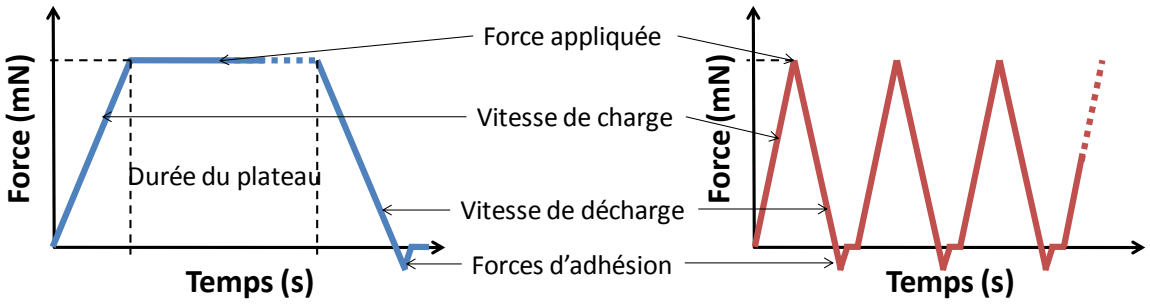


Figure 6 : Représentation schématique des courbes de force en fonction du temps des essais mécaniques de charge-décharge unique, de fluage et de cyclage réalisés par nano-indentation sphérique sur film mince.

L'indentation sur film mince est beaucoup plus rapide que la réalisation de micro-relais MEMS. Cependant, la taille de certaines empreintes résiduelles formées à la surface du film mince ne dépasse pas 2 µm de diamètre, ce qui les rend difficile à localiser pour des mesures AFM. Une stratégie de repérage est mise en place. Tout d'abord, des indentations de 20 µm de diamètre sont réalisées à proximité de la zone d'analyse, permettant un repérage optique rapide. Ensuite, un quadrillage de 20 x 20 µm² est créé avec des indentations Berkovich d'un enfoncement de 100 nm. Et afin de repérer plus facilement la position de chaque zone, des marques supplémentaires asymétriques sont ajoutées. Ainsi, en effectuant une image de 25 x 25 µm² par AFM à faible résolution (128 pixels par ligne), il est possible de distinguer la zone d'analyse.

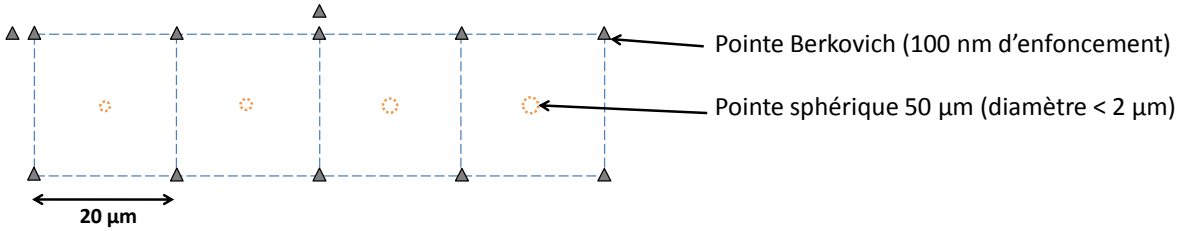


Figure 7 : Quadrillage de repérage de 20x20 µm² de nano-indentation sphérique pour des diamètres inférieurs à 2 µm.

Le diamètre des empreintes Berkovich ainsi réalisées est de 800 nm. Afin qu'il n'y ait aucune influence du quadrillage d'indentations Berkovich sur l'indentation sphérique, le pas du quadrillage doit être 10 fois plus grand que le diamètre des empreintes à analyser.

1.3.2 Banc d'endurance

Avec le nano-indenteur XP, le nombre de cycles est limité à 1000. Cela permet d'investiguer l'usure initiale du contact et peut-être le début du régime stationnaire (Figure 8), mais est insuffisant pour l'analyse de la défaillance des micro-relais MEMS. Aucun lien direct n'est démontré entre la durée de l'usure initiale et la défaillance des micro-relais MEMS. Cependant, en première approche, il peut être supposé que si l'usure initiale est longue, alors les mécanismes de défaillance se déclencheront plus tard et donc que la robustesse du système est accrue. De plus, la fréquence des cycles atteint par nano-indentation est seulement de 0,12 Hz alors qu'elle est de quelques kHz pour un micro-relais MEMS.

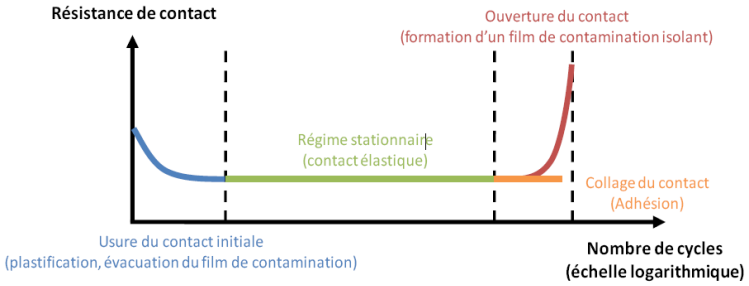


Figure 8 : Évolution de la résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycles d'un micro-relais MEMS [Broué et al. (2009)].

Pour ces différentes raisons, le banc d'endurance développé par Vincent au cours de sa thèse [Vincent (2010)] est utilisé. Il est constitué de trois parties visant à reproduire un grand nombre de cycles fermeture/ouverture d'un micro-relais MEMS :

- une lamelle ferromagnétique « reed », qui est assimilable à la partie mobile d'un micro-relais MEMS. Un échantillon constitué d'un film mince d'or déposé sur un substrat en silicium de ~780 µm d'épaisseur de 3 mm de large et 5 mm de long est collé sur cette lamelle. La conductivité électrique entre le film mince et la lamelle est assurée par un pont en laque d'argent.
- une pointe de test électrique qui correspond à la partie fixe d'un micro-relais MEMS. Elle permet d'assurer une conductivité électrique avec le film mince d'or lorsqu'elles sont en contact. La pointe est reliée à un capteur de force. Par un déplacement contrôlé par un capteur piézomètrique, la pointe est mise en contact avec le film mince.
- Un électroaimant entouré par une bobine peut être vu comme les électrodes d'actionnement d'un micro-relais MEMS. Un signal sinusoïdal envoyé à la bobine induit un champ magnétique qui fait osciller la lamelle « reed » et donc le film mince d'or.

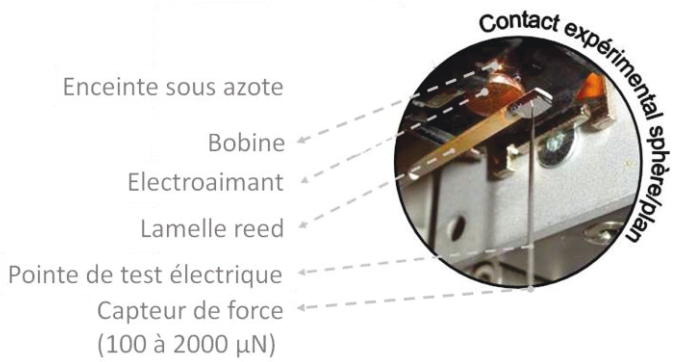


Figure 9 : Photographie du banc d'endurance [Vincent (2010)].

Les essais sont réalisés en « hot » et « cold switching » avec une pointe en tungstène de 20 µm de rayon de courbure recouverte par un alliage or-béryllium de 300 nm. Le courant imposé est de 1 mA et la tension en compliance est de 5 V. La fréquence de cyclage est de 10 Hz. La force de contact est de 300 µN. La pression moyenne de contact de Hertz est de 400 MPa. Les résultats électriques de cette analyse sont présentés dans la thèse de Maxime Vincent. Après un rappel de ces résultats, notre analyse microstructurale des surfaces de contact est présentée dans la partie 4 de ce chapitre.

1.3.3 Caractérisation topographique des surfaces de contact

La géométrie des empreintes résiduelles créées lors des nano-indentations sphériques est déterminée par AFM (Atomic Force Microscopy). La surface étant rugueuse, un filtre gaussien est appliqué pour déterminer la profondeur (h) et le diamètre (d), qui sont définis par rapport au plan de référence de la surface du film mince (Figure 10). Il s'agit ici d'une caractérisation classique d'empreinte résiduelle d'indentation sphérique. Afin d'extraire la rugosité RMS uniquement liée au matage des aspérités de la surface, le profil moyen d'enfoncement est soustrait (Figure 10).

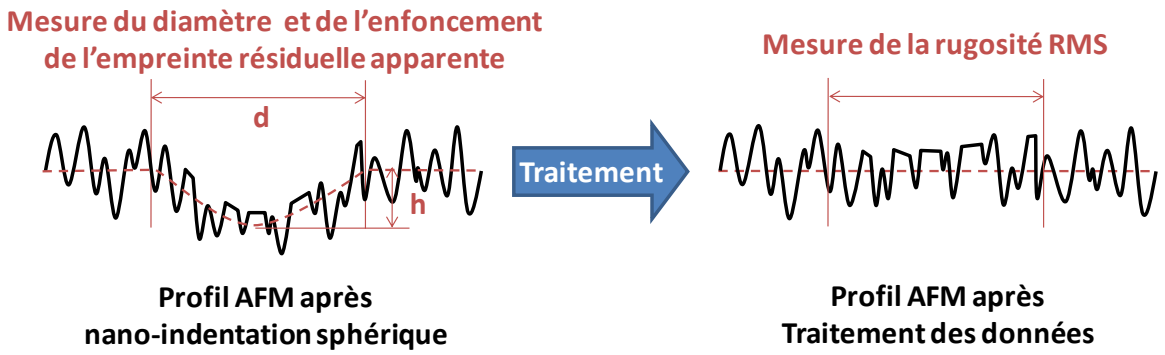


Figure 10 : Représentation schématique du profil AFM d'une empreinte résiduelle créée après une nano-indentation sphérique et le calcul de son diamètre et de sa rugosité.

Une approche statistique du contact rugueux est mise en place par nano-indentation sphérique avec un rayon de courbure de 150 µm. Les aires de contact sont plus importantes, même pour de faibles pressions. Cette démarche expérimentale permet d'effectuer une analyse comparable à celle des micro-relais MEMS présentée précédemment (chapitre 1 partie 2.6) sur l'évolution du rayon de courbure moyen et la répartition en hauteur des sommets des aspérités. Pour cela, le logiciel d'analyse d'image AFM développé par Pierre-Yves Duvivier au cours de sa thèse est utilisé [Duvivier (2010)]. A partir d'une image AFM, les aspérités sont discrétisées. Leur position, rayon de courbure et hauteur sont répertoriés. Ainsi, une caractérisation fine de la morphologie et de la topographie des empreintes résiduelles est effectuée.

2 Etude des surfaces de contact après nano-indentation sphérique statique et cyclique

La démarche expérimentale qui vient d'être explicitée (partie 1) est mise en œuvre sur l'ensemble des traitements de surface développés dans le chapitre 2 :

- le film mince d'or pur en tant que matériau modèle (Au),
- les films minces d'or avec une concentration atomique de 10% de bore (B10%) ou d'azote (N10%) comme nouvelle voie exploratoire du traitement superficiel des matériaux de contact,
- et le revêtement de 100 nm de ruthénium déposé sur le film mince d'or pur (Ru/Au) en tant que nouvelle référence dans le domaine des micro-relais MEMS.

Par la suite, les notations entre parenthèses sont utilisées pour désigner les différents films minces.

Dans un premier temps, les résultats obtenus avec la pointe de 50 µm de rayon de courbure sur l'évolution de la rugosité RMS, des diamètres des empreintes résiduelles et des forces d'adhésion sont présentés en fonction de différentes sollicitations. Puis dans un deuxième temps, les rayons de courbure moyens et les répartitions en hauteur des aspérités sont extraits à partir de charges uniques avec la pointe d'indentation de rayon de courbure de 150 µm.

2.1 Chargements localisés avec la pointe de rayon de courbure de 50 µm

2.1.1 Charge/décharge unique

La force appliquée est comprise entre 1 et 10 mN (Tableau 1) afin de reproduire des pressions moyennes de contact de Hertz de 480 à 1030 MPa, correspondant à une limite haute des pressions de contact des micro-relais MEMS.

Charge unique (R_i = 50 µm)	Vitesse charge (mN/s)	Vitesse décharge (mN/s)	Force appliquée (mN)	Durée du plateau (s)	Nombre de cycle
Au **B10%** **N10%** **Ru/Au**	Strain rate $0{,}050 s^{-1}$	Force appliquée x strain rate	0,25/0,5/1/1,6/2/2,1 3,4/5,2/6,8/7,5/10 1, 2, 5, 10	1	1

Tableau 1 : Plan d'expérience de charge-décharge unique.

Dans un premier temps, les diamètres des empreintes résiduelles apparentes mesurés par AFM sont tracés en fonction de la force de contact (Figure 11). Aux faibles forces de contact, il est difficile de mesurer le diamètre de l'empreinte résiduelle apparente.

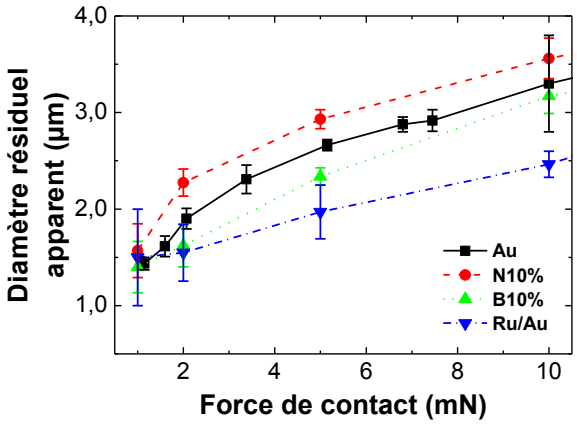


Figure 11 : Diamètre de l'empreinte résiduelle apparente (d_{app}) après nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) en fonction de la force de contact. Les valeurs de d_{app} correspondent à une seule mesure.

Les diamètres apparents, du plus petit au plus grand, sont dans l'ordre suivant : Ru/Au, B10%, Au et N10%, correspondant logiquement au classement des matériaux du plus dur au plus mou (Chapitre 2 partie 3).

Pour ce qui concerne la rugosité RMS, plus la force de contact est faible, plus la rugosité RMS tend vers la valeur initiale du film mince. Les surfaces des matériaux traités ont une évolution moins abrupte de la rugosité RMS (Figure 12) que Au. L'utilisation du revêtement de ruthénium semble la plus intéressante. Toutefois, la rugosité RMS de B10% et N10% diminue moins que Au, mais plus que Ru/Au. Il s'agit donc d'une proposition intermédiaire qui semble plus performante que Au.

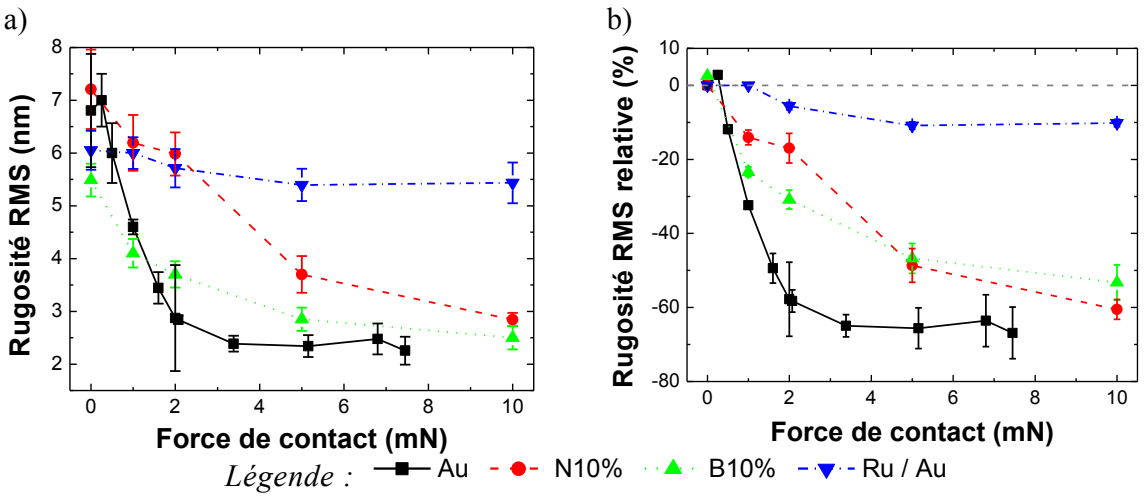


Figure 12 : Rugosité RMS en fond d'empreinte après nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) en fonction de la force de contact appliquée.

L'autre point remarquable ici est la similarité entre B10% et N10%. Ce point est investigué dans la partie 2.2.

L'analyse des forces d'adhésion à la décharge montre une augmentation de cette dernière avec la force appliquée. Les forces d'adhésion sur Au, B10% et N10% sont similaires (Figure 13-a) alors que pour Ru/Au, elles sont deux fois moins importantes. Il semble que cette différence soit due en partie au rayon de contact de l'empreinte résiduelle qui est plus petite pour Ru/Au (Figure 13-b). Pour des rayons de contact supérieurs à 0,75 µm, les forces d'adhésion sont sensiblement moins importantes pour Ru/Au, N10% et B10% par rapport à Au. Les forces d'adhésion sont proportionnelles au rayon de contact apparent, ce qui correspond au modèle d'adhésion en déformation plastique.

Pour des rayons inférieurs à 0,75 µm, les forces d'adhésion sont constantes, comme le préconise les modèles élastiques des forces d'adhésion. Le Ru/Au a alors les plus faibles forces d'adhésion avec -37 µN. Pour Au, N10% et B10% les forces d'adhésion tendent vers -66 µN.

Quel que soit le rayon de contact apparent, l'utilisation du revêtement de ruthénium permet de diminuer les forces d'adhésion. Les propositions d'implantation ionique constituent une solution intermédiaire entre Au et Ru/Au.

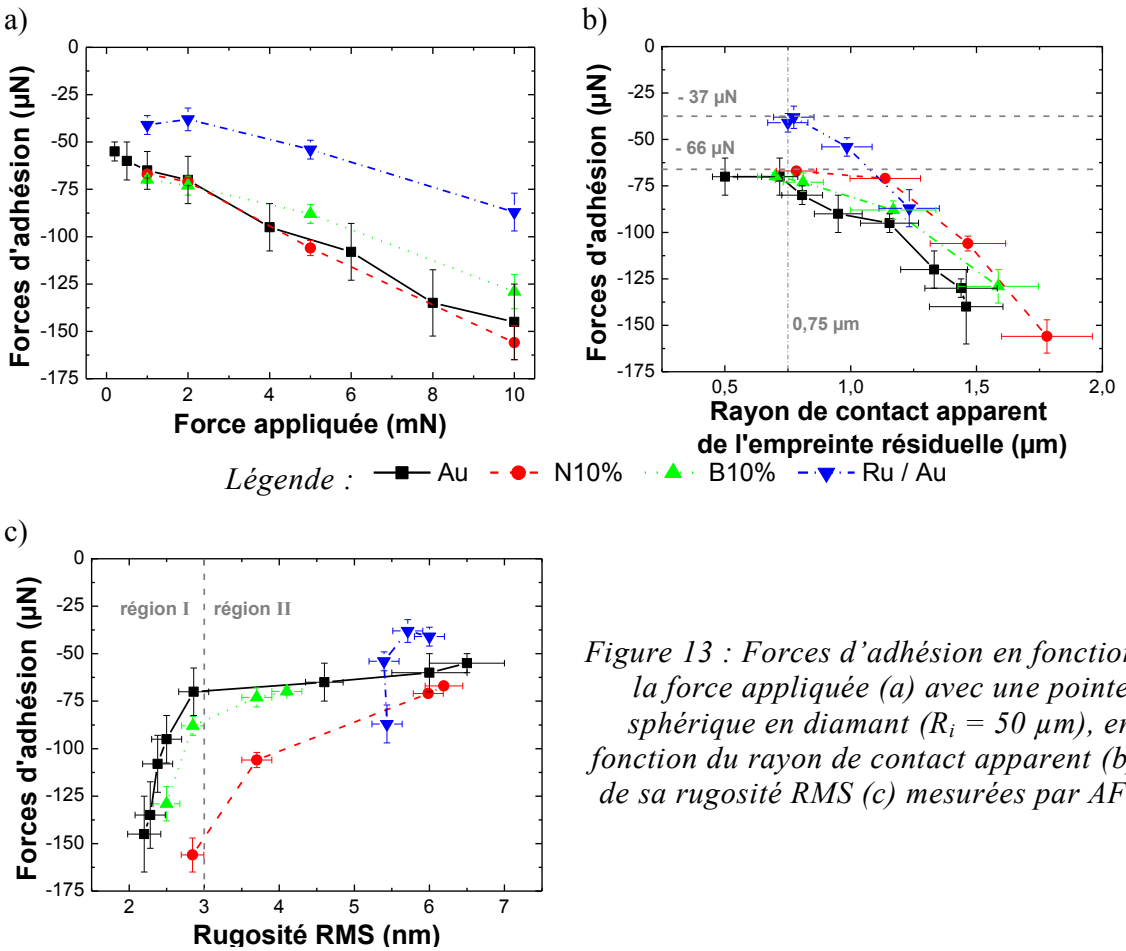


Figure 13 : Forces d'adhésion en fonction de la force appliquée (a) avec une pointe sphérique en diamant (R_i = 50 µm), en fonction du rayon de contact apparent (b) et de sa rugosité RMS (c) mesurées par AFM.

Les forces d'adhésion sont donc mises en relation avec la rugosité RMS dans l'empreinte résiduelle (Figure 13), confirmant ainsi l'hypothèse de [Gregori & Clarke (2006)] (chapitre 1 partie 2.7). Le matage des aspérités implique une diminution de la rugosité RMS et une augmentation des forces d'adhésion. D'après nos résultats, il y a une transition assez brutale, entre les régions I et II, pour une valeur de rugosité RMS de 3 nm. Ce point est approfondi dans la partie 2.2.4.

En conclusion, le traitement superficiel des matériaux de contact permet de limiter la diminution de la rugosité RMS en fonction d'une charge unique croissante, et donc de réduire le matage des aspérités menant au collage des surfaces de contact :

- Lors des essais, la rugosité RMS de Ru/Au est inchangée, alors qu'une empreinte résiduelle est mesurée. L'enfoncement observé correspond à la déformation plastique du film mince d'or pur sous-jacent.
- Alors que N10% est le matériau le plus mou, la présence des précipités de nitrure d'or semble empêcher la diminution de la rugosité RMS. Cette hypothèse est investiguée partie 2.2.
- Pour B10%, sa dureté plus importante que Au le rend plus robuste.

Les mesures des forces d'adhésion mettent en avant l'importance de cette évolution de la rugosité RMS. Ainsi, le Ru/Au est la meilleure alternative comme matériau de contact. Toutefois, B10% et N10% représentent des solutions alternatives intéressantes.

2.1.2 Cyclage

Afin de se rapprocher au plus près du comportement d'un micro-relais MEMS, une recette de cyclage est mise en place permettant de reproduire plusieurs fois une fermeture et une ouverture complète.

Cyclage (R_i = 50 µm)	**Vitesse** charge (mN/s)	**Vitesse** décharge (mN/s)	**Force appliquée** (mN)	**Durée du plateau (s)**	**Nombre de cycles**
Au	0,2	0,6	1	~0,25	1, 10, 50, 100, 1000
B10%	1	3	5		
N10%	2	6	10		1, 10, 100,1000
Ru/Au					

Tableau 2 : Plan d'expérience de cyclage.

Des images AFM sont réalisées pour tous les échantillons à différents nombres de cycles.

2.1.2.1 Courbes force-déplacement

Ces cycles sont pilotés en force. Le cyclage réalisé sur Au avec une force de 1 mN est présenté Figure 14 :

- La première charge-décharge complète (1er cycle) est identique à celle effectuée précédemment dans la partie 3.1. La pointe sphérique entre en contact normal avec la surface. La force augmente avec l'enfoncement (Figure 14 a) jusqu'à atteindre une valeur consigne, ici de 1 mN.
- Puis, la pointe se retire, l'enfoncement et la force diminuent (Figure 14 b) jusqu'à ce que la pointe ne soit plus en contact avec le film mince d'or. Alors, l'enfoncement, appelé résiduel, est de 17 nm.
- La pointe s'éloigne du film mince d'or jusqu'à ce que leur écart soit de 300 nm (Figure 14 c). Le premier cycle est alors terminé.
- La pointe se rapproche de la surface jusqu'à entrer de nouveau en contact avec le film mince. Le point de contact est désormais à 15 nm d'enfoncement par rapport à la première détection de surface. Cette valeur est très voisine de l'enfoncement résiduel du premier cycle et correspond à la déformation plastique de la surface.

L'écart de 2 nm entre l'enfoncement résiduel de la première décharge (17 nm) et le point de contact de la deuxième charge (15 nm) peut-être dû à une légère dérive de mesure ou à la relaxation du matériau de contact (la durée entre la décharge du 1er cyle et le contact du 2ème est de 1,5 secondes).

- Puis, comme précédemment, la force de contact augmente avec l'enfoncement jusqu'à atteindre 1 mN (Figure 14 d). La force diminue (Figure 14 b) et la pointe se retire du film mince (Figure 14 c). Le deuxième cycle est fini.

Les cycles suivants sont similaires au deuxième. A noter que la pente à la charge et à la décharge des 2ème et 3ème cycles sont quasi-identiques à la décharge du premier cycle.

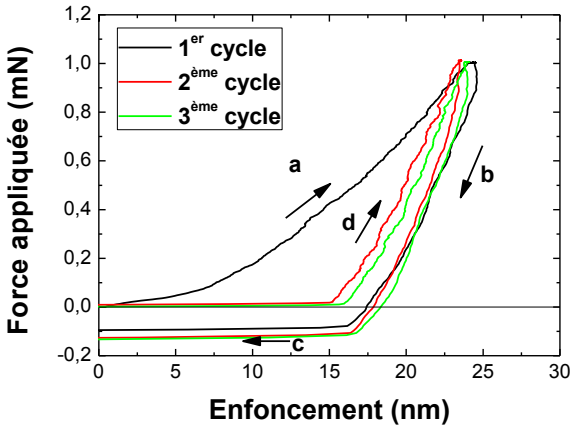


Figure 14 : Force appliquée par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) en fonction de l'enfoncement pour les 3 premiers cycles de charge-décharge complète (avec ouverture du contact) sur le film mince d'or pur.

Lors du premier cycle, la déformation est élasto-plastique, alors que pour les cycles suivants, elle semble élastique. Cependant, l'analyse des diamètres apparents et de la rugosité RMS des empreintes résiduelles ainsi que des forces d'adhésion montre des évolutions significatives.

2.1.2.2 Analyse du cyclage à une force de 1 mN

Le diamètre de l'empreinte résiduelle augmente avec le nombre de cycles (Figure 15-a). Cette augmentation (jusqu'à 60%) est la plus importante pour Au (Figure 15-c). Les matériaux innovants ont une augmentation moins importante (de l'ordre de 30%). Le cyclage implique également une diminution de la rugosité RMS sauf pour Ru/Au (Figure 15-b). Comme précédemment, Ru/Au apparait comme la meilleure solution pour être un matériau de contact des micro-relais MEMS.

La diminution de la rugosité est de l'ordre de 20% pour Au et N10%. Cette diminution est encore plus importante pour B10%. Après 1000 cycles à une force de 1 mN, les surfaces de contact subissent une augmentation du rayon de contact apparent et une diminution de la

rugosité RMS significatives. De telles évolutions peuvent conduire aux collages des surfaces de contact (chapitre 1 partie 2.7).

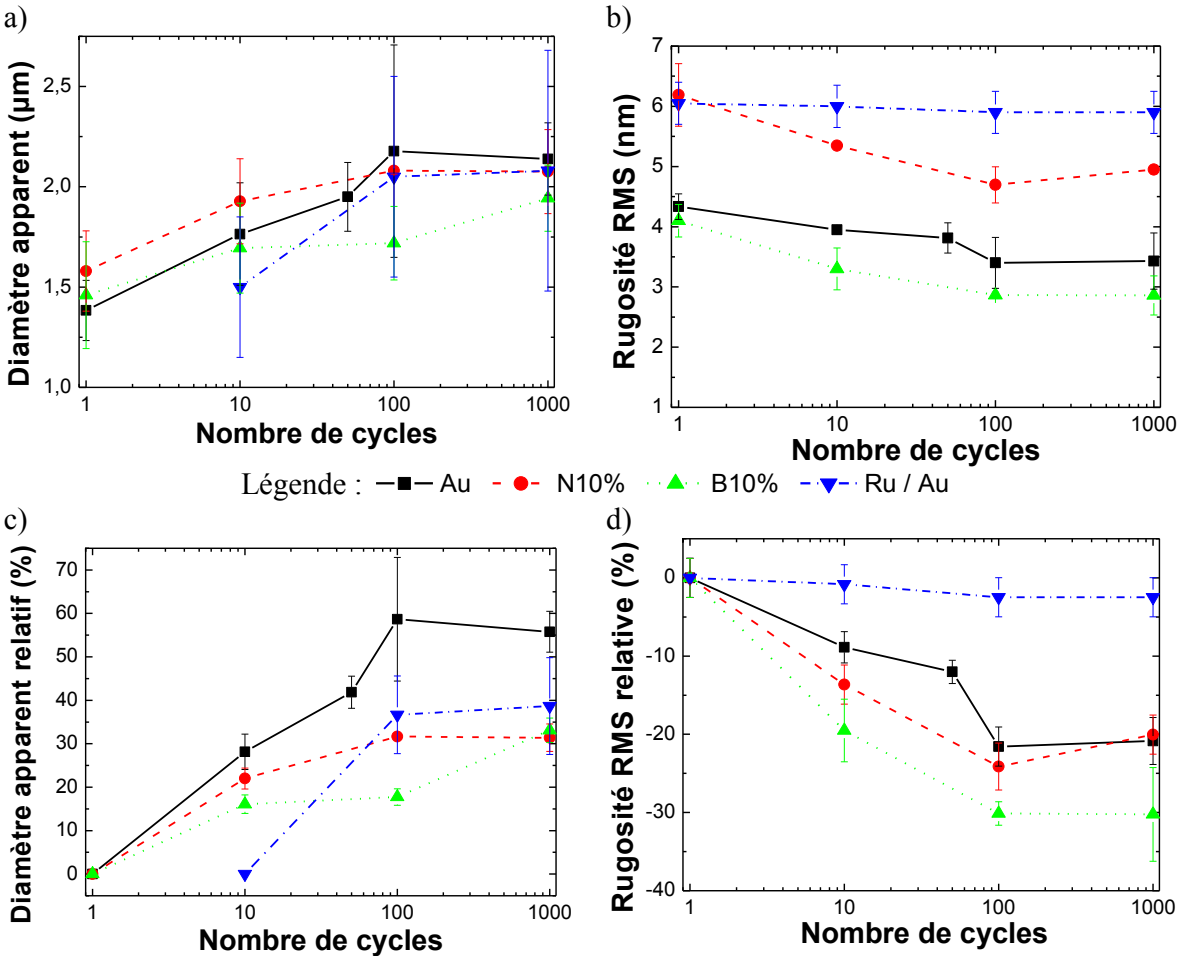


Figure 15 : Diamètre de l'empreinte résiduelle et sa rugosité RMS en fond d'empreinte en fonction du nombre de cycle à 1 mN par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm).

Afin d'éprouver cette hypothèse du collage, les forces d'adhésion sont analysées au cours des cycles (Figure 16). Effectivement, sur Au, les forces d'adhésion augmentent avec le nombre de cycles, ce qui est cohérent avec l'augmentation du rayon apparent et la diminution de la rugosité RMS. Par rapport aux résultats précédent, la rugosité RMS de Ru/Au est identique à sa valeur initiale, même après 1000 cycles à 1 mN, donc ses forces d'adhésion restent constantes.

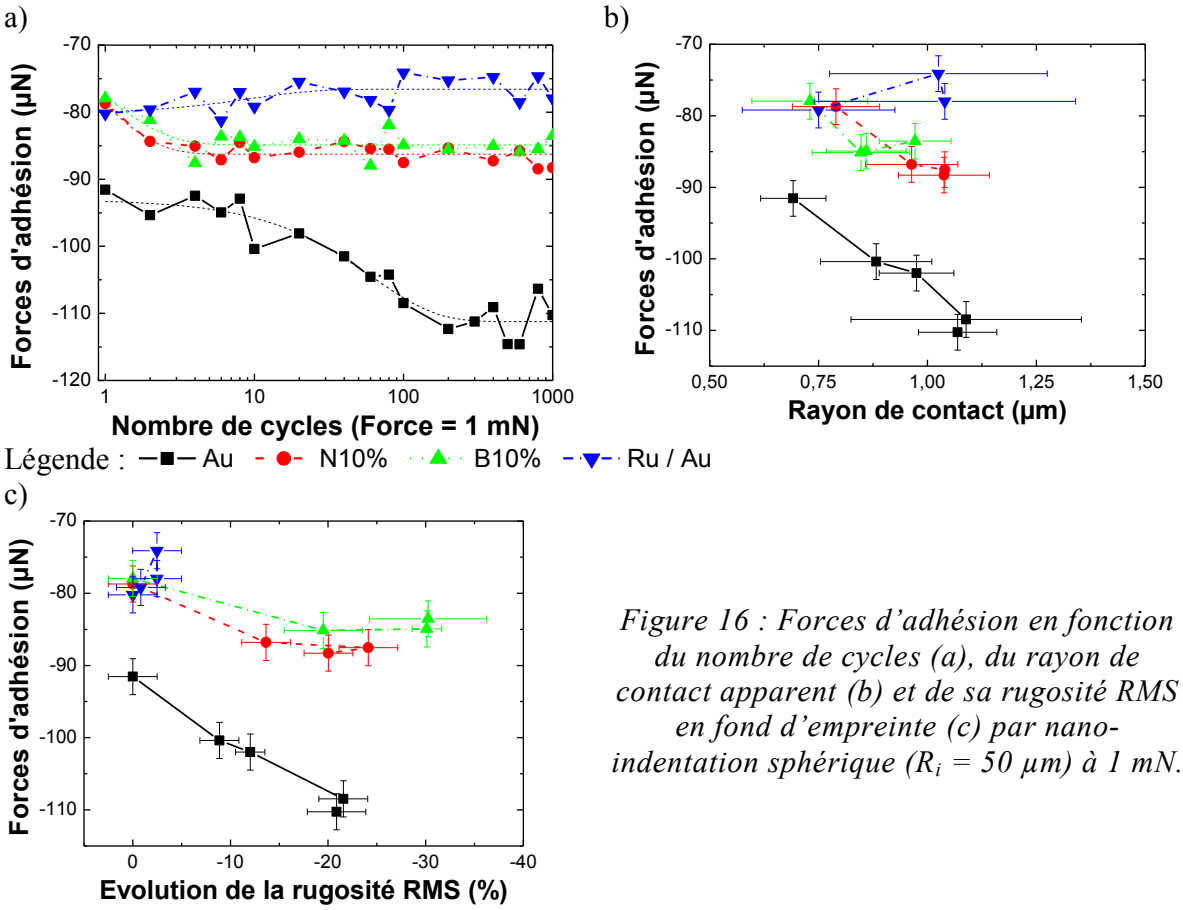


Figure 16 : Forces d'adhésion en fonction du nombre de cycles (a), du rayon de contact apparent (b) et de sa rugosité RMS en fond d'empreinte (c) par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) à 1 mN.

L'évolution des forces d'adhésion pour B10% et N10% est très faible comparativement à celle de Au. Alors que le pourcentage de diminution de la rugosité RMS de ces échantillons est similaire. La géométrie des surfaces de contact ne peut pas tout expliquer, l'énergie d'adhésion dépendant aussi d'autres paramètres (chapitre 1). Les traitements de surface proposés sont efficaces pour lutter contre l'augmentation des forces d'adhésion.

2.1.2.3 Analyse du cyclage pour des forces de 5 et 10 mN

Pour les essais de cyclage effectués avec des forces de contact supérieures à 1 mN, le rayon de contact apparent, la rugosité RMS et les forces d'adhésion sont stables dès 10 cycles, quel que soit le matériau de contact. La surface de contact est totalement matée dès les premiers cycles. Ainsi, les résultats analysés précédemment permettent de suivre plus finement la transition du contact rugueux à lisse et son effet sur les forces d'adhésion. Seul le cyclage sur Au à 10 mN se démarque car la rugosité RMS augmente après 100 cycles.

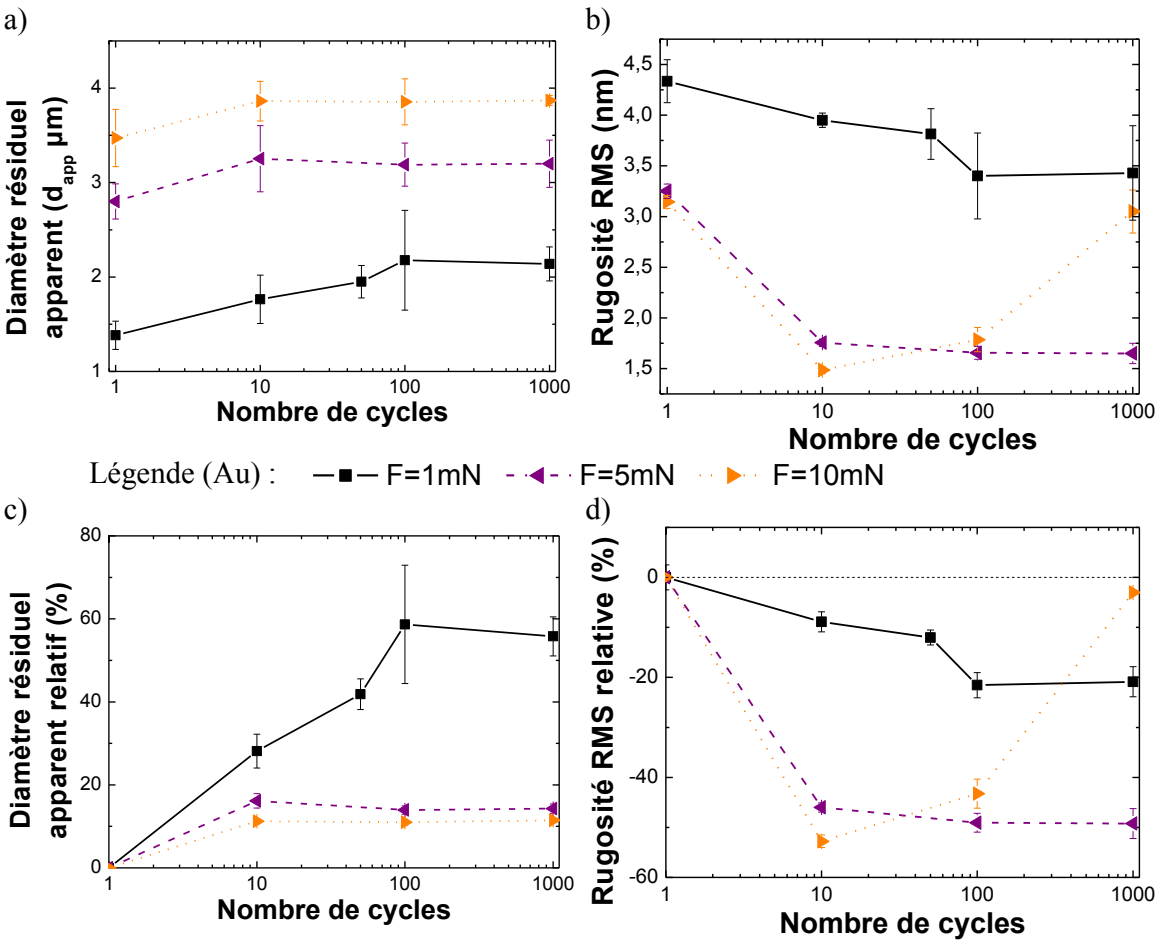


Figure 17 : Diamètre apparent de l'empreinte résiduelle (a et c) et de sa rugosité RMS (b et d) en fond d'empreinte en fonction du nombre de cycle à 1, 5 et 10 mN sur l'échantillon Au par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm).

En fait, cette augmentation est due à la présence d'amas dans l'empreinte (Figure 18). Leur taille est de 200 à 500 nm de large et leur hauteur de 11 à 45 nm. Plusieurs hypothèses peuvent expliquer leur présence. Tout d'abord, leur présence avant l'essai de cyclage est à exclure car les surfaces autour de l'empreinte résiduelle ne présentent pas d'amas. Il semble que la présence de ces amas soit due à la spécificité de la sollicitation mécanique car aucun amas n'est observé avec les autres sollicitations (unique et fluage). Plusieurs hypothèses peuvent expliquer la présence de ces amas :

- extrusions d'or : relaxation de la pression locale
- accumulation du troisième corps : le frottement local et/ou l'adhésion engendre un arrachement partiel de matière qui est ensuite redéposé
- échauffement local par frottement et/ou vitesse de charge génère une croissance d'hillocks

En supposant que le cyclage à 10 mN augmente le frottement entre la pointe et la surface, ces mécanismes sont d'autant plus plausibles.

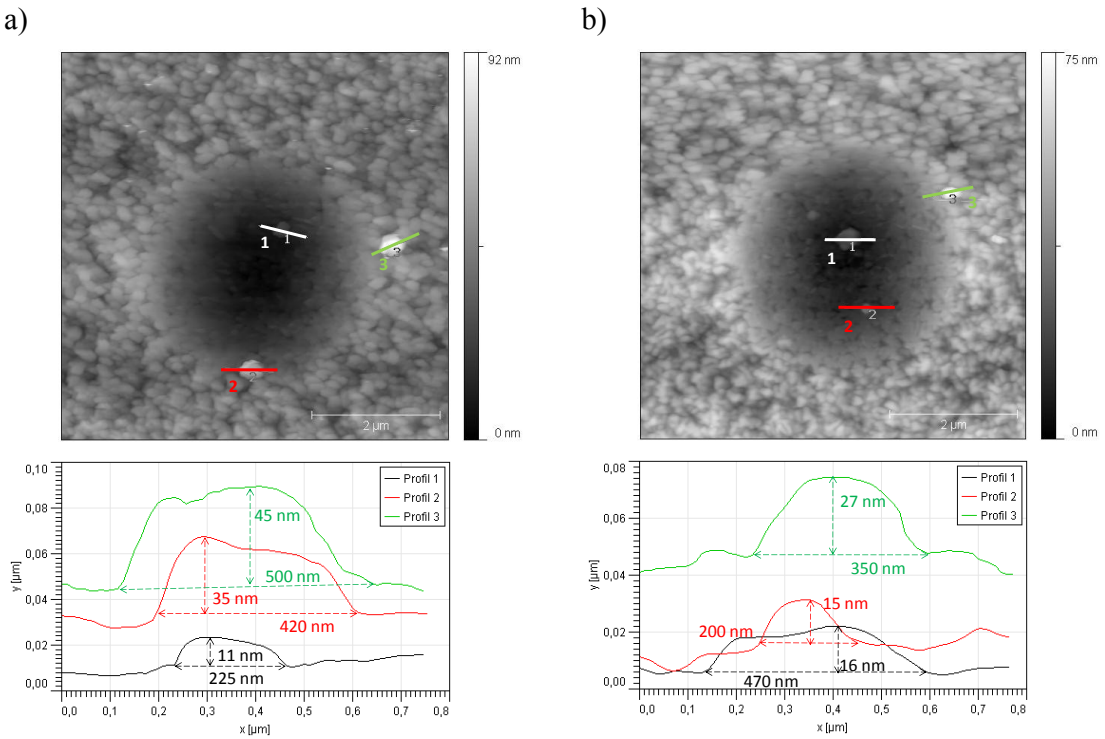


Figure 18 : Image AFM (6x6 µm²) de la surface de l'échantillon Au après 100 (a) et 1000 (b) cycles à 10 mN par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm).

2.1.3 Bilan intermédiaire

La mise en place d'une recette de cyclage par nano-indentation sphérique a permis de mettre en évidence différents comportements typiques des micro-relais MEMS. La force appliquée est identique à chaque cycle. Donc, en première hypothèse, le premier cycle engendre des déformations élasto-plastiques et les cycles suivant sont plutôt élastiques. Les courbes de force-déplacement du 2ème et du 3ème cycle semblent parfaitement similaires.

Cependant, le diamètre apparent augmente et la rugosité RMS des empreintes résiduelles diminue avec le nombre de cycle pour Au, B10% et N10%. Ces évolutions sont similaires pour ces trois matériaux et pourraient traduire un phénomène d'écrouissage cyclique.

Pour un cyclage à 10 mN, la formation d'amas est mise en évidence dès 100 cycles. Plusieurs hypothèses sont alors proposées. La plus probable étant l'accumulation de matière par frottement, comme observé avec des contacts mobiles [Yoon et al. (2011), Park et al. (2010)]. La force de contact est effectivement bien supérieure à celle des micro-relais MEMS et peut permettre d'accélérer ces phénomènes de dégradation observés sur des dispositifs.

Il faut également se replacer dans le contexte d'un contact diamant/or qui est très différent d'un contact or/or. Les mesures AFM ne révèlent pas de traces de rupture ductile sur les surfaces de contact.

2.1.4 Fluage aux faibles forces

Cette expérience sur le cyclage a permis d'explorer l'évolution de la topographie des surfaces de contact des micro-relais MEMS correspondant à une utilisation spécifique. D'autres applications nécessitent beaucoup moins de commutations, par exemple une commutation par an. Donc, le système peut rester très longuement en état ouvert ou fermé. Ainsi, d'autres mécanismes sont mis en évidence comme le fluage par Rezvanian, Souchon, et Duvivier (Chapitre 3.1). Sur véhicules de test et micro-relais MEMS, à force constante, la résistance électrique de contact diminue en fonction du temps. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer cette diminution de la résistance de contact :

1. le fluage des matériaux de contact : la taille des spots de contact augmente à force constante et/ou de nouveaux spots de contact s'ajoutent
2. la migration des contaminants de la surface : le film de contaminant présent entre les surfaces de contact est chassé par la pression locale (la force de contact)
3. échauffement localisé en périphérie des spots de contact dû à la densité de courant accrue : accroissement des spots de contact.

La première hypothèse est investiguée, et ceci par nano-indentation sphérique avec un rayon de courbure de 50 µm (Tableau 3) dans l'objectif de comparer ces résultats aux mesures expérimentales de résistance électrique de contact (chapitre 4). Pour cela, les mêmes vitesses de charge et durées de stabilisation sont utilisées. La force appliquée est de 1 mN pour Au, B10% et N10%. Cette force est choisie de telle façon qu'elle corresponde à la plus faible force dont l'empreinte résiduelle est mesurable à l'AFM. Pour Ru/Au, la force appliquée est alors de 2 mN. Comme pour les essais de cyclage effectués précédemment, le diamètre de contact et la rugosité RMS de l'empreinte résiduelle sont mesurés pour plusieurs durées de plateau.

Matériaux \ Fluage	Vitesse de charge (mN/s)	Vitesse de décharge (mN/s)	Force appliquée (mN)	Durée du plateau (s)
Film mince d'or pur (Au)	0,033	0,033	1	1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 1000, 2000, 3500, 5000
Film mince d'or avec 10% at d'azote (N10%) ou de bore (B10%)	0,033	0,033	1	10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000
Revêtement de ruthenium (100 nm) sur film mince d'or pur	0,033	0,033	2	10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000

Tableau 3 : Plan d'expérience sur l'étude du fluage sur film mince d'or pur, et avec 10% at d'azote ou de bore, et sur revêtement de ruthénium (100 nm) sur film mince d'or.

Pour tous les films minces étudiés, le diamètre de contact apparent augmente avec la durée du plateau, puis se stabilise (Figure 19), confirmant ainsi le fluage.

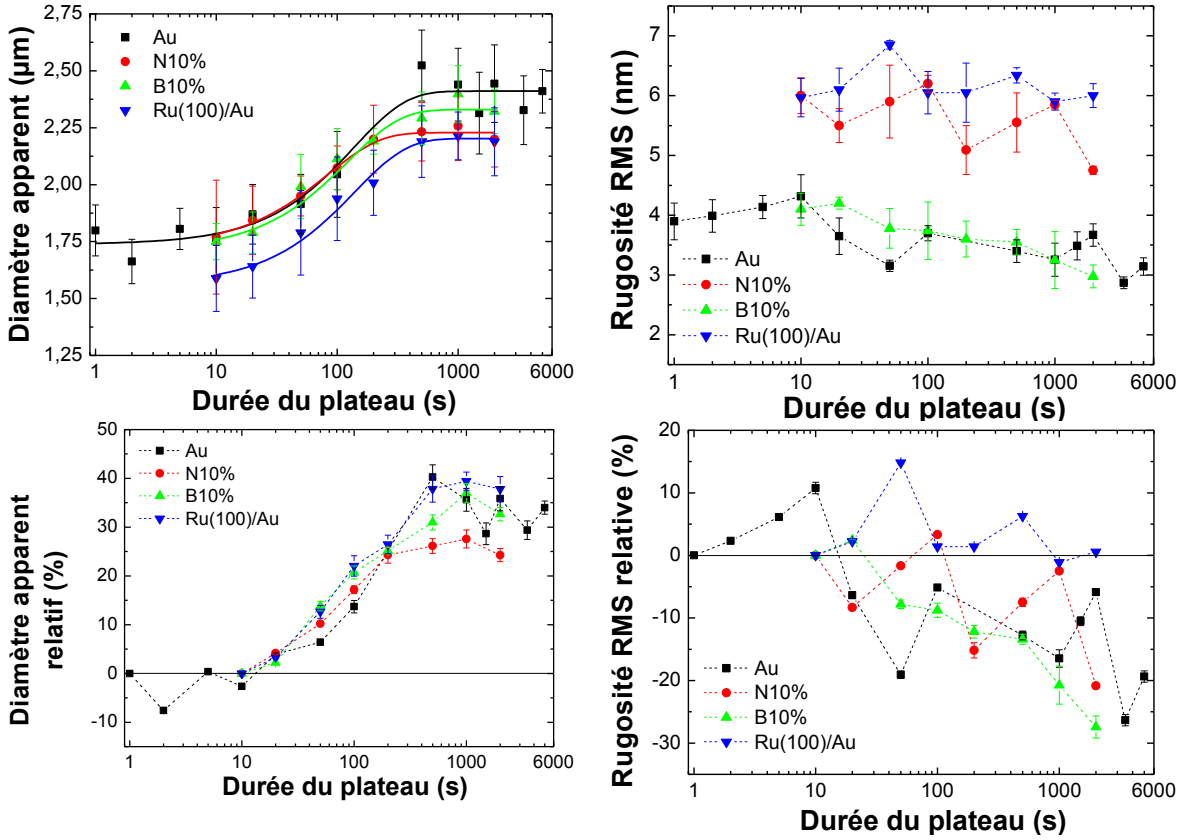


Figure 19 : Diamètre apparent de l'empreinte résiduelle et de sa rugosité RMS en fond d'empreinte en fonction de la durée du palier (de 1 à 5000 s) à 1 mN sur les échantillons Au, N10%, B10% et Ru/Au, par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm).

Ces données expérimentales sont ajustées par une loi de croissance exponentielle (équation 3.4), similaire à celle utilisée pour décrire l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction du temps dans le chapitre 4 :

$$d = G \times \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) + d_f \qquad 3.4$$

avec le diamètre final après fluage d_f, l'amplitude de variation G, la constante de temps τ_i, et d le diamètre en fonction du temps *t*. Les données extraites par cette loi analytique sont regroupées dans le Tableau 4.

Matériaux	Amplitude (G) en µm	Constante de temps (τ_i) en seconde	Diamètre final (d_f) en micron
Film mince d'or pur (1 µm)	-0,67 +/- 0,04	138 +/- 44	2,41 +/- 0,03
Film mince d'or avec 10% at d'azote	-0,50 +/- 0,03	83 +/- 9	2,23 +/- 0,01
Film mince d'or avec 10% at de bore	-0,62 +/- 0,04	123 +/- 21	2,33 +/- 0,03
Revêtement de 100 nm de ruthénium sur film mince d'or pur	-0,64 +/- 0,03	139 +/- 19	2,20 +/- 0,02

Tableau 4 : Ajustement des données expérimentales sur le diamètre de l'empreinte résiduelle en fonction de la durée du plateau pour les quatre matériaux.

Les amplitudes et constantes de temps extraites par cette modélisation analytique sont similaires pour Au et Ru/Au. Il est démontré précédemment que la mesure du diamètre de contact sur Ru/Au correspond à la déformation plastique du film mince d'or pur sous-jacent. Ainsi, le fluage mesuré sur ces deux échantillons est identique car il correspond au film mince d'or seul.

Pour B10% et N10%, les amplitudes et constantes de temps diminuent par rapport à Au de par leurs modifications microstructurales :

- pour B10%, des atomes de bore sont en position interstitielle et la température atteinte au cours du procédé de réalisation est de 180°C.
- pour N10%, des précipités de nitrure d'or se forment à la surface et la température atteinte durant l'implantation ionique est de 250°C.

Il est également possible que le bilan thermique explique cette diminution du fluage.

La rugosité RMS en fond d'empreinte a tendance à diminuer de 20% sauf pour le ruthénium. La tendance n'est pas aussi nette que lors des essais de cyclages. L'augmentation du diamètre de l'empreinte résiduelle semble provenir plus d'un effet volumique que surfacique.

Ces données permettront d'analyser et de comprendre la modification de la résistance électrique de contact au cours du temps à charge constante dans le prochain chapitre (Chapitre 4 partie 2.2.2).

2.2 Analyse statistique de la topographie des empreintes résiduelles d'indentation avec la pointe de 150 µm de rayon de courbure

Lors de l'étude précédente (R_i = 50 µm) sur le film mince d'or pur (Au), la rugosité RMS diminue de 6,5 à 2,9 nm lorsque la force de contact augmente de 0,25 et 2 mN (partie 2.1.1), soit de 300 à 600 MPa de pression moyenne de Hertz. Dans cette partie, afin d'analyser plus finement cette modification de la topographie, le logiciel d'analyse d'image AFM développé dans la thèse de Duvivier est utilisé pour extraire le rayon de courbure moyen et la dispersion en hauteur du sommet des aspérités. Ces données pouvant être comparées à celle de [Gregori & Clarke (2006)] (chapitre 1 partie 2.7).

Cependant, moins de 400 aspérités sont comprises dans les empreintes résiduelles réalisées précédemment (R_i = 50 µm). Il s'agit de valeurs limites pour obtenir une bonne représentation de la population des aspérités. De plus, la sollicitation mécanique est très hétérogène due au gradient de pression. D'après le modèle élastique de Hertz, la pression de contact varie de 900 à 210 MPa dans un rayon de 1 µm pour une force de contact de 2 mN (R_i = 50 µm) (Figure 20). Chaque aspérité subit une sollicitation mécanique propre. Une analyse discrète de la déformation des aspérités sera proposée dans le chapitre 4 avec une mise en place expérimentale spécifique.

Dans cette partie, les pressions équivalentes correspondant à la forte diminution de la rugosité RMS (partie 2.1.1) sont appliquées avec une pointe sphérique en saphir de 150 µm de rayon de courbure. Les empreintes résiduelles sont alors beaucoup plus grandes. Le diamètre est supérieur à 5 µm, soit une aire minimale de 20 µm² pour environ 1400 aspérités. La sollicitation mécanique est beaucoup plus homogène (gradient de pression moins important, voir Figure 20) : pour une force de contact de 30 mN avec une pointe en saphir de 150 µm de rayon de courbure, la pression de contact hertzienne varie de 1000 à 970 MPa dans un rayon de 1 µm. L'enjeu est double : effectuer une analyse statistique dans l'empreinte résiduelle et également le long de celle-ci de par la répartition en pression dans l'empreinte.

2.2.1 Répartition des pressions

Les modèles utilisés pour dimensionner l'expérience sont présentés en annexe (le modèle de Bahrami [Bahrami et al. (2005)] est alors introduit car il prend en compte la rugosité des surfaces de contact). Le protocole expérimental est détaillé. Les mesures de la rugosité RMS le long d'une l'abscisse radiale sont comparées à celles effectuées partie 2.1.1. Enfin, le rayon de courbure moyen et la répartition en hauteur du sommet des aspérités sont extraits.

Les profils obtenus avec le modèle de Bahrami sont présentés dans deux cas de figure : une force de contact de 30 mN appliquée avec une pointe en saphir de 150 µm de rayon de courbure (soit une pression maximale de Hertz de 1000 MPa) et une force de 2 mN avec une pointe en diamant de 50 µm de rayon de courbure (soit une pression maximale de Hertz de 900 MPa). Les paramètres utilisés sont R_i = 150 µm, E_i = 420 GPa et ν_i = 0,2 pour la pointe sphérique en saphir et H_0 = 1,05 GPa, E_{Au} = 60 GPa, ν_{Au} = 0,42 et σ_s = 13 nm pour le film mince d'or pur. Dans ces deux cas, le rayon de contact de Bahrami est supérieur à celui de Hertz. Ainsi, le gradient de pression avec le modèle de Bahrami est moins important qu'avec celui de Hertz.

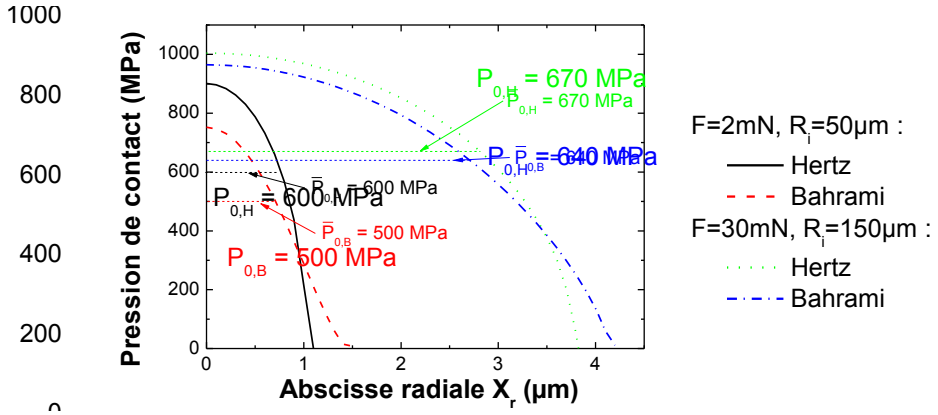


Figure 20 : Pression de contact en fonction de la position le long de l'abscisse radiale (X_r) pour les modèles de Hertz et de Bahrami dans le cas d'un contact entre sphère/plan (échantillon Au) pour deux couples de force de contact et de rayon de courbure (R_i = 50 µm et F = 2 mN ; R_i = 150 µm et F = 30 mN).

2.2.2 Protocole expérimental

Premièrement (partie 2.2.3), une analyse sur l'évolution de la rugosité RMS le long des rayons des empreintes résiduelles (Figure 21) est effectuée pour une force de contact de 30 mN. Le but est de comparer ces résultats à ceux obtenus précédemment avec la pointe en diamant de 50 µm de rayon de courbure en cyclage, fluage et charge-décharge unique (partie 2.1). Une surface d'analyse comparable à ces essais (1 x 1 µm²) est utilisée. Les résultats ainsi obtenus sont comparés aux traitements de surface du film mince d'or.

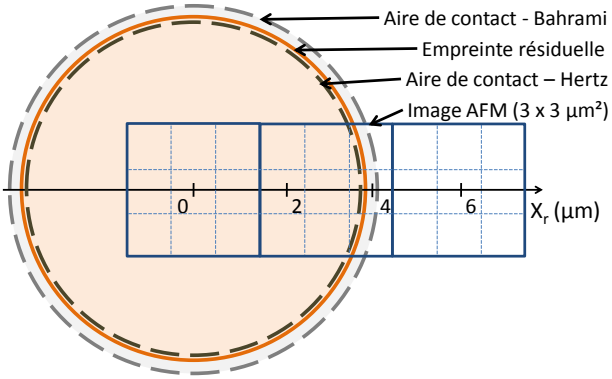


Figure 21 : Représentation schématique des analyses effectuées sur les empreintes résiduelles après nano-indentation sphérique (R_i = 150 µm, F = 30 mN) sur l'échantillon Au.

Dans un deuxième temps, le rayon de courbure moyen et la répartition en hauteur du sommet des aspérités sont mesurés en fonction de l'abscisse radiale et donc, de la rugosité RMS. Pour toutes ces analyses, des images AFM 3 x 3 µm² des empreintes résiduelles apparentes sont réalisées le long de l'abscisse radiale. Ces images peuvent être par la suite redécoupées selon les besoins (Figure 21).

2.2.3 Evolution dans l'empreinte de la rugosité RMS

La rugosité RMS est mesurée le long de l'abscisse radiale (X_r) d'une empreinte résiduelle formée par nano-indentation sphérique avec la pointe en saphir d'un rayon de courbure (R_i) de 150 µm. Cette analyse est effectuée sur tous les films minces.

Plus la surface analysée est proche du centre, plus la rugosité RMS diminue. Les diminutions mesurées sont similaires à celles présentées dans la partie 2.1.1. Dans le cas Ru/Au, la rugosité RMS diminue de 10% lorsque X_r diminue de 8 à 0 µm. La rugosité RMS de B10% et N10% sont très similaires et leur diminution est de 35%. Enfin, la diminution de la rugosité RMS atteint 70% au centre de l'empreinte pour Au.

Par ce protocole expérimental, les mêmes diminutions de rugosité RMS que dans la partie 2.1.1 sont reproduites, et cela sur des surfaces de contact beaucoup plus importantes.

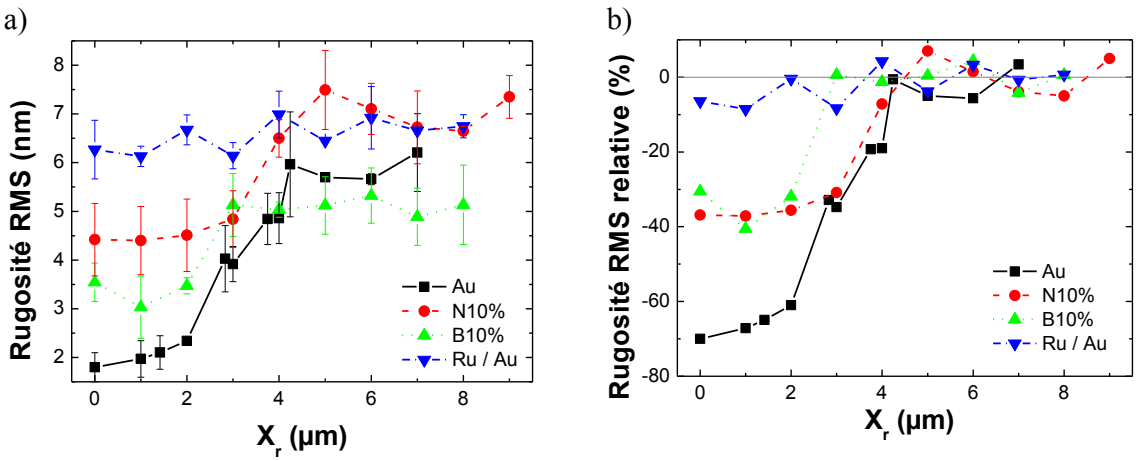


Figure 22 : Rugosité RMS (a) et relative par rapport à l'état initial (b) en fonction de la position radiale après nano-indentation sphérique (R_i = 150 µm et F = 30 mN) sur les échantillons Au, N10%, B10% et Ru/Au.

Plus le matériau de contact est dur, moins sa rugosité RMS diminue. Il s'agit d'ailleurs de la supposition empirique sur laquelle est basée l'utilisation des matériaux de contact (plus dur) des micro-relais MEMS. Toutefois, N10% n'est pas aussi dur que B10%. Il existe un facteur deux entre leur dureté. Pourtant, la rugosité RMS évolue d'une façon similaire à celle de B10%. La taille et la hauteur des précipités de nitrure d'or sont identiques à l'intérieur comme à l'extérieur de l'empreinte résiduelle (Figure 23). Et le rayon de courbure des aspérités semble bien augmenter dans l'empreinte résiduelle. Ces précipités semblent être de façon intrinsèque plus durs que l'or les entourant.

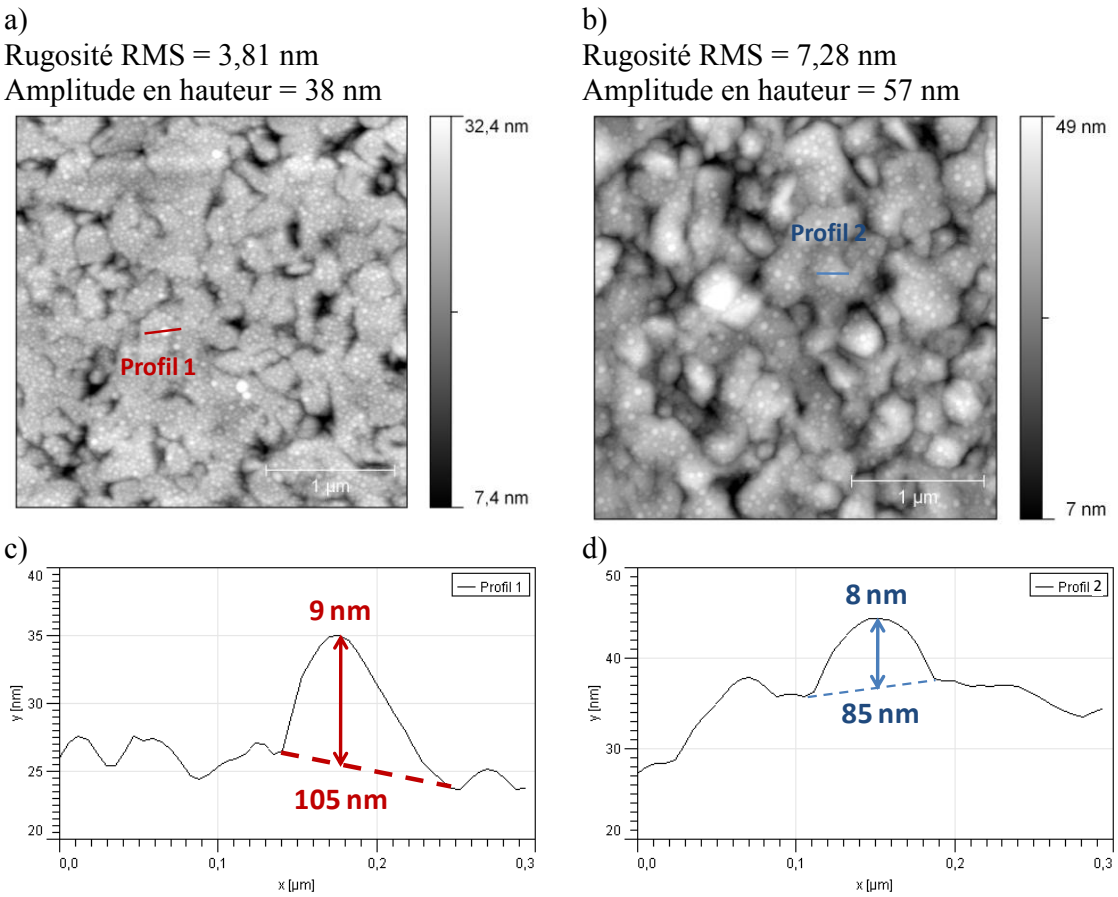


Figure 23 : Images AFM (3 x 3 µm²) de l'échantillon N10% après nano-indentation sphérique (R_i = 150 µm, F=80 mN) au centre de l'empreinte (a, Xr = 0 µm) et à l'extérieur (b, Xr = 6 µm).

2.2.4 Rayon de courbure et répartition en hauteur des aspérités

Au vu des résultats précédents, la nano-indentation sphérique avec R_i de 150 µm et une force de contact de 30 mN sur le film mince d'or pur permet d'investiguer une large gamme de variation de rugosité RMS (entre 2 et 6 nm). De plus, cette variation de rugosité est cohérente avec les résultats obtenus dans la partie 3.1.1. En utilisant le logiciel d'analyse d'image AFM [Duvivier (2010)], il est possible d'extraire la distribution du rayon de courbure et la répartition en hauteur du sommet des aspérités. Cette analyse est appliquée sur les images AFM extraites le long de l'abscisse radiale de l'empreinte résiduelle.

La distribution initiale (en dehors de l'empreinte résiduelle) du rayon de courbure des aspérités est centrée sur 353 nm et son écart type est d'approximativement 120 nm (Figure 24-a). L'augmentation de la pression locale élargit cette distribution et surtout augmente sa valeur moyenne jusqu'à 1,45 µm. Le matage des aspérités est alors très important.

Pour la répartition en hauteur du sommet des aspérités (Figure 24-b), celle de la surface initiale (rugueuse) est importante (de -15 à +20 nm) avec un écart type de 13 nm. Avec l'augmentation de la déformation, les sommets ont tendance à s'aligner les uns aux autres et ainsi, l'écart type est inférieur à 1 nm au centre de l'empreinte. La détection des aspérités est beaucoup plus difficile lorsque le rayon de courbure des aspérités est grand, ce qui peut augmenter la dispersion du rayon de courbure.

En dehors de l'empreinte résiduelle ($X_r = 7$ µm), la distribution des rayons de courbure des aspérités est centrée sur 353 nm et son écart type est d'approximativement 120 nm (Figure 24-a). Les distributions dans l'empreinte résiduelle sont beaucoup plus étalées et la valeur moyenne a fortement augmenté. L'inverse se produit sur la répartition en hauteur du sommet des aspérités (Figure 24-b). En dehors de l'empreinte, la répartition est importante (de -15 à +20 nm) avec un écart type de 13 nm. Dans l'empreinte, la répartition s'affine et son écart type atteint 10 nm.

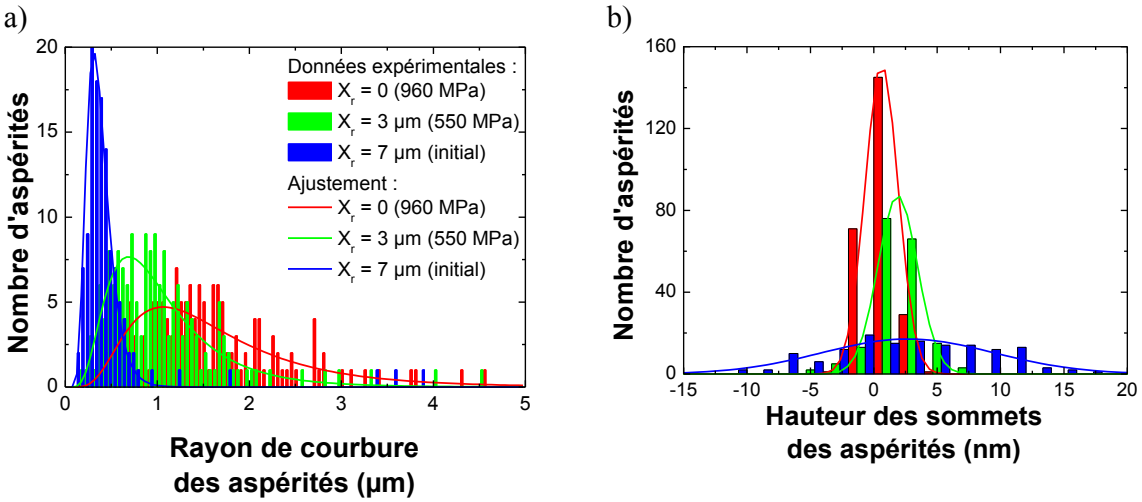


Figure 24 : Répartition des rayons de courbure (a) et des hauteurs des sommets des aspérités (b) en fonction de la position radiale (X_r) dans l'empreinte résiduelle après nano-indentation sphérique (R_i = 150 µm et F = 30 mN) de l'échantillon Au.

Les valeurs des rayons de courbure moyens et des écarts types de la hauteur des sommets des aspérités sont comparées à la rugosité RMS mesurée précédemment (Figure 25). En dehors de l'empreinte résiduelle ($X_r > 4$ µm), la rugosité RMS oscille autour de 6,5 nm, la valeur de référence du film mince d'or pur (après dépôt). Le rayon de courbure moyen des aspérités oscille également autour de 350 nm. L'écart type de la répartition en hauteur des sommets des aspérités diminue légèrement de 13,6 à 10,5 nm.

Dans l'empreinte résiduelle, la diminution de l'écart type de la répartition en hauteur des sommets des aspérités de 3,6 et 0,8 nm et l'augmentation du rayon de courbure moyen de 0,8 à 1,45µm sont cohérents avec la diminution de la rugosité RMS de 6,5 à 2 nm.

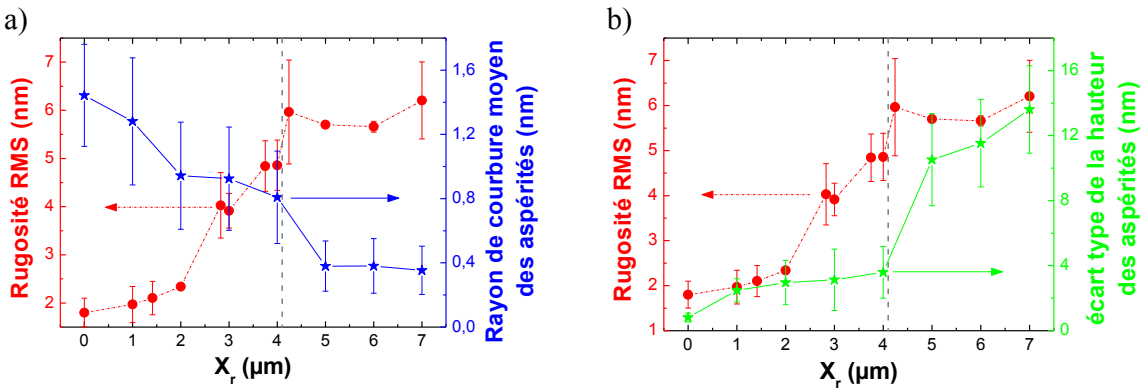


Figure 25 : Rayon de courbure moyen (a) et écart type des hauteurs des sommets des aspérités (b) en fonction de la position radiale (X_r) dans l'empreinte résiduelle après nano-indentation sphérique (R_i = 150 µm et F = 30 mN) de l'échantillon Au.

Le modèle de Gregory & Clark sur le matage des surfaces de contact est confirmé. Le rayon de courbure des aspérités augmente. De plus, le sommet des aspérités s'aligne. Lorsque les aspérités sont parfaitement alignées et que le rayon de courbure est très important, cela est équivalent à un contact lisse. A partir de ces données expérimentales, le paramètre adimensionnel θ_F est calculé (chapitre 1 partie 2.6) en fonction de sa position le long de l'abscisse radiale et donc pour une valeur de rugosité RMS donnée. En reportant cette variation de rugosité RMS aux mesures des forces d'adhésion partie 2.1.1, l'évolution de θ_F est représentée en fonction des forces d'adhésion mesurées (Figure 26).

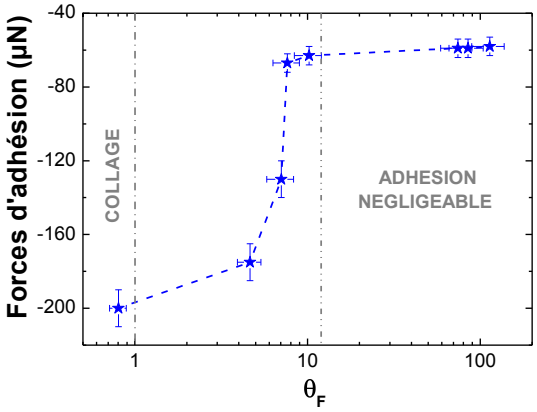


Figure 26 : Forces d'adhésion en fonction du paramètre θ_F.

D'après la littérature, lorsque le paramètre θ_F est supérieur à 12, les forces d'adhésion sont négligeables devant l'élasticité. Avec nos données expérimentales sur l'échantillon Au, cette limite se situe autour de 7. Lorsque θ_F est inférieur à 7, les forces d'adhésion augmentent de façons significatives de -75 à -200 µN. Le paramètre est d'ailleurs inférieur à 1, ce qui correspondrait au collage des surfaces de contact.

L'accord entre la théorie et nos mesures est flagrant. Lors de la réalisation des surfaces de contact des micro-relais MEMS, un soin tout particulier doit être mené sur l'optimisation des propriétés mécaniques, mais également topographique.

2.3 Conclusions

L'utilisation de la nano-indentation sphérique a permis de reproduire les sollicitations mécaniques des micro-relais MEMS et d'analyser leurs impacts sur les surfaces de contact.

Pour une charge/décharge unique, les mesures de la dureté effectuées dans le chapitre 2 sont suffisantes pour déterminer des tendances sur les diamètres de contact apparents. En effet, plus le matériau est dur, plus sa surface de contact est faible.

De même, plus un matériau est dur, plus il faut une force de contact importante pour déformer plastiquement ses aspérités et ainsi diminuer la rugosité RMS. Ceci ne s'applique pas à l'échantillon N10%. Il s'avère avoir la dureté la moins élevée, mais une évolution de la rugosité RMS similaire à l'échantillon B10%. Il a été démontré que les précipités de nitrure d'or présents à la surface ne sont pas ou peu déformés plastiquement, alors que l'aspérité voit son rayon de courbure augmenter.

Ainsi, lors de charge/décharge unique, de cyclage ou de fluage, la diminution de la rugosité RMS est plus importante pour Au que pour N10% ou B10%. La rugosité RMS de l'échantillon Ru/Au n'évolue quasiment pas. La dureté intrinsèque du ruthénium est 15 fois plus élevée que celle de l'or pur. Ainsi, lors du contact entre la pointe sphérique et le revêtement de ruthénium, le film mince d'or pur sous-jacent se déforme plastiquement.

Donc, par rapport à l'évolution de la rugosité RMS, l'échantillon Ru/Au semble être la meilleure alternative. Toutefois, les échantillons N10% et B10% proposent des performances intéressantes.

Le cyclage a permis de mettre en avant deux phénomènes significatifs des défaillances des micro-relais MEMS à contact or/or. Le cyclage à une force de 10 mN entraine la formation d'amas dès 100 cycles. Ce phénomène n'est observé que sur l'échantillon Au. De plus, lors de cyclage à 1 mN, seul cet échantillon a des forces d'adhésion qui augmentent avec le nombre de cycles. Même dans le cadre d'un contact avec du diamant, l'or pur a tendance à coller ou à s'arracher. Cela est certainement dû à sa grande énergie d'adhésion. Les échantillons Ru/Au, N10% et B10% ne présentent pas ce type de comportement, ils sont donc des matériaux de contact plus performants que l'or pur.

3 Essais d'endurance

L'objectif de cette partie est d'effectuer une nouvelle approche de l'étude post-mortem des surfaces de contact des micro-relais MEMS. Généralement, des observations MEB et EDX sont effectuées sur ces surfaces (chapitre 1 partie 1.4). Une analyse microstructurale plus complète (mesure de la texture cristallographique et de la taille de grains, et mesure des propriétés mécaniques des surfaces de contact) est déployée pour approfondir la compréhension des mécanismes de dégradation des surfaces de contact qui mènent à la défaillance des micro-relais MEMS.

Les mesures de nano-indentation sphérique ont permis d'investiguer des comportements mécaniques des micro-relais MEMS tels que le fluage et le cyclage. Cependant, le nombre de cycles est limité à 1000 alors que la durée de vie d'un micro-relais MEMS atteint la centaine de millions de cycles. Pour atteindre ce nombre de cycles, le banc d'endurance développé dans la thèse de Vincent [Vincent (2010)] est utilisé. Une description de cet équipement est fournie partie 1.3.2.

Pour rappel, cet équipement permet de réaliser des essais en « hot » et « cold switching » sur un contact or/or rugueux/rugueux avec des dimensions, des courants, potentiels et des forces de contact identiques à celles de micro-relais MEMS. La partie mobile du micro-relais MEMS correspond au film mince d'or pur collé sur la lamelle reed et la partie fixe est associée à une pointe en tungstène de 20 µm de rayon de courbure recouverte par un alliage or-béryllium de 300 nm d'épaisseur. Le plan d'expérience réalisé avec cet équipement est présenté Tableau 5.

Force de contact (µN)	Pression moyenne de Hertz (MPa)	Fréquence de cyclage (Hz)	Nombre de cycles	Pilotage	Courant imposé (mA)	Tension de compliance (V)
300	386	10	580 000 26 000	cold switching hot switching	1	5

Tableau 5 : Plan d'expérience des essais d'endurance

A noter que le courant imposé de 1 mA n'est pas suffisant pour générer un échauffement local des surfaces de contact lors de la mesure de la résistance électrique de contact (RC). La fréquence de cyclage est de 10 Hz et est 100 fois moins importante que pour un dispositif réel. Cependant, elle est déjà 100 fois supérieure à celle réalisée par nano-indentation sphérique (partie 2.1.2). Une pointe par essai est utilisée. Les notations cyclage « cold » et cyclage « hot » sont utilisées pour désigner les 580 000 cycles en « cold switching » et les 26 000 cycles en « hot switching ».

Les résultats électriques et d'observations morphologiques MEB/EDX de cette analyse sont présentés dans [Vincent (2010)] (et partie 3.2.1). Notre travail porte particulièrement sur l'analyse locale d'orientation cristalline par EBSD (annexe) des surfaces de contact (partie 3.2.2). En effet, Vincent à mis en évidence le matage des surfaces de contact après le cyclage « cold » et la présence de zones fondues après le cyclage « hot ». La mesure EBSD sur de telles

surfaces permet de révéler et de quantifier la dégradation de la microstructure par l'évolution de la texture cristalline. De plus, les zones fondues traduisent un échauffement local qui peut induire une modification de la texture cristallographique et de la taille de grain.

Afin d'interpréter plus finement ces évolutions microstructurales, une étude approfondie sur l'évolution de la texture cristallographique est menée en fonction d'une déformation mécanique maitrisée par nano-indentation sphérique (partie 3.3.1). Et pour reproduire des échauffements locaux et ponctuels, l'utilisation d'un laser par pulse de 5 ns est investiguée (partie 3.3.2).

3.1 Résistance électrique de contact [Vincent (2010)]

Dans un premier temps, une mesure de Résistance électrique de Contact (RC) est effectuée pour vérifier le montage expérimental avant cyclage et extraire une valeur de référence. La RC diminue en fonction de la force appliquée (Figure 27). Pour une force de contact de 300 µN, la RC est comprise entre 175 et 200 mΩ. Une analyse fine de l'évolution de la RC est effectuée dans le chapitre 4.

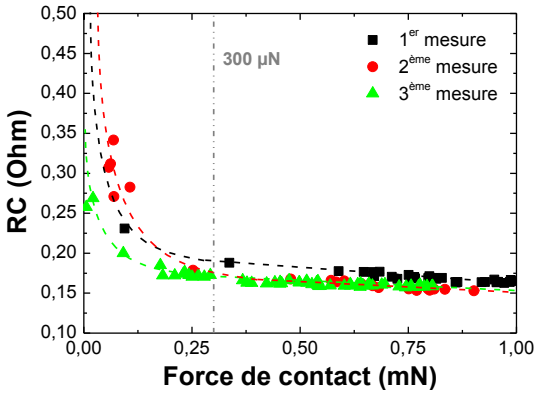


Figure 27 : Résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée lors de 3 mesures successives pour un contact or/or.

Entre le premier essai et les 2 suivants (Figure 27-a), la RC diminue légèrement (10%). Il s'agit certainement de l'usure initiale de la surface de contact.

Pour le cyclage « hot », la RC est stable, autour de 300 mΩ, lors des 800 premiers cycles (Figure 27). Puis entre 800 et 1 200 cycles, la RC oscille entre 300 mΩ et 70 Ω. Enfin, au-delà de 1200 cycles, la RC augmente de 70 Ω à 2 kΩ avec de fortes variations.

Pour le cyclage « cold », la RC est stable, autour de 300 mΩ, lors des 3 000 premiers cycles (Figure 27). Puis entre 3 000 et 45 000 cycles, la RC oscille fortement de 300 mΩ à 190 Ω. Au-delà de 45 000 cycles, la RC augmente de 90 Ω à 200 Ω avec de fortes variations.

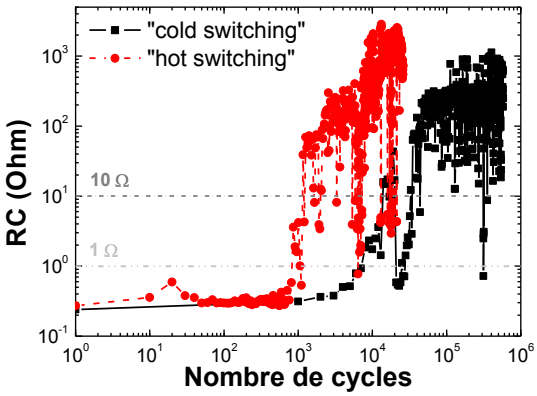


Figure 28 : Résistance électrique de contact en fonction du nombre de cycles effectués en « cold » ou « hot switching » pour un contact or/or à une force de contact de 300 µN.

Pour une limite d'utilisation à 1 Ω, le nombre de cycles atteint est de 820 en « hot switching » et de 7 300 en « cold switching ». Pour 10 Ω, le nombre de cycle atteint est de 1140 en « hot switching » et de 13 780 en « cold switching ». Il y a environ un facteur 10 sur la durée de vie entre un essai en « cold » et « hot switching », comme observé dans la littérature (chapitre 1 partie 1.4). L'analyse des surfaces de contact après cyclage met en évidence que les mécanismes de dégradation menant à l'augmentation de la RC sont différents.

3.2 Analyse des surfaces de contact après cyclage

Dans un premier temps, les observations par MEB et EDX des surfaces de contact après cyclage « cold » et « hot » présentés dans [Vincent 2012] sont synthétisées partie 3.2.1. Notre apport original porte sur l'analyse locale de leur orientation cristalline par EBSD et sur la mesure de leurs propriétés mécaniques par nano-indentation Berkovich (partie 3.2.3).

Les résultats bruts sont d'abord présentés et seront analysés dans un bilan final (partie 3.2.4).

3.2.1 Observations au microscope électronique à balayage [Vincent (2010)]

Après le cyclage « cold », la surface de la pointe en or-béryllium est matée sur un diamètre d'approximativement 14 µm +/- 2 µm (Figure 29 « cold switching » - b). L'empreinte résiduelle du film mince d'or pur a plutôt une forme elliptique dont les diamètres sont de 17 et 24 µm (Figure 29 « cold switching » - c). Elle peut être due à de faible déplacement résultant de la flexion de la lame. L'empreinte résiduelle est plus grande que la surface matée de la pointe. Vincent explique que son dispositif induit une force d'impact jusqu'à trois fois plus importante que la force de contact [Vincent (2010)]. Cette force d'impact est d'ailleurs inexistante pour un micro-relais MEMS car les parties mobiles ont des masses quasiment négligeables et des déplacements réduits. Il se peut également que le contact ne se produise pas exactement au même endroit à chaque cycle. Ainsi, la surface matée sur le film mince d'or pur a une forme elliptique. Il est également possible que le contact entre la pointe et le film ne soit pas parfaitement normal.

De plus, un agrégat de carbone est observé en périphérie de la surface matée de la pointe (en noir sur la Figure 29 « cold switching » - b). Des traces de carbone sont également détectées dans l'empreinte résiduelle (en noir sur la Figure 29 « cold switching » - c).

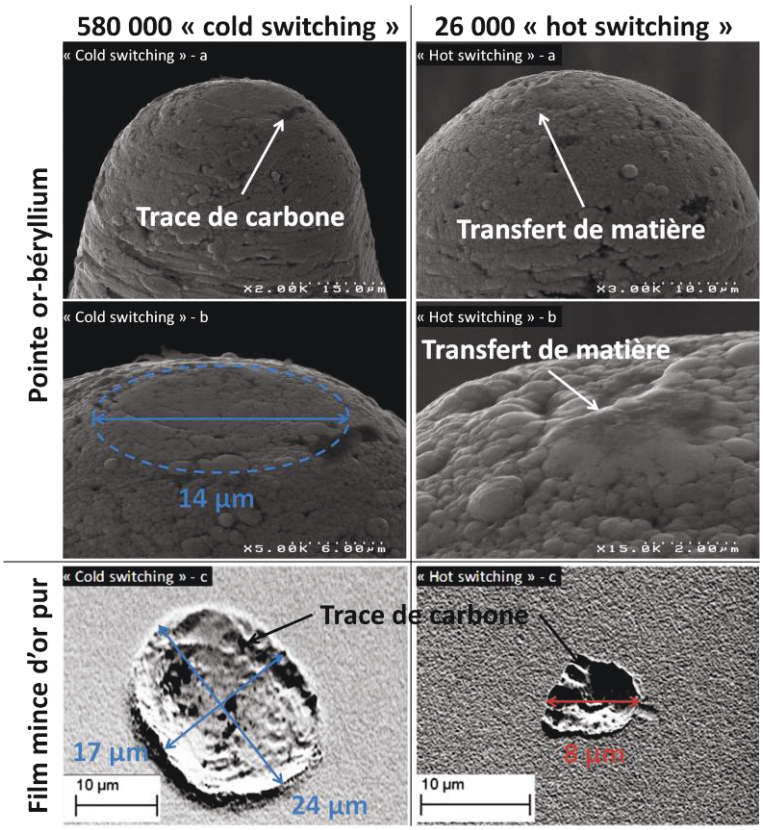


Figure 29 : Observations MEB des surfaces de contact après 580 000 cycles en « cold switching » et 26 000 cycles en « hot switching » par le banc d'endurance sur l'échantillon Au.

Après le cyclage « hot », la pointe en or-béryllium ne présente pas de surface matée (Figure 29 « hot switching » - a). Par contre, un amas d'approximativement 4 µm de diamètre est observé à sa surface (Figure 29 « hot switching » - b). D'après Vincent, cet amas correspond à un léger transfert de matière. Côté film mince, l'empreinte résiduelle a un diamètre de 8 µm et un aspect fondu. Des traces de contamination carbonée sont présentes sur les surfaces de contact.

Les dégradations observées sont similaires à celles des micro-relais MEMS, ce qui indique que le banc de test est capable de reproduire certains des mécanismes de défaillance.

3.2.2 Cartographies d'orientations cristallines

Tout d'abord, les mesures EBSD ont été menées sur les pointes utilisées et plus particulièrement sur les défauts qu'elles présentent à leur surface. Puis, les surfaces de contact sur le film mince sont étudiées.

3.2.2.1 Pointes

Il est très difficile de réaliser une cartographie EBSD sur une surface courbe. L'échantillon doit être parfaitement plan pour réaliser une mesure optimale : l'angle formé par le faisceau d'électrons et la normale à la surface analysée doit être de 70°. S'écarter de cet angle dégrade la qualité des bandes de Kikuchi et donc leur indexation par le logiciel. Cela induit également une erreur sur les orientations cristallines.

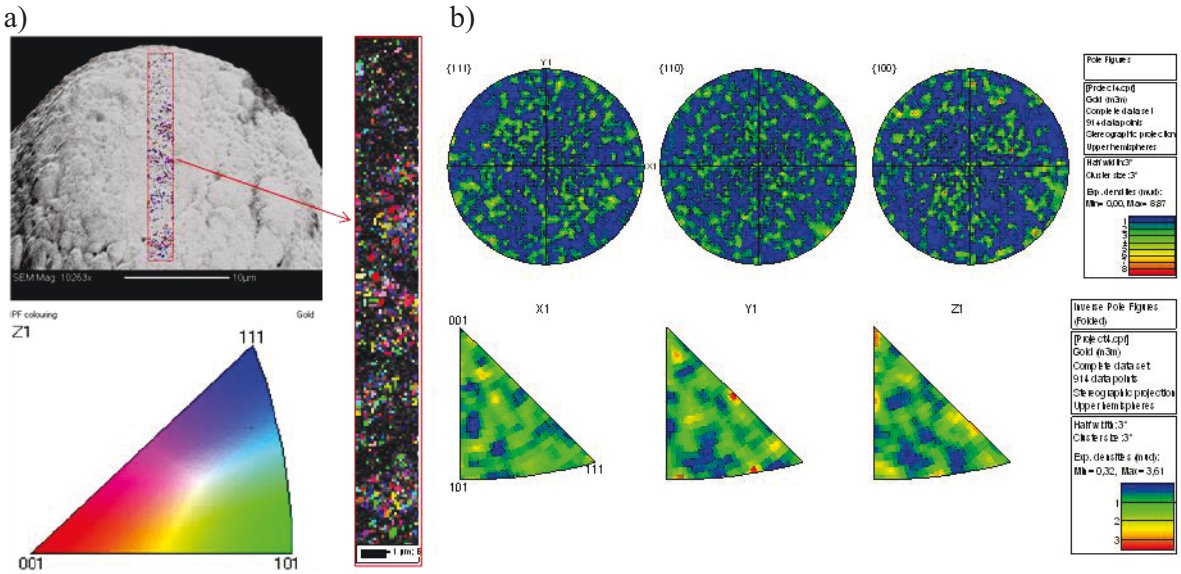


Figure 30 : Cartographie d'orientations (2,5x20 µm² avec un pas de 100 nm) suivant la normale au sommet de la pointe après cyclage « cold » (a) et les calculs de densité d'orientation représentés sur des figures de pôles et des figures de pôle inverses (b).

Le sommet de la pointe après le cyclage « cold » est maté et peut ainsi permettre de réaliser une cartographie d'orientation cristalline. La surface matée correspond au 2/3 de la partie basse de la cartographie (Figure 30-a). La taille des grains semble être voisine du pas utilisé, soit 100 nm. Il semble qu'il n'y ait aucune orientation cristalline privilégiée (Figure 30-b).

Notre intérêt se focalise sur la surface de contact côté film mince qui se prête plus aisément à ce type de mesure.

3.2.2.2 Films minces

A l'extérieur des empreintes résiduelles du film mince d'or pur, après les cyclages « cold » et « hot » (Figure 31 et Figure 32), la grande majorité des points indexés (en bleu) correspondent à la texture de fibre {111}, déjà observée lors de la caractérisation initiale des matériaux de contact dans le chapitre 2. Dans les empreintes résiduelles, différentes orientations cristallographiques sont observées.

Après le cyclage « cold », le calcul de la densité d'orientation démontre qu'il y a toujours une orientation privilégiée (Figure 31). La texture cristallographique de fibre {111} initiale est moins prononcée. Une analyse avec un pas plus fin permet de déterminer que la taille de grains est la même à l'intérieur et à l'extérieur de l'empreinte. Comme le montre les mesures de la résistance électrique de contact présenté précédemment (chapitre 1 partie 2.3), le courant imposé de 1 mA n'est pas suffisant pour générer un échauffement local et donc une croissance de grains.

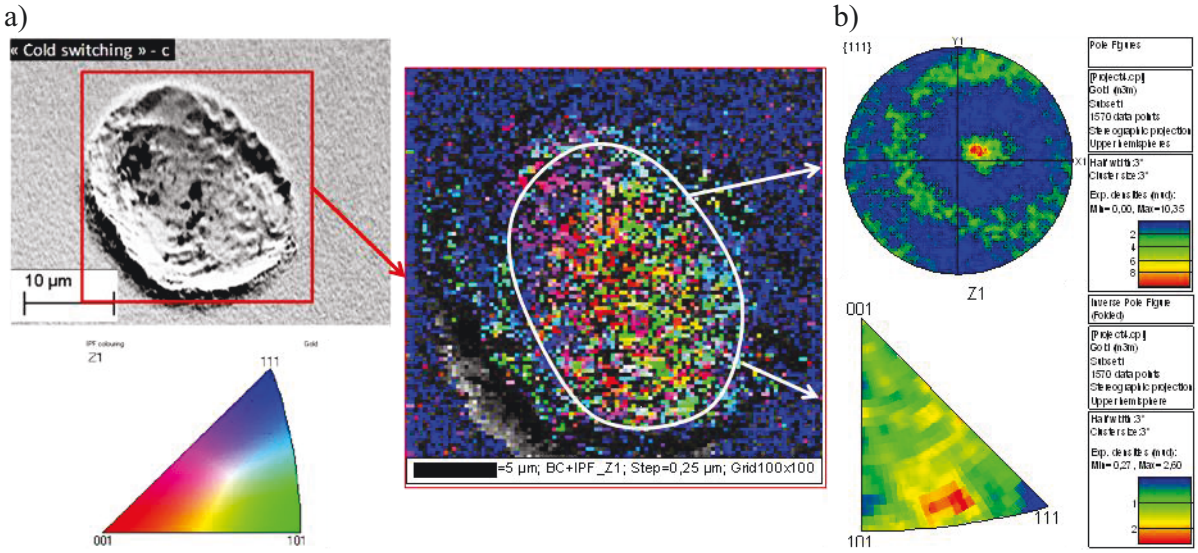


Figure 31 : Cartographie d'orientations (25x25 µm² avec un pas de 250 nm) suivant la normale à la surface de l'échantillon Au (Z) après cyclage « cold » (a) et les calculs de densité d'orientation représentés sur une figure de pôles {111} et une figure de pôle inverse selon Z (b).

Après le cyclage « hot », le calcul de la densité d'orientation démontre qu'il n'y a plus d'orientation cristalline privilégiée (Figure 36-b). La texture cristallographique de fibre {111} initiale a totalement disparu de la figure de pôles {111}. De plus, dans l'empreinte, la taille moyenne des grains est de 400 nm. Cette croissance de grain est locale, seulement dans l'empreinte. Le cyclage « cold » induit une dégradation de la texture cristalline de fibre {111}, alors qu'après le cyclage « hot » elle a totalement disparu. De plus, beaucoup de grains orientés {001} et {110} sont observés dans l'empreinte. Il semble que cette croissance soit anormale car certaines directions sont privilégiées lors de la croissance.

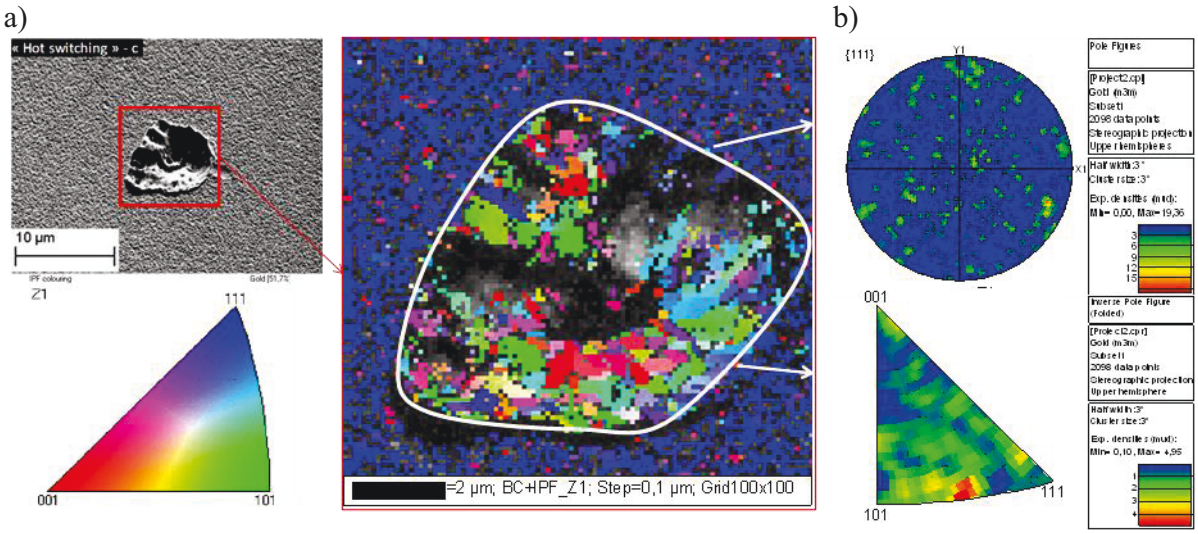


Figure 32 : Cartographie d'orientations (10x10 µm² avec un pas de 100 nm) suivant la normale à la surface de l'échantillon Au (Z) après cyclage « hot » (a) et les calculs de densité d'orientation représentés sur une figure de pôles {111} et une figures de pôle inverse selon Z (b).

Les différences fondamentales de la texture cristallographique et de la taille moyenne des grains dans les empreintes résiduelles après les cyclages « cold » et « hot » mettent en évidence que différents mécanismes de dégradation du contact électrique entrent en jeu en fonction du type de cyclage. Afin d'approfondir l'évolution microstructurale des surfaces de contact après cyclage, une mesure des propriétés mécaniques locales des surfaces de contact par nano-indentation Berkovich est effectuée.

3.2.3 Nano-indentation Berkovich des surfaces de contact

Les mesures de nano-indentation Berkovich des surfaces de contact après cyclage sont réalisées dans les mêmes conditions expérimentales que dans le chapitre 2. Pour rappel, le modèle de Loubet est utilisé pour extraire la dureté mesurée (Figure 33) et le modèle de cavité étendue présentée dans le chapitre 2 est utilisé pour extraire la dureté intrinsèque (Tableau 6).

Cependant, un seul essai d'indentation peut être effectué dans les surfaces de contact après les cyclages « cold » et « hot ». Ainsi, les mesures de dureté extraites à partir de ces deux mesures sont plus bruitées que pour le film mince d'or pur après dépôt. La valeur extraite doit être considérée comme une première estimation. De plus, les surfaces de contact après cyclage sont fortement dégradées et présentent de forte variation de topographie. Il faut également prendre en compte la taille des empreintes par rapport à celle de l'indentation (3,5 µm de diamètre).

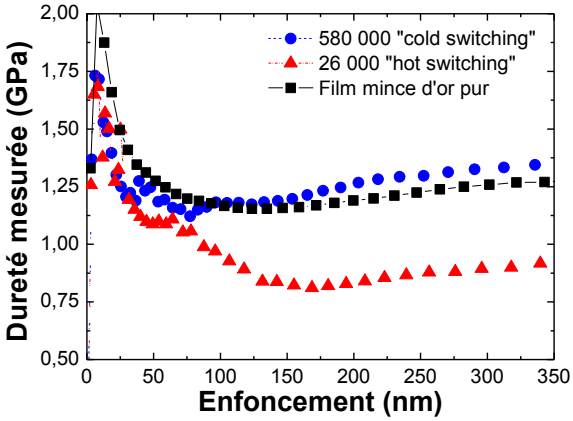


Figure 33 : Duretés mesurées en fonction de l'enfoncement dans l'échantillon Au après dépôt et après les cyclages « cold » et « hot ».

La dureté mesurée en fonction de l'enfoncement sur le film mince d'or pur (Au) et sur l'empreinte résiduelle du cyclage « cold » sont très similaires (Figure 33). L'écart entre leur dureté intrinsèque extraite par le modèle de cavité n'est que de 8,6% (Tableau 6). En effet, au-delà de 100 nm d'enfoncement, la dureté « cold » est très légèrement supérieure à celle de Au. Après le cyclage « hot », la dureté mesurée diminue de façon très significative (Figure 33). La dureté intrinsèque extraite par le modèle de cavité est 0,78 GPa (Tableau 6), soit une diminution de 26% par rapport au film mince d'or pur.

Cyclage	Dureté intrinsèque (GPa)
Aucun cycle	1,05
580 000 « cold switching »	1,14 (+8,6%*)
26 000 « hot switching »	0,78 (-26%*)

*Tableau 6 : Dureté et module d'Young intrinsèque de la surface de contact après 580 000 cycles en « cold switching » et 26 000 en « hot switching », et à son état initial après dépôt du film mince d'or. * diminution relative par rapport au film mince d'or pur.*

Le cyclage « cold » induit un durcissement des surfaces de contact, alors qu'en « hot » un fort ramollissement est mis en évidence. Une interprétation sur ces mesures de dureté des surfaces de contact, couplée avec l'analyse d'orientation cristalline locale (EBSD) est proposée par la suite.

3.2.4 Bilan intermédiaire

Une étude microstructurale complète est menée sur les surfaces de contact après 580 000 cycles en « cold switching » et 26 000 cycles en « hot switching » effectués par un banc

d'endurance avec une pointe en or-béryllium de 20 µm de rayon de courbure sur un film mince d'or pur à une force de contact de 300 µN.

Tout d'abord, après le cyclage « cold », les surfaces de contact sont déformées plastiquement : la pointe présente une surface matée et le film mince d'or une empreinte résiduelle. De plus la nature cyclique de la sollicitation mécanique peut impliquer un écrouissage cyclique et ainsi induire le durcissement des surfaces de contact mesurées. Cette déformation plastique induit une légère désorientation cristalline vis-à-vis de la texture cristallographique de fibre {111} dans l'empreinte résiduelle.

Après le cyclage « hot », la pointe ne présente pas de zone matée. Seule la surface du film mince d'or pur (Au) présente une empreinte résiduelle. La texture cristallographique de cette dernière ne présente plus d'orientation cristallographique privilégiée. Cette évolution de la texture de fibre ne peut être imputée à la déformation plastique en connaissance des résultats précédents : dans ce cas, seulement 26 000 cycles sont effectués, alors que précédemment avec 580 000 cycles, une orientation privilégiée avec une texture cristallographique de fibre est conservée. Une forte croissance de grain est observée dans l'empreinte résiduelle. Par rapport à la taille moyenne de grain de 115 nm du film mince d'or pur après dépôt, la taille moyenne de grain est de 400 nm dans l'empreinte résiduelle. Cette croissance de grain est due à un échauffement très localisé. La modification de la texture cristallographique résulte certainement de cet échauffement. La croissance de grain doit être anormale [Thompson & Carel (1996)] car elle favorise certaines orientations cristallographiques au détriment d'une texture cristallographique de fibre {111}.

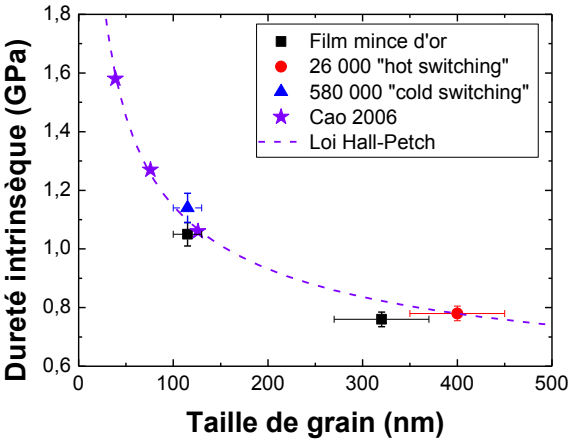


Figure 34 : Dureté intrinsèque en fonction de la taille de grain mesurée par EBSD sur l'échantillon Au après dépôt et un recuit de 300°C pendant 3 heures, et après les cyclages « hot » et « cold ». Les données de Cao sont également représentées avec un ajustement du type Hall-Petch.

Cette augmentation de la taille moyenne de grain est cohérente avec la diminution de la dureté. Sur la Figure 34, les mesures de dureté de Cao en fonction de la taille de grain de film mince d'or pur sont reportées et ajustées par la loi Hall-Petch. Cet ajustement est cohérent avec

les duretés intrinsèques du film mince d'or pur après dépôt (115 nm, 1,05 GPa) et après un recuit de 3 heures à 300°C (325 nm, 0,76 GPa) mesurées dans le chapitre 2.

L'échauffement des surfaces de contact durant le cyclage « hot » est donc important. Des traitements lasers sont effectués pour investiguer l'échauffement dans la partie 3.3.2.

3.3 Investigation microstructurale après sollicitations représentatives

Après les cyclages « cold » et « hot », de fortes modifications microstructurales des surfaces de contact sont mises en évidence par rapport à la texture cristallographique de fibre {111} initiale du film mince d'or pur. Notre objectif est de reproduire des modifications microstructurales similaires par des sollicitations contrôlées :

- grandes déformations purement mécaniques par nano-indentation sphérique
- échauffement local spontané par recuit laser

3.3.1 Nano-indentation sphérique à fortes forces

Plusieurs forces de contact, jusqu'à 600 mN, sont appliquées sur le film mince d'or pur par nano-indentation sphérique avec la pointe en diamant d'un rayon de courbure de 50 µm. Le but est de réaliser une grande gamme de déformation du film mince d'or pur et de caractériser la modification de sa texture cristallographique de fibre {111}.

Pour estimer la déformation macroscopique imposée, le ratio de l'enfoncement résiduel des indentations ainsi réalisées par l'épaisseur totale du film mince est calculé. Lorsque la force de contact augmente jusqu'à 150 mN, la texture cristallographique de fibre {111} est de moins en moins marquée (Figure 35). Cette dégradation s'observe également sur la figure de pôle inverse : sous l'effet d'une force croissante, la densité est moins élevée et plus étendue sur l'orientation {111}. Cette figure de pôle est celle qui ressemble le plus à celle de l'empreinte résiduelle après le cyclage « cold » (Figure 31).

Lorsque la force atteint 300 mN (Figure 35), une texture cristallographique de fibre {110} apparaît. Pour une force maximale de 600 mN (Figure 35), les orientations cristallines sont plus dispersées. Cependant, sur la figure de pôle inverse, le maximum de densité semble maintenant tendre vers la famille {100}.

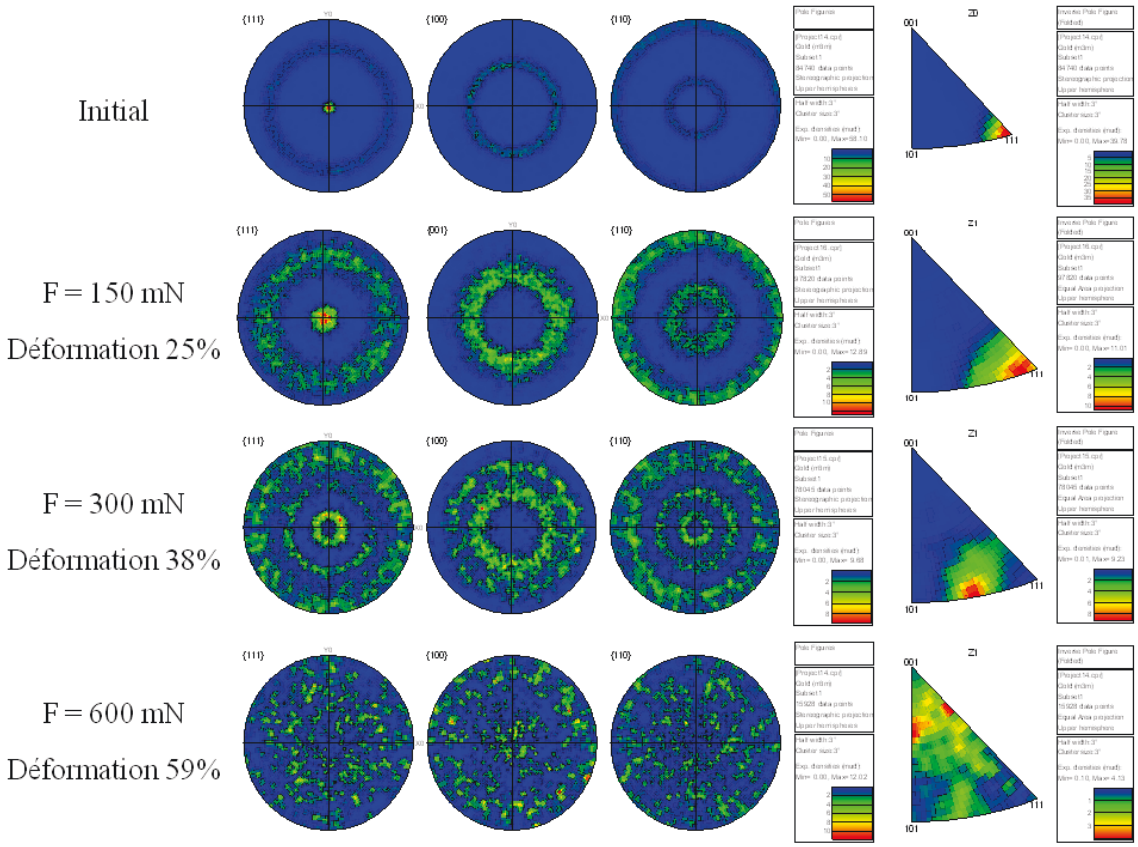


Figure 35 : Figures de pôle {111}, {100} et {110} suivant la normale à la surface de l'échantillon Au (Z) (projection stéréographique) et figures de pôles inverses suivant Z, de l'échantillon Au après dépôt, et des charges de 150, 300 et 600 mN par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm).

A noter qu'à partir d'une force de contact de 75 mN, des macles rectilignes traversant entièrement le grain sont observées dans l'empreinte résiduelle. La différence angulaire entre l'orientation du grain et la macle est de 60°. Ces macles de type sigma 3 minimisent l'énergie de déformation et sont généralement associées à de la restauration et de la recristallisation.

L'évolution, décrite ci-dessus, de la texture cristallographique en fonction de forces croissantes de 1 à 600 mN est identique à celle observée à l'intérieur de l'empreinte résiduelle après une charge de 600 mN (Figure 36). Effectivement, il y a un gradient de déformation dans l'empreinte qui se traduit donc par un gradient microstructural.

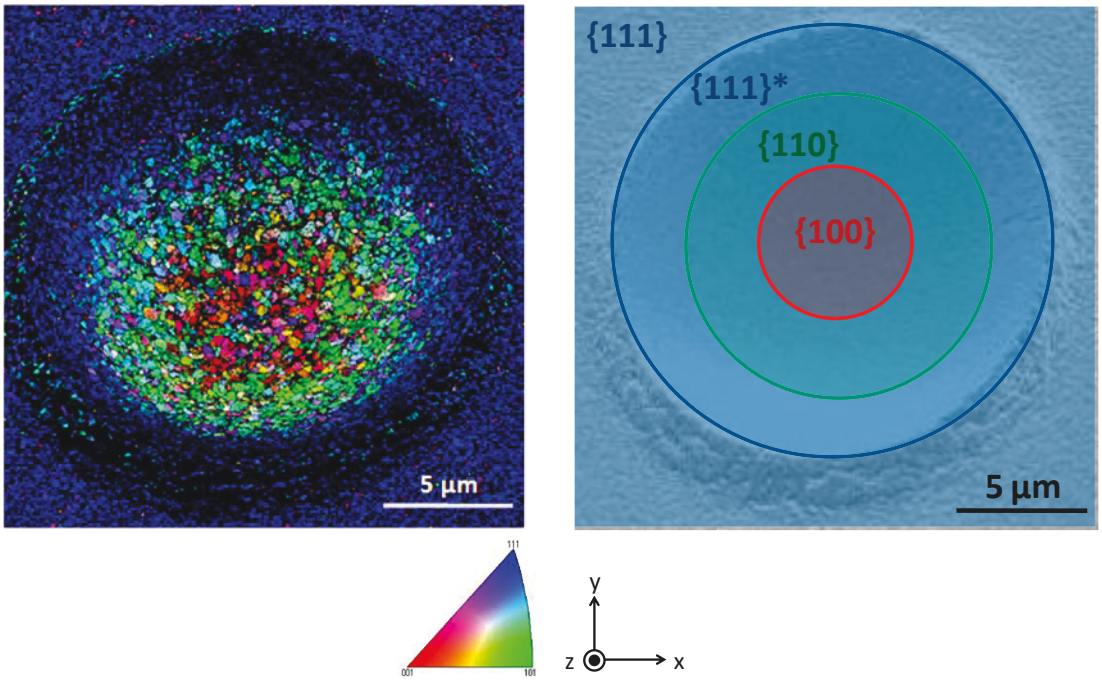


Figure 36 : Cartographie d'orientation cristalline (1000x1000 pixels avec un pas de 20 nm) suivant la normale à la surface de l'échantillon Au (Z) après une charge de 600 mN (R_i = 50 µm).

La modification de la texture cristallographique du film mince d'or par nano-indentation sphérique suit un schéma bien précis (Figure 35). Tout d'abord, la texture cristallographique de fibre {111} se dégrade (noté {111}* sur la Figure 36), ce qui correspond à des faibles forces et des déformations de 0 à 25% (Figure 35). La zone {110} de la Figure 36 correspond à des forces plus élevées autour de 300 mN et une déformation de 38%. Au centre de la Figure 36, les orientations cristallographiques {100} sont majoritaires et correspondent à une déformation d'environ 59%.

L'évolution cristallographique observée de l'état initial jusqu'à 300 mN, soit 39% de déformation (Figure 35) est cohérente avec les travaux de [Bronkhorst et al. (1992)] (Figure 37). De façon expérimentale et par modélisation, il étudie la modification cristalline d'un matériau sans aucune orientation privilégiée initiale soumis à une compression uniaxiale. Lorsque la compression atteint 20%, la texture de fibre {110} commence à peine à se former. Puis avec l'augmentation de la compression, elle se dessine de façon plus distincte. Cette transition d'un polycristal à une texture de fibre {110} est similaire à notre étude pour une déformation de 39% (300 mN). Effectivement, le centre de l'indentation sphérique peut être approché au cas de la compression uniaxiale en supposant que le substrat en silicium est parfaitement rigide devant le film mince d'or pur.

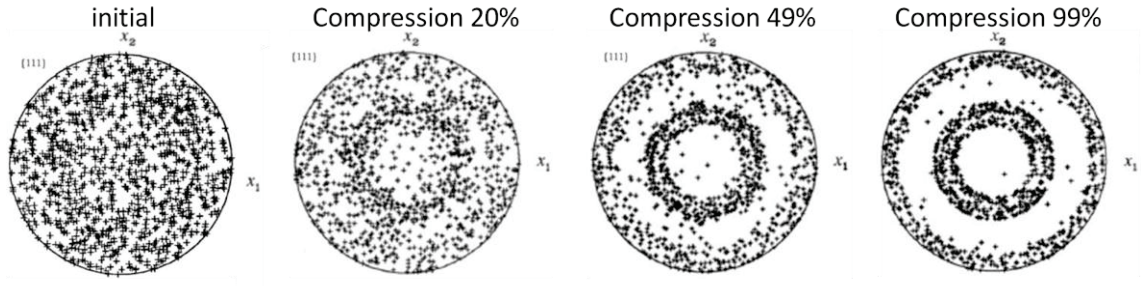


Figure 37 : Simulation de la figure de pôle {111} d'un matériau sans texture en fonction de sa compression uniaxiale selon l'axe 3 [Bronkhorst et al. (1992)].

La dégradation de la texture de fibre {111} du film mince d'or pur après cyclage « cold » est reproduite. De plus, cette évolution est cohérente avec la modélisation de plasticité cristalline. Dans l'étude de Bronkhorst, il n'y a pas de transition vers {100} pour des déformations plus importantes. La configuration géométrique particulière de cet essai avec écoulement de matière (formation d'un bourrelet) peut expliquer cette différence.

3.3.2 Recuit rapide par traitement laser

L'empreinte résiduelle après 26 000 cycles en « hot switching » (« hot ») sur le film mince d'or pur présente des signes d'échauffement. En plus d'un aspect fondu, la taille de grain a fortement augmenté (de 115 à 400 nm) et la texture cristallographique de fibre {111} a disparu. La possibilité que cet échauffement se déroule lorsque le contact est fermé, est écartée, car en « cold switching », aucune croissance de grain n'est observée. L'échauffement se procure en phase d'ouverture ou de fermeture du système.

Vincent [Vincent (2010)] exclut la possibilité de la formation d'arc électrique sous ces conditions expérimentales (5 V/ 1 mA). Ces expérimentations conduisent à la mise en évidence d'un autre phénomène, l'émission électronique. Ce phénomène est très bref (~10 ns) et peut engendrer un échauffement local des surfaces de contact. De plus, la température atteinte doit être importante car la croissance de grain mesurée est supérieure à celle d'un recuit de 300°C pendant 3 heures.

L'utilisation d'un laser est investiguée pour effectuer un échauffement local. Comme précédemment, la surface du film mince d'or pur traitée est analysée (dureté, texture cristallographique et taille moyenne de grains).

Un laser de découpe, réglable en puissance, possédant trois longueurs d'ondes est utilisé : 1064 nm infrarouge (IR), 532 nm (Vert) et 355 nm ultraviolet (UV). La profondeur d'absorption, telle que 98% de la lumière incidente à la normale de l'échantillon est absorbée, est donnée par l'équation 3.5.

$$d_{eff} = \frac{\lambda}{\pi k} \qquad 3.5$$

Où λ est la longueur d'onde monochromatique du faisceau laser incident et k l'indice d'absorption de l'échantillon. Quel que soit le laser utilisé, la profondeur d'absorption est inférieure à 75 nm (Tableau 7). Le traitement par laser sera donc bien superficiel. De plus ce laser fonctionne par impulsion de 5 ns et sa fenêtre de tir est réglable de 1,25 x 1,25 µm² à 125 x 125 µm². Une fenêtre de 25 x 25 µm² est utilisée pour effectuer des mesures EBSD sur une surface suffisamment grande pour extraire la taille de grain moyenne et la texture cristallographique, observer son homogénéité et mesurer sa dureté.

Indice d'absorption k	Longueur d'onde λ (nm)	Profondeur d'absorption d_{eff} (nm)	Puissance Laser (mJ)	Coefficient d'absorption C_{Au} (%)	Perte optique P_{opt} (%)
7,3	1064 (IR)	46	0,5	1	45
2,3	532 (Vert)	74	0,5	40	35
1,8	355 (UV)	63	0,4	35	17

Tableau 7 : Indice et profondeur d'absorption en fonction de la longueur d'onde du faisceau incident dans un film mince d'or pur.

Les essais sont réalisés avec une seule impulsion en faisant varier la puissance incidente. La durée d'une impulsion (5 ns) est très proche de la durée des phénomènes d'échauffement. Le fournisseur (Tableau 7) donne une équation permettant de calculer l'énergie absorbée (E_{abs}) en fonction de l'énergie incidente du faisceau laser (E_{las}), de la diminution réglable (D), des pertes optique (P_{opt}) qui dépendent de l'objectif et d'un coefficient d'absorption (C_{Au}) :

$$E_{abs} = E_{las} \times D \times P_{opt} \times C_{Au} \qquad 3.6$$

La longueur d'onde IR n'est pas utilisée car l'or est connu pour être un réflecteur performant à cette longueur d'onde (application de miroirs de télescope). Les lasers Vert et UV sont utilisés. Le fournisseur préconise d'utiliser le laser vert pour découper une ligne d'or de 15 µm d'épaisseur, avec une énergie absorbée de 50 µJ. Donc, il faudrait une énergie absorbée de 3,3 µJ pour découper un film mince d'or pur d'un micromètre d'épaisseur. Effectivement, au-delà de 3 µJ, l'or s'évapore.

Energie absorbée E_{abs} (µJ)	Longueur d'onde λ (nm)	Fenêtre de tir (µm²)
2,1	532 (Vert) et 355 (UV)	25 x 25
1,4		
0,56		
0,14		

Tableau 8 : Energies absorbées par le film mince d'or pur.

En conséquence, des énergies d'absorption de 0,14 à 2,1 µJ sont investiguées avec les lasers Vert et UV pour une fenêtre de tir de 25 x 25 µm² (Tableau 8).

Les surfaces du film mince d'or pur (Au) ainsi traitées (Tableau 8) sont caractérisées comme après le cyclage « hot » (mesure de dureté, taille moyenne de grain et texture cristallographique). Quelle que soit la longueur d'onde utilisée, aucune modification de l'échantillon Au n'est observée pour des énergies inférieures ou égales à 0,56 µJ. Pour des énergies plus importantes, la surface a un aspect fondu (Figure 38).

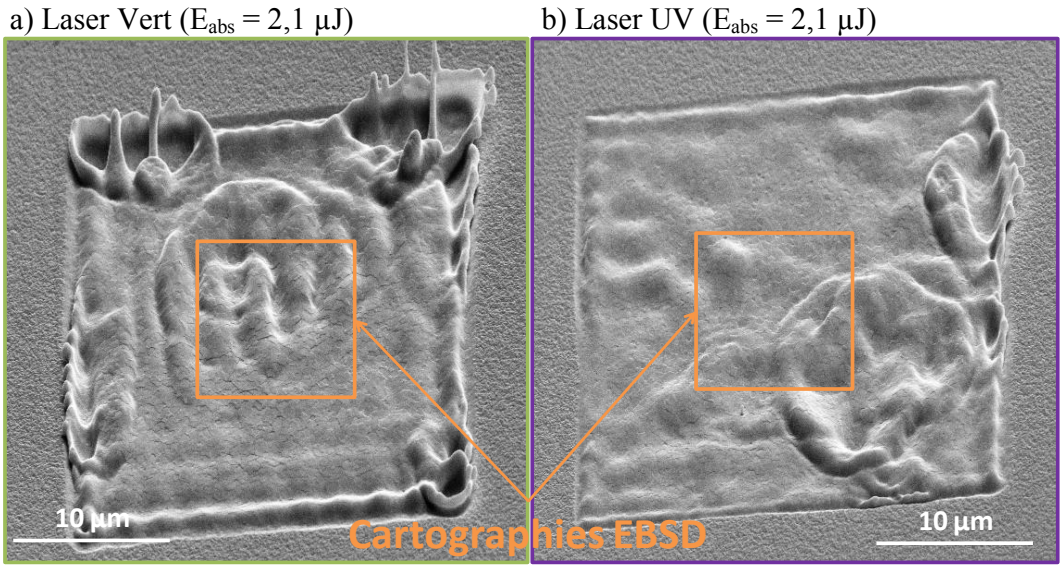


Figure 38 : Observations MEB des surfaces de l'échantillon Au après les recuits laser à 2,1 µJ pour une longueur d'onde de 532 nm (a) et 355 nm (b).

Initialement, la surface de l'échantillon Au présente une texture cristallographique de fibre {111} (en bleu sur la Figure 39), avec une taille moyenne de grains de 115 nm. Plus l'énergie augmente, plus la taille de grains augmente.

Pour ce qui est de la texture cristallographique (Figure 40), il semble que plus l'énergie augmente, plus elle tend vers une fibre {100} (en rouge sur Figure 39), ce qui est cohérent avec le cyclage « hot ». Cette modification de la texture est très différente du recuit effectué à 300°C pendant 3 heures. La texture cristallographique de fibre {111} n'étant alors pas modifiée et une croissance de grain de 115 à 325 nm étant mesurée. Par laser, la taille moyenne de grains augmente jusqu'à 365 nm (pour rappel sur le « hot » : 400 nm). Ces deux procédés induisent des

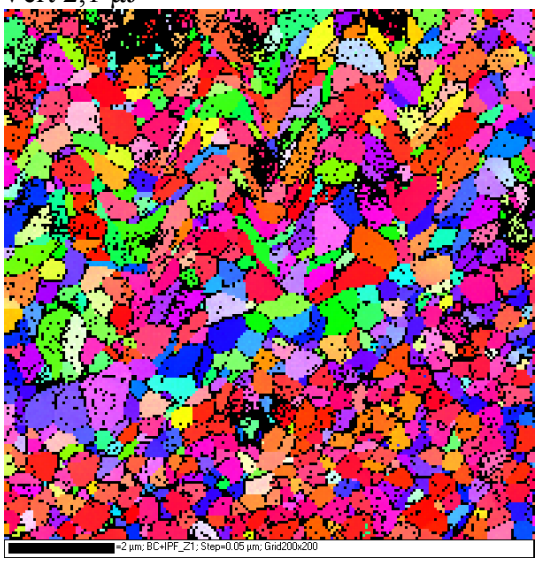
croissances de grains similaires en taille. Le recuit par laser est très court dans le temps et entraine une germination préférentielle des grains {100}.

A noter que la croissance de grains est localisée à l'intérieur de la fenêtre de tir. On peut supposer qu'il n'y a pas de dissipation d'énergie thermique autour de cette fenêtre.

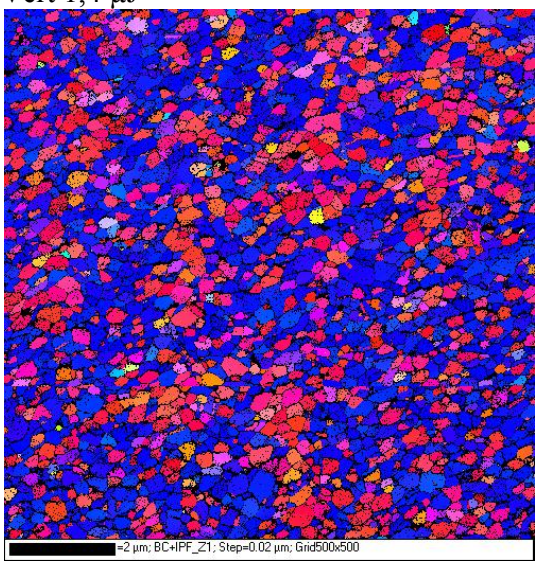
Lorsque l'énergie absorbée devient trop importante (2,1 µJ), la surface se déforme et l'on observe des disparités dans les orientations cristallines et des projections de matière autour de la fenêtre de tir. En supposant que ce genre de phénomène se produit sur les surfaces de contact des micro-relais MEMS, alors de la matière peut être projetée d'une surface à l'autre.

A énergie absorbée équivalente, le laser vert semble engendrer de plus grandes modifications que le laser UV. Cependant, la fonction originelle de ce laser est d'effectuer des découpes. Son utilisation avec de plus faibles énergies le rend moins précis.

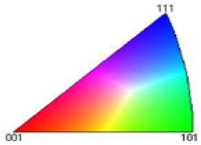
a)
Vert 2,1 µJ

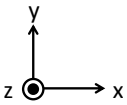


b)
Vert 1,4 µJ

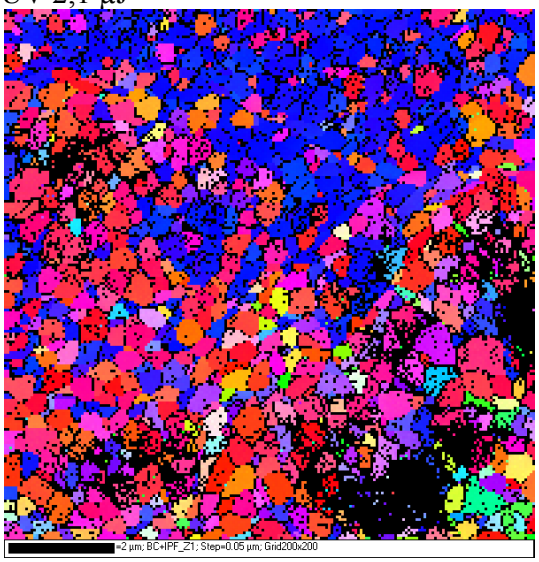


Légende :





c)
UV 2,1 µJ



d)
UV 1,4 µJ

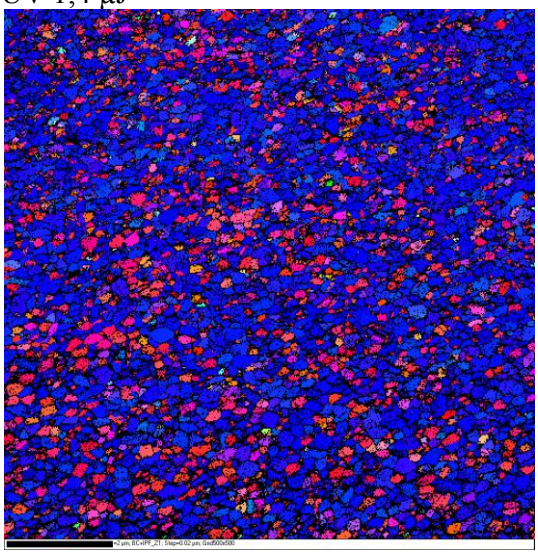


Figure 39 : Cartographies EBSD d'orientations cristallines (10 x 10 µm² avec un pas de 20 et 50 nm) suivant la normale à la surface de l'échantillon Au (Z) en fonction de la puissance absorbée et de la longueur d'onde.

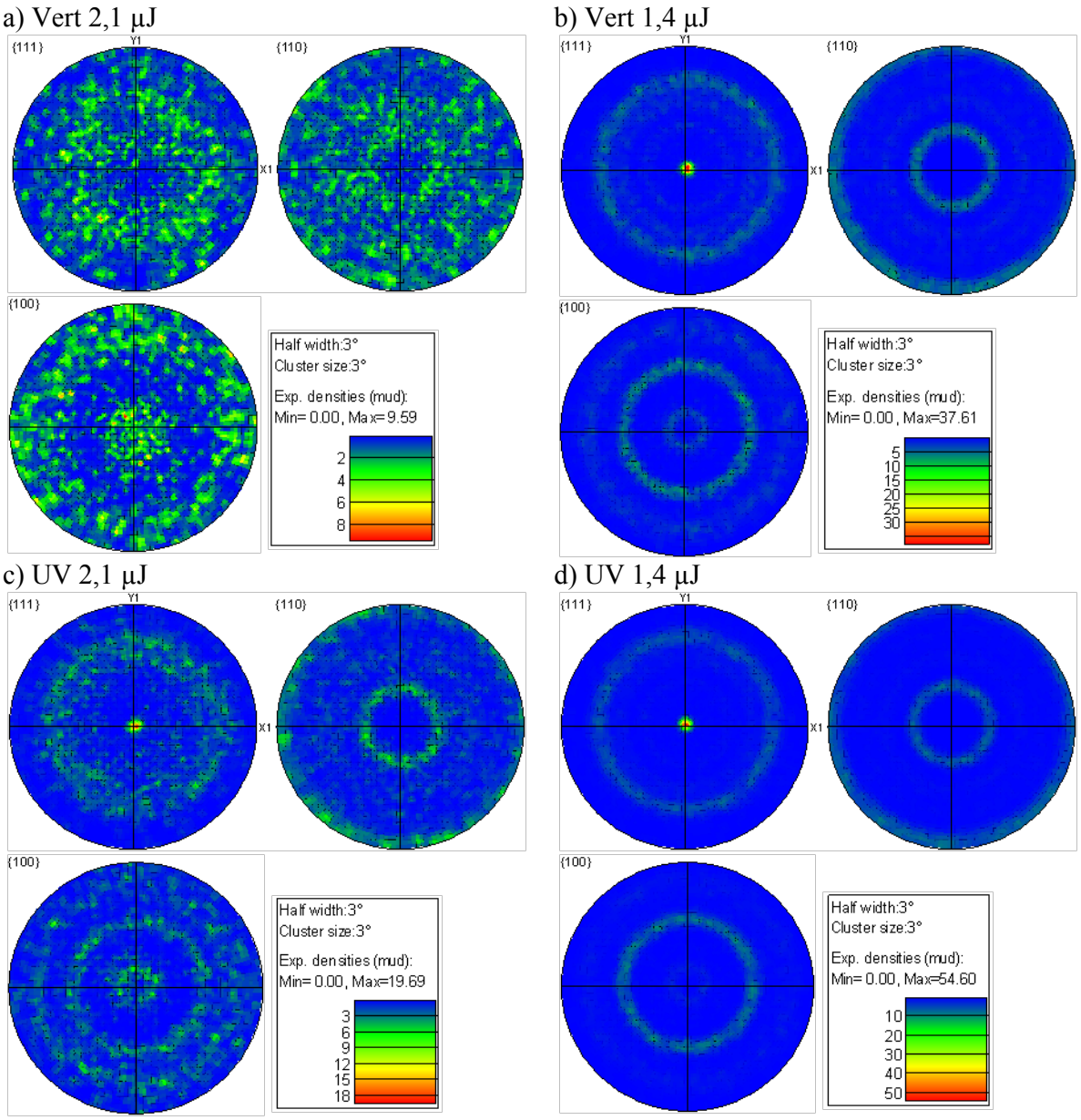


Figure 40 : Calcul des densités d'orientation dans les figures de pôle en fonction de la puissance absorbée et de la longueur d'onde (projection stéréographique).

Des mesures de dureté par nano-indentation Berkovich sont effectuées sur les surfaces ainsi traitées (Figure 41). Elles sont reportées en fonction de la taille de grains moyenne mesurée par EBSD. La dureté des surfaces après traitement laser diminue avec l'augmentation de la taille moyenne de grains en suivant la loi de Hall-Petch. Ces résultats sont cohérents avec le recuit à 300 °C pendant 3 heures sur le film mince d'or pur, le cyclage « hot », et les données de Cao ajustées par la loi de Hall-Petch.

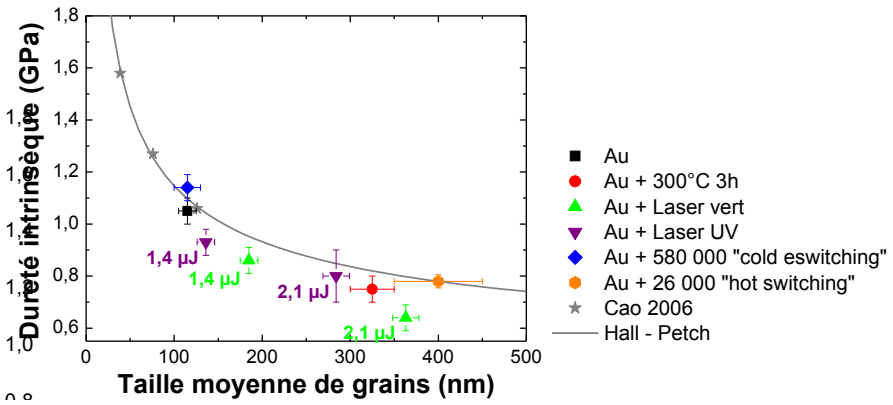


Figure 41 : Dureté intrinsèque extraite par le modèle de cavité étendue en fonction de la taille moyenne de grains mesurée par EBSD sur les échantillons Au après dépôt, cyclage « cold » et « hot », recuit de 300° pendant 3 heures et attaques aux lasers Vert et UV à 1,4 et 2,1 µJ.

3.4 Bilan

Les recuits laser permettent de reproduire les phénomènes d'échauffement locaux présents en « hot switching ». L'évolution de la texture cristallographique est significativement différente entre un recuit « conventionnel » et laser de par la durée du phénomène. La germination des grains {100} est privilégiée. De plus, les tailles moyennes de grains mesurées après recuit laser et le cyclage « hot » sont similaires. Ainsi, un ramollissement similaire est mesuré.

Cette analyse microstructurale complète permet de proposer un scénario crédible de défaillance pour le cyclage en « hot switching ». Tout d'abord, avant la fermeture du contact, lorsque quelques dizaines de nm séparent les deux surfaces, des phénomènes d'échauffement locaux se produisent. En fonction des conditions d'utilisation, il peut s'agir d'arcage électrique ou d'émission électronique. Cet échauffement entraîne un ramollissement des surfaces de contact et une projection de matière. Le contact est maintenant fermé. Deux possibilités sont maintenant envisageables :

1. Les forces d'adhésion sont supérieures à la force de rappel du micro-relais MEMS. La surface de contact augmente sous l'effet du ramollissement, ce qui augmente les forces d'adhésion. Il se peut également que la température des surfaces de contact soit proche de la fusion, ainsi il y aurait une soudure à chaud.
2. Les forces d'adhésion sont inférieures à la force de rappel du micro-relais MEMS. L'hypothèse de la formation de ponts fondus par Patton [Patton & Zabinski (2005)] est alors possible. A l'ouverture du contact, des ponts fondus se forment entre les surfaces de contact, puis se rompent. La rugosité des surfaces de contact augmente

énormément. De plus, les projections de matière engendrent de très fortes variations de topographie et donc la résistance électrique de contact augmente.

Le deuxième cas de figure semble correspondre à l'utilisation du banc d'endurance car la force de rappel est toujours supérieure aux forces d'adhésion.

4 Conclusions

Le cyclage par nano-indentation sphérique a permis de mettre en avant deux phénomènes significatifs des défaillances des micro-relais MEMS à contact or/or. Le cyclage à une force de 10 mN entraine la formation d'amas dès 100 cycles. Ce phénomène n'est observé que sur l'échantillon Au. De plus, lors de cyclage à 1 mN, seul cet échantillon a des forces d'adhésion qui augmentent avec le nombre de cycles. Même dans le cadre d'un contact avec du diamant, l'or pur a tendance à coller ou à s'arracher. Cela est certainement dû à sa grande énergie d'adhésion. Les échantillons Ru/Au, N10% et B10% ne présentent pas ce type de comportement, ils sont donc des matériaux de contact plus performants que l'or pur.

Sur l'échantillon Au, les essais d'endurance en « cold switching » indiquent que le durcissement associé à l'augmentation de la rugosité RMS des surfaces de contact entrainent une augmentation de la résistance électrique de contact. Les forces d'adhésion et l'écrouissage cyclique en sont les moteurs. Avec l'utilisation des traitements de surface, ces mécanismes semblent être minimisés. Il y a donc un réel intérêt à effectuer des tests d'endurance pour les échantillons traités superficiellement.

Le fluage et cyclage effectués par nano-indentation sphérique sont comparés pour une force de contact de 1 mN sur l'échantillon Au (Figure 42). Le diamètre est tracé en fonction de la durée totale de ces essais et non la durée du plateau de fluage ou le nombre de cycle. Il est étonnant de constater la similitude des résultats. Le diamètre de contact augmente sur une durée totale de 800 secondes, puis atteint une valeur seuil. Le diamètre a alors quasiment doublé. Les diminutions de la rugosité RMS, de 4,5 à 3,5 nm sont également similaires pour le fluage et le cyclage.

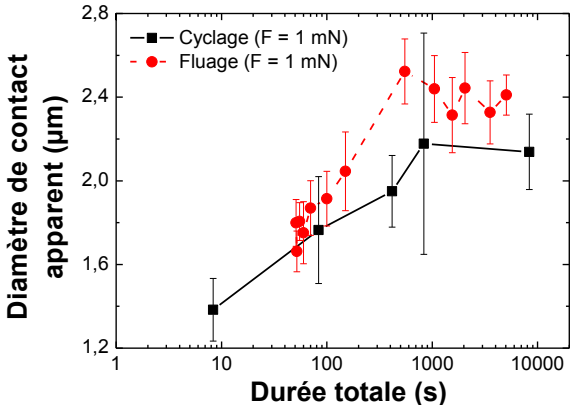


Figure 42 : Diamètre de contact apparent en fonction de la durée totale des essais de cyclage et de fluage sur l'échantillon Au.

Cette phase d'augmentation du diamètre semble correspondre à l'usure initiale des surfaces de contact. Tant que l'usure initiale n'est pas terminée, la défaillance par collage peut être évitée. L'utilisation du revêtement en ruthénium répond parfaitement à ce cas. Cependant, l'utilisation de ce matériau entraîne la défaillance du micro-relais MEMS par l'accumulation de polymère de frottement. La littérature s'oriente ainsi vers l'utilisation d'alliage d'or à une concentration atomique supérieure à 80% pour minimiser ce phénomène. L'utilisation de l'échantillon B10% ou N10% semble alors appropriée.

Les résultats obtenus sur le fluage seront comparés aux mesures de la résistance électrique de contact dans le chapitre suivant.

Bibliographie

[Bahrami et al. (2005)]Bahrami, M., M. M. Yovanovich & J. R. Culham (2005), 'A compact model for spherical rough contacts', *Journal of Tribology* **127**(4), 884–889.

[Bronkhorst et al. (1992)] Bronkhorst, C.A., S.R. Kalidindi & L. Anand (1992), 'Polycrystalline plasticity and the evolution of crystallographic texture in fcc metals', *Royal Society of London Philosophical Transactions Series A* **341**, 443–477.

[Broué et al. (2009)] Broué, A., J. Dhennin, C. Seguineau, X. Lafontan, C. Dieppedale, J.-M. Desmarres, P. Pons & R. Plana (2009), Methodology to analyze failure mechanisms of ohmic contacts on mems switches, *in* 'Reliability Physics Symposium, 2009 IEEE International', pp. 869 –873.

[Duvivier (2010)] Duvivier, P.Y., Mandrillon V. Inal K. (2010), 'Selective image analysis for roughness characterisation', *Tribology - Materials, Surfaces and Interfaces* **4**, 136–143(8).

[Gregori & Clarke (2006)] Gregori, Giuliano & David R. Clarke (2006), 'The interrelation between adhesion, contact creep, and roughness on the life of gold contacts in radio-frequency microswitches', *Journal of Applied Physics* **Volume 100 / Issue 9**.

[Hertz (1882)] Hertz, Heinrich (1882), 'Ueber die berührung fester elastischer körper', *Journal für die reine und angewandte Mathematik* **Volume 1882, Issue 92**, Pages 156–171.

[Park et al. (2010)] Park, Young Woo, Hyung Goun Joo & Kang Yong Lee (2010), 'Effect of intermittent fretting on corrosion behavior in electrical contact', *Wear* **268**(3-4), 353 – 360.

[Patton & Zabinski (2005)] Patton, S.T. & J.S. Zabinski (2005), 'Fundamental studies of au contacts in mems rf switches', *Tribology Letters* **Volume 18, Number 2**, 215–230.

[Thompson & Carel (1996)] Thompson, C. V. & R. Carel (1996), 'Stress and grain growth in thin films', *J. Mech. Pys. Solids* **44 (5)**, 657–673.

[Vincent (2010)] Vincent, Maxime (2010), Etude des mécanismes de défaillance du contact électrique dans un micro-interrupteur en technologie MEMS, PhD thesis, Institut Polytechnique de Grenoble.

[Yoon et al. (2011)] Yoon, Y., I. Etsion & F.E. Talke (2011), 'The evolution of fretting wear in a micro-spherical contact', *Wear* **270**(9-10), 567 – 575.

Chapitre 4 Analyse du contact mécanique et électrique de films minces d'or

Introduction

Dans le premier chapitre, l'intérêt des micro-relais MEMS pour ses performances RF accrues est présenté, mais également sa durée de vie limitée à quelques millions de cycles. Les différents problèmes de défaillance rencontrés ont conduit à l'optimisation de la dureté des matériaux de contact tout en conservant une faible résistivité électrique. Dans ce but, dans le chapitre 2, des traitements de surface, revêtements de ruthénium ultrafins et implantations ioniques de bore ou d'azote, ont été mis en œuvre afin de durcir la surface du film mince d'or pur. Par la suite (chapitre 3), la nano-indentation sphérique, un banc d'endurance et un traitement laser sont utilisés afin de reproduire des sollicitations mécaniques et électriques des micro-relais MEMS. Ainsi, en plus d'un gain en dureté, la diminution des forces d'adhésion est constatée sur les nouvelles surfaces de contact. D'un point de vue purement mécanique, les traitements de surface ont donc démontré leur potentiel.

Dans ce chapitre, la Résistance électrique de Contact (RC), dans des conditions similaires à celles des micro-relais MEMS, est mesurée. Cela permet de vérifier que la RC est suffisamment faible pour ne pas atténuer les performances RF du MEMS. En effet, l'amélioration de la durée de vie est généralement accompagnée d'une augmentation de la RC initiale (avant cyclage) et donc une diminution des performances RF.

De plus, une modélisation analytique discrète de la RC intégrant les propriétés intrinsèques (mécanique, électrique et morphologique) des matériaux de contact est mise en place. La modélisation du contact électrique peut se scinder en deux parties, mécanique et électrique, s'il n'y a pas de couplage entre elles. Lors d'un contact mécanique entre deux surfaces rugueuses, l'aire de contact réelle ne représente que quelques pourcent de l'aire de contact apparente. En effet, cette dernière est composée d'une multitude de spots de contact. Un spot résulte du contact entre deux aspérités. Leur taille et répartition géométrique sur la surface et leur comportement mécanique jouent donc un rôle essentiel.

Afin d'investiguer la partie mécanique du contact rugueux, une expérience référence par nano-indentation sphérique d'un film mince d'or pur est mise en place en effectuant un contact sphère/plan lisse/rugueux. Cet essai mécanique est combiné à une analyse discrète de la déformation de la surface rugueuse en réalisant une image AFM de la surface avant et après indentation. Ainsi, les informations sur la hauteur des sommets des aspérités et leur rayon de courbure, avant et après l'essai sont obtenues et analysées. Ces données ont un double intérêt. D'une part, elles servent de référence à la modélisation analytique discrète mécanique. D'autre part, elles permettent de déterminer l'enfoncement de chaque aspérité et d'en extraire l'aire de contact réelle, et ainsi la dureté locale.

Pour la partie électrique, une expérience référence de la mesure de la Résistance électrique de Contact (RC) par nano-indentation instrumentée est effectuée. Le modèle mécanique analytique précédent est utilisé avec quelques ajustements au contact rugueux/rugueux pour déterminer la taille et la répartition des spots de contact. La taille des spots détermine le mode de transport des

électrons et leur répartition influe sur la multistriction. Les données expérimentales de la mesure de la RC sont utilisées pour déterminer la résistance due aux tassements des lignes de courant.

Apres avoir éprouvé les modèles analytiques électriques et mécaniques, une extrapolation de la RC en fonction de différents paramètres matériaux est proposée. D'après les études précédentes sur l'amélioration de la durée de vie des micro-relais MEMS, le matériau de contact idéal a une grande dureté et un faible rayon de courbure des aspérités. Il ne doit également pas faciliter la formation de couches isolantes, que ce soit un oxyde natif ou la formation de polymères de frottement. Ce dernier point n'est pas étudié ici. Ces voix d'amélioration de la durée de vie engendrent une augmentation de la RC et donc des pertes de performances RF. A l'aide d'un modèle analytique de la résistance électrique de contact, nous tenterons de concilier l'amélioration de la durée de vie et la diminution de la RC des micro-relais MEMS.

1 Etude du contact mécanique rugueux

La modélisation de la résistance électrique de contact (RC) s'avère être un outil indispensable à l'amélioration des performances des micro-relais MEMS. La modélisation dépend de plusieurs de paramètres :

- Propriétés mécaniques : force et pression de contact, dureté et module d'Young, forces d'adhésion
- Caractéristiques morphologiques : densité, rayon de courbure et répartition en hauteur des aspérités
- Propriétés électriques : conductivité, tassement des lignes de courant, taille et répartitions des spots de contact

En ne considérant aucun couplage mécanique-électrique, une démarche expérimentale est mise en place.

1.1 Analyse discrète de la déformation de la surface

1.1.1 Démarche expérimentale

Le contact sphère/plan rugueux/rugueux des micro-relais MEMS est reproduit par nano-indentation sphérique avec une pointe en diamant de 50 µm de rayon de courbure sur film mince d'or pur (Au), comme dans le chapitre 3. La modélisation du contact sphère/plan lisse/rugueux est un cas « d'école ». En effet, la rugosité RMS de la pointe d'indentation est de 0,3 nm et est négligeable devant celle du film mince d'or pur qui est de 7 nm. D'ailleurs, lors de la modélisation analytique du contact rugueux/rugueux dans la littérature, le problème est simplifié de façon à se positionner dans le cas lisse/rugueux.

Par rapport au chapitre 3, les forces de contact sont inférieures ou égales à 2 mN afin de se rapprocher des pressions de contact des micro-relais MEMS qui sont comprises entre quelques dizaines de MPa à 1 GPa. D'après le modèle de Bahrami [Bahrami et al. (2005)], les pressions maximales de contact sont comprises entre 320 et 816 MPa et les rayons de contact sont compris entre 0,89 et 1,27 µm (Tableau 1). De plus, le rayon de courbure de la pointe d'indentation (R_i = 50 µm) est très voisin de celui des contacts sphériques des micro-relais MEMS.

Force	Pression maximale de contact (MPa)		Rayon de contact (µm)	
(mN)	Modèle de Bahrami	Modèle d'Hertz	Modèle de Bahrami	Modèle d'Hertz
2	816	900	1,27	1,03
1	615	713	1,10	0,82
0,5	451	566	0,98	0,65
0,25	320	450	0,89	0,52

Tableau 1 : Force appliquée par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm, E_i = 1141 GPa, ν_i = 0,07) sur un film mince d'or pur (E_{Au} = 60 GPa, ν_i = 0,42, H_{Au} = 1,05 GPa et σ_s = 13 nm) et calcul des pressions moyennes et des rayons de contact par les modèles d'Hertz et de Bahrami.

Ces expériences sont réalisées uniquement sur le film mince d'or pur. Il est utilisé comme matériau de référence pour améliorer la modélisation. Les matériaux de contact développés précédemment reposent sur des systèmes multicouches (revêtement de ruthénium ou implantation ionique d'azote ou de bore en surface) dont le comportement mécanique est beaucoup plus complexe. Pour ces diverses raisons, toutes les mesures expérimentales de la partie mécanique sont effectuées sur le film mince d'or pur.

Précédemment (dans le chapitre 3), le diamètre et la rugosité RMS des empreintes résiduelles sont mesurés après nano-indentations sphériques (Ri = 50 µm) pour des forces supérieures à 1 mN. Dans cette partie, une analyse discrète de la déformation des aspérités de la surface est effectuée pour mesurer l'enfoncement de chacune des aspérités et la modification de leur rayon de courbure. Pour cela, une expérimentation spécifique est mise en place.

A la surface du film mince d'or pur, un quadrillage d'indentations Berkovich qui servira de repère pour la suite est créé (Figure 1-1). La profondeur de ces indentations est de 100 nm et l'espacement est de 20 µm. Le diamètre des empreintes résiduelles des indentations Berkovich est inférieur à 1 µm. Il s'agit ici d'un quadrillage plus fin que celui employé dans le chapitre 3 (partie 2.4). Une fois ce quadrillage réalisé, une image AFM dite « initiale » de la surface au centre de chaque zone est réalisée (9 x 9 µm², 1024 pixels par ligne) en étant alignée aux indentations Berkovich du quadrillage (Figure 1-2). L'échantillon change de repère entre le nano-indenteur et l'AFM. Le quadrillage créé sert alors de repère absolu. Des marques asymétriques y sont ajoutées dans ce but. Ensuite une nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) est réalisée au centre de chaque zone à différentes forces de contact (Figure 1-3 et Tableau 1). Enfin, une image AFM dite « finale » de la surface au centre de chaque zone indentée est effectuée (Figure 1-4).

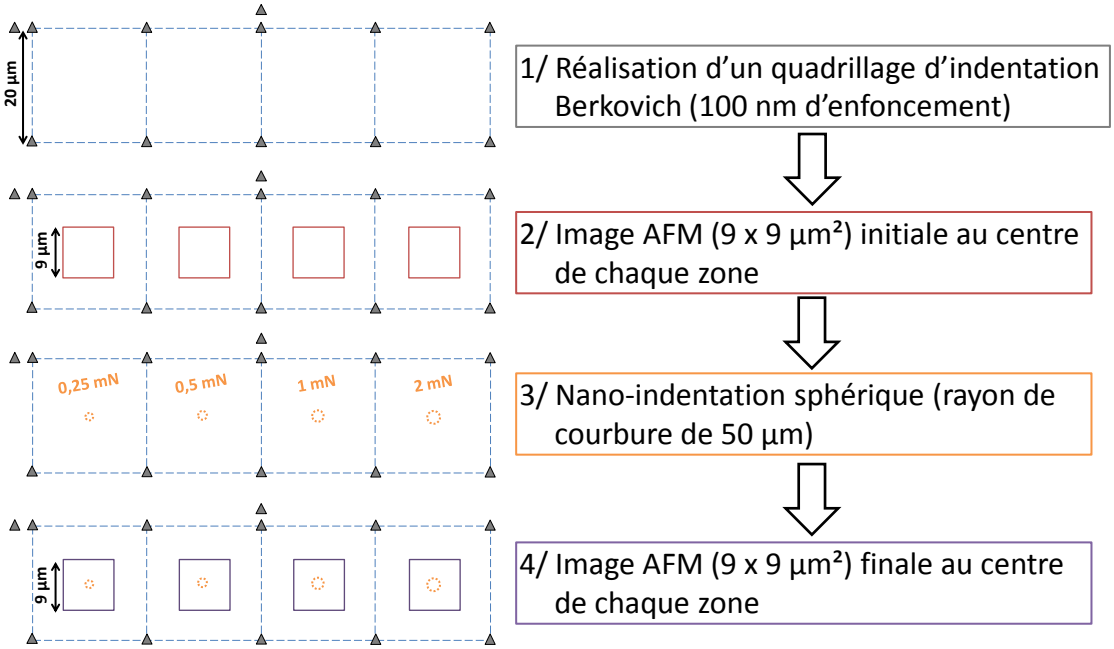


Figure 1 : Mise en place expérimentale de l'analyse discrète de la déformation de la surface par nano-indentation sphérique (Ri = 50 µm, F = 0,25, 0,5, 1 et 2 mN).

Après les essais, les images AFM dites « initiales » et « finales » pour chacune des forces sont comparées afin d'effectuer un rognage et un recentrage manuel des cartographies. Un résultat est présenté Figure 2. Les deux images, avant et après nano-indentation sphérique, ici pour une force de contact de 2 mN, sont bien superposées. L'empreinte résiduelle se discerne facilement au centre de l'image AFM (Figure 2-b). Par contre, pour des forces de contact moins importantes (inférieures à 1 mN), il est impossible de repérer l'indentation. Il faut alors se fier à la précision du nano-indenteur (table de positionnement X-Y) et au quadrillage. D'après l'analyse des résultats, cette technique est efficace.

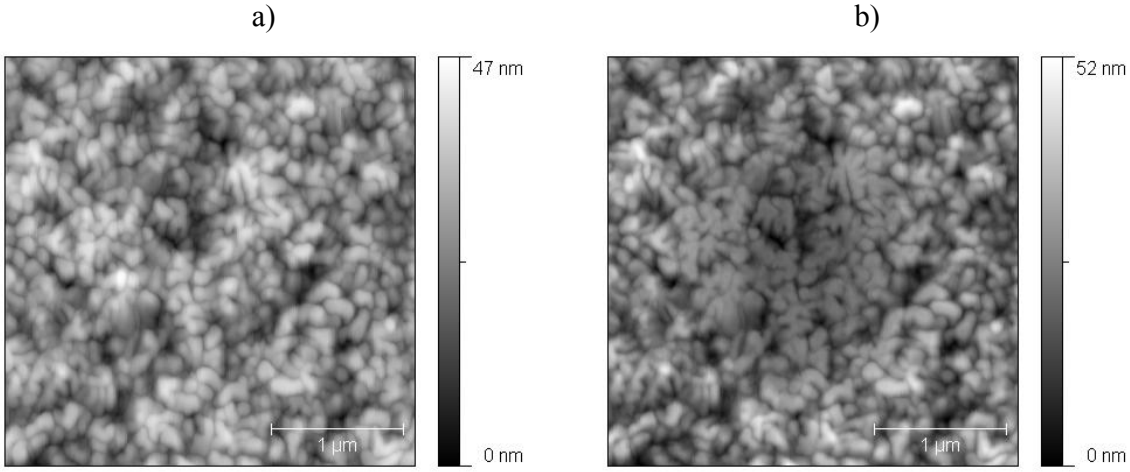


Figure 2 : Images AFM 3 x 3 µm² dite « initiale » avant nano-indentation sphérique (Ri = 50 µm, F = 2mN) (a) et « finale » (b) sur le film mince d'or pur.

Les courbes de force-déplacement de chacun des essais (Figure 3) permettent d'extraire des données expérimentales des enfoncements maximum et résiduel (h), ainsi que de la raideur de contact à la décharge (S) (Tableau 2). Ces derniers augmentent avec la force de contact.

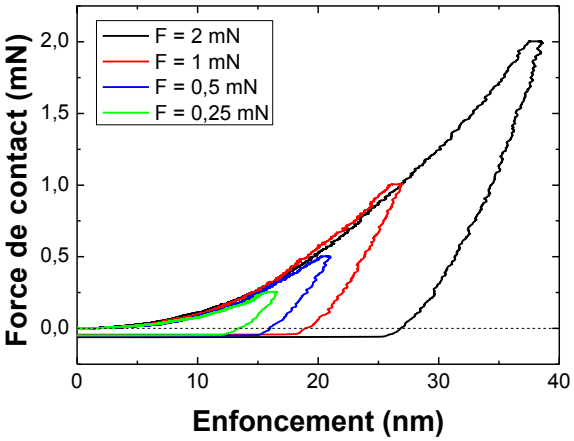


Figure 3 : Courbes de force-déplacement obtenues par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) du film mince d'or pur.

Ces données sont par la suite comparées à l'analyse discrète.

Force (mN)	Enfoncement maximum (nm)	Enfoncement résiduel (nm)	Raideur de contact à la décharge (N / m)
2	38,5 +/- 0,5	25,2 +/- 0,5	241940 +/- 1420
1	26,8 +/- 0,5	18 +/- 0,5	156630 +/- 670
0,5	21 +/- 0,5	15 +/- 0,5	115460 +/- 1030
0,25	16,5 +/- 0,5	12 +/- 0,5	88720 +/- 1120

Tableau 2 : Enfoncements maximum et résiduel, et raideur de contact à la décharge extraits à partir des courbes force - déplacement de nano-indentation sphérique sur film mince d'or.

1.1.2 Traitement discret des aspérités par analyse d'images AFM

Sur l'image AFM initiale, l'amplitude maximale en hauteur est de 47 nm (Figure 2-a). Le calcul de la différence des profils au centre des images avant (Figure 4-a) et après (Figure 4-b) nano-indentation sphérique à 2 mN met en évidence un enfoncement maximum de 17,4 nm (Figure 4-c). Cet enfoncement résiduel est moins important que l'amplitude maximale en hauteur de la surface initiale. De plus, le calcul de la différence des profils au centre des images avant et après nano-indentation sphérique est inhomogène dans l'empreinte résiduelle. Ces points mettent en évidence le rôle important de la topographie de la surface dans la nano-indentation sphérique du film mince d'or pur.

Pour des forces de contact plus faibles (inférieures à 2 mN), les enfoncements sont encore plus petits. La déformation est donc très localisée sur le sommet des aspérités.

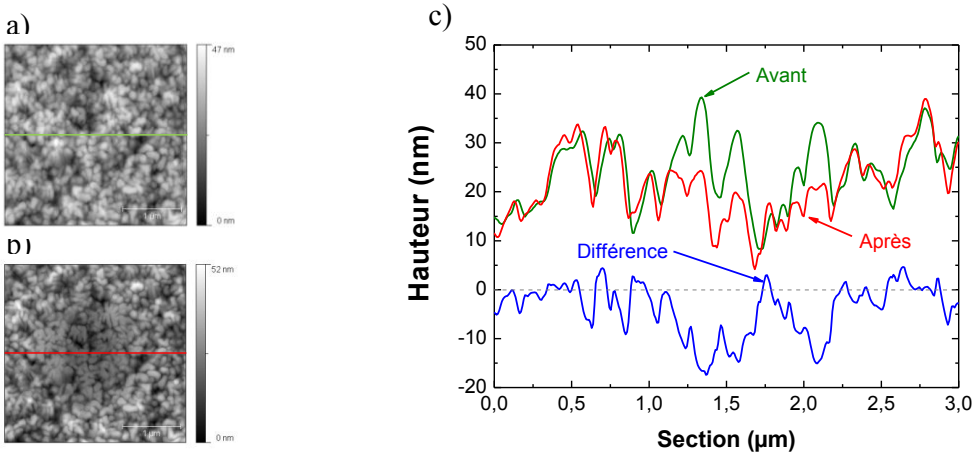
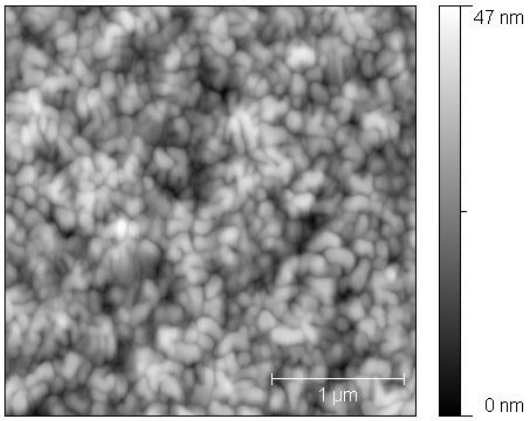


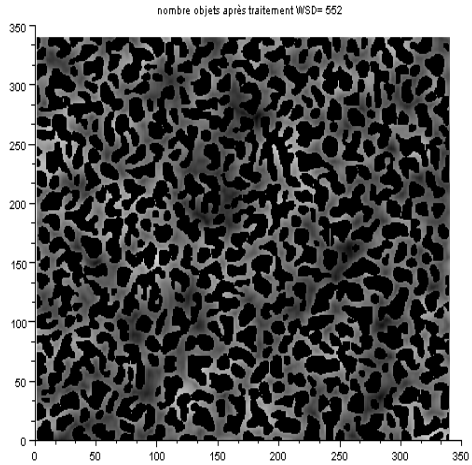
Figure 4 : Images AFM (3 x 3 µm²) avant (a) et après (b) nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm, F = 2 mN) sur film mince d'or pur et les relevés des profils respectifs en hauteur (c) au centre de l'image avec le calcul de leur différence.

Le contact lisse/rugueux mis en place par la nano-indentation sphérique avec une pointe en diamant (R_i = 50 µm) du film mince d'or pur est une simplification du contact rugueux/rugueux entre deux films minces d'or pur. Mais il s'avère déjà très complexe à traiter. Notre objectif est d'étudier la déformation locale de chaque aspérité. Pour cela, une analyse d'image AFM développée dans la thèse de Pierre-Yves Duvivier est appliquée sur toutes les images AFM ainsi obtenues avant et après nano-indentation sphérique. Cet outil a été mis en place pour extraire le rayon de courbure moyen et la répartition en hauteur des sommets des aspérités. Ces données topographiques sont ensuite utilisées dans des modèles analytiques statistiques du contact rugueux/rugueux. Dans le chapitre 3, cet outil est utilisé pour suivre l'évolution du rayon de courbure moyen et de la répartition en hauteur des sommets des aspérités en fonction de la pression moyenne. Dans ce chapitre, le but est d'extraire le rayon de courbure (r_i) et la hauteur des sommets (Z_i) de chaque aspérité avec leur position (X_i, Y_i) et leur nombre de pixels (N_i) avant (index 0) et après (index 1) nano-indentation sphérique.

a)



b)



c)

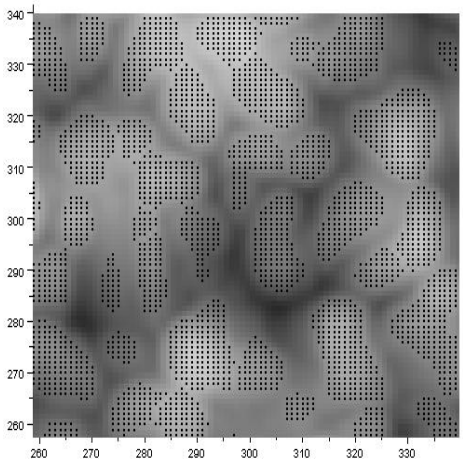


Figure 5 : Image AFM (3 x 3 µm² et 341 pixels par ligne) de la surface du film mince d'or pur avant nano-indentation sphérique à une force de 2 mN (a). Résultat du traitement de cette image pour discrétiser les aspérités (b) avec un agrandissement (c) entre 260 et 340 pixels en X et Y.

Après une observation visuelle des résultats obtenus par le procédé d'analyse d'image, approximativement 90% des aspérités sont détectées. Afin de suivre la déformation de chaque aspérité, un nouveau programme d'identification des aspérités par comparaison des données avant et après nano-indentation sphérique est mis en place. Un premier critère est basé sur les coordonnées. Les coordonnées avant indentation ($X_{0,i}$, $Y_{0,i}$) doivent être semblable à celles après indentation ($X_{0,i}$, $Y_{0,i}$) à plus ou moins 45 nm. Il s'agit d'un écart conséquent car la position du sommet de l'aspérité est fortement influencée par la déformation plastique. Nous avons donc choisi un écart correspondant à la moitié de la taille moyenne d'une aspérité (partie 1.2.2). De plus, le ratio du nombre de pixels constituant chaque aspérité avant indentation ($N_{0,i}$) par celui après indentation ($N_{1,i}$) doit être compris entre 0,3 et 3. Ce qui veut dire que la taille des aspérités ne peut pas tripler ou être divisée par trois. Ce facteur trois est choisi à partir des observations des détections d'aspérités. Malgré les étapes de dilatation, pour les aspérités matées, leur nombre de pixels est toujours sous-estimé. Enfin, les aspérités présentes aux quatre coins de l'image AFM sont utilisées comme référence pour la hauteur des sommets des aspérités et également de vérification du calcul du rayon de courbure. Après indentation, le nombre d'aspérités détectées diminue de 10%. En effet, il est plus difficile de distinguer des aspérités

lorsqu'elles sont matées. Ainsi, ce procédé d'identification réduit le nombre total d'aspérités de 15%. Cette erreur est prise en compte par la suite sur le calcul de l'aire de contact réelle.

Les hauteurs des sommets et des rayons de courbure de chaque aspérité avant et après nano-indentation sphérique pour quatre forces comprises entre 0,25 et 2 mN sont identifiés. Ces données vont être utilisées comme référence pour la modélisation du contact rugueux (partie 2.4 et 2.5) et pour déterminer la dureté locale (partie 1.3).

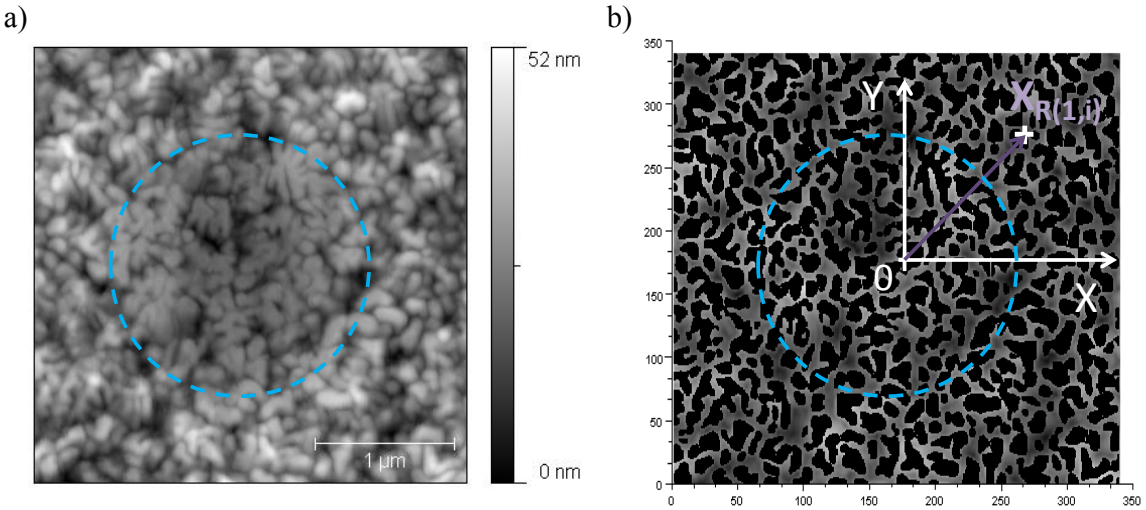


Figure 6 : Image AFM (3 x 3 µm²) de la surface du film mince d'or pur après une nano-indentation sphérique de 2 mN (a). Le cercle bleu en pointillé représente l'empreinte résiduelle (critère arbitraire). Résultat du traitement de cette image pour discrétiser les aspérités (b).

Dans un premier temps, ces résultats sont analysés en introduisant deux indicateurs de l'évolution de la surface : l'affaissement des aspérités par leur différence de hauteur (équation 4.1) noté ΔZ_i et l'évolution de leur rayon de courbure par leur ratio (équation 4.2) noté C_i.

$$\Delta Z_i = Z_{1,i} - Z_{0,i} \qquad 4.1$$

$$C_i = r_{1,i} / r_{0,i} \qquad 4.2$$

Pour faciliter la représentation graphique des résultats, la coordonnée radiale de chaque aspérité (Xr_i) est calculée (équation 4.3 et Figure 6).

$$Xr_i = \sqrt{X_i^2 + Y_i^2} \qquad 4.3$$

A titre d'exemple, l'affaissement des aspérités (ΔZ_i) et leur évolution en rayon de courbure (C_i) dans le cas d'une nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) à 2 mN sont tracés en fonction de leur coordonnée radiale (Xr_i) sur la Figure 7. A titre indicatif, les rayons de contact déterminés par le modèle de Hertz et de Bahrami sont indiqués. Lorsque $Xr_i > a_{Bahrami}$, l'affaissement des aspérités est nul avec un écart type de 1,3 nm et leur ratio de rayon de courbure égal à 1 avec un écart type de 0,3. Et pour $Xr_i < a_{Bahrami}$, l'enfoncement des aspérités atteint 19 nm et le ratio des rayons de courbure 4,5. Ces évolutions sont caractéristiques de la déformation plastique des aspérités. Lorsqu'une aspérité entre en contact avec un plan rigide, et

que son enfoncement est significatif, celle-ci de déforme plastiquement. La hauteur de son sommet diminue car l'aspérité est matée. Cet écrasement de l'aspérité induit une augmentation de son rayon de courbure. Une description schématique de cette déformation locale des aspérités est donnée par la suite dans la partie suivante (Figure 9).

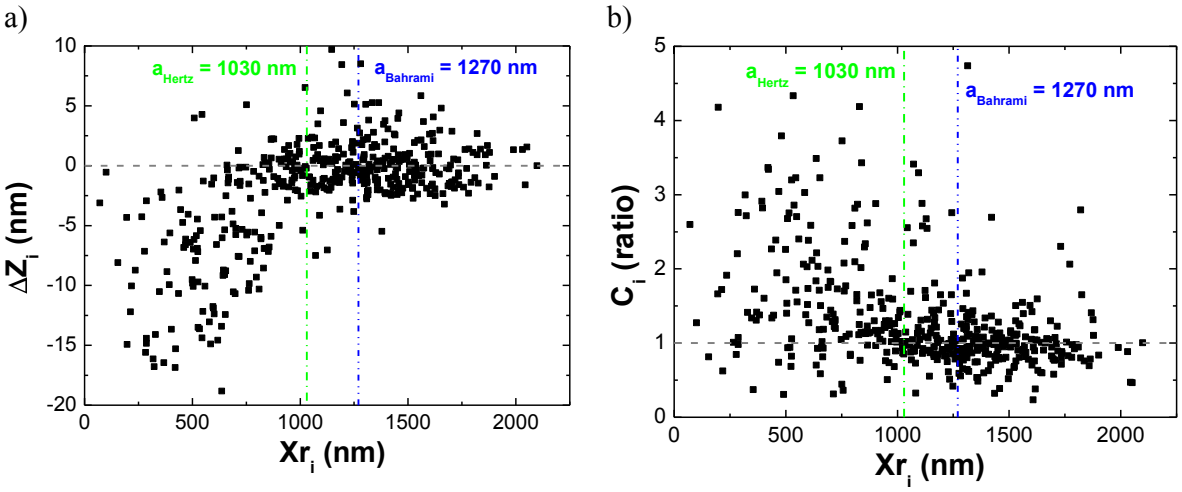


Figure 7 : Evolution de l'affaissement de chaque aspérité (ΔZ_i) et de leur rayon de courbure (C_i) en fonction de leur coordonnée radiale (Xr_i) après nano-indentation sphérique du film mince d'or pur à 2 mN.

Il y a une forte dispersion de l'affaissement des aspérités et du ratio de leur rayon de courbure à l'intérieur de l'empreinte résiduelle (Figure 7). De plus, certaines aspérités ne présentent aucun changement de leur hauteur et rayon de courbure, alors que d'autres s'affaissent sans que leur rayon de courbure augmente ($Xr_i < a_{Bahrami}$).

Il est possible qu'une aspérité en contact avec la pointe induise un champ d'affaissement autour d'elle. Ce phénomène est décrit dans la partie 1.2.4.

Pour des forces de contact inférieures à 2 mN, la déformation des aspérités dans l'empreinte est plus dépendante de leur hauteur initiale que de leur position par rapport au centre de l'indentation. La modélisation du contact rugueux doit donc être discrète.

1.1.3 Identification de la déformation de chaque aspérité

Un complément à cette analyse discrète est effectué en déterminant les aspérités en déformation plastique. Il s'agit d'un critère de comparaison important avec la modélisation.

Dans notre étude, la profondeur d'indentation est inférieure à l'amplitude maximale des hauteurs de la surface initiale du film mince d'or pur. Pendant la charge, certaines aspérités sont

en contact avec la pointe et d'autres non. De plus, l'affaissement des aspérités en contact engendre un affaissement des aspérités voisines (voir partie 1.2.4). Ainsi un nombre non négligeable d'aspérités ne sont pas en contact avec la pointe d'indentation lors des essais.

L'or est un matériau très ductile (surtout devant la pointe en diamant). D'après les critères des modèles analytiques discrets de la déformation d'une aspérité par un plan lisse présentés par la suite, les aspérités qui sont en contact avec la pointe sphérique d'indentation sont en déformation plastique. Les aspérités en déformation plastique doivent avoir un affaissement négatif ($\Delta Z_i < 0$) et une augmentation de leur rayon de courbure ($C_i > 1$). En utilisant ces deux paramètres de filtre, le rayon de contact apparent (R_{app}) est déduit et les aspérités en déformation plastique (index iplast) sont comptabilisées (Tableau 3).

Force (mN)	Rayon de contact apparent (µm)	Aspérités identifiées (i)	Aspérités identifiées en déformation plastique (iplast)	Pourcentage d'aspérités en déformation plastique
2	1,73 +/- 0,10	441 +/- 10	195 +/- 25	44% +/-7%
1	1,51 +/-0,20	328 +/- 10	129 +/- 24	39% +/-9%
0,5	1,59 +/- 0,15	331 +/- 10	97 +/- 20	29% +/-7%
0,25	1,42 +/- 0,10	335 +/- 10	60 +/- 30	18% +/-9%

Tableau 3 : Nombre d'aspérités dans le rayon de contact apparent après le procédé d'identification et de filtrage en déformation plastique.

Les rayons de contact apparents (R_{app}) ne varient pas autant que ceux calculés par le modèle de Hertz ou de Bahrami et sont légèrement supérieurs (Tableau 1). En effet, sur de faibles enfoncements (ici inférieur à 40 nm), la répartition en hauteur du sommet des aspérités n'est pas négligeable (écart type de 13 nm).

Pour une force de 0,25 mN, le nombre d'aspérités en déformation plastique ne représente que 15% (Tableau 3). Ce pourcentage augmente avec la force appliquée. Ainsi, pour une force de 2 mN, le pourcentage d'aspérités en déformation plastique atteint 46% (Tableau 3). De plus, le nombre d'aspérités en contact avec la pointe sphérique lors des différents essais augmente de 54 à 204 avec l'augmentation de la force de 0,25 à 2 mN. Pour rappel, le fonctionnement des micro-relais MEMS correspond à des forces de contact inférieures au mN. Alors, moins d'une centaine de spot de contact sont présents sur une surface apparente de l'ordre du µm². Ces résultats sont comparés par la suite avec la modélisation analytique discrète du contact rugueux (partie 1.4).

1.1.4 Bilan intermédiaire

Une expérience de référence du contact rugueux est mise en place avec succès. En effet, des images AFM de la surface de contact avant et après nano-indentation sphérique sont obtenues avec les courbes de force-déplacement. Il s'agit d'un résultat propice à la modélisation par éléments finis. Cette piste est d'ailleurs investiguée avec l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris au Centre des Matériaux.

L'analyse discrète de la déformation des aspérités est effectuée avec un logiciel d'analyse d'image AFM et une procédure d'identification. Une description fine de l'évolution de la hauteur du sommet et du rayon de courbure des aspérités sont obtenus, ainsi que le nombre d'aspérités en déformation plastique. Ces résultats sont utilisés par la suite pour calculer la dureté locale et pour valider une modélisation analytique du contact rugueux.

1.2 Modélisation analytique discrète du contact rugueux

Une modélisation analytique discrète du contact rugueux visant à reproduire l'expérience précédente est mise en place. Les résultats alors obtenus au cours de l'analyse discrète de la déformation des aspérités sont confrontés à leur modélisation. Pour rappel, la modélisation mécanique est une étape indispensable à la modélisation du contact électrique.

Lors de l'analyse discrète (de la déformation de la surface de l'échantillon Au par nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) à des forces de contact de 0,25 à 2 mN), l'hétérogénéité de la déformation des aspérités est mise en évidence. De plus, le nombre d'aspérités en contact varie de 54 à 204 (Tableau 3), ce qui rend l'utilisation d'un modèle analytique discret du contact rugueux nécessaire.

En se basant sur les modèles analytiques discrets de la déformation d'une aspérité, deux phénomènes sont ajoutés :

- la prise en compte d'un type d'interaction entre aspérités : l'aspérité en contact induit un champ de déplacement normal aux aspérités voisines,
- une limitation de la taille des spots de contact.

Alors que la modélisation du contact rugueux est généralement effectuée sur une surface de référence, dans notre cas, la surface avant et après indentation est connue et finement caractérisée. Ainsi des comparaisons directes entre modélisation et expérience sont effectuées. Tout d'abord, le fonctionnement du modèle est présenté.

1.2.1 Principe du modèle proposé

La donnée d'entrée de ce modèle est la description de la surface de l'échantillon Au qui va entrer en contact avec la pointe d'indentation sphérique ($R_i = 50$ µm). Sur un plan lisse, les aspérités assimilées à des calottes sphériques sont disposées en fonction de leurs coordonnées ($X_{i,0}$, $Y_{i,0}$) et de la hauteur de leur sommet ($Z_{i,0}$). Leur nombre de pixels ($N_{i,0}$) les constituant lors de leur détection est également utilisé par la suite.

Le contact est réalisé entre une surface rugueuse définie comme ci-dessus et une sphère lisse rigide (correspondant à la pointe d'indentation sphérique). La position de la sphère est déterminée à partir de l'analyse d'image effectuée précédemment. La mise en contact consiste à rechercher l'aspérité la plus haute et à effectuer un déplacement de la sphère afin de s'y positionner (sans la toucher). Avant de débuter le contact, pour chaque aspérité présente, un champ radial d'enfoncement est calculé. A partir de ce point, le modèle fonctionne de façon incrémentale. Un incrément correspondant au déplacement nécessaire de la sphère pour entrer en contact avec une nouvelle aspérité en prenant en compte le champ radial d'enfoncement. Pour chaque aspérité en contact, les lois de comportement sont utilisées pour estimer la force locale sur une aspérité ainsi que son aire de contact. L'algorithme s'achève lorsque la somme des forces sur les aspérités est égale à la force visée. L'organigramme est présenté Figure 8.

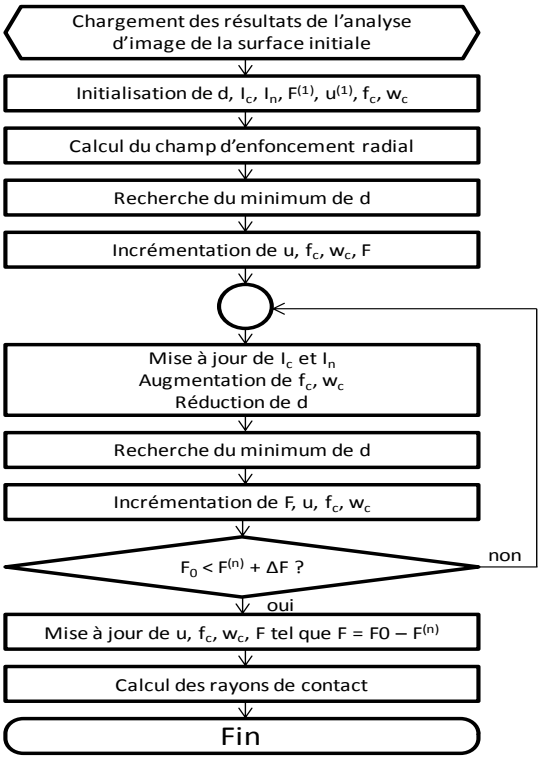


Figure 8 : Organigramme de la modélisation analytique discrète. d est le vecteur séparation des aspérités non en contact, fc et wc sont les vecteurs contenant respectivement les forces et les enfoncements des aspérités en contact.

1.2.2 Aire de contact des aspérités

Avant toute chose, il faut noter que le rayon de courbure de la pointe d'indentation est de 50 µm et que le rayon de courbure moyen des aspérités de la surface du film mince d'or pur est de 280 nm (chapitre 3). Donc, la déformation d'une aspérité par la pointe sphérique peut être assimilée localement à un contact sphère/plan et non sphère/sphère. De plus, la pointe d'indentation peut être assimilée à un matériau rigide devant les aspérités en or considérées comme ductiles.

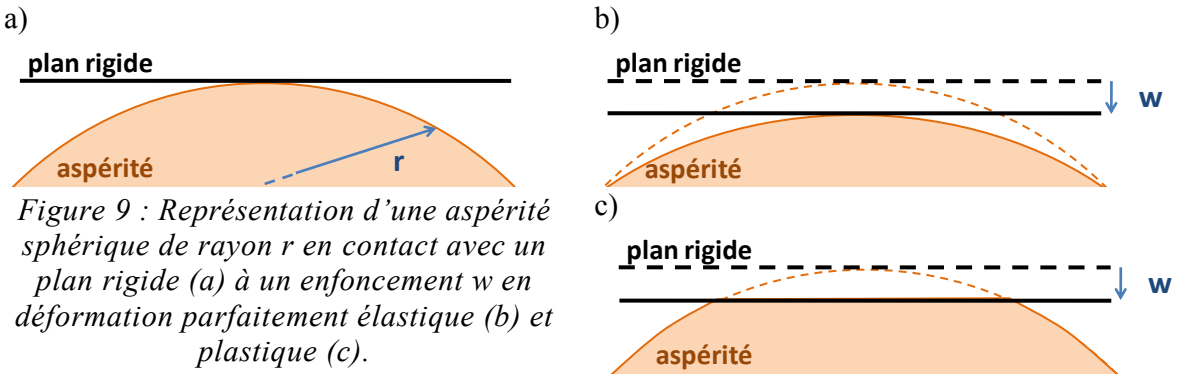


Figure 9 : Représentation d'une aspérité sphérique de rayon r en contact avec un plan rigide (a) à un enfoncement w en déformation parfaitement élastique (b) et plastique (c).

Il existe plusieurs modèles analytiques permettant de déterminer l'aire de contact d'une aspérité (A_i) en fonction de son enfoncement (w_i) et de son rayon de courbure (r_i). Ces modèles sont des approximations basées sur les hypothèses suivantes : l'aspérité est assimilée à une sphère lisse et son enfoncement (w_i) est très inférieur à son rayon de courbure (r_i). De plus, par rapport à notre problème du contact rugueux, aucune interaction entre aspérités n'est prise en compte. Les modèles analytiques présentés ici sont singuliers, c'est-à-dire qu'ils représentent la déformation d'une seule aspérité par un plan rigide.

Pour de très faibles enfoncements, inférieurs à l'enfoncement critique, la déformation de l'aspérité est élastique (4.4) et il faut alors utiliser le modèle de Hertz. Deux équations (4.5 et 4.6) permettent de déterminer l'enfoncement critique (w_c). En utilisant les propriétés mécaniques du film mince d'or pur mesurées par nano-indentation Berkovich (dureté intrinsèque H_{Au} = 1,05 GPa et module d'Young réduit E_r = 70 GPa), l'enfoncement critique est de 0,065 nm et 0,11 nm respectivement avec les équations 4.5 et 4.6. Ces valeurs sont bien inférieures au paramètre de maille de l'or qui est de 4,079 Å et aux enfoncements mesurés (ΔZ_{iplast}).

Le modèle plastique est dit de troncation (4.10). En effet, il s'agit d'un modèle purement géométrique où l'intersection entre le plan rigide et l'aspérité à un enfoncement donné détermine le rayon de contact (Figure 9). Ce modèle est développé par Abbott et Firestone (AF) et correspond à un maximum de la déformation des aspérités.

Pour de faibles enfoncements, le modèle élastique (H) est utilisé (4.4), puis lorsque l'enfoncement critique est dépassé, le modèle plastique (AF) est employé (4.10). Mais il y a une transition abrupte en passant de l'un à l'autre à $w = w_c$, l'aire de contact double. Pour pallier cette discontinuité, Chang, Etsion et Bogy (CEB) [Chang et al. (1987)] sont les premiers à proposer un modèle analytique continu dit à conservation en volume. L'enfoncement d'une aspérité est la somme de deux contributions : élastique et plastique. En déformation purement élastique, le volume se comprime lors de l'enfoncement. Par contre en déformation plastique, la déformation s'effectue à volume constant. Il en résulte une nouvelle équation pour le domaine plastique (4.7). Lorsque l'enfoncement est inférieur à l'enfoncement critique, l'aire de contact se rapproche du modèle élastique (H). Et lorsque l'enfoncement est beaucoup plus grand que l'enfoncement critique, l'aire de contact tend vers le modèle de troncation (AF).

Le modèle de Zhao, Maietta et Chang (ZMC) [Zhao et al. (2000)] est très similaire au CEB. Il propose une transition plus douce entre le modèle élastique (H) et plastique d'Abbott et Firestone (AF) en utilisant deux paramètres pour l'enfoncement critique (w_1 et w_2 dans l'équation 4.8). Avec les paramètres mesurés par nano-indentation Berkovich sur le film mince d'or pur, la valeur de w_1, très voisine de l'interférence critique du modèle de CEB, 0,06 nm. Et avec un facteur 54 entre w_2 et w_1, la valeur de w_2 est de 3,2 nm. Donc, lorsque l'enfoncement est inférieur à w_1, la déformation est élastique (H). Puis quand l'enfoncement est compris en w_1 et w_2, il faut appliquer le modèle élasto-plastique ZMC (4.8). Enfin lorsque l'enfoncement est supérieur à w_2, il faut appliquer le modèle AF.

Enfin, Kogut et Etsion (KE) [Kogut & Etsion (2003)] effectue une simulation par éléments finis du contact entre une sphère déformable et un plan rigide. Une modélisation analytique en est extraite (4.9) et est très proche de celle de ZMC avec ces deux interférences critiques.

Modèles	Equations	
Elastique :	$w_i \leq w_{c,i}$	
Hertz (H)	$A_i = \pi r_i w_i$	4.4
Enfoncement critique :		
Chang, Etsion et Bogy (CEB)	$w_{c,i} = r_i \left(\frac{\pi K H_{Au}}{2E_r} \right)^2$ $K = 0{,}454 + 0{,}41 \upsilon_{Au}$	4.5
Jackson et Green (JG)	$w_{c,i} = 1{,}9 r_i \left(\frac{\pi C \sigma_y}{2E_r} \right)^2$ $C = 1{,}295 e^{0{,}736 \upsilon_{Au}}$ $\sigma_y = \frac{H_{Au}}{3}$	4.6
Elasto-plastique :	$w_i \geq w_{c,i}$	
Chang, Etsion et Bogy (CEB)	$A_i = \pi r_i w_i \left(2 - \frac{w_{c,i}}{w_i} \right)$	4.7
Zhao, Maietta et Chang (ZMC)	$w_2 \geq w_i \geq w_1$ $A_i = \pi r_i w_i \left[1 - 2\left(\frac{w_i - w_1}{w_2 - w_1} \right)^3 + 3\left(\frac{w_i - w_1}{w_2 - w_1} \right)^2 \right]$ $w_1 = r_i \left(\frac{3\pi k H_{Au}}{4E_r} \right)^2$	4.8
Kogut et Etsion (KE)	$w_2 \geq 54 w_1$ $A_i = \pi r_i w_{c,i} \times 0{,}93 \left(\frac{w_i}{w_{c,i}} \right)^{1{,}136}$ si $1 \leq \frac{w_i}{w_{c,i}} \leq 6$ $A_i = \pi r_i w_{c,i} \times 0{,}94 \left(\frac{w_i}{w_{c,i}} \right)^{1{,}146}$ si $6 \leq \frac{w_i}{w_{c,i}} \leq 110$	4.9
Plastique :	$w_i \geq w_{c,i}$	
Abbott et Firestone (AF)	$A_i = 2\pi r_i w_i$	4.10

Tableau 4 : Modèles analytiques de l'aire de contact d'une aspérité sphérique avec un plan rigide.

En appliquant ces modèles présentés précédemment (sauf H) sur une aspérité en or avec un rayon de courbure de 280 nm, alors pour un enfoncement de 20 nm, le rayon de contact est de 105 nm. Cette taille est supérieure à celle de l'aspérité déterminée lors de l'analyse d'images. Le nombre de pixels constituant chaque aspérité ($N_{0,i}$ avant indentation) est répertorié. Sous l'approximation que les aspérités sont sphériques, le rayon de l'aspérité ($r_{asp,i}$) est calculé à partir de l'équation 4.11, avec *pp* le pas en nm de l'image AFM :

$$r_{asp,i} = pp \times \sqrt{\frac{N_{0,i}}{\pi}} \qquad 4.11$$

Pour exemple, sur la surface de contact avant nano-indentation sphérique à 2 mN, le rayon moyen des aspérités est de 46 nm (Figure 10).

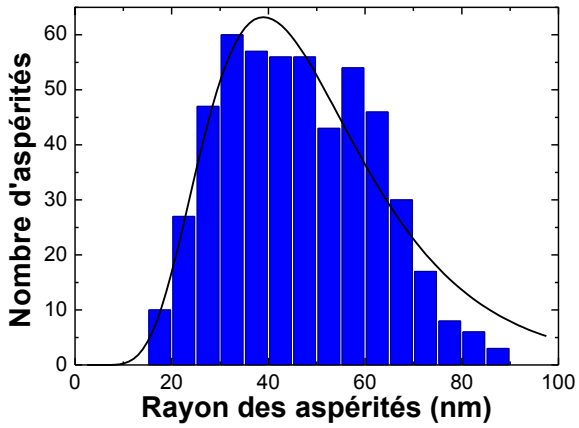


Figure 10 : Distribution des rayons des aspérités pour le film mice d'or pur avant nano-indentation sphérique à 2 mN.

Le rayon de contact ne peut pas être plus grand que l'aspérité. Ainsi, une limitation du rayon de contact des aspérités par leur rayon ($r_{asp,i}$) est introduite. Donc, lors de la modélisation du contact rugueux, l'aspérité se déforme suivant les lois de comportement en fonction de son enfoncement. Puis, lorsque le rayon de contact atteint le rayon de l'aspérité, il reste fixe en fonction de l'enfoncement. En supposant que toutes les aspérités atteignent cette limite, l'aire réelle de contact est quasiment égale à l'aire apparente, soit un contact lisse/lisse.

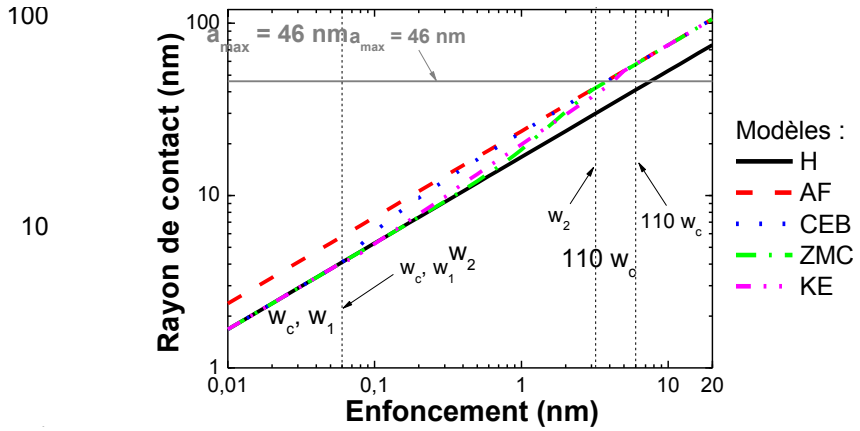


Figure 11 : Rayon de contact d'une aspérité en or d'un rayon de courbure de 280 nm en fonction de son enfoncement.

Cette limitation en rayon est appliquée de façon discrète, c'est-à-dire sur chaque aspérité en fonction de son nombre de pixels. Par la suite, le modèle CEB est utilisé pour déterminer les rayons de contact avec cette limitation. Ce modèle a tendance à surestimer de maximum 30% le rayon de contact par rapport aux autres modèles.

Dans notre étude, la précision de mesure des enfoncements est de l'ordre du nanomètre, ce qui induit une erreur sur le calcul de l'aire qui est pondérée par le fait que pour de faibles enfoncements, l'aire est petite. L'aire correspondant à un enfoncement de 1 nm est approximativement 10 fois plus petite que l'aire correspondant à un enfoncement de 10 nm pour un modèle donné.

1.2.3 Force de contact des aspérités

A l'image de la modélisation analytique discrète du rayon de contact proposé dans la partie 1.2.2, la force appliquée sur une aspérité en fonction de son enfoncement (w_i), de son rayon de courbure (r_i), de sa dureté (H_0) et de son module d'Young réduit (E_r) est présentée dans le Tableau 5. L'utilisation de ces modèles est décrite dans la partie 1.2.2.

Modèles	Equations	
Elastique :	$w_i \le w_{c,i}$	
Hertz (H)	$F_i = \frac{4}{3} E_r r_i^{1/2} w_i^{3/2}$	4.12
Elasto-plastique :	$w_i \ge w_{c,i}$	
Chang, Etsion et Bogy (CEB)	$F_i = \pi r_i w_i \left(2 - \frac{w_{c,i}}{w_i}\right) KH$	4.13
Chang, Etsion et Bogy avec K = 1 (H-AF)	$F_i = \pi r_i w_i \left(2 - \frac{w_{c,i}}{w_i}\right) H$	4.14
Zhao, Maietta et Chang (ZMC)	$w_2 \ge w_i \ge w_1$ $F_i = A_i \left[H - H(1-k) \frac{\ln w_2 - w_i}{\ln w_2 - \ln w_1} \right]$	4.15
Kogut et Etsion (KE)	$F_i = \frac{2}{3} KH\pi r_i w_{c,i} \times 1{,}03 \left(\frac{w_i}{w_{c,i}}\right)^{1{,}425}$ si $1 \le \frac{w_i}{w_{c,i}} \le 6$ $F_i = \frac{2}{3} KH\pi r_i w_{c,i} \times 1{,}40 \left(\frac{w_i}{w_{c,i}}\right)^{1{,}263}$ si $6 \le \frac{w_i}{w_{c,i}} \le 110$	4.16
Plastique parfait :	$w_i \ge w_{c,i}$	
Abbott et Firestone (AF)	$F_i = 2\pi r_i w_i H$	4.17

Tableau 5 : Modèles analytiques de la force de contact d'une aspérité sphérique avec un plan rigide.

La force de contact sur une aspérité en or d'un rayon de courbure de 280 nm est tracée en fonction de son enfoncement (Figure 12). Plus l'enfoncement augmente, plus la force de contact est importante. Les modèles CEB, ZMC et KE ont une discontinuité pour un enfoncement

compris entre 0,4 et 0,7 Å. Il s'agit du passage entre une déformation élastique à élasto-plastique. Expérimentalement, il est impossible de mesurer de si faibles enfoncements.

Pour des enfoncements supérieurs à 0,1 nm, les modèles CEB, ZMC et KE tendent vers le modèle AF (purement plastique). Mais il semble que le modèle CEB n'atteigne jamais les valeurs du modèle AF de par le facteur K devant la dureté (4.13) dont la valeur est de 0,6. Le modèle analytique de KE est basé sur une simulation par élément finis de la déformation d'une aspérité. Les auteurs démontrent alors que la force de contact extraite par le modèle CEB est sous-estimée du fait de ce facteur K. Par la suite, dans la modélisation analytique du contact rugueux, le modèle CEB est utilisé comme une borne inférieure et le modèle H comme une borne supérieure.

Le modèle composite (H-AF) est utilisé pour prendre en compte le comportement purement élastique à parfaitement plastique, en passant du modèle H à AF à l'enfoncement critique (w_c). Cette approche est similaire au modèle CEB avec un facteur K de 1. Par rapport aux autres modèles, la force de contact est légèrement surestimée.

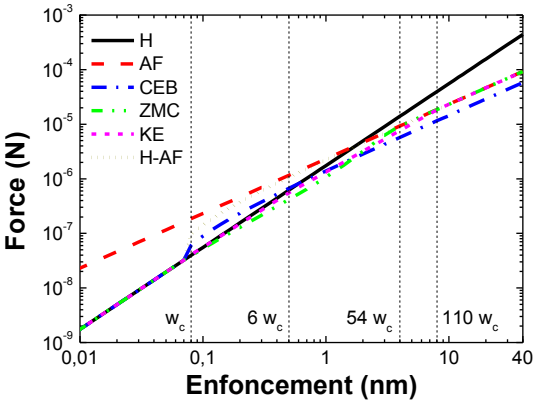


Figure 12 : Force de contact en fonction de l'enfoncement d'une aspérité de 280 nm de rayon de courbure en or par un plan rigide.

Ces valeurs de force de contact sur une aspérité ne sont pas forcément parlantes et faciles à comparer directement aux données expérimentales. Lors de l'essai de nano-indentation sphérique ($R_i = 50$ µm) sur l'échantillon Au avec une force de contact de 2 mN, approximativement 204 aspérités sont identifiées en déformation plastique et leur enfoncement moyen est de 4,7 nm. A cet enfoncement, la force de contact sur une aspérité est de 5,4 µN pour le modèle CEB, de 7,8 µN pour le modèle KE, et de 8,7 µN pour les modèles ZMC, AF et H-AF. Une estimation de la force de contact totale est donnée par le produit la force de contact calculé précédemment par le nombre d'aspérités. Ainsi, ce produit est de 1,1 mN avec le modèle CEB, 1,6 mN pour le modèles KE et de 1,8 mN pour les modèles ZMC, AF et H-AF. Ces calculs sont cohérents car proches des 2 mN visés.

Cette limitation est présentée précédemment pour le calcul du rayon de contact apparent (partie 1.2.2) : l'aspérité se déforme suivant les lois de comportement en fonction de son enfoncement, jusqu'à ce que le rayon de contact atteigne le rayon de l'aspérité. Alors, le rayon de contact reste fixe en fonction de l'enfoncement.

Lors de la modélisation, lorsque le rayon de contact atteint cette limite géométrique du rayon de l'aspérité, alors la force de contact sur cette aspérité atteint également une valeur seuil. L'enfoncement de l'aspérité peut continuer, mais à rayon de contact et force de contact constantes. Cette limite correspond au matage total de l'aspérité. En supposant que toutes les aspérités atteignent cette limite, il s'agit alors d'un contact lisse/lisse. L'aire réelle de contact est quasiment égale à l'aire apparente. Cette limitation en rayon est appliquée de façon discrète, c'est-à-dire sur chaque aspérité en fonction de son nombre de pixels.

1.2.4 Affaissement du plan moyen autour d'une aspérité en contact

Les premiers modèles permettant de quantifier l'affaissement du plan moyen en fonction de sa position radiale (X_r) sont donnés par Boussinesq [Johnson (1995)] (Figure 13 a). Les équations 4.18 et 4.19 représentent, respectivement, les solutions analytiques pour le cas d'une pression sur une surface circulaire ($u_{H\text{-circulaire}}(z)$) et le cas d'un point de contact local ($u_{H\text{-point}}(z)$) de rayon a_i, pour $X_r > a_i$ (4.18) :

$$u_{H-circulaire}(z) = \frac{P_{0,H}}{E_r\, 2a_i}\left[\left(2a_i^2 - X_r^2\right)\arcsin\left(\frac{a_i}{X_r}\right) + a_i\sqrt{X_r^2 - a_i^2}\right] \qquad 4.18$$

$$u_{H-point}(z) = \frac{F}{\pi X_r E_r} \qquad 4.19$$

Un résultat de ces modèles est tracé Figure 13 ($r_i = 280$ nm, $z_i = 10$ nm, $E_r = 70$ GPa, $a_i = 53$ nm). Le modèle ponctuel est utilisé par la suite car il est similaire au modèle circulaire et beaucoup plus simple à incorporer.

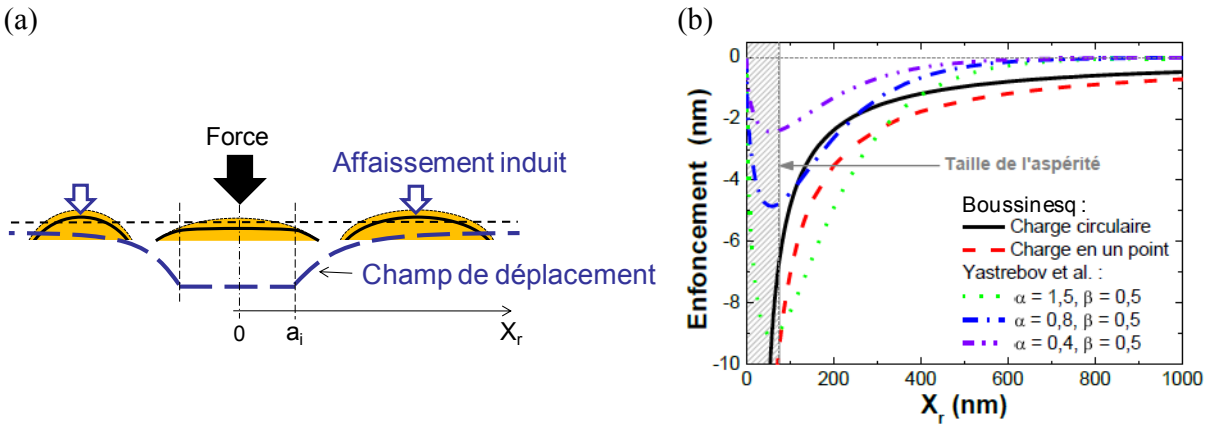


Figure 13 : Enfoncement du plan moyen autour de l'aspérité en contact (a) et (b) par le modèle de Boussinesq et de [Yastrebov et al. (2011)] (r_i = 280 nm, z_i = 10 nm, E_r = 70 GPa, a_i = 53 nm, w = 92 nm).

[Yastrebov et al. (2011)] proposent une solution analytique à partir de simulation par éléments finis. Leur formule (4.20) dépend de la loi de comportement du matériau et des dimensions des aspérités. Ainsi deux paramètres (α_Y et β_Y) sont à ajuster à partir d'un jeu de simulations.

$$u_Y(z) = \alpha_Y z_i \sqrt{\frac{2X_r}{w}} \exp\left(-\beta_Y \frac{2X_r}{w}\right) \quad pour \quad X_r > w \qquad 4.20$$

avec z_i l'enfoncement de l'aspérité et w sa largeur.

Ce modèle est représenté Figure 13 avec un jeu de trois paramètres visant à encadrer les modèles de Boussinesq. L'évolution de ces potentiels est également inversement proportionnelle à X_r. Par contre, pour de plus grands éloignements, au-delà de 600 nm, les modèles de Boussinesq ont toujours un affaissement supérieur à 1 nm, alors qu'avec le modèle de [Yastrebov et al. (2011)] l'affaissement est nul. Il est possible que cette interaction entre aspérités soit accentuée par les modèles de Boussinesq.

1.2.5 Synthèse du modèle mécanique

Une description discrète de la surface avant indentation est utilisée en entrée du modèle avec la position ($X_{0,i}$, $Y_{0,i}$), la hauteur du sommet ($z_{0,i}$), le rayon de courbure ($r_{0,i}$) et le nombre de pixels ($N_{0,i}$) de chaque aspérité. Pour modéliser la déformation mécanique de ces aspérités, les lois de comportement analytiques, qui dépendent des paramètres intrinsèques du film mince d'or pur tels que sa dureté (H), son module d'Young réduit (E_r) et son coefficient de Poisson (ν), sont utilisés. A partir de ces lois, le rayon et la force de contact de chaque aspérité sont calculés en prenant en compte la limitation géométrique. En effet, le rayon de contact ne peut pas être plus

grand que la taille de l'aspérité. Enfin, un phénomène d'interaction entre les aspérités est ajouté pour prendre en compte l'affaissement du plan moyen autour d'une aspérité en contact.

1.3 Nouvelle extraction de la dureté

Une première utilisation de l'analyse discrète de la déformation des aspérités (partie 1.1) est effectuée pour calculer la dureté locale en utilisant la modélisation analytique discrète des aires de contact (partie 1.2.2).

En utilisant l'enfoncement de chaque aspérité en déformation plastique (ΔZ_{iplast}) et leur rayon de courbure initial ($r_{0,iplast}$) dans ces modèles (Tableau 4), il est possible de calculer l'aire de contact de chaque aspérité (A_{iplast}). Cette approche est appliquée pour les quatre forces de contact (0,25 à 2 mN). Ainsi l'aire de contact (A) est la somme des aires de contact de toutes les aspérités en déformation plastique (4.21).

$$A = \sum_{i=0}^{n} A_i \qquad 4.21$$

Avec l'augmentation de la force de contact, l'aire de contact réelle augmente (Figure 14). Les cinq modèles analytiques donnent des résultats similaires. Les résultats obtenus avec le modèle H-AF correspondent parfaitement au modèle AF. En effet, les rayons de contact des aspérités sont similaires lorsque l'enfoncement est supérieur à 5 nm. Donc, les différences d'aire de contact réelle sont dues aux faibles enfoncements d'aspérités et donc à de faibles variations d'aire. Tout comme le nombre d'aspérités en déformation plastique, l'aire de contact est un paramètre de référence qui est comparé à la modélisation par la suite (partie 1.4).

La courbe « Lisse » représente l'aire de contact dans le cas d'un contact parfaitement plastique sur une surface lisse avec une dureté de 1,05 GPa. Les aires calculées sont inférieures à cette courbe, donc la dureté locale est supérieure à la dureté intrinsèque.

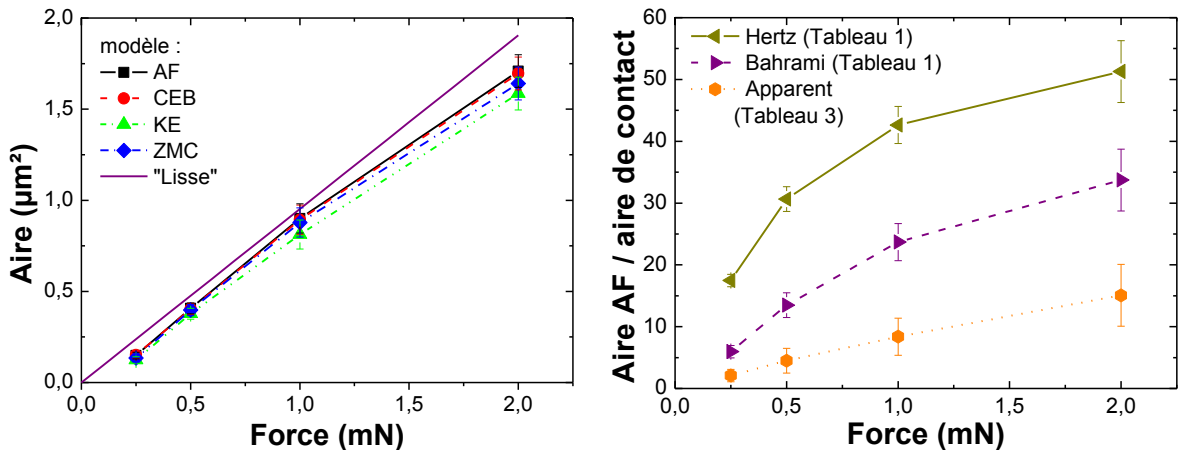


Figure 14 : (a) Aire de contact réelle déterminée à partir de l'analyse discrète en fonction de la force appliquée et (b) ratio par les aires de contact extraites les modèles de Hertz et Bahrami et de la mesure du rayon de contact apparent.

A partir du calcul de l'aire de contact, la dureté locale (H_{locale}) est extraite pour chacune des forces. En effet, la mesure de la dureté n'est rien autre que le rapport entre la force appliquée et la mesure de l'empreinte résiduelle (4.22). Dans notre cas, l'aire de contact réelle est la somme des aires de contact des aspérités (4.21).

$$H_{locale} = \frac{F}{A} \qquad 4.22$$

Pour une force de 2 mN, la dureté locale ainsi mesurée est de 1,18 GPa +/- 0,06 GPa avec le modèle AF (Figure 15-a). Les résultats obtenus avec le modèle H-AF correspondent parfaitement au modèle AF. La dureté ainsi déduite est très voisine de 1,05 GPa, celle extraite par nano-indentation Berkovich avec le modèle de cavité étendue (Figure 15-b). Cela conforte l'analyse discrète de la déformation des aspérités.

Les valeurs de dureté locale extraite par les cinq modèles sont très similaires comme pour le calcul de l'aire de contact. Toutefois, les modèles KE et ZMC donnent des duretés locales plus élevées car leurs aires de contact sont moins importantes (Figure 11). A noter que l'incertitude de la mesure de la dureté locale correspond à l'effet des écarts types sur le ratio des rayons de courbure (+/- 0,3) et sur l'affaissement des aspérités (+/- 1,3 nm).

De plus, la dureté locale augmente lorsque l'enfoncement diminue (Figure 15-a). Cette augmentation est similaire à celle observée en nano-indentation Berkovich (Figure 15-b). Par similitude, il se peut que le même effet en soit la cause. En effet, il est envisageable que des effets de taille aient lieu lors de l'indentation sphérique des aspérités car les enfoncements sont de quelques nanomètres. Ces effets de taille regroupent plusieurs phénomènes qui sont expliqués dans le chapitre 2 partie 2.1.

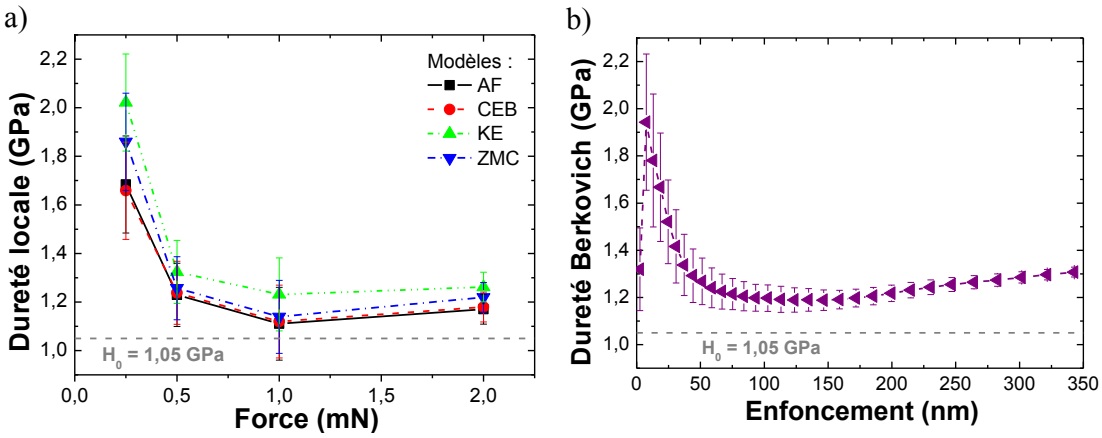


Figure 15 : (a) Extraction de la dureté locale à partir de la mesure de l'aire de contact de chaque aspérité pour différents modèles en fonction de la force appliquée et (b) comparaison avec la mesure de dureté par nano-indentation Berkovich en fonction de l'enfoncement de l'indenteur.

Dans le calcul de l'aire de contact, la dureté intrinsèque intervient au travers des enfoncements critiques. Pour une dureté intrinsèque de 2 GPa (H_0) l'aire de contact diminue très légèrement avec les modèles CEB et H-AF (inférieur à 2%), car leurs enfoncements critiques même avec une dureté doublée sont toujours très inférieurs aux enfoncements des aspérités. Par contre, pour les modèles ZMC et KE, une augmentation de la dureté locale d'environ 15% (H_{locale}) est observée.

A la suite de l'analyse discrète de la déformation des aspérités, il est supposé que les aspérités en contact avec la pointe lors de l'indentation sphérique sont en déformation plastique. Les mesures de leur enfoncement et rayon de courbure initiaux sont utilisées comme données d'entrée à la modélisation analytique discrète de l'aire de contact. Ainsi, la dureté locale pour les quatre forces de contact est déterminée, et s'avère cohérente avec la mesure par nano-indentation Berkovich. La dureté augmente lorsque les forces de contact diminuent, comme l'enfoncement.

Cette première étude permet donc de valider les hypothèses initiales, les mesures expérimentales et la modélisation analytique. La deuxième étude consiste à modéliser le comportement du contact rugueux à partir de l'image AFM initiale.

1.4 Comparaison entre la modélisation et l'expérience

Dans cette partie, l'ensemble du modèle présenté partie 1.2 est utilisé. Les données d'entrée sont : l'image AFM de la surface initiale, la position de la pointe sphérique, l'enfoncement maximum à atteindre, la dureté intrinsèque et le module d'Young réduit du film mince. Les résultats extraits par ce modèle sont : la force de contact, l'enfoncement résiduel de chaque aspérité, le nombre d'aspérités en déformation plastique et l'aire de contact.

Par rapport aux présentations précédentes, seuls les modèles d'Hertz (H), Abbott et Firestone (AF), Chang Etsion Bogy (CEB) et composite (H-AF) sont utilisés :

- modèle H : borne supérieure en force de contact et inférieure en rayon de contact
- modèle AF : borne supérieure en rayon de contact
- modèle CEB borne inférieure en force de contact
- modèle H-AF : à ajuster

Tout d'abord, l'effet de l'interaction sur les courbes de force-enfoncement est mis en évidence. Puis, différentes propriétés mécaniques intrinsèques sont injectées dans le modèle afin d'investiguer leur variation mesurée par nano-indentation Berkovich (chapitre 2). Ces analyses conduisent à l'utilisation du modèle et des propriétés mécaniques les plus adéquates et à la comparaison avec l'analyse discrète.

1.4.1 Effet de l'affaissement du plan moyen

Dans un premier temps les résultats de ces modélisations discrètes sur le cas de la nano-indentation sphérique à 2 mN (R_i = 50 µm) sur le film mince d'or pur sont présentés (Figure 16). Les paramètres matériaux utilisés pour cette modélisation correspondent aux paramètres intrinsèques, soit une dureté (H_0) de 1,05 GPa et un module d'Young réduit (E_r) de 70 GPa.

Les modèles n'incluant pas les interactions entre aspérités ont des forces de contact nettement supérieures aux données expérimentales (Figure 16). Sans interaction, le nombre d'aspérités en contact est beaucoup plus important. Ainsi, pour incrémenter l'enfoncement d'un pas, la force a appliquée est d'autant plus importante.

Les trois modèles H, AF et CEB avec interaction sont très proches des données expérimentales. La prise en compte des interactions est donc très importante. Ce phénomène ne peut pas être négligé dans notre cas. Par la suite, seuls les résultats des modélisations avec cette interaction sont présentés.

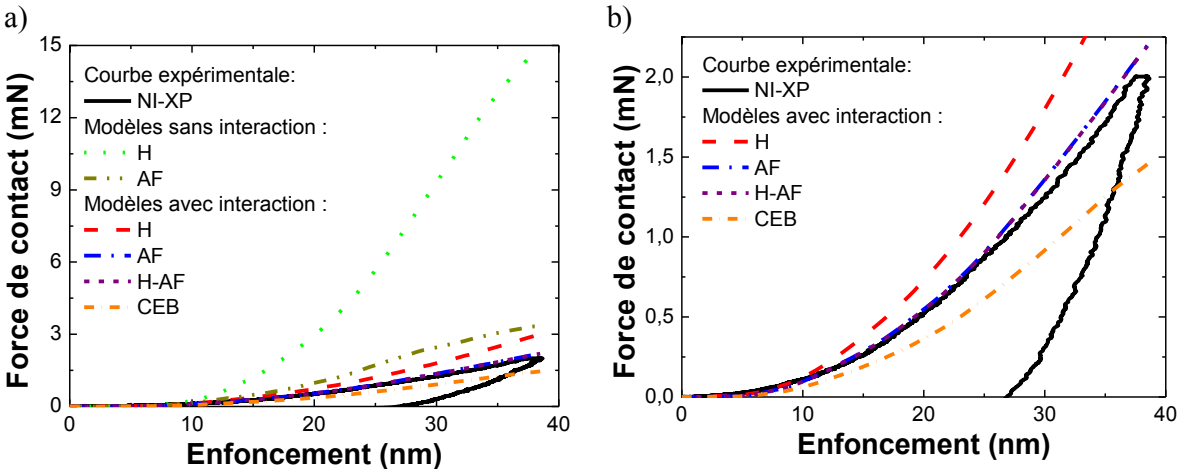


Figure 16 : Evolution de la force de contact en fonction de l'enfoncement (F = 2mN, Ri = 50 µm) mesurée expérimentalement (NI-XP) et comparée à des modèles analytiques discrets avec et sans interaction (a).
Agrandissement sur les forces de contact inférieures à 2,5 mN (b).

Les modèles AF et H-AF ont le meilleur ajustement aux données expérimentales et sont ici superposés. En effet, l'enfoncement critique est très faible (w_c = 0,6 Å). Les enfoncements des aspérités sont majoritairement supérieurs à cette limite, donc la déformation est majoritairement en régime plastique.

1.4.2 Ajustement aux faibles forces

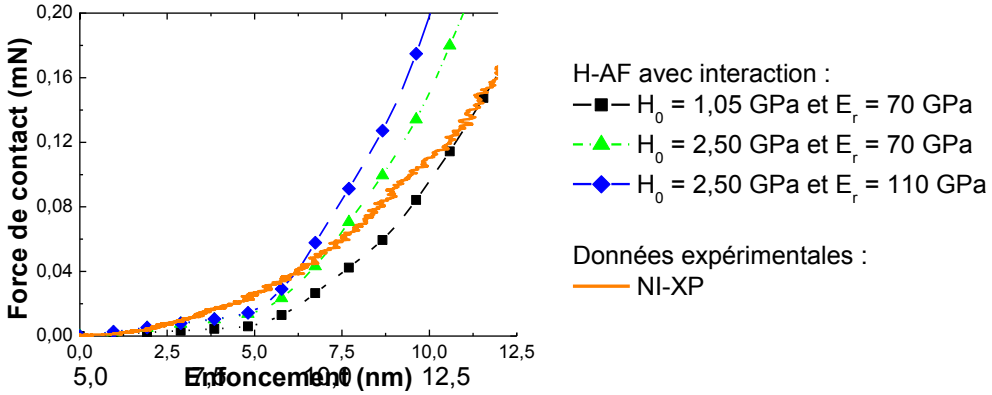
Pour des enfoncements inférieurs à 12 nm, les forces de contact extraites à partir du modèle H-AF avec interaction et les propriétés mécaniques intrinsèques sont inférieures aux données expérimentales (Figure 17-a). Un jeu de 5 paramètres de propriétés mécaniques du film mince d'or pur (Tableau 6) est utilisé. Ils correspondent à des extrema de dureté et de module d'Young mesurés par nano-indentation Berkovich (chapitre 2).

Propriétés mécaniques	
Dureté (GPa)	Module d'Young Réduit (GPa)
1,05	70
1,05	90
1,05	110
2,50	70

Tableau 6 : Propriétés mécaniques utilisées pour la modélisation de la nano-indentation sphérique aux faibles forces 2 mN.

De meilleurs ajustements sont obtenus en augmentant la dureté intrinsèque jusqu'à 2,5 GPa (Figure 17-a) ou en augmentant le module d'Young réduit jusqu'à 110 GPa avec le modèle H-AF. Il faudrait inclure des valeurs plus importantes pour ajuster le début de cette courbe. Ces valeurs s'avèrent très importantes même pour les effets de taille.

a) modèle H-AF avec interaction



b) modèle H avec interaction

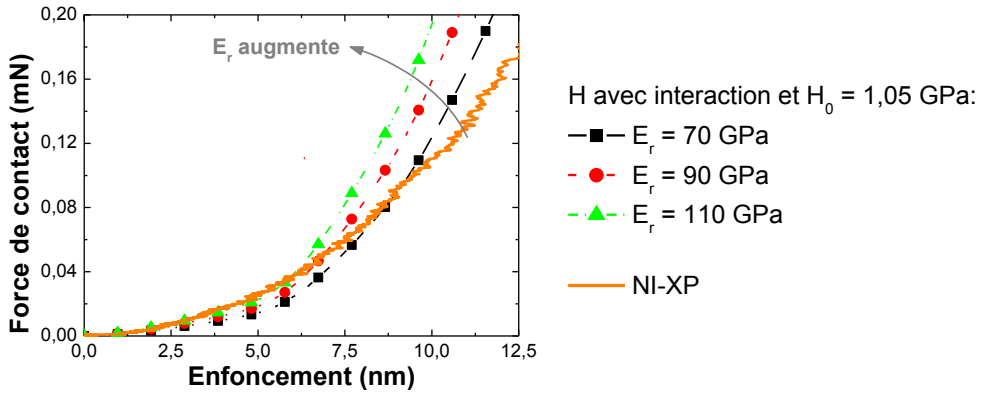


Figure 17 : Evolution de la force de contact jusqu'à 2 mN en fonction de l'enfoncement d'une pointe sphérique d'un rayon de courbure de 50 µm dans un film mince d'or pur mesurée expérimentalement (NI-XP) et comparée à des modèles analytiques discrets avec et sans interaction.

Par contre, en utilisant le modèle H avec interactions, et E_r compris entre 70 et 110 GPa, il est possible d'ajuster les données expérimentales sur approximativement 8 nm. En effet, jusqu'à 5 nm, seulement une aspérité est en contact avec la pointe. Donc en modulant E_r ou H_0 il est possible d'ajuster directement les données expérimentales. Puis, de 5 à 10 nm, le nombre d'aspérité augmente jusqu'à 24. Pour que le modèle H soit applicable, il faut que l'enfoncement critique soit de 5 nm. En utilisant les modèles analytiques ZMC ou KE il est alors possible de se rapprocher de ce cas.

1.4.3 Comparaison à l'analyse discrète

Le modèle H-AF avec interaction et les propriétés mécaniques intrinsèques permet d'obtenir un très bon ajustement sur la courbe de force déplacement du nano-indenteur (ci-dessus) pour un enfoncement supérieur à 12 nm, soit 160 µN. Mais la force de contact ne peut pas être le seul indicateur, car elle dépend du nombre d'aspérités en contact et de leur enfoncement relatif. Par exemple, les enfoncements relatifs extraits à partir de ce modèle sont représentés de façon similaire à l'analyse discrète effectuée partie 1.1 (différence entre leur hauteur initiale et finale) en fonction de leurs coordonnées radiales par rapport au centre de l'indentation (Xr) pour une force de contact de 2 mN (Figure 18). Les deux nuages de points (modélisation et expérience) semblent assez bien superposés. Les enfoncements et rayons apparents sont très similaires. La simulation est donc réaliste entre la force de contact et l'enfoncement relatif des aspérités.

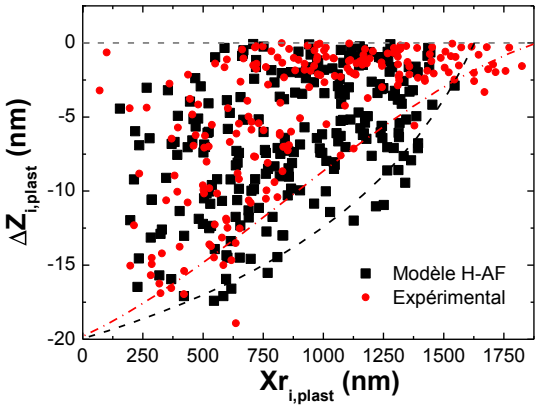


Figure 18 : Evolution de l'enfoncement relatif des aspérités en déformation plastique ($\Delta Z_{i,plast}$) extaite par l'analyse discrète et la modélisation H-AF en fonction de leur distance ($Xr_{i,plast}$) au centre de la nano-indentation sphérique (R_i = 50 µm) sur le film mince d'or pur pour une force de contact de 2 mN.

Dans cette étude (pour une force de contact de 2 mN), le nombre d'aspérités en contact plastique est de 204 lors de l'analyse discrète, et est légèrement inférieure à celui de la modélisation H-AF avec interaction qui est de 240 (Tableau 7). L'écart sur le nombre d'aspérités entre la modélisation et l'analyse discrète est de l'ordre de grandeur de l'erreur induite par le procédé d'identification des aspérités avant-après indentation lors de l'analyse discrète. Approximativement 15% des aspérités ne sont pas identifiées.

Le ratio entre le nombre d'aspérités en déformation plastique par le nombre total d'aspérités lors de l'analyse discrète et de la modélisation est très similaire (Tableau 7). Cela conforte les hypothèses émises lors de l'analyse discrète et la modélisation du contact rugueux.

	Modèle H-AF avec interaction			Analyse discrète		
F (mN)	Rayon apparent (µm)	Nombre total d'aspérités	Aspérités en déformation plastique (%)	Rayon apparent (µm)	Nombre total d'aspérités	Aspérités en déformation plastique (%)
2	1,55	454	53	1,73 +/- 0,10	441 +/- 10	44% +/-7%
1	1,32	310	37	1,51 +/-0,20	328 +/- 10	39% +/-9%
0,5	1,53	508	28	1,59 +/- 0,15	331 +/- 10	29% +/-7%
0,25	1,27	307	24	1,42 +/- 0,10	335 +/- 10	18% +/-9%

Tableau 7 : Comparaison entre l'analyse discrète et la modélisation par CEB avec interaction sur le nombre total d'aspérités, celles en déformation plastique et leur ratio, dans un rayon apparent, pour les quatre forces de contact appliquées.

L'aire de contact extraite par le modèle H-AF est très similaire à celle de l'analyse discrète (Figure 19). Elle correspond d'ailleurs à un modèle parfaitement plastique. Comme précédemment, les enfoncements sont largement supérieurs à l'enfoncement critique. L'aire de contact de l'analyse discrète est inférieure d'approximativement 15% pour des forces de contact supérieures à 0,5 mN par rapport au modèle H-AF. Cet écart est dû à la perte de 15% des aspérités lors de leur identification. Par contre, pour une force de 0,25 µN, l'écart entre le modèle et l'analyse discrète atteint 40%. Le modèle H-AF surestime l'aire de contact pour les faibles forces de contact (Figure 11). Ce qui sous-entend que la surface de contact est plus difficile à déformer. Les mêmes remarques que précédemment sur l'étude des propriétés intrinsèques sur la modélisation sont ici applicables.

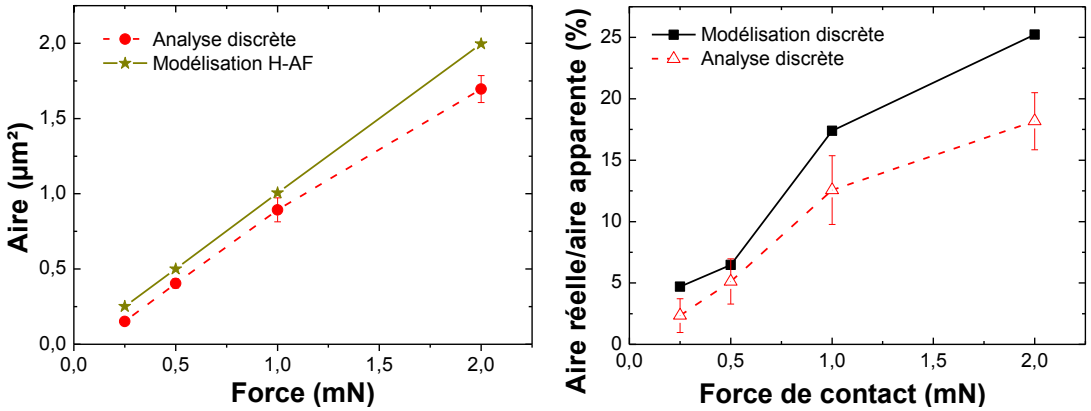


Figure 19 : Aire de contact extraite par l'analyse discrète et la modélisation H-AF en fonction de la force de contact.

Les ratios des aires de contact réelles par apparentes extraits par la modélisation et l'analyse discrète sont très similaires (Figure 19). Le ratio extrait par l'analyse discrète est inférieure de 2% à 7% à la modélisation. Cet écart est en partie dû aux aspérités non identifiées (partie 1.1.3 - perte de 15% des aspérités).

1.5 Conclusions

Un dispositif expérimental complet permettant d'investiguer la modélisation du contact rugueux dans des conditions de force et de dimensions similaires aux surfaces de contact des micro-relais MEMS est mis en place. Une description fine des surfaces avant et après contact, ainsi qu'une mesure précise de la force et du déplacement, sont effectuées. Ce travail expérimental a conduit à une analyse discrète de la déformation des surfaces de contact et donc à la mise en place d'une modélisation analytique discrète. L'incorporation de l'interaction entre les aspérités, c'est-à-dire l'affaissement du plan moyen en fonction de l'enfoncement des aspérités, s'est avérée indispensable. L'ajustement de la force de contact avec le modèle H-AF et les propriétés mécaniques intrinsèques de l'échantillon Au est optimum de 12 à 40 nm d'enfoncement de l'indenteur, soit pour des forces de contact de 160 µN à 2 mN. Le nombre d'aspérités en contact, leurs enfoncements relatifs et ainsi les aires de contact sont également cohérentes.

Pour des forces de contact inférieures à 160 µN, il s'avère que le modèle H (parfaitement élastique) ajuste plus fidèlement la courbe de nano-indentation. Il semble que cela retranscrive des effets de taille. Cependant, la modélisation proposée ici est fortement simplificatrice du problème du contact. Il est possible d'améliorer cette modélisation sur certains points :

- interaction entre aspérités : effectuer une approche par éléments finis [Yastrebov et al. (2011)]
- ajouter la prise en compte du substrat sous-jacent sur le module d'Young réduit par la modèle de Bec [Bec et al. (1996)]
- prendre en compte un effet de taille local sur chaque aspérité [Nix & Gao (1998)]

Pour ce dernier point, il serait intéressant d'investiguer les propriétés mécaniques à une échelle encore plus fine que la nano-indentation, avec un AFM par exemple [Bhushan (1999)].

2 Comportement électrique

Une expérience de référence a été mise en place pour mieux comprendre et modéliser le comportement mécanique du contact rugueux. Dans cette partie, la même approche est utilisée avec une nouvelle expérience de référence du contact électrique. La mesure de la résistance électrique de contact (RC) par nano-indentation instrumentée développée par Pierre-Yves Duvivier au cours de sa thèse est ici utilisée. Les conditions expérimentales et détails des échantillons sont similaires à celle présentes dans sa thèse et sont résumés dans la partie 2.1. Les RC mesurées en fonction du temps sur les échantillons Au, B10% et N10% sont présentées partie 2.2. Une observation des surfaces de contact après essais est également réalisée (partie 2.2.3). Enfin, une modélisation analytique de la RC est proposée (partie 2.3).

2.1 Résistance de contact électrique par nano-indentation instrumentée

Le dispositif expérimental développé dans la thèse de Pierre-Yves Duvivier [Duvivier (2010)] est utilisé pour effectuer des mesures de la résistance électrique de contact (RC) dans des conditions similaires à celles de micro-relais MEMS. Une présentation synthétique de son dispositif et des conditions expérimentales utilisées sont effectués dans cette partie.

Afin de reproduire un micro-relais MEMS sous forme de véhicule test plus rapide à mettre en œuvre et moins coûteux, un nano-indenteur XP avec des puces en silicium sont utilisés (Figure 20). Pour rappel, les micro-relais MEMS sont composés d'une partie mobile, d'une partie fixe et d'un actionnement mécanique (plus généralement par force électrostatique). La partie mobile est reproduite par une puce, appelée « barrette lisse », en silicium sur laquelle une couche d'accroche en titane de 20 nm et un film mince d'or pur de 500 nm sont déposés par évaporation. Le silicium est préalablement gravé afin de dégager une surface de contact sans risque de collision entre les barrettes. Afin d'assurer sa mobilité, elle est mise à la place de la pointe d'indentation (au bout de la colonne d'indentation). La partie fixe est reproduite par une puce, appelée « barrette bumps », similaire à la précédente sauf que des contacts sphériques (29 bumps) de 15 µm de diamètre et 1 µm de hauteur y sont ajoutés (soit un rayon de courbure de 25 µm). Elle est collée en lieu et place des échantillons indentés.

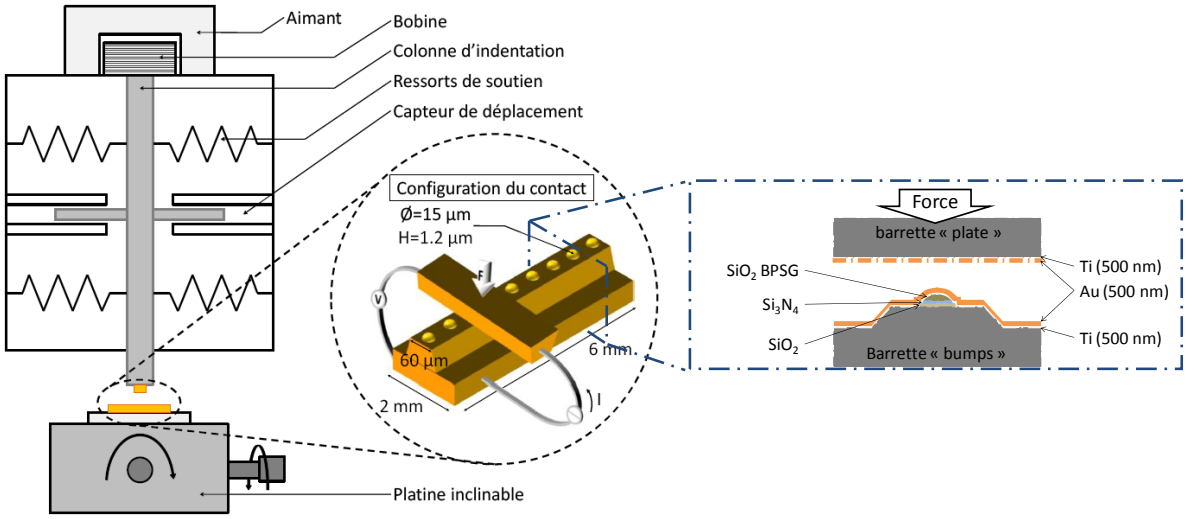


Figure 20 : Représentation schématique du nano-indenteur en configuration contact électrique avec les échantillons expérimentaux vue en 3D et en coupe [Duvivier (2010)].

La mesure de la RC est effectuée en mode quatre fils afin de s'affranchir des résistances parasites de la chaîne de mesure en séparant le circuit d'injection du courant de celui de la mesure. Un courant de 1 mA est imposé pour éviter échauffement local (chapitre 1 partie 2.3).

Les forces de contact sont comprises entre 0,1 et 1 mN afin de reproduire la gamme de force de contact des micro-relais MEMS. Les vitesses de charge et décharge sont de 10 µN/s. Un descriptif complet de l'essai mécanique est présenté Figure 21. Les barrettes entrent en contact au point B. Une première charge à la force maximale est appliquée (C) et est immédiatement suivie d'une décharge jusqu'à 10% de la force maximale (D). Une mesure de la dérive thermique est effectuée durant 600 s (E). Ensuite, une nouvelle charge est effectuée jusqu'à la force maximale. Il s'agit alors du début du plateau en force, c'est-à-dire au début du fluage (F). La RC alors mesurée est notée RC(t = 0 s). La RC est mesurée durant 5 000 s (G) puis il y a une décharge totale jusqu'à la séparation des surface de contact (H). Les forces d'adhésion sont alors mesurées. Enfin, les échantillons sont remis en contact (J) pour effectuer une seconde mesure de dérive (K – L) pour vérifier son évolution sur l'essai et valider (ou non) le maintien de la force constante effectué sur l'ensemble du palier.

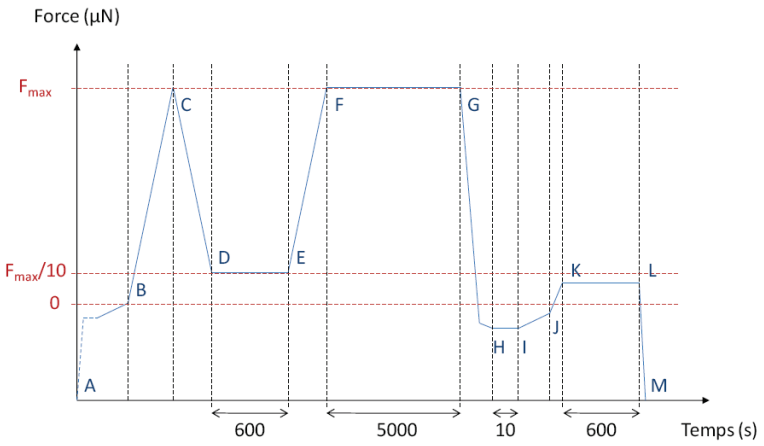


Figure 21 : Synopsis de la force appliquée en fonction du temps lors de la mesure de la résistance électrique de contact [Duvivier (2010)].

Les mesures de la RC sont effectuées sous une atmosphère saturée en azote. Duvivier démontre qu'une atmosphère sèche permet d'homogénéiser les mesures de la RC par rapport à ce effectuées à l'air ambiant. Une mesure de la RC est effectuée par bump. Ainsi, pour chaque mesure de la RC, les surfaces de contact sont rugueuses et n'ont subi que les préchargements BC et EF. Cette mesure de la RC, par rapport à celle généralement présentée dans la littérature, à l'avantage de prendre en compte le fluage.

2.2 Mesure de la résistance électrique de contact au cours du fluage

La présence de particules ou défauts sur les bumps après contact et de discontinuités sur les courbes de la RC en fonction du temps (Figure 22) ont conduit à leur exclusion.

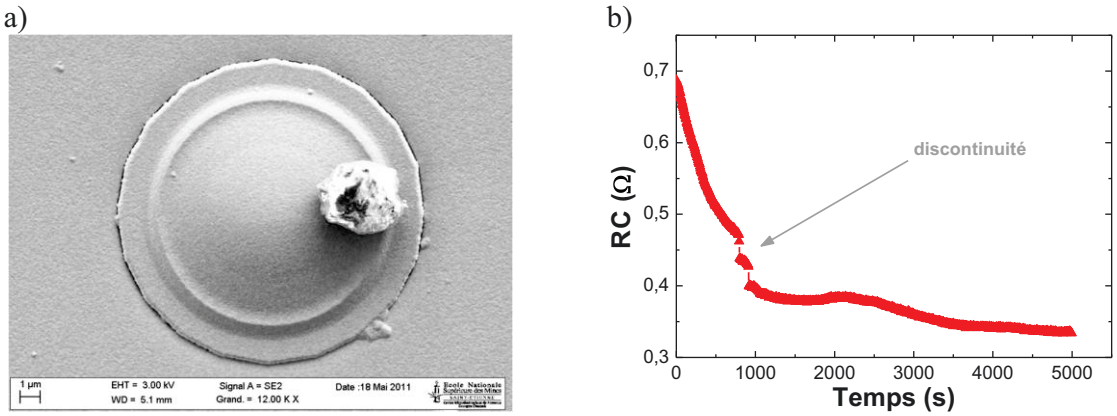


Figure 22 : Défauts sur la surface d'un bump (a) et discontinuité dans les courbes de RC en fonction du temps (b).

De plus, les bumps présents aux extrémités des barrettes sont généralement dégradés par leur découpe sur le substrat silicium. Ainsi, sur une barrette contenant 29 bumps, approximativement 10 essais sont valides. Il en résulte un manque de statistique sur les courbes de la RC en fonction de la force de contact.

La RC est mesurée sur les échantillons suivants : le film mince d'or pur (Au) et après les implantations ioniques de bore (B10%) ou d'azote (N10%).

2.2.1 Comparaison préliminaire des différents films minces d'or traités

Les mesures de la RC sont présentées Figure 23. Il s'agit de la RC au début (t = 0 s) et à la fin (t = 5000 s) du plateau en force constante. Ces dernières sont particulièrement analysées dans la partie suivante sur le fluage (partie 2.2.2). Dans cette partie, l'analyse de la RC(t = 0 s) est faite.

Pour l'échantillon d'or pur (Au), les valeurs de RC sont comprises entre 375 et 675 mΩ (Figure 23-a). Ces valeurs sont cohérentes avec celles de la littérature sur des micro-relais MEMS présentées dans le chapitre 1. De plus, une décroissance de la RC est mesurée avec l'augmentation de la force. Les résultats de RC sur Au sont utilisés comme référence par la suite. En effet, avec la maîtrise de la partie mécanique du contact développé précédemment et ces valeurs de RC, un scénario est proposé pour l'interprétation des mesures.

Les RC mesurées sur les échantillons implantés (N10% et B10%) sont toujours supérieures à celles de Au. La mesure de résistivité en film mince de N10% est à peine plus faible que celle de Au (page 78). De plus, la dureté de N10% est plus faible que celle de Au. Tous ces indicateurs tendent vers une RC plus faible. Cependant, dans le cas du contact entre deux films minces, il est probable que les précipités de nitrure, certainement plus résistif que l'or, entrainent cette augmentation de la RC.

Il faut remarquer que la RC de N10% a une évolution similaire à celle de Au. Plus précisément, la gamme en RC de N10%, entre 590 et 880 mΩ, est plus réduite que Au. Ce résultat est cohérent avec un matériau de contact ductile. Plus le matériau est ductile, plus son aire de contact est importante et ainsi, sa RC faible.

L'échantillon B10% a une résistivité et une dureté plus élevées que celle de Au. Il est donc logique que sa RC soit plus élevée que celle de Au et que son évolution soit plus importante, entre 515 m Ω et 1760 Ω.

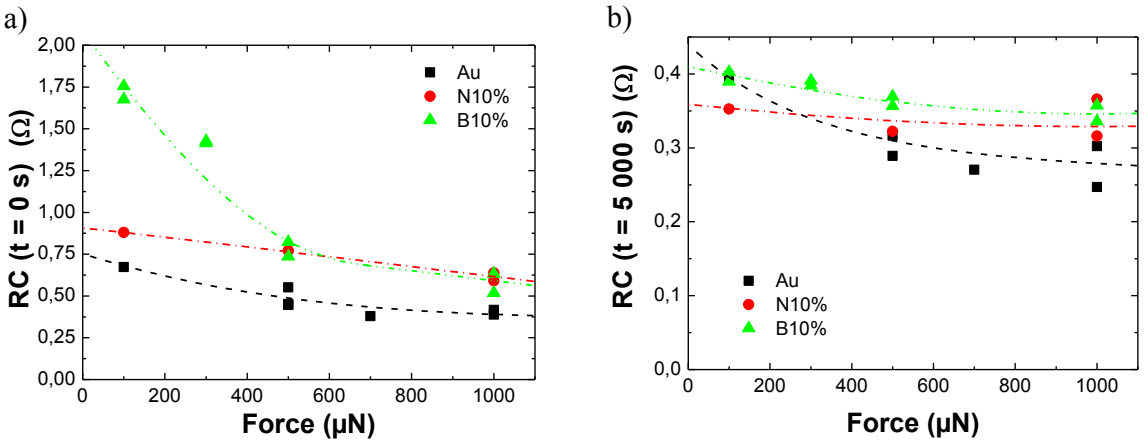


Figure 23 : Evolution en fonction de la force appliquée de la résistance électrique de contact initiale (a) et après fluage (b) entre deux films minces d'or pur et avec 10%at. d'azote ou de bore.

En première approche, après fluage, les RC sont très similaires (Figure 23-b), alors que les diamètres de contact apparents sont différents (Figure 24). L'écart maximum est de 100 mΩ, ce qui est très faible devant les variations de la RC à t = 0 s. Le diamètre de contact apparent de Au et B10% sont similaires à 1 mN. La RC de B10% est supérieure à celle de Au, car sa résistivité est plus élevée. Il est moins probable que les aires de contact réelles diffèrent après fluage (chapitre 3). Pour l'échantillon N10% après fluage, le diamètre de contact apparent est pratiquement deux fois plus important que celui de Au, mais sa RC est plus élevée que celle de Au. Cette mesure démontre que la présence de précipités de nitrure d'or augmente significativement la RC.

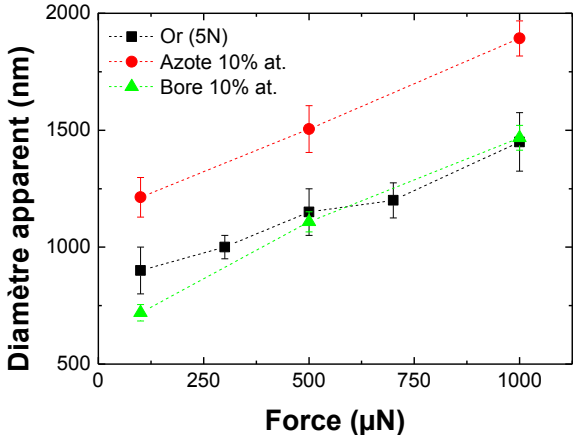


Figure 24 : Evolution du diamètre de l'empreinte résiduelle apparente après les mesures de la résistance électrique de contact pour des forces comprises entre 100 µN et 1 mN pour le film mince d'or pur, et avec une concentration atomique de 10% d'azote ou de bore.

2.2.2 Synthèse des analyses quantifiées du fluage

Pour interpréter ces évolutions de la RC au cours du temps, les résultats sur le fluage des surfaces de contact du chapitre 3 sont utilisés. Ils sont identifiés par le type de contact (diamant/or ou or/or).

La RC initiale est toujours supérieure à celle après 5000 s. Dans le chapitre 3, il est démontré que le diamètre apparent augmente au cours du temps par le mécanisme de fluage. Ainsi, après 5000 s de contact à force constante, l'aire de contact a augmenté et donc, la RC a diminué. Il est intéressant de constater que plus la force appliquée est importante, plus l'écart entre la RC initiale et après fluage est faible. La vitesse de chargement est constante. Alors pour des forces plus importantes, le temps de charge est plus long. Ainsi, le matériau peut « fluer » durant la charge.

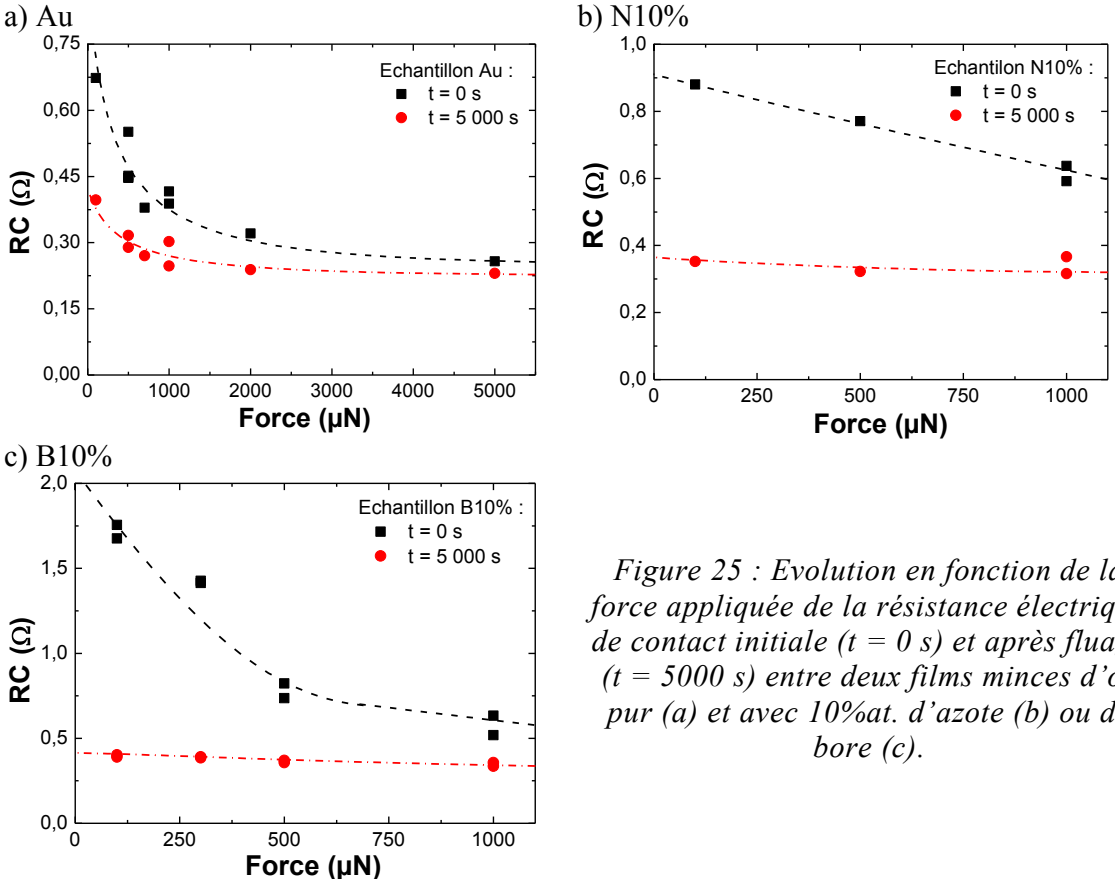


Figure 25 : Evolution en fonction de la force appliquée de la résistance électrique de contact initiale (t = 0 s) et après fluage (t = 5000 s) entre deux films minces d'or pur (a) et avec 10%at. d'azote (b) ou de bore (c).

Les résultats obtenus sur le fluage sur ces matériaux de contact dans le chapitre 3 sont regroupés Tableau 8. Alors, le diamètre de contact apparent (d) augmente au cours du temps (t) en suivant une loi exponentielle (4.23), où d_f correspond au diamètre final (après fluage) et τ est la constante de temps et G l'amplitude de variation.

$$d = G \times \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) + d_f \qquad 4.23$$

Une loi similaire est utilisée sur la mesure de la RC au cours du temps (4.24 et Figure 26). La RC après fluage est noté RC_f. L'amplitude (A) et la constante de temps (τ) ont les mêmes symboles que précédemment.

$$RC = RC_f + A \times \exp\left(\frac{-t}{\tau}\right) \qquad 4.24$$

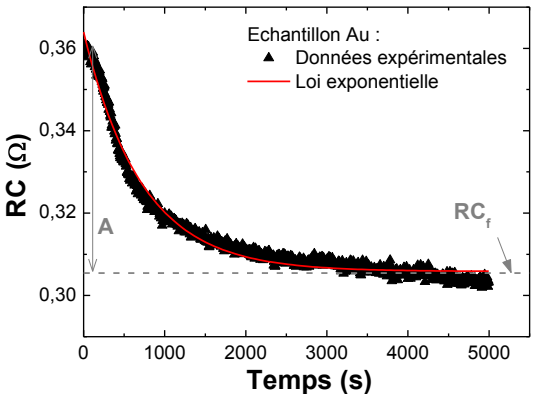


Figure 26 : Mesure expérimentale de la résistance de contact (RC) entre deux films minces d'or pur pour une force de 1 mN en fonction du temps (t), et son ajustement par une loi exponentielle (4.24).

Que se soit pour l'évolution du diamètre de l'empreinte résiduelle (chapitre 3) ou de la RC en fonction du temps, ces lois exponentielles ajustent finement les données expérimentales. Les paramètres d'ajustement de ces lois exponentielles sont regroupés dans le Tableau 8. L'amplitude de la RC est positive (Tableau 8), ce qui correspond à une diminution de la RC au cours du temps. L'amplitude du diamètre résiduel (chapitre 3) est négative (Tableau 8), ce qui correspond à une augmentation du diamètre résiduel au cours du temps. Ces deux résultats sont cohérents car la RC est inversement proportionnelle à l'aire de contact, soit le diamètre apparent.

	Nano-indentation sphérique			Mesure électrique		
Matériaux de contact	d_f (µm)	τ (s)	G (µm)	RC_f (mΩ)	τ (s)	A (Ω)
Film mince d'or pur	2,41 +/- 0,03	138 +/- 44	-0,67 +/- 0,04	266 +/- 35	815 +/- 350	0,14 +/- 0,02
Or -10%at. azote	2,23 +/- 0,01	83 +/- 9	-0,50 +/- 0,03	325 +/-25	425 +/-70	0,23 +/- 0,07
Or - 10%at. bore	2,33 +/- 0,03	123 +/- 21	-0,62 +/- 0,04	354 +/- 17	291 +/- 56	0,23 +/- 0,08

Tableau 8 : Ajustement par une loi exponentielle (4.23 et 4.24) du diamètre de l'empreinte résiduelle et de la mesure de la résistance électrique de contact au cours du temps pour le film mince d'or pur et avec une concentration atomique de 10% de bore ou d'azote à une force de contact de 1 mN.

Que se soit pour l'essai diamant/or ou or/or, le film mince d'or pur a la constante de temps la plus importante (Tableau 8). L'implantation ionique de bore ou d'azote permet de « ralentir » ce phénomène. Cependant, les constantes de temps diffèrent d'un ordre de grandeur entre les contacts diamant/or et or/or : l'amplitude du fluage diamant/or, comprise entre 83 et 138 s est nettement inférieure au fluage or/or compris entre 291 et 815 s. Il existe des différences pouvant expliquer un tel écart :

- Pour le contact diamant/or, seul le film mince d'or flue.
- Les conditions de charge ne sont pas strictement identiques : dans le cas du contact or/or, il faut effectuer une première charge-décharge suivie d'un plateau à 10% de la force maximale.

Il se peut également que d'autres phénomènes s'ajoutent au fluage :

- Le courant de 1 mA peut être suffisant pour générer un échauffement local. Cette augmentation de la température du contact peut augmenter la durée du fluage. Cette hypothèse est peu probable et peut être vérifiée par des mesures électriques avec un courant moins important.
- La fine couche de contamination présente à la surface du film mince d'or peut être chassée de la surface de contact par la force appliquée. Cette évacuation peut être progressive et diminuer la résistance de contact au cours du temps.

Cette dernière hypothèse est fortement probable et est investiguée par la suite.

2.2.3 Observations des surfaces de contact après fluage

Une revue au MEB des bumps après les mesures de la RC est effectuée. Il s'agit d'une observation des surfaces de contact après fluage.

2.2.3.1 Ouverture ductile et/ou frottement

Tout d'abord, au sommet des bumps, en leur milieu, la surface de contact présente toujours une dégradation (Figure 27-a). A l'intérieur de la surface de contact résiduelle apparente, il y a des traces parallèles dans le sens de la diagonale de l'image (Figure 27-b). Sur chacun des bumps, ces traces sont dans le même sens. Plus la force de contact est élevée, plus ces traces sont visibles et importantes. Au vu de ces caractéristiques, deux hypothèses sont envisageables :

- le frottement entre les deux films minces,
- l'ouverture ductile du contact.

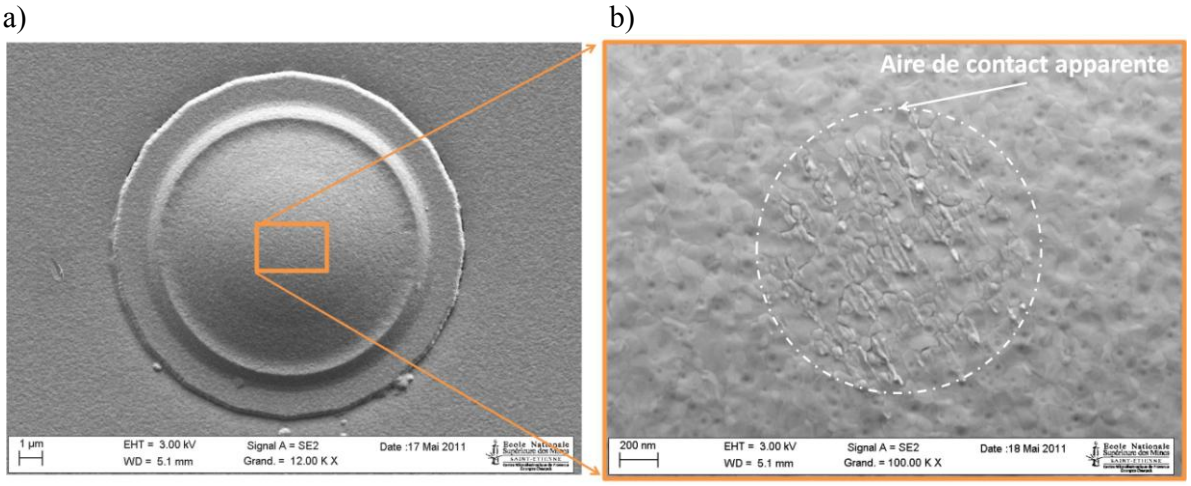
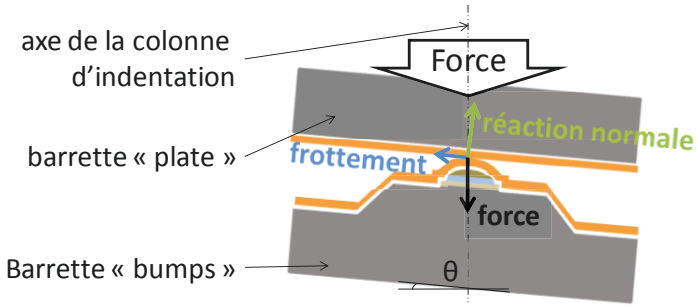


Figure 27 : Images MEB du bump (B10%) après un test à 1000 µN (a) avec un agrandissement de la surface de contact (b). Le cercle blanc entoure l'aire de contact résiduelle apparente. Cette dégradation de la surface est observée sur tous les matériaux.

Dans le cas idéal, les surfaces des films minces sont parfaitement parallèles entre elles et perpendiculaires à la colonne d'indentation (Figure 20). Mais lors du montage, la « barrette plate » est collée sur un support, lui-même fixé à la colonne d'indentation (Figure 28). Cette puce n'est donc pas parfaitement perpendiculaire à la colonne d'indentation. Elle est légèrement décalée de 0,5 à 2° sur l'axe longitudinal et transversal de la barrette « plate ». Lors du montage expérimental, ces angles sont mesurés afin de les appliquer à la barrette « bumps » qui est collée sur une platine inclinable (Figure 20) pour que les surfaces de contact soient parfaitement parallèles. Ainsi, les barrettes se retrouvent dans la configuration présentée Figure 28.

Lors de l'essai mécanique, la barrette « bumps » est fixe et la barrette « plate » se déplace le long de l'axe de la colonne d'indentation (Figure 28). En contact, la force appliquée est dans l'axe de la colonne et la réaction normale est perpendiculaire à la surface de contact. L'inclinaison implique une force de frottement proportionnelle à la force appliquée et à l'angle (θ) entre la normale à l'axe de la colonne d'indentation et la surface de contact (4.25). Par exemple, pour une force appliquée de 1 mN, et un angle θ de 2° la force de frottement est de 35 µN. Alors que pour une force appliquée de 100 µN, avec le même angle θ, la force de frottement est de 3,5 µN. Plus la force de frottement est faible, moins les traces à la surface de contact sont visibles. Ce qui correspond parfaitement à nos observations MEB. De plus, puisque tous les bumps sont alignés et que la surface de la barrette « plate » est parallèle à celle de la barrette « bumps », la direction du frottement est toujours la même. De plus, même dans le cas d'un contact parfaitement normal, il y a un frottement local entre les aspérités des surfaces rugueuses (Jonhson 1995).



$$F_{frottement} = F_{appliquée} \times \tan\theta \qquad 4.25$$

Figure 28 : Représentation schématique du contact sphère / plan par nano-indentation instrumentée par une barrette « plate » et une barrette « bumps » avec une désorientation par rapport à l'axe de la colonne d'indentation de 5°.

La deuxième hypothèse se produit à l'ouverture du contact. Différents auteurs mettent en avant le fait que l'ouverture d'un contact or/or est du type ductile, c'est-à-dire qu'elle est accompagnée d'une déformation plastique significative et d'un transfert de matière considérable [Fortini et al. (2008)]. Il est alors possible que le désalignement des barrettes (θ) oriente de façon privilégiée ces modifications de la surface.

Dans le chapitre 3, lors du fluage des surfaces de contact, aucune observation de ce type n'est effectuée. Il est donc lié à la nature du contact entre deux métaux rugueux (l'indenteur sphérique étant considéré comme lisse).

2.2.3.2 Traces carbonées sur le film mince d'or nitruré

Des taches noires apparaissent systématiquement sur les surfaces de contact pour le film mince d'or avec une concentration atomique de 10% d'azote (Figure 29). A première vue, ces taches noires semblent être réparties de façon aléatoire dans l'empreinte. Elles sont généralement dues à la présence de carbone. En observant plus finement l'image Figure 29-d, il semble que ces taches noires correspondent aux points sombres observés à l'extérieur de l'empreinte. Pour rappel, dans le chapitre 2 nous avons effectué une image AFM de la surface du film mince d'or avec une concentration atomique de 10% d'azote. Nous avons alors mis en évidence la présence de deux types d'amas : tout d'abord, les amas les plus gros, de 30 à 80 nm de diamètre et de 4 à 10 nm de hauteur sont observés préférentiellement aux joints de grains, et quelques-un à l'intérieur des grains. Enfin, de petit amas, de 15 à 20 nm de diamètre et de 1 à 2 nm de hauteur, sont observés à l'intérieur des grains. Par la suite, nous avons démontré que ces amas sont des précipités de nitrure d'or. Les amas observés par AFM correspondent en dimension et position aux points sombres observés par MEB en dehors de l'empreinte. De plus, ces points sont « sombres », ce qui veut dire que leur composition est différente du grain d'or. Il s'agit donc des précipités de nitrure d'or.

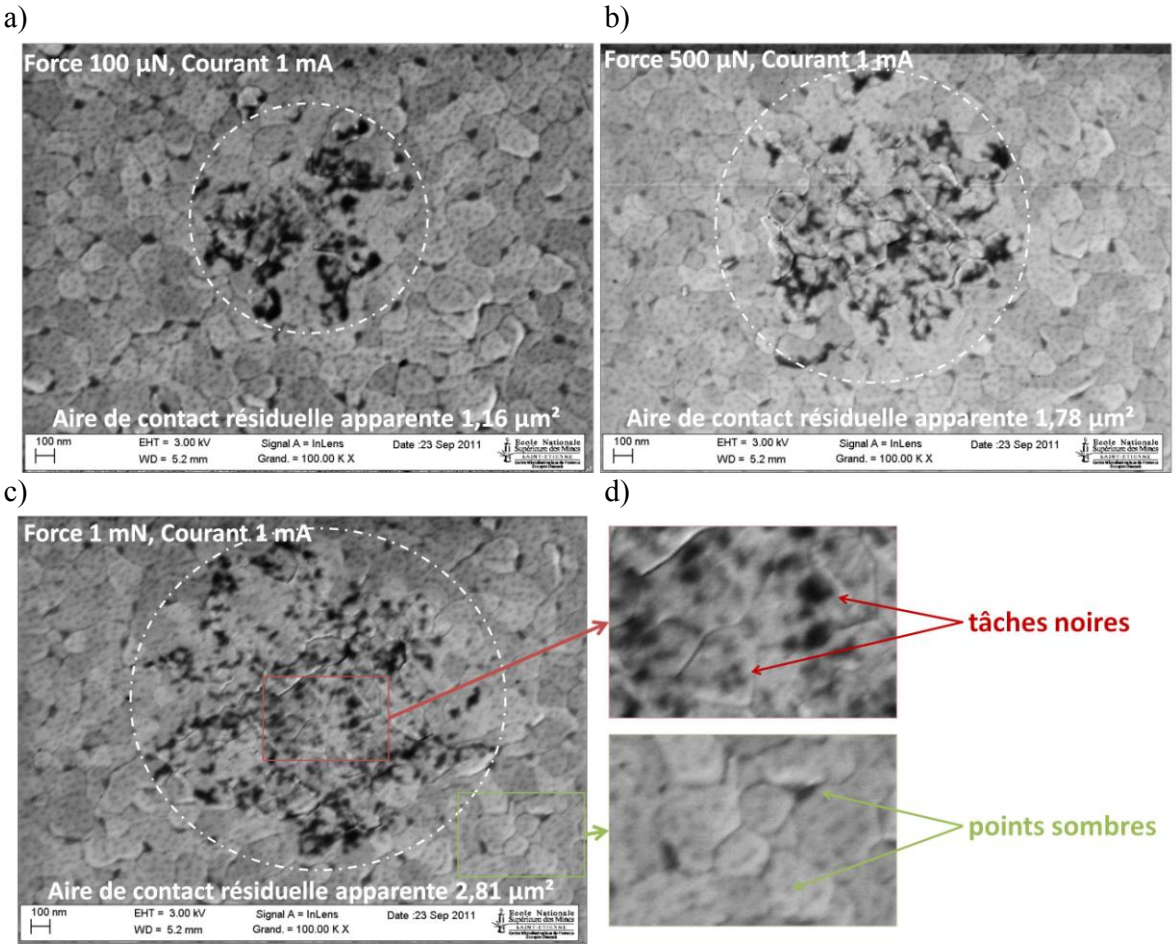


Figure 29 : Images MEB des bumps de contact après un test à 100 µN (a), 500 µN (b) et 1000 µN et un courant de 1 mA avec un agrandissement (x100 000) de la surface de contact pour le film mince d'or avec une concentration atomique de 10% d'azote. Le cercle blanc entoure l'aire de contact résiduelle apparente.

Donc, les points sombres observés à l'extérieur de l'empreinte résiduelle apparente sont des précipités de nitrure d'or. Et par comparaison, il semble que la position de ces précipités correspond à la position des taches noires à l'intérieur de l'empreinte résiduelle. Donc, les précipités de nitrure d'or sont à l'origine de ces taches noires à l'intérieur de l'empreinte. Et plus l'empreinte résiduelle apparente est petite, plus les taches noires sont grandes et intenses. L'intensité du courant est fixe (1 mA). Plus la surface de contact est petite, plus la densité de courant augmente. Il semble donc que la formation des taches noires dans l'empreinte soit liée à la fois à la présence des précipités de nitrure d'or et à de fortes densités de courant locale. Il faut préciser que lors de nos essais, le courant est appliqué dès le début du plateau à force maximale (début du fluage). Dès que le plateau à force maximale est terminé, le courant est nul. Il est donc impossible qu'il y ait formation d'arc électrique à l'ouverture du système.

Il y a beaucoup de précipités de nitrure d'or à la surface de l'échantillon. A l'échelle d'une aspérité, ces nitrures d'or pourraient être considérés comme des pointes (Figure 30). Si ces nitrures d'or sont en contact, la section est alors très petite (inférieure à 30 nm). L'intensité du

courant sur ces précipités pourrait alors être très importante et il y aurait ainsi un échauffement local conséquent qui entrainerait la formation de ces tâches noires. Une analyse nano-Auger permettrait d'investiguer la nature de ces taches.

a) b)

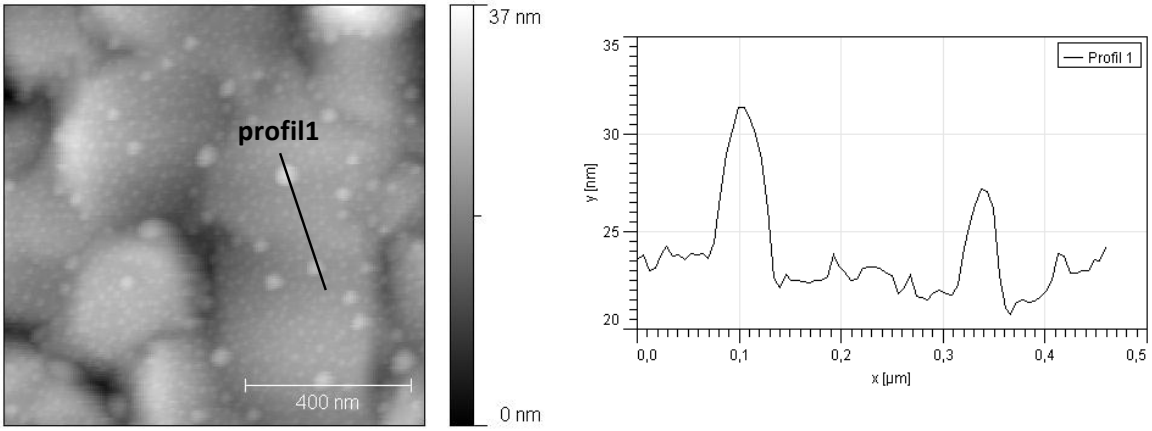


Figure 30 : Image AFM (1 x 1 µm²) de la surface du film mince d'or avec 10%at. d'azote (a) avec un profil intra-granulaire sur des précipités d'or nitrure (b).

2.3 Modélisation analytique de la résistance électrique de contact

Pour effectuer une modélisation de la Résistance électrique de Contact (RC), il est nécessaire de connaitre la distribution des spots de contact. Pour cela, un modèle mécanique du contact lisse/rugueux a été mis en place et confronté aux résultats expérimentaux avec succès.

Du fait que les mesures expérimentales de la RC sont effectuées sur un contact rugueux/rugueux, le modèle utilisé précédemment est modifié (partie 1.2). La modélisation analytique visant à prendre en compte la taille des spots de contact, leur distribution et le confinement géométrique des lignes de champ est présentée. Puis, les résultats de cette modélisation sont confrontés aux données expérimentales.

En se basant sur les travaux de [Greenwood & Tripp (1971)], il est possible de simuler un contact rugueux/rugueux par un contact lisse/rugueux en effectuant le cumul des distributions en hauteur du sommet des aspérités des deux surfaces. Une étude approfondie est effectuée en annexe. Dans notre cas, les deux surfaces sont identiques. Ce procédé revient à multiplier par $\sqrt{2}$ la hauteur des sommets des aspérités. De plus, d'autres paramètres sont à modifier :

- le rayon de courbure des aspérités est divisé par deux ($r_i/2$)

- le module d'Young réduit est divisé par deux ($E_r/2$)

Ces hypothèses surestiment l'enfoncement de l'ordre de l'écart type de la répartition en hauteur des aspérités (13 nm), mais permet d'obtenir une description fidèle de la surface de contact. Elles sont donc intégrées dans les prochains calculs avec le modèle H-AF.

2.3.1 Modélisation de la résistance électrique de contact

Plusieurs phénomènes sont à prendre en compte pour effectuer une modélisation fine de la Résistance électrique de Contact (RC). Notre choix s'oriente vers une modélisation analytique de la RC. Le but étant de pouvoir apporter des éléments d'interprétation de la RC plus fins. Le modèle électrique mis en place dans cette partie comprend : transport électronique, multistrictions et tassement des lignes de champs.

2.3.1.1 Transport électronique

La dimension des spots de contact (rayon a) est de quelques nm à plus d'une centaine de nm (partie 1.2.2), et donc proche du libre parcours moyen des électrons dans l'or ($\lambda = 36$ nm). Le transport des électrons à travers ces spots de contact peut donc être balistique, quasi-balistique ou diffusif.

En régime balistique, lorsque $a \ll \lambda$, la loi d'Ohm locale n'est plus applicable car la notion de ligne de courant n'a plus de sens. La résistance (R_S) est alors calculée à partir du modèle de Sharvin avec K, le nombre de Knudsen (4.26).

$$R_S = \frac{4\rho K}{3\pi a} \text{ avec } K = \frac{\lambda}{a} \qquad 4.26$$

En régime diffusif, lorsque $a \gg \lambda$, la résistance (R_H) est donnée par l'équation 4.27.

$$R_H = \frac{\rho}{2a} \qquad 4.27$$

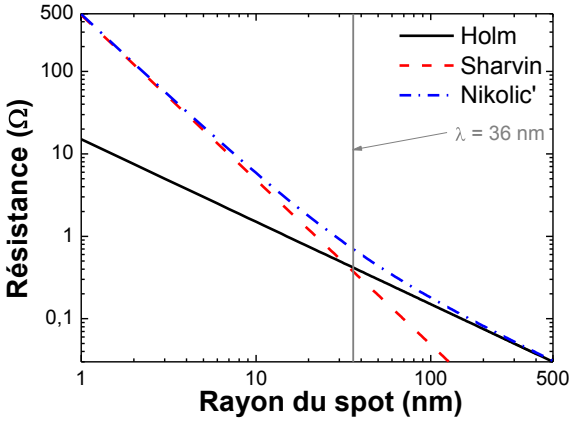


Figure 31 : Résistance d'un spot en fonction de son rayon.

Lorsque a est de l'ordre de grandeur de λ, ces modèles ne sont plus applicables. Alors, [Wexler (1966)] propose d'utiliser une fonction de transfert entre ces deux modèles. Nous retiendrons la proposition analytique de Nikolic' [Nikolic' & Allen (1999)] :

$$R_N = \frac{4\rho K}{3\pi a} + \frac{1+0{,}83K}{1+1{,}33K}\frac{\rho}{2a} \qquad 4.28$$

Avec K, le nombre de Knudsen (4.26). Par rapport aux rayons de contact des aspérités, l'utilisation du modèle de Nikolic' s'impose. Toutefois, les résultats avec le modèle ohmique sont également présentés à titre de borne inférieure.

2.3.1.2 Multistrictions

La surface de contact est composée d'une multitude de spots. En fonction du nombre de spot, de leur rayon et de leur répartition, la distribution du courant est affectée. La première interprétation est effectuée par Holm dans un cas simplifié (Figure 32-a et équation 4.29) : soit n spots circulaires de rayon a, régulièrement répartis sur la surface apparente de rayon R_{app}, avec une distance de $2l_h$ entre les centres voisins. Cette interprétation n'est applicable que sur le mode de transport diffusif. Seule la partie inférieure est traitée (constriction).

$$R_m = \frac{\rho}{2\pi n a}\arctan\left(\frac{\sqrt{l_h^{\,2}-a^2}}{a}\right) - 0{,}6\rho\frac{\sqrt{l_h^{\,2}-a^2}}{\pi R_{app}} + \frac{\rho}{4R_{app}} \qquad 4.29$$

La distance $2l_h$ peut être assimilée à la taille de grain ou d'une aspérité. Et la densité de grains ou d'aspérités est connue pour une surface donnée. Par exemple, deux variantes sont représentées pour un même rayon de contact apparent (R_{app}) de 1 µm (Figure 32-b) :

- film mince d'or pur (Au) : 200 aspérités d'une taille de 115 nm ($2l_h$) avec une résistivité de 3 µΩ.cm,

- pour le film mince d'or pur après un recuit de 300°C pendant 3 heures (Au-RTA) : 60 aspérités d'une taille de 250 nm ($2l_h$) avec une résistivité de 2,75 µΩ.cm.

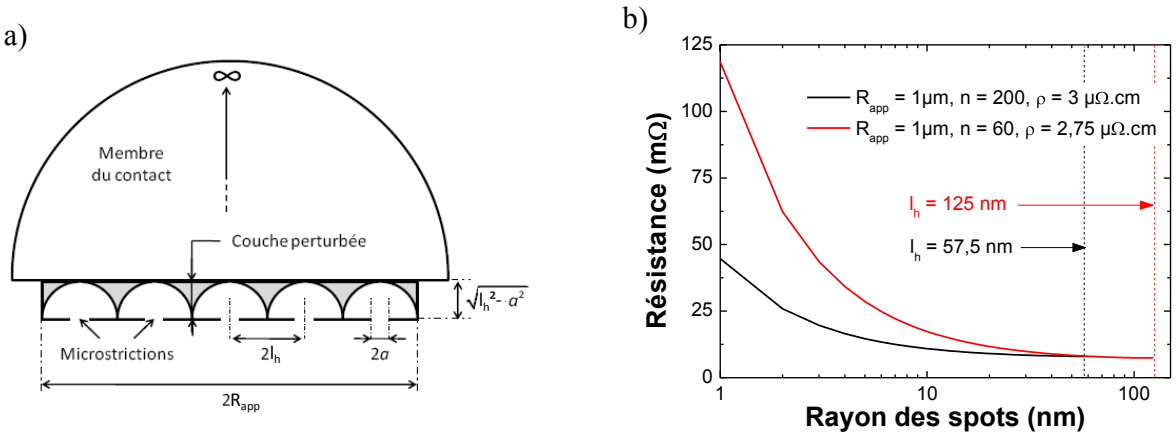


Figure 32 : Microstrictions circulaires régulièrement réparties entre les deux milieux semi-infinis (a) et résistance en fonction du rayon des spots de contact (b).

Lorsque $a = l_h$, la résistance tend vers la moitié de celle d'un spot de même rayon en régime diffusif, car seule la partie inférieure du contact est ici traitée. Les résistances de Au et Au-RTA sont quasi-similaires, respectivement 8 et 7,5 mΩ de par leur résistivité également similaire. Lorsque $a < l_h$, la résistance est plus importante pour Au-RTA, alors que sa résistivité est moins élevée. Le nombre de contact joue un rôle plus important que la résistivité. Plus le nombre de points de contact est faible, plus la distance entre les spots de contact est élevée et ainsi, plus la résistance de contact est élevée.

Greenwood (Greenwood, 1966) propose une discrétisation de ce modèle (4.30). Les n micro strictions présentent des rayons distincts et ne sont plus réparties de façon homogène. Le spot i de rayon a_i est situé à une distance d_{ij} du spot j de rayon a_j. La résistance devient [Féchant & Tixador (2003)] :

$$R_G = \frac{\rho}{2\sum a_i} + \frac{\rho}{\pi\left(\sum a_i\right)^2}\sum_{i\neq j}\sum \frac{a_i a_j}{d_{ij}} \qquad 4.30$$

Ce modèle est appliqué au mode de transport diffusif des électrons (premier terme de l'équation 4.30) car il est basé sur la répartition des lignes de champ. Le deuxième terme correspond à la résistance due aux microstrictions. Dans notre étude, ce dernier terme sera utilisé tel quel, en combinaison avec la formule de Nikolic', remplaçant le premier terme de l'équation 4.30.

2.3.1.3 Tassement des lignes de champs

La modélisation des lignes de courant effectuée dans [Poulain (2008)] permet de visualiser cet effet de tassement. La Figure 33 est le résultat d'un calcul par éléments finis réalisé avec le logiciel COMSOL (Poulain, 2008). Il s'agit d'un film mince d'or de longueur L = 2000 µm, de largeur W = 1000 µm et de hauteur T variable. Un spot de contact, modélisé par un disque de rayon a = 30 µm et d'épaisseur l = 30 µm est modélisé au centre de la surface. Un potentiel électrique de 0,5 V est appliqué au sommet du spot de contact et un de -0,5 V sur un des bords dans le sens de la largeur. Les autres surfaces sont isolées électriquement.

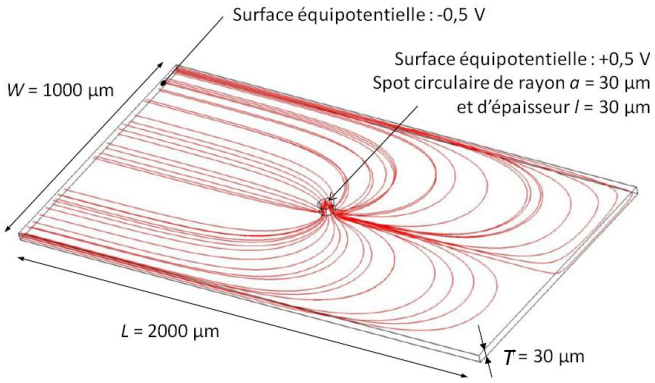


Figure 33 : Répartition des lignes de courant dans un membre du contact d'épaisseur H = 30 µm [Poulain (2008)].

La propagation du courant dans le plan du film mince est associée à la résistance de « spreading » et correspond approximativement à la résistance de la couche (« sheet resistance », $R_{\square} = \rho/T$). Il s'agit du resserrement des lignes de courant dans le plan du film, induisant une chute de potentiel entre le point de contact et le point de mesure de la tension en configuration de la mesure de la résistance électrique de contact en mode 4 fils. Dans notre cas, cette résistance s'applique aux deux films minces en contact soit 120 mΩ (pour ρ = 3µΩ.cm et T = 500 nm).

La résistance de « crowding » est la résistance de tassement des lignes de courant perpendiculaire au plan du film (convergence des lignes de courant vers le spot de contact) [Norberg et al. (2006), Poulain (2008)]. Dans notre analyse nous n'avons pas pris en compte cette résistance, car le rayon de contact apparent est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur du film mince.

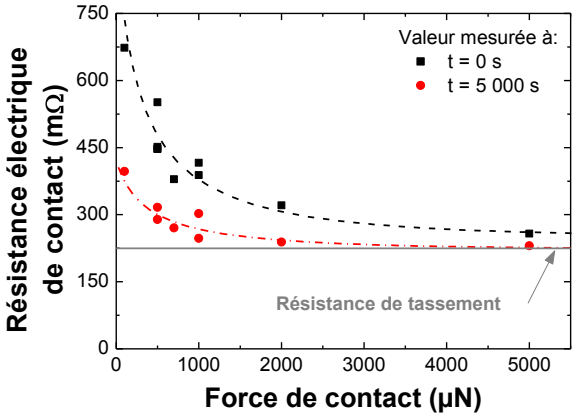


Figure 34 : Résistance électrique de contact en fonction de la force de contact entre micro-barrettes en or pur.

Notre démarche est d'utiliser directement les données expérimentales. Par exemple, pour Au, la mesure de la Résistance électrique de Contact (RC) est effectuée jusqu'à une force de contact de 5 mN. La RC tend vers une valeur minimale de 230 mΩ lorsque la force de contact augmente. En supposant que la surface de contact après fluage à 5 mN est fortement matée, l'aire de contact réelle est très proche de l'aire apparente. Cette surface peut être assimilée à un spot unique de 1,5 µm de rayon et à une résistance de 10 mΩ (modèle ohmique). Ainsi, la valeur de 220 mΩ est utilisée comme résistance de tassement des lignes de courant dans l'épaisseur de film. À noter que cette valeur est du même ordre de grandeur que 2 x $R_{\square}$ (120 mΩ).

2.3.2 Première confrontation avec l'expérience

Pour la partie mécanique, le modèle analytique du contact lisse/rugueux présenté partie 1.2 est utilisé et modifié selon les préconisations de Greenwood & Tripp pour simuler le contact rugueux/rugueux. Pour la partie électrique, le tassement des lignes de courant est pris en compte par une valeur expérimentale à forte charge (5 mN, 220 mΩ). Le transport des électrons est pris en compte par l'équation de Nikolic'. Le modèle de Greenwood est appliqué pour la prise en compte des microstrictions.

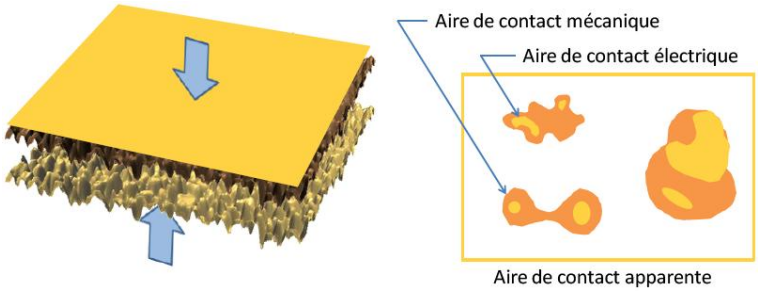


Figure 35 : Schématisation d'un contact électrique réel avec distinction des aires de contact apparent, mécanique et électrique [Duvivier (2010)].

Pour prendre en compte le film de 2 nm d'hydrocarbure présent sur la surface des films mince d'or pur (chapitre 1), un paramètre correctif c est introduit sur le calcul de l'aire de contact de chaque spot. Si c =100%, alors la totalité de la surface de contact mécanique et conductrice (Figure 35).

Les résultats de cette modélisation sur le film mince d'or pur sont présentés Figure 36. La Résistance électrique de Contact (RC) extraite à partir du modèle, noté Nikolic' c = 100%, décrit une évolution similaire aux données expérimentales. Lorsque la force de contact diminue, la RC augmente, avec un emballement pour de faibles forces. Cependant, un écart conséquent existe entre le modèle et les données expérimentales. Cet écart est de plus en plus important aux faibles forces.

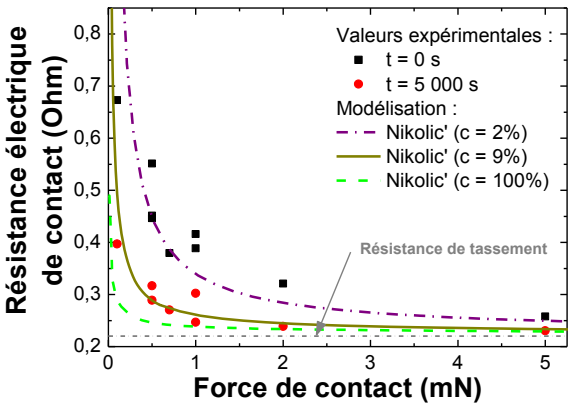


Figure 36 : Résistance électrique de contact en fonction de la force de contact entre micro-barrettes en or pur et leur modélisation.

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer un tel écart :

- Les rayons de contact et/ou leur nombre sont surestimés par la modélisation et ainsi la RC est plus faible,
- La présence d'un film de contaminant augmente la RC.

Pour ce dernier point, d'après la littérature sur les macro-relais [Slade (1999)], l'aire de contact mécanique est largement supérieure à l'aire de contact électrique (Figure 35). Cet écart est associé à la présence d'un film de contamination à la surface. De manière empirique, le rayon du spot électrique correspond à 20% du rayon de contact mécanique.

D'après cette analyse, seulement 2% de la surface de contact mécanique de chaque aspérité est conductrice avant fluage. Après fluage, la surface conductrice atteint 9%.

3 Conclusions

La mise en place de l'expérience de nano-indentation sphérique du film mince d'or pur a servi de référence à sa modélisation analytique discrète. De bons ajustements sont ainsi obtenus avec l'analyse discrète des déformations.

D'ailleurs, avec l'utilisation du modèle et cette analyse discrète, une augmentation de la dureté est constatée aux faibles forces. Cela est généralement appelé sous la dénomination ISE (chapitre 2). Il serait opportun de mesurer les propriétés mécaniques à l'échelle d'une aspérité [Bhushan (1999)].

La prise en compte de l'enfoncement du plan moyen autour d'une aspérité en contact s'est avérée importante. La modélisation par éléments finis permettrait de représenter plus précisément ce phénomène [Yastrebov et al. (2011)].

Le modèle analytique électrique mis en place dans cette partie correspond à la littérature actuelle [Coutu et al. (2009)]. Un paramètre d'ajustement sur la surface de contact est introduit pour prendre en compte l'écart entre surface mécanique de contact et surface conductrice. L'ajustement des données expérimentales RC(t = 0 s) est obtenu avec un facteur de 2% entre ces surfaces. L'écart entre les surfaces de contact mécanique et électrique est ici très important. Cette valeur est à pondérer par les hypothèses du modèle. En effet, plusieurs points sont à investiguer :

- Les rayons de contact et/ou leur nombre peuvent être surestimés par la modélisation.
- La résistance de « spreading » devrait augmenter lorsque le diamètre de contact apparent diminue.
- La conductivité entre deux aspérités peut être influencée par leur mode de déformation (élastique ou plastique). Ce point pourrait être étudié avec une expérience à l'AFM similaire de celle développée par [Poulain et al. (2011)].

Bibliographie

[Bahrami et al. (2005)]Bahrami, M., M. M. Yovanovich & J. R. Culham (2005), 'A compact model for spherical rough contacts', *Journal of Tribology* **127**(4), 884–889.

[Bec et al. (1996)] Bec, S., A. Tonck, J.-M. Georges, E. Georges & J.-L. Loubet (1996), 'Improvements in the indentation method with a surface force apparatus', *Philosophical Magazine A* **74**(5), 1061–1072.

[Bhushan (1999)] Bhushan, B. (1999), 'Wear and mechanical characterisation on micro- to picoscales using afm', *International Materials Reviews* **44**(3), 105–117.

[Chang et al. (1987)] Chang, W. R., I. Etsion & D. B. Bogy (1987), 'An elastic-plastic model for the contact of rough surfaces', *Journal of Tribology* **109**(2), 257–263.

[Coutu et al. (2009)] Coutu, Ronald, John W. A. McBride & LaVern A. Starman (2009), 'Improved micro-contact resistance model that considers material deformation, electron transport and thin film characteristics', *Electrical Contacts, 2009 Proceedings of the 55th IEEE Holm Conference on* pp. 298 – 302.

[Duvivier (2010)] Duvivier, Pierre-Yves (2010), Étude expérimentale et modélisation du contact électrique et mécanique quasi-statique entre surfaces rugueuses d'or : application aux micro-relais MEMS, PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne.

[Féchant & Tixador (2003)] Féchant, L. & P Tixador (2003), *Matériaux conducteurs et de contact électrique*, Paris, Hermés science publications.

[Fortini et al. (2008)] Fortini, Andrea, Mikhail I. Mendelev, Sergey Buldyrev & David Srolovitz (2008), 'Asperity contacts at the nanoscale: Comparison of ru and au', *Journal of Applied Physics* **104**(7), 074320.

[Greenwood & Tripp (1971)] Greenwood, J. A. & J. H. Tripp (1971), 'The contact of two nominally flat rough surfaces', *Proc. Instn. Mech. Engrs.* **185-**, 625–633.

[Johnson (1995)] Johnson, K. L. (1995), 'Contact mechanics and the wear of metals', *Wear* **190**(2), 162 – 170.

[Kogut & Etsion (2003)] Kogut, Lior & Izhak Etsion (2003), 'Adhesion in elastic-plastic spherical microcontact', *Journal of Colloid and Interface Science* **261**(2), 372 – 378.

[Nikolic' & Allen (1999)] Nikolic', Branislav & Philip B. Allen (1999), 'Electron transport through a circular constriction', *Phys. Rev. B* **60**, 3963–3969.

[Nix & Gao (1998)] Nix, William D. & Huajian Gao (1998), 'Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity', *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **46**(3), 411 – 425.

[Norberg et al. (2006)] Norberg, G., S. Dejanovic & H. Hesselbom (2006), 'Contact resistance of thin metal film contacts', *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions on* **29**(2), 371–378.

[Poulain (2008)] Poulain, C (2008), Modélisation 3d de la résistance de constriction à l'aide du logiciel comsol v34 - effet de l'épaisseur de l'électrode, Rapport interne, CEA, LETI, MINATEC.

[Poulain et al. (2011)] Poulain, C., A. Peschot, M. Vincent & N. Bonifaci (2011), A nano-scale investigation of material transfer phenomena at make in a mems switch, *in* 'Electrical Contacts (Holm), 2011 IEEE 57th Holm Conference on', pp. 1 –7.

[Slade (1999)] Slade, P. G. (1999), *Electrical contacts : principles and applications*, New York, Marcel Dekker.

[Wexler (1966)] Wexler, G (1966), 'The size effect and the non-local boltzmann transport equation in orifice and disk geometry', *Proceedings of the Physical Society* **89**(4), 927.

[Yastrebov et al. (2011)] Yastrebov, Vladislav A., Julian Durand, Henry Proudhon & Georges Cailletaud (2011), 'Rough surface contact analysis by means of the finite element method and of a new reduced model', *Comptes Rendus Mécanique* **339**(7-8), 473 – 490. Surface mechanics : facts and numerical models.

[Zhao et al. (2000)] Zhao, Yongwu, David M. Maietta & L. Chang (2000), 'An asperity microcontact model incorporating the transition from elastic deformation to fully plastic flow', *Journal of Tribology* **122**(1), 86–93.

Conclusions générales et perspectives

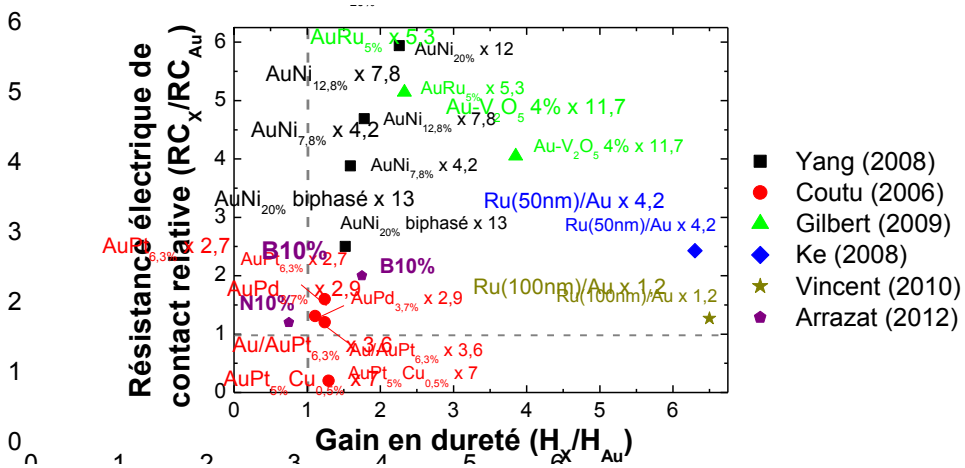
Le micro-relais MEMS est un dispositif attractif en termes de performances RF et de miniaturisation. L'amélioration nécessaire de sa durée de vie passe par l'optimisation des matériaux de contact et leur microstructure.

Ainsi, des traitements de surface des films minces d'or sont mis en place et leur microstructure induite contrôlée. L'effet durcissant de ces traitements est mis en évidence par la modélisation analytique multicouches de la nano-indentation Berkovich (chapitre 2).

Ensuite, l'utilisation de la nano-indentation sphérique pour reproduire les sollicitations mécaniques des micro-relais MEMS est menée sur ces films minces d'or traités, notamment le fluage et le cyclage, et ceci pour plusieurs forces (chapitre 3). Les traitements superficiels permettent aussi de réduire les forces d'adhésion.

Ainsi, les traitements de surface des films minces d'or constituent de nouvelles possibilités intéressantes pour augmenter la robustesse mécanique du contact des micro-relais MEMS. L'autre caractéristique essentielle, la résistance électrique de contact de ces films minces d'or traités a été mesurée dans des conditions similaires aux micro-relais MEMS par nano-indentation instrumentée (chapitre 4).

L'implantation ionique de bore à une concentration atomique de 10% engendre un gain en dureté significatif, une diminution des forces d'adhésion et une légère augmentation de la résistance électrique de contact par rapport aux autres alternatives présentées dans la littérature.



Résistance électrique de contact relative en fonction du gain en dureté (par rapport à l'or pur)

De plus, lors de l'analyse microstructurale de cette implantation ionique dans le film mince d'or pur, la dureté n'est pas affectée par un recuit à 300°C pendant 3 heures. Cette proposition est donc également robuste à des bilans thermiques importants représentatifs des micro-relais MEMS. Il serait intéressant d'investiguer la réponse de ce matériau lors d'essais d'endurance (chapitre 3, partie 3).

Par ailleurs, les résultats de [Uchiyama (1995)] sur l'utilisation du bore pour durcir l'or pur sont corrélés à nos résultats. Ainsi, leur préconisation pour l'utilisation du béryllium, du germanium et du calcium à une concentration atomique inférieure à 2% serait également une alternative à envisager.

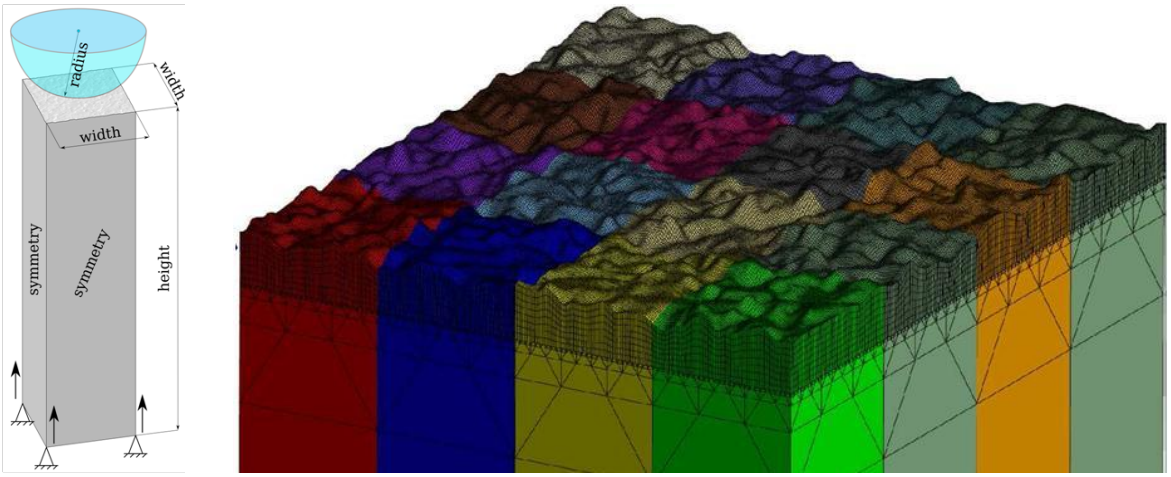
D'autres types de traitements des surfaces de contact pour les micro-relais MEMS émergent dans la littérature. L'utilisation de nanoparticules d'or pour créer des surfaces reconfigurables et une lubrification du contact engendre de nettes augmentations de la durée de vie [Voevodin et al. (2007), Patton et al. (2008)].

Cette maîtrise fine de la surface doit également concerner le gradient des contraintes résiduelles. En effet, ces dernières ont un impact sur la durée de vie des structures soumises à des sollicitations cycliques. Les mesures par diffraction des rayons X ont permis de contrôler l'impact des conditions de traitement sur le niveau des contraintes résiduelles. Cela ouvre le champ à des études originales. Par exemple, il serait possible d'appliquer une contrainte aux échantillons traités (traction ou compression) à l'aide d'un petit dispositif de flexion quatre points. Les mêmes mesures de cyclage et de fluage au nano-indenteur (chapitre 3, partie 2.1) peuvent être effectuées en fonction du niveau de contrainte appliquée.

La reproduction des sollicitations mécaniques des micro-relais MEMS par nano-indentation sphérique a permis d'étudier la variation de la topographie des surfaces de contact aussi bien d'une façon statistique que discrète. De plus, il serait envisageable de réaliser un nombre plus important de cycles en utilisant le mode CSM (chapitre 2, partie 2) pour se rapprocher des conditions réelles du micro-relais MEMS. Avec ce mode, il s'agirait de détourner un effet dit de « tapping » décrit dans [Pharr et al. (2009)]. Ainsi, une fréquence de 50 Hz peut être atteinte. D'autres modèles de nano-indenteur permettent d'atteindre 200 Hz (CSM instrument). Des études préliminaires mettent en évidence des différences de comportement [Massenz et al. (2011)]. De plus, l'utilisation de pointe sphérique en or permettrait de se rapprocher encore plus du dispositif réel.

Il est également nécessaire d'améliorer la modélisation mécanique et électrique du contact rugueux. Cet outil permet de prédire la résistance électrique de contact en fonction des paramètres de topographie et de mécanique des surfaces de contact. Ainsi, ces paramètres peuvent être optimisés pour améliorer le compromis entre gain en dureté et augmentation de la résistance électrique de contact.

Pour la partie mécanique, une collaboration avec l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (Centre des Matériaux) sur la modélisation par éléments finis du contact rugueux est en cours. La surface de contact (image AFM initiale) est introduite dans le modèle en 3D. Le maillage très fin de la surface, le nombre de nœuds très important et la gestion numérique du contact nécessitent des calculs en parallèles.



Maillage de la surface rugueuse.

Parallèlement, une loi de comportement mécanique pourrait être identifiée à ces échelles à partir de nano-indentation avec différentes pointes. En fonction de la campagne de mesure possible, quelques paramètres pourraient être identifiés par une analyse inverse par éléments finis [Chollacoop et al. (2003)], notamment les développements en cours (figure précédente).

Pour la partie électrique, il est également intéressant d'utiliser la modélisation par éléments finis pour déterminer les résistances de « spreading » et de « crowding » et d'en extraire des lois analytiques [Zhang et al. (2011)].

De plus, l'utilisation d'un AFM en mode électrique (similaire à [Poulain et al. (2011)]) permettrait d'investiguer la variation de la conductivité en fonction de la déformation d'une aspérité et de son rayon de contact. Le paramètre d'interaction dans le cas de spots de contact en mode balistique doit aussi faire l'objet d'une étude approfondie.

ANNEXES

ANNEXES 240

1 ELECTRON BACK-SCATTERED DIFFRACTION 242

2 IMPLANTATION IONIQUE 243

3 REPARTITION EN PRESSION DE CONTACT 244

4 MODELISATION DU CONTACT RUGUEUX/RUGUEUX 246

5 EVALUATION DE LA CONTRIBUTION DE «SPREADING» LORS DE LA MESURE DE RESISTANCE ELECTRIQUE DE CONTACT ENTRE FILMS MINCES METALLIQUES EN CONFIGURATION 4 FILS. 249

BIBLIOGRAPHIE 254

1 Electron Back-Scattered Diffraction

Les mesures EBSD sont réalisée in-situ dans un MEB-FEG [Humphreys (2001)]. Il s'agit d'une mesure locale de l'orientation cristalline de la surface utilisant le faisceau d'électron du microscope, avec une résolution de 10 nm. L'énergie des électrons est de 15 keV, ce qui correspond à une profondeur d'analyse d'approximativement 15 nm (simulation monte-carlo sur CASINO©). Les électrons incidents sont d'abord diffusés dans toutes les directions. C'est comme s'il y avait une source d'électrons homogène à la surface de l'échantillon. Ces électrons sont ensuite diffractés par les différents plans atomiques et sortent de la matière. C'est ainsi que l'on récupère sur la caméra des bandes de Kikuchi. Chaque bande correspond à un plan diffractant, qui dépendent eux-mêmes de l'orientation du cristal diffractant. Ainsi, en fonction de la position des bandes de Kikuchi, il est possible de déterminer l'orientation cristalline locale. En effectuant un balayage de la surface, il est possible de déterminer les domaines cristallins et donc la taille des grains. De plus, lorsque la surface ou le nombre de grain analysés sont suffisamment grand, il est possible d'extraire l'orientation cristalline moyenne.

a) b)

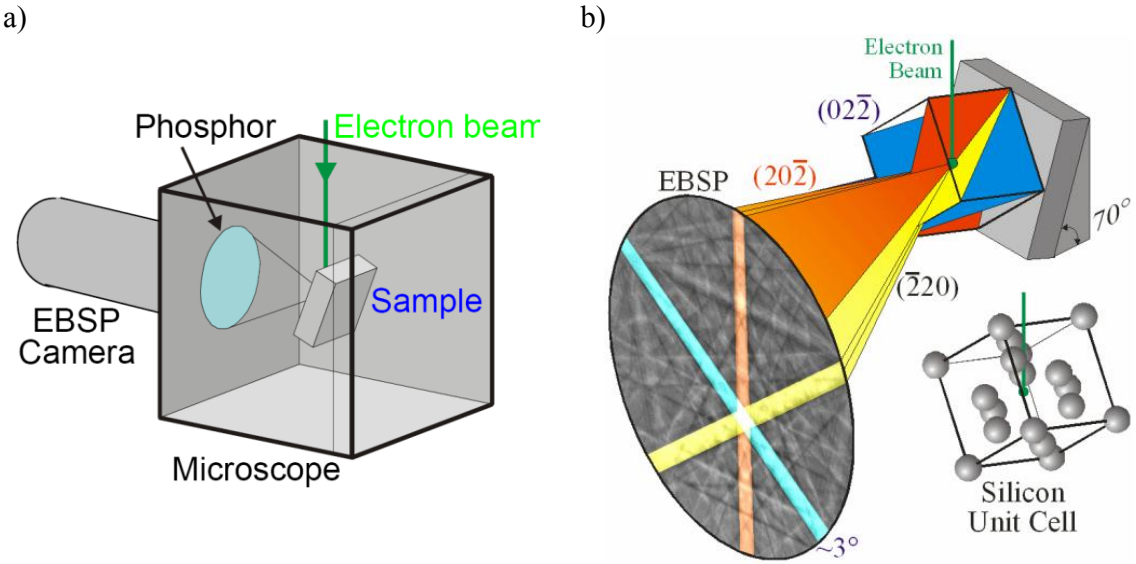


Figure 1 : Représentation schématique de la configuration géométrique de l'échantillon dans le MEB par rapport au faisceau d'électron incident et la caméra EBSD (a) et de la formation des bandes de Kikuchi (b).

Dans ces travaux, quatre cartographies de 8 x 8 µm² avec un pas de 20 nm sont réalisées par échantillons.

2 Implantation ionique

L'implantation ionique est un procédé qui consiste à introduire des atomes à travers la surface d'un échantillon solide par le bombardement d'ions d'énergie comprise entre l'eV et le MeV [Nastasi et al. (1996)]. La répartition des ions implantés peut être assimilée à une répartition gaussienne (équation 1).

$$N(x) = \frac{\Phi_i}{\Delta R_p (2\pi)^{1/2}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{x - R_p}{\Delta R_p}\right)^2\right] \qquad 1$$

N(x) est la fonction de répartition des ions par cm^3 en fonction de la profondeur d'implantation x. Φ_i est la dose d'implantation. R_p est la profondeur moyenne d'implantation et ΔR_p est l'écart type de la profondeur des ions implantés. La profondeur d'implantation est proportionnelle à l'énergie des ions incidents. Plus l'énergie est élevée, plus la profondeur d'implantation est élevée. Une simulation Monte-Carlo (SRIM) est effectuée pour 10 000 ions afin de déterminer la largeur de la répartition des ions (ΔR_p) et la profondeur moyenne d'implantation (R_p) avec une statistique suffisante. Cette simulation ne prend pas en compte la cristallinité du matériau implanté, celui-ci étant considéré comme amorphe. Cependant, l'échantillon est positionné de telle façon à ce que la normale au film mince forme un angle de 7° avec le faisceau incident. Dans le cas de matériaux cristallins, certaines directions cristallographiques présentent une distance d'arrêt beaucoup plus faible que d'autres. Il en résulte que la portée d'un ion peut être beaucoup plus grande si l'ion se déplace exactement le long d'une direction particulière comme par exemple la direction <110> dans le silicium et d'autres matériaux avec une structure diamant. Cet effet est appelé canalisation ionique. Il s'agit d'un effet fortement non-linéaire où de petites variations par rapport à l'orientation cristalline se traduisent par des écarts importants de profondeur d'implantation. Pour cette raison, la plupart des implantations sont réalisées légèrement désaxées de quelques degrés, où les petites erreurs d'alignement ont des effets plus prévisibles.

$$N_X(R_p) = \frac{\Phi_i}{\Delta R_p (2\pi)^{1/2}} \qquad 2$$

$$C_X(R_p) = \frac{N_X(R_p)}{N_X(R_p) + N_{Au}} \qquad 3$$

L'énergie d'implantation est de 90 keV pour le bore et de 130 keV pour l'azote pour que la profondeur moyenne d'implantation (R_p) soit de 100 nm. En effet, les atomes d'azote sont plus lourds que ceux de bore et donc nécessitent plus d'énergie pour atteindre un même enfoncement. Les doses d'implantations sont déterminées afin que la concentration $C_X(R_p)$ soit comprise dans une gamme de quelques ppm (part par million) atomiques à quelques pourcents atomiques (Formules 2 et 3). N_X est le nombre d'atomes par cm^3 du matériau cible (index X) de l'implantation. Dans notre étude sur l'implantation de film mince d'or, $N_{Au} = 5{,}9 \times 10^{22} at/cm^3$.

3 Répartition en pression de contact

Dans le cadre du contact élastique entre deux corps lisses décrit par Hertz, l'équation 4 permet de déterminer la pression moyenne de contact ($\overline{P}_{s/p}$) en fonction du module d'Young réduit (E_r), de la force de contact (F) et du rayon de courbure équivalent (R).

$$\overline{P}_{s/p} = \frac{1}{\pi}\left(\frac{4E_r}{3R}\right)^{2/3} F^{1/3} \qquad 4$$

Il s'agit d'un contact sphère/plan, donc le rayon de courbure équivalent est égal au rayon de courbure de la pointe d'indentation (R_i). Hertz décrit également l'évolution de la pression le long de la surface de contact (X_r) en fonction de la pression maximale ($P_{0,H}$) et du rayon de contact (a_H) :

$$\left(P_{s/p}\right)_{\max} = P_{0,H} = 1{,}5 \times \overline{P}_{s/p} \qquad 5$$

$$P_{s/p}(X_r) = P_{0,H}\sqrt{1-(X_r/a_H)^2} \qquad 6$$

$$a_H = \left(\frac{3R_i F}{4E_r}\right)^{1/3} \qquad 7$$

Dans notre étude, la déformation de la surface est mise en évidence par l'évolution de sa rugosité RMS. Le modèle élastique de Hertz n'est applicable que sur un contact lisse. Ainsi, le modèle compact du contact rugueux de Bahrami [Bahrami et al. (2005)] est introduit. En partant d'un modèle de contact rugueux élastique statistique de Greenwood & Tripp [Greenwood & Tripp (1967)], et en incorporant la déformation plastique des aspérités de la surface, Bahrami propose une solution analytique de la distribution en pression $P_{0,B}$ le long de l'abscisse radiale (X_r) à l'intérieur du rayon de contact a_B (équation 8).

$$P_{0,B}(X_r) = P_{0,B}\left[1-(X_r/a_B)^2\right]^{\gamma} \qquad 8$$

Le paramètre adimensionnel γ est définit dans l'équation 15. Deux paramètres adimensionnels (κ et α) sont calculés à partir (équations 9 et 10) des propriétés mécaniques intrinsèques des matériaux de contact (E_r module d'Young réduit et H_0 dureté intrinsèque du matériau indenté), de leur morphologie (R_i rayon de courbure de l'indenteur et σ_s écart type de la répartition en hauteur du sommet des aspérités) et de la force appliquée (F).

$$\kappa = \frac{E_r}{H_0}\sqrt{\frac{R_i}{\sigma_s}} \qquad 9$$

$$\alpha = \sigma_s\left(\frac{16R_i E^2}{9F^2}\right)^{1/3} \qquad 10$$

A l'aide de ces deux paramètres adimensionnels (κ et α) et de la pression maximale de contact hertzien ($P_{0,H}$), la pression maximale de Bahrami ($P_{0,B}$) est déterminée (11).

$$P_{0,B} = \frac{P_{0,H}}{1 + 1{,}22\alpha\kappa^{-0{,}16}} \qquad 11$$

Ainsi, il est possible de calculer la pression maximale adimensionnée ($P'_{0,B}$) par le ratio de la pression maximale de Bahrami ($P_{0,B}$) par celle de Hertz ($P_{0,H}$).

$$P'_{0,B} = \frac{P_{0,B}}{P_{0,H}} \qquad 12$$

En fonction de la valeur de ce ratio (13), le rayon de contact adimensionné de Bahrami (a'_B) est déterminé.

$$a'_B = \begin{cases} 1{,}605 \Big/ \sqrt{P'_{0,B}} & 0{,}01 \le P'_{0,B} \le 0{,}47 \\ 3{,}51 - 2{,}51 P'_{0,B} & 0{,}47 \le P'_{0,B} \le 1 \end{cases} \qquad 13$$

Comme pour les pressions maximales, ce ratio est le rapport entre le rayon de contact de Bahrami (a_B) par celui de Hertz (a_H).

$$a'_B = \frac{a_B}{a_H} \qquad 14$$

Il faut alors utiliser la pression maximale adimensionnée ($P'_{0,B}$) et le rayon de contact adimensionné de Bahrami (a'_B) pour calculer le dernier paramètre adimensionnel γ (15).

$$\gamma = 1{,}5 P'_{0,B} \left(a'_B\right)^2 - 1 \qquad 15$$

On dispose alors de tous les paramètres pour déterminer l'évolution de la pression de Bahrami ($P_{0,B}(X_r)$) le long du rayon de contact de Bahrami (a_B).

4 Modélisation du contact rugueux/rugueux

Le modèle de contact discret développé (chapitre 4) permet de décrire le contact entre une surface rugueuse et une surface lisse. Les mesures expérimentales de résistance électrique de contact réalisées in situ dans le nano-indenteur le sont entre deux surfaces rugueuses (identiques) et il est légitime de s'interroger sur la validité de l'utilisation d'un modèle de contact de type rugueux/lisse pour décrire un contact type rugueux/rugueux réel ainsi que sur le choix des paramètres décrivant la surface rugueuse équivalente utilisée avec le modèle. Cette réflexion est conduite en comparant les modèles statistiques développés pour décrire les contacts entre deux plans rugueux d'une part et entre un plan rugueux et un plan lisse d'autre part par Greenwood, Williamson et Tripp [Greenwood & Tripp (1971), Greenwood & Williamson (1966)].

Dans ces travaux, les auteurs proposent un contact rugueux/lisse équivalent au contact rugueux/rugueux, avec une surface dont les aspérités ont un rayon de courbure moyen deux fois plus petit :

$$R_{eq} = \frac{R}{2},$$

et une distribution en hauteur égale à la distribution conjointe en hauteur du sommet des aspérités des deux surfaces supposée Gaussienne. C'est-à-dire une distribution gaussienne d'écart type :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{2}\sigma$$

Ce cas correspond physiquement à celui pour lequel il n'y aurait aucun désalignement latéral entre les aspérités des deux surfaces rugueuses en vis à vis. Les auteurs comparent alors le comportement mécanique des deux types de contacts principalement lorsque les aspérités sont en déformation élastique et plus succinctement lorsqu'elles sont en déformation plastique. Les principales conclusions des auteurs sont les suivantes :

- L'évolution de la surface de contact totale avec la force appliquée est comparable pour les deux systèmes.
- A force fixe, l'interpénétration d des deux surfaces est surévaluée de $\sigma/2$ pour une large gamme de pressions par le système lisse/rugueux équivalent.

Afin de valider la pertinence de cette approche pour la compréhension du contact électrique et avec nos matériaux, il convient de s'intéresser à l'erreur faite dans l'estimation du nombre de contacts lors de l'utilisation du système équivalent lisse/rugueux. Le cas détaillé ici est celui pour lequel les aspérités sont en déformation principalement plastique car il correspond aux conditions de contact effectivement présentes lors du contact entre films minces d'Au.

Pour un contact rugueux/rugueux plan dont les aspérités subissent une déformation plastique, Greenwood et Tripp [Greenwood & Tripp (1971)] montrent, pour une distribution gaussienne en hauteur du sommet des aspérités, que l'on peut exprimer la pression moyenne P_{rr}, l'aire de contact réelle relative A_{rr} et le nombre de points de contacts par unité de surface n_{rr} à l'aide des relations suivantes en fonction de l'espacement relatif d des plans moyens des sommets des deux surfaces.

$$\begin{cases} P_{rr} = 2\pi HR\eta\sigma(R\eta\sigma)F_2\left(\dfrac{d}{\sigma}\right) \\ A_{rr} = 2\pi HR\eta\sigma(R\eta\sigma)F_2\left(\dfrac{d}{\sigma}\right) \\ n_{rr} = \eta 2(R\eta\sigma)F_1\left(\dfrac{d}{\sigma}\right) \end{cases} \qquad 16$$

Où H est la dureté du matériau, η la densité d'aspérités, R le rayon de courbure moyen des aspérités et σ l'écart type de la distribution en hauteur des sommets des aspérités. Les fonctions $F_i(u)$ étant les intégrales Gaussiennes d'ordre u.

Le même type de calcul a été présenté antérieurement par Greenwood [Greenwood & Williamson (1966)] aboutissant aux relations suivantes pour le contact entre une surface rugueuse et un plan lisse.

$$\begin{cases} P_{lr} = 2\pi HR_{eq}\eta\sigma_{eq}F_1\left(\dfrac{d}{\sigma_{eq}}\right) \\ A_{lr} = 2\pi HR_{eq}\eta\sigma_{eq}F_1\left(\dfrac{d}{\sigma_{eq}}\right) \\ n_{lr} = \eta F_0\left(\dfrac{d}{\sigma_{eq}}\right) \end{cases} \qquad 17$$

Par construction, ces modèles (équations 16 et 17) permettent bien évidemment de retrouver à nouveau un rapport force / surface égal à H :

$$\frac{F}{S} = \frac{P_{rr}}{A_{rr}} = H \qquad 18$$

$$\frac{F}{S} = \frac{P_{lr}}{A_{lr}} = H \qquad 19$$

Cette série de relations est comparable pour les deux systèmes au facteur adimensionnel $(R\eta\sigma)$ près et au rapport des fonctions Fi près, ce dernier étant indépendant des paramètres physiques du problème comme le montre les relations 20, déduites de équations 16et 17.

$$\begin{cases} \dfrac{P_{lr}}{P_{rr}} = \dfrac{A_{lr}}{A_{rr}} = \dfrac{1}{\sqrt{2}(R\eta\sigma)} \dfrac{F_1\left(\dfrac{d}{\sqrt{2}\sigma}\right)}{F_2\left(\dfrac{d}{\sqrt{2}\sigma}\right)} \\ \dfrac{n_{lr}}{n_{rr}} = \dfrac{1}{2\sqrt{2}(R\eta\sigma)} \dfrac{F_0\left(\dfrac{d}{\sqrt{2}\sigma}\right)}{F_1\left(\dfrac{d}{\sigma}\right)} \end{cases} \qquad 20$$

Pour la plupart des surfaces rugueuses macroscopiques, il est admis que $R\eta\sigma$ est proche de 0,05 [Greenwood & Williamson (1966)].. En ce qui concerne la surface de l'échantillon Au étudiée : R = 0,14 µm, σ = 13 nm, η = 65 / µm^2 soit un produit $R\eta\sigma = 0{,}012$. La gamme de pressions apparentes rencontrées lors des expériences de mesure de résistance électrique de contact varie de 100 à 500 MPa. Avec ces paramètres et à l'aide du jeu d'équations 20, il est possible d'estimer en fonction de la pression apparente l'erreur faite sur l'enfoncement relatif des deux surfaces (Figure 2-a) et sur le nombre de contacts (Figure 2-b).

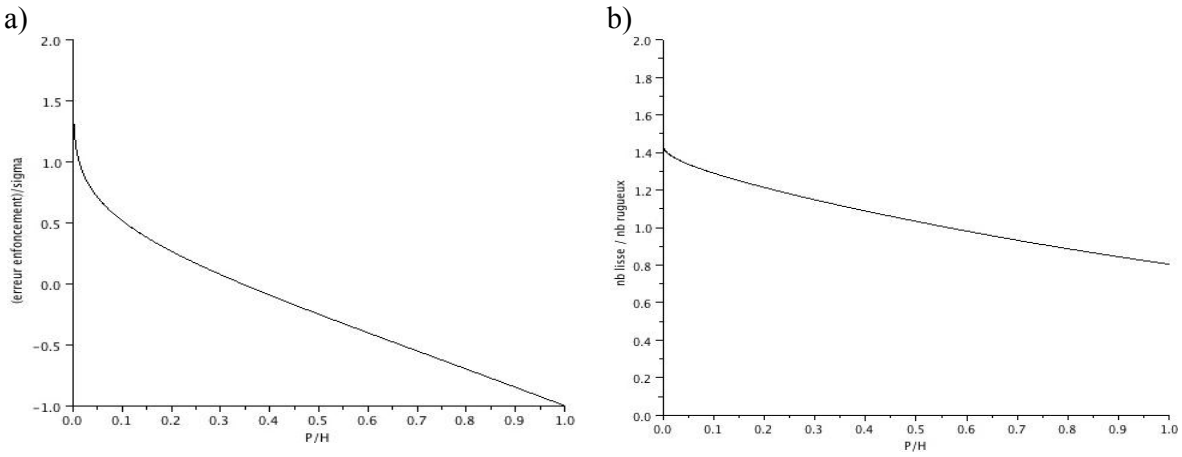


Figure 2 : Erreur sur l'enfoncement rapporté à l'écart type σ (a) et erreur relative sur le nombre de points de contact (b) en fonction de la pression apparente pour un système lisse / rugueux équivalent avec Rησ=0,012

Il convient donc de retenir qu'avec les matériaux utilisés et dans les gammes de pression abordées, l'erreur faite lors de l'utilisation d'un système rugueux/lisse équivalent avec le modèle de contact discret sera certainement comparable à celle calculée par comparaison des modèles statistiques de Greenwood. C'est-à-dire une pression apparente donnée, elle est :

- Nulle pour la surface de contact réelle (par construction des modèles)
- Inférieure à 30% en ce qui concerne de nombre de contacts
- Comprise entre +σ et -σ pour l'enfoncement

L'erreur commise sur l'enfoncement n'aura bien évidemment aucune répercussion sur le calcul de la résistance électrique de contact.

5 Evaluation de la contribution de «spreading» lors de la mesure de résistance électrique de contact entre films minces métalliques en configuration 4 fils.

5.1 Configuration du problème

Un montage expérimental traditionnellement utilisé pour réaliser la mesure de résistance électrique de contact entre des matériaux conducteurs consiste à mettre en contact perpendiculairement l'un à l'autre deux barreaux cylindriques constitués des matériaux à étudier puis de faire passer un courant électrique $\boldsymbol{i}$ à travers l'assemblage tout en mesurant la chute de potentiel $\boldsymbol{V}$ entre les extrémités opposées des deux cylindres comme schématisé Fig. 1(a). Il s'agit d'une configuration de mesure de résistance de type 4 fils insensible à la chute de potentiel dans les chemins d'amené et de reprise du courant électrique. La résistance électrique $\boldsymbol{R_c}$ du spot de contact est alors déterminée par la relation classique :

$$R_c = \frac{V}{i}, \qquad \text{(eq.1)}$$

et est assimilée à la résistance de contact en configuration axisymétrique.

Dans le cas de la mesure de la résistance électrique de contact entre films minces, la configuration expérimentale choisie est similaire, à la différence près que les films minces métalliques sont déposés sur des cylindres lisses en Silice. La conduction du courant électrique ne se fait alors plus dans le volume du cylindre, mais en surface de celui-ci.

Expérimentalement, aux fortes forces d'appui et pour deux cylindres de silice recouverts d'un film mince d'or, la résistance mesurée en méthode quatre fils ne tend pas vers une valeur nulle mais tend vers une valeur de l'ordre de grandeur de la résistance $\boldsymbol{R_\square}$ de couche du film mince dite « Rcarré » et définie par :

$$R_\square = \frac{\rho}{t}, \qquad \text{(eq. 2)}$$

Avec $\boldsymbol{t}$ épaisseur du film mince et ρ résistivité du matériau composant le film mince. Cette grandeur correspond à la résistance d'un élément de couche de forme carrée et est indépendante de la taille de cet élément.

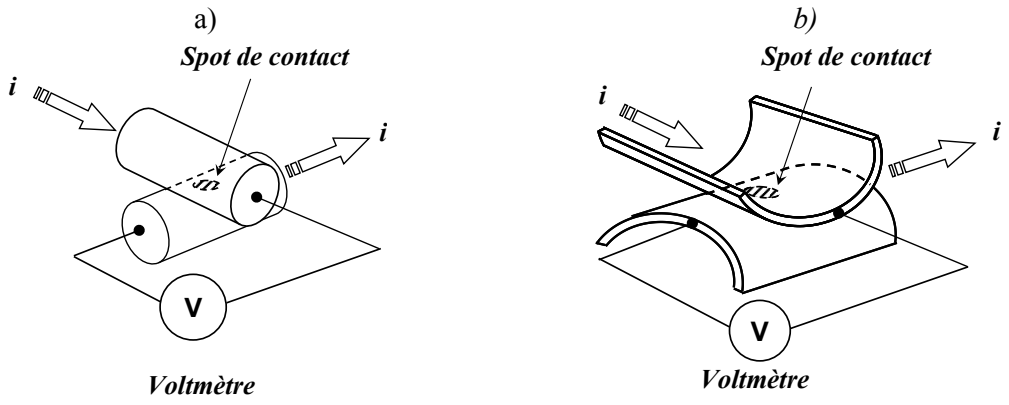


Fig 1. (a)Configuration standard de mesure de résistance de contact entre cylindres métalliques massifs. (b)Configuration utilisée pour la mesure de résistance de contact entre films minces métalliques déposés sur des barreaux cylindriques isolants (Silice)

Intuitivement, il est raisonnable de penser que cet effet est du au confinement des lignes de courant dans le plan du film obligeant le courant à contourner le spot de contact dans la partie du film mince opposée à l'amenée de courant et où est réalisée la mesure de potentiel électrique (Fig. 2). Il s'agit de l'étalement des lignes de courant désigné par le terme « spreading ».

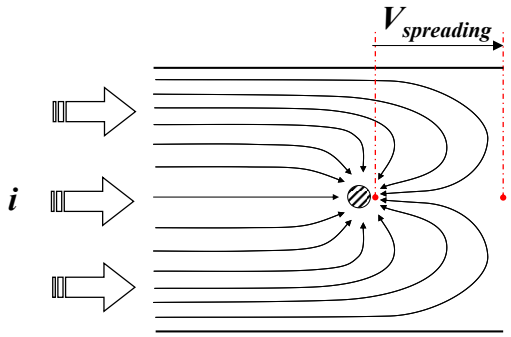


Fig 2. Etalement (spreading) des lignes de courant à l'approche du spot de contact dans le cas u film mince.

Lors de la mesure de résistance de contact, la chute de potentiel $V_{spreaading}$ correspondante est ajoutée à la chute de potentiel dans le contact lui-même ajoutant un offset à la valeur de la résistance intrinsèque du contact :

$$R_{mesurée} = \frac{\Delta V}{i} = \frac{\Delta V_{contact} + 2V_{spreading}}{i} = R_{contact} + 2R_{spreading} \qquad \text{(eq.3)}$$

Le but de cette étude est de déterminer la valeur de $R_{spreading}$ en fonction de la géométrie des échantillons. Pour cela, une étude par calcul en éléments finis est réalisée sur un problème simplifié.

5.2 Evaluation de l'erreur par calcul éléments finis

Il s'agit de résoudre l'équation de Laplace $\Delta V = 0$ du potentiel électrique en deux dimensions pour la géométrie suivante :

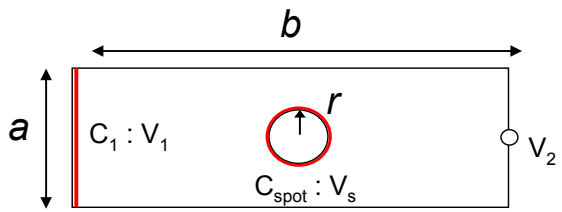


Fig.3 Géométrie et conditions aux limites du problème

Le film mince à une largeur ***a***, une longueur ***b*** et ***r*** est le rayon du spot de contact.

Les conditions aux limites choisies sont un potentiel constant V_1 le long du coté C_1 (arrivée du courant ***i***) et un potentiel V_S constant sur le pourtour du spot de contact C_S. Le courant ***i*** est alors déduit de V_1 par la relation :

$$i = -\frac{t}{\rho}\int_{C_1}\vec{\nabla}V_1 \qquad \text{(eq. 4)}$$

La résistance de spreading $R_{spreading}$ au point de mesure P_2 est définie par :

$$R_{spreading} = \frac{V_2 - V_S}{i} = \frac{V_2 - V_S}{-\frac{t}{\rho}\int_{C_1}\vec{\nabla}V_1} \qquad \text{(eq. 5)}$$

Soit

$$\frac{R_{spreading}}{R_{\square}} = \frac{V_2 - V_S}{-\int_{C_1}\vec{\nabla}V_1} \qquad \text{(eq. 6)}$$

L'équation de Laplace étant linéaire, cette dernière relation correspond à une formulation adimensionnelle du problème et montre que la valeur $\frac{R_{spreading}}{R_{\square}}$ est bien indépendante des valeurs de V_1 et V_S. L'étude éléments finis est donc menée sous forme adimensionnelle avec $V_1 = 1$ et $V_S = 0$ pour des valeurs des rapports ***b***/***a*** allant de 1 à 20 et ***r***/***a*** de 10^{-5} à 0,5. Les calculs montrent bien l'éxistence de l'effet de spreading comme l'illustre la représentation des équipotentielles présentée Fig. 4.

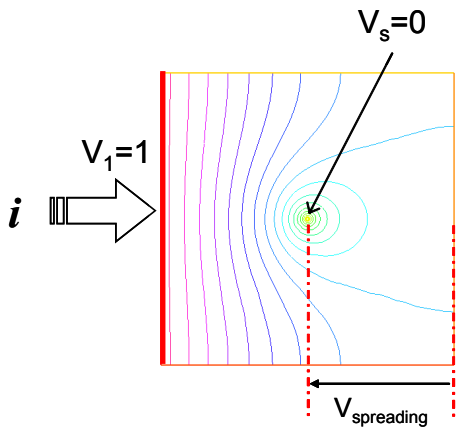
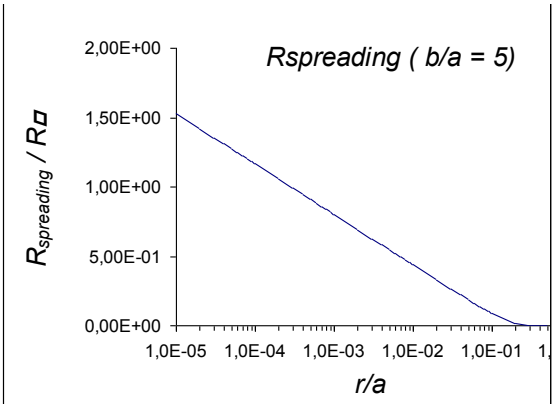


Fig.4 Répartition des équipotentielles (5 10^{-2} V_1) pour a/b= 1 et r/a= 0.01

Pour tous les rapports de ***b/a*** et pour ***r/a*** < 0,05 , l'évolution de $\frac{R_{spreading}}{R_{\square}}$ (eq. 6) est correctement décrite par une relation de la forme :

$$\frac{\Delta R}{R_{carré}} = A \ln\left(\frac{r}{a}\right) + B \quad \text{(eq. 7)}$$



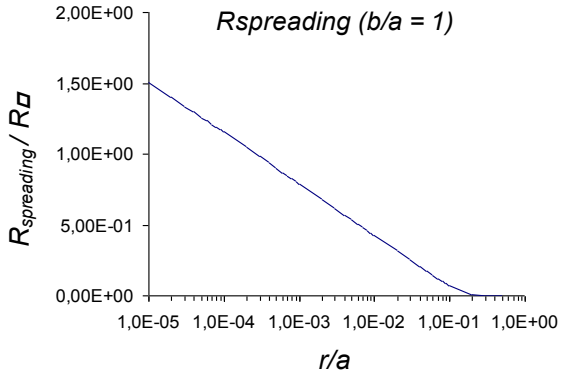
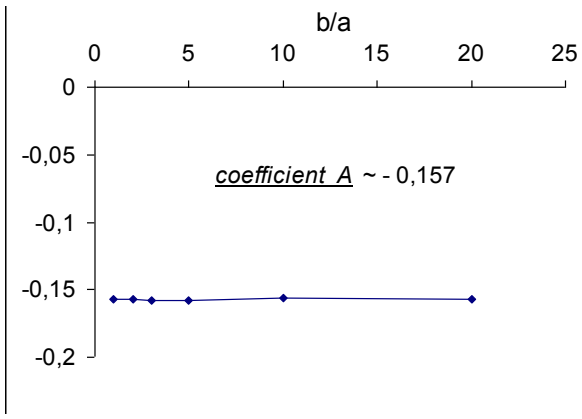
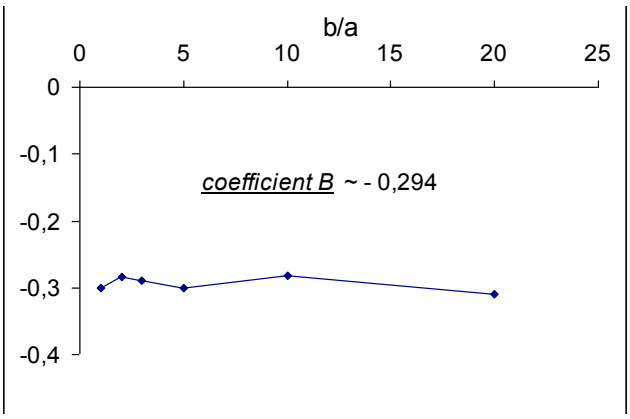


Fig. 5 Représentation en échelle logarithmiq

Cette relation correspond à la partie linéaire de la représentation en échelle logarithmique de l'évolution de $\boldsymbol{R_{spreading}}$ en fonction du rapport r/a présentée Fig. 5. La valeur trouvée pour les coefficients ***A*** et ***B*** est sensiblement constante pour les valeurs de ***b/a*** allant de 1 à 20 (Fig. 6) avec ***A*** ~ - 0,157 et ***B*** ~ - 0,294.





Pour les valeurs de **r/a** comprises entre 0,05 et 0,5, le rapport $\frac{R_{spreading}}{R_{\square}}$ tend vers 0 rapidement (Fig. 7) de manière comparable pour les différentes valeurs de **b/a**. Par exemple, en moyenne, pour **r/a** = 0,05, $\frac{R_{spreading}}{R_{\square}} = 0{,}18$ et pour **r/a**=0,3, $\frac{R_{spreading}}{R_{\square}} = 9\ 10^{-4}$.

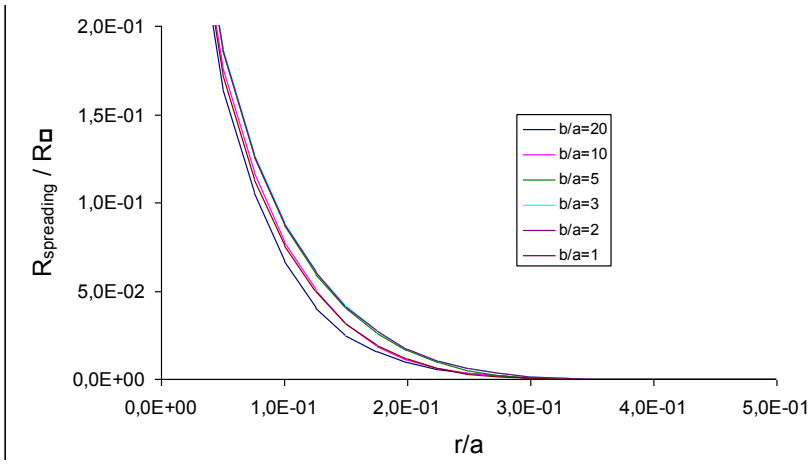


*Fig.7 Evolution de $R_{spreading}$ pour les grands rayons de contact : **r/a** > 0,05.*

5.3 Conclusion

En configuration 4 fils, deux types de géométries sont en pratique utilisées pour les mesures de résistance électrique de contact sur des films mince métalliques :

- A l'échelle macroscopique, les barreaux de Silice utilisés ont une surface développée d'une largeur de 1 cm et le rayon du spot de contact apparent varie de 1µm à 100 µm. Le rapport ***r/a*** alors de 10^{-4} à 10^{-2}. L'erreur faite lors de la mesure de résistance de contact en mode 4 fils est alors égale au double de $\boldsymbol{R_{spreading}}$ (il y a deux barreaux) soit une erreur allant de 2,3 $\boldsymbol{R_{\square}}$ à 0,8 $\boldsymbol{R_{\square}}$
- A petite échelle, ce sont des bumps micro-usinés dans des barrettes de Silicium de 3 mm de largeur qui sont utilisés. Le diamètre du spot de contact varie alors de 0,5 µm à 5 µm, soit un rapport ***r/a*** allant de 3,3 10^{-3} à 3,3 10^{-2}. L'erreur faite lors de la mesure varie cette fois ci de 2,1 $\boldsymbol{R_{\square}}$ à 1,4 $\boldsymbol{R_{\square}}$.

Bibliographie

[Bahrami et al. (2005)]Bahrami, M., M. M. Yovanovich & J. R. Culham (2005), 'A compact model for spherical rough contacts', *Journal of Tribology* **127**(4), 884–889.

[Greenwood & Williamson (1966)] Greenwood, J. A. & J. B. P. Williamson (1966), 'Contact of nominally flat surface'.

[Greenwood & Tripp (1967)] Greenwood, J. A. & J. H. Tripp (1967), 'The elastic contact of rough spheres', *Journal of Applied Mechanics* **34**(1), 153–159.

[Greenwood & Tripp (1971)] Greenwood, J. A. & J. H. Tripp (1971), 'The contact of two nominally flat rough surfaces', *Proc. Instn. Mech. Engrs.* **185-**, 625–633.

[Humphreys (2001)] Humphreys, F. J. (2001), 'Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction', *Journal of Materials Science* **Volume 36, Number 16**.

[Nastasi et al. (1996)] Nastasi, Michael, James W. Mayer & James K. Hirvonen (1996), *Ion Solid Interactions: Fundamentals and applications*, University of Cambridge.

École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Étienne

NNT : 2012 EMSE 0644

Brice ARRAZAT

SURFACE IMPROVEMENT BY MICROSTRUCTURAL CONTROL OF GOLD THIN FILMS FOR OHMIC MEMS SWITCH CONTACT

Speciality : Microelectronics

Keywords : ohmic MEMS switch, gold thin film, surface processing, microstructure, nano-indentation, discrete analysis of asperity deformation, electrical contact resistance

Abstract :

Ohmic MEMS switches made by gold thin films are promising devices but their mechanical contacts are one of the critical concerns for enhancing reliability. For this reason, surface processes are investigated in this work to improve both mechanical and electrical contact resistance (ECR) of MEMS gold contacts.

Ruthenium ultra-thin films (20 to 100 nm) deposited on a top of gold layer increase surface hardness by a factor of fifteen. In parallel, surface implantations of both boron (<10% atomic) or nitrogen (<0.1% atomic) into gold reveals a solid solution hardening by insertion, thus increasing the hardness of initial film by about 75% and 25%, respectively. Notably, above 0.1% atomic of nitrogen, atoms precipitate from the tetra or octahedral sites of gold inducing a decrease of hardness.

Static and multi load/unload spherical nano-indentation are performed on treated gold thin films to simulate the mechanical actuation of ohmic MEMS switches. Analysis of residual imprints (about few µm²) from treated surface exhibits both minimal local deformation and adhesion forces that reduce stiction probability. In-situ measurement of ECR for treated gold by instrumented nano-indentation, reproducing the design of MEMS, is in the same range of pure gold-to-gold configuration.

A new mechanical discrete model of rough contact is introduced, confronted and validated to the experimental mechanical surface deformation obtained by comparison of AFM images before and after spherical nano-indentation. An electrical discrete model is added and fitted to the ECR measurements. In ohmic MEMS switch load range (< 1 mN), the conductive area is found to be about 2% to 9% of the real contact area.

École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Étienne

NNT : 2012 EMSE 0644

Brice ARRAZAT

MAITRISE DE LA MICROSTRUCTURE DE FILMS MINCES D'OR PAR TRAITEMENTS DE SURFACE POUR L'OPTIMISATION DU CONTACT MECANIQUE ET OHMIQUE DES MICRO-RELAIS MEMS

Spécialité : Microélectronique

Mots clefs : micro-relais MEMS ohmique, films minces, traitements de surface, microstructure, nano-indentation, analyse discrète des nano-rugosités, résistance électrique de contact

Résumé :

Afin d'améliorer la durée de vie des micro-relais MEMS ohmiques, plusieurs traitements de surface de films minces d'or sont réalisés pour augmenter leur dureté tout en conservant une résistance électrique de contact faible.

Les revêtements ultrafins de ruthénium (20 à 100 nm) déposés sur l'or augmentent la dureté des surfaces de contact d'un facteur 15. L'implantation ionique de bore ou d'azote (3,5 ppm à 10 % atomique) à une profondeur de 100 nm dans le film mince d'or permet d'atteindre un gain en dureté de 75%. Le contrôle (AFM, EBSD et DRX) de la microstructure induite met en évidence le durcissement par solution solide par insertion. Mais au-delà de 1% atomique, les atomes d'azote quittent le réseau cristallin de l'or pour former des précipités de nitrure d'or.

L'analyse AFM (rugosité et diamètre) des empreintes résiduelles (quelques µm²) réalisées par nano-indentation sphérique, imitant le cyclage et le fluage des surfaces de contact de ces MEMS, démontre l'apport de ces traitements de surface. De plus, leurs résistances électriques de contact, mesurées par nano-indentation instrumentée reproduisant un micro-contact identique à un dispositif réel, sont similaires à celle de l'or pur.

La modélisation discrète mécanique du contact rugueux est ajustée à la mesure de la déformation mécanique de nano-rugosités en comparant les relevés topographiques réalisés par AFM avant et après nano-indentation sphérique. La comparaison entre la modélisation et la mesure de la résistance électrique de contact indique que pour les gammes de force utilisées dans les micro-relais MEMS (inférieure au mN), seule une fraction allant de 2% à 9% de la surface de contact réelle est conductrice.