

# Sessions Orales : liste des résumés

## Session Techniques

**Les techniques de détermination des contraintes mécaniques locales..... T1**

*Patrice Gergaud*

**Synchrotron Imaging Techniques - Applications to materials science ..... T2**

*Wolfgang Ludwig*

**X-ray Microdiffraction with white beam..... T3**

*Guillaume Geandier*

**Microdiffraction et analyse quantitative de phases ..... T4**

*Jean-Louis Hodeau*

**Three dimensional x-ray diffraction microscopy: fundamental applications in plasticity and recrystallization..... T5**

*Lawrence Margulies*

**Problèmes de l'évolution microstructurale en métallurgie classique à l'échelle du micron ..... T6**

*Yves Bréchet*

**Le calcul de microstructures, un outil d'exploration des hétérogénéités de déformation dans les matériaux cristallins ..... T7**

*Samuel Forest*

**Mécanismes élémentaires de déformation dans les monocristaux et les alliages à microstructure complexe ..... T8**

*Alain Couret*

**Phénomènes d'endommagement des films minces : des structures de cloquage aux propriétés mécaniques locales ..... T9**

*Christophe Coupeau*

**Observing changes in thin film systems by Laue microdiffraction - stresses and defect densities ..... T10**

*Ralph Spolenak*

**The role of xray microdiffraction in the study of deformation size effects..... T11**

*Erica T. Lilleodden*

**The influence of the microstructure on the functional properties of magnetic materials  
..... T12**

*Dominique Givord*

**La nécessité de la maîtrise des contraintes pour l'amélioration des composants  
électroniques et optoélectroniques ..... T13**

*Renato Bisaro*

**Magnetic microsystems Mag-MEMS: basics, integration, fabrication, problems ..... T14**

*Orphée Cugat*

**Role of microstructure and mechanical stress on IC's interconnect failure under  
operation. .... T15**

*Xavier Federspiel*

## Les techniques de détermination des contraintes mécaniques locales.

**Patrice Gergaud**

*CEA-LETI, MINATEC, 17, rue des Martyrs, F-38054 Grenoble cedex 9, France*

Le développement des micro- et nanotechnologies se poursuit inexorablement et exige l'introduction constante de matériaux nouveaux et des empilements toujours plus nombreux. Les champs de contraintes induits par ces interfaces sont devenus extrêmement complexes et augmentent les risques de rupture dans la structure, menaçant ainsi l'intégrité des systèmes. Ces contraintes peuvent avoir aussi des effets bénéfiques, et on a vu ainsi apparaître les outils de stress engineering dans les technologies de la microélectronique.

Déterminer les déformations et contraintes dans ces structures est donc devenu une nécessité. Cependant, les effets dimensionnels et géométriques (cavités enterrées, singularités matérielles et géométriques, ...), rendent ces mesures toujours plus difficiles et imposent de développer de nouvelles techniques ou d'adapter celles existantes afin de toujours réduire la résolution spatiale. Parmi les plus en pointe, on peut citer celles utilisant la diffraction des rayons X (essentiellement sur synchrotron: 3DXRD, 3DXRCM, diffraction cohérente, HRXRD, Kossel...), les techniques optiques (mRaman, Photoreflectance, ...) ou encore les techniques de microscopie électronique (HREM, CBED, NBD-TEM, EBSD...). Ces méthodes d'analyse sont en constante progression que ce soit au niveau de la résolution spatiale, de la précision, ou de l'information mécanique résultante (composantes du tenseur des contraintes / gradient de contraintes,...). Dans plusieurs cas, elles permettent une détermination des champs de déformations locales à des échelles largement sub-microniques. Il est cependant parfois difficile de définir la méthode la mieux adaptée à une problématique ou un matériau.

Dans cette présentation, nous esquisserons tout d'abord un panorama nécessairement limité de ces techniques expérimentales en essayant pour chacune d'elles d'en montrer les intérêts, les limitations, les conditions d'application. Nous montrerons aussi que les progrès dans ce domaine repose d'une part sur des améliorations expérimentales remarquables mais aussi pour beaucoup d'entre elles sur des moyens encore lourds de simulation et de calcul. Enfin, nous montrerons qu'il est de plus en plus indispensable d'associer plusieurs techniques d'analyse, si possible à l'échelle microscopique, et si possible de mener ces analyses de façon simultanée, in-situ et en temps réel.

## Synchrotron Imaging Techniques - Applications to materials science

**Wolfgang Ludwig**<sup>a,c</sup>, P. Cloetens<sup>c</sup>, J. Baruchel<sup>c</sup>, H.F. Poulsen<sup>b</sup>,

(a) MATEIS, INSA de Lyon, 69621 Villeurbanne, Cedex

(b) Metal Structures in 4D, Risoe, 4000 Roskilde, Denmark

(c) ESRF, 6, rue Jules Horowitz, F-38043 Grenoble, Cedex

Contact : W. Ludwig, tel : (+33) (0) 4 76 88 29 73, fax : (+33) (0) 4 76 88 22 52

e-mail : ludwig@esrf.fr

The principle and the possibilities of synchrotron imaging techniques like X-ray Diffraction Topography, X-ray microscopy and different variants of X-ray tomography (absorption, phase, fluorescence, diffraction contrast...) will be discussed and illustrated with the help of some selected examples in the field of materials science.

[1] J. Baruchel et al. *Advances in synchrotron radiation microtomography*, Scripta Mater. 55 (2006) 41-46

## X-ray Microdiffraction with white beam

Guillaume Geandier<sup>(a,b)</sup>, N. Tamura<sup>(a)</sup>

(a) LBNL – Advanced Light Source, 1 cyclotron road, Berkeley CA 94720 – USA

(b) LMP, Université de Poitiers - UFR Sciences, SP2MI, Boulevard Marie et Pierre Curie, BP 30179 - 86 962 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL CEDEX

Contact : N. Tamura, tel : (+1) 510-486-6189 , fax : (+33) 510-486-4276

e-mail : [ntamura@lbl.gov](mailto:ntamura@lbl.gov)

Beamline 7.3.3 at the ALS in Berkeley is a LAUE microdiffraction beamline [1]. It is focused on the development of an x-ray diffraction technique with submicron spatial resolution. This technique is known as scanning white beam x-ray microdiffraction. A polychromatic synchrotron x-ray beam (energy range: 5-14 keV) is focused to a  $0.8 \times 0.8 \mu\text{m}^2$  spot using elliptically bent platinum mirrors in a Kirkpatrick-Baez configuration. Data are collected via a CCD area detector in the form of Laue diffraction patterns from individual grains within the x-ray spot. Translation of the sample within the focal plane of the x-rays allows for the spatial mapping of grain orientation, grain structure, and deviatoric strain/stress within the sample. Data analysis techniques and software for the rapid analysis, indexing, and strain refinement of multiple Laue patterns have been developed.

In the presentation, methods to extract strain / stress and grain information from white beam diffraction at the micron scale will be explained and several examples will be given to illustrate the studies made with the microdiffraction beamline.

Some details about the future endstation will be given (available to users in 2007).

[1] *Submicron X-ray Diffraction*, A.A.MacDowell, R.S.Celestre, N.Tamura, R.Spolenak, B.C. Valek, W.L.Brown, J.C.Bravman, H.A.Padmores, B.W.Batterman & J.R.Patel, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A **467-468** (2001) 936-943

## Microdiffraction et analyse quantitative de phases

Jean-Louis Hodeau<sup>(a)</sup>, E. Dooryhee<sup>(a)</sup>, C. Dejoie<sup>(a)</sup>, P. Martinetto<sup>(a)</sup>, E. Welcomme<sup>(b)</sup>, P. Walter<sup>(b)</sup>

(a) *Lab. de Cristallographie, CNRS-UPR 5031, BP 166, 38042 Grenoble, France*

(b) *C2RMF-CNRS-UMR 171, Le Louvre, 75001 Paris, France*

Contact : Jean-Louis Hodeau, e-mail: hodeau@grenoble.cnrs.fr

Cette contribution porte sur l'apport de la microdiffraction aux analyses de phases et discutera des spécificités et des limites de cette technique pour la quantification de celles-ci.

Un nombre croissant de matériaux fonctionnels présente une organisation hiérarchique complexe avec différents degrés de désordre et d'hétérogénéité: minéraux du manteau terrestre, matériaux de l'environnement et du patrimoine, produits technologiques (ciments, médicaments, batteries, matrices de stockage, catalyseurs,...): la compréhension de leurs fonctions macroscopiques requiert la description de la structure et microstructure aux échelles atomiques et mésoscopiques. Pour l'analyse de tels systèmes complexes (minerai de nickel, ciments à base d'hydroxyapatites, sols et sédiments pollués, résidus de fours néolithiques, céramiques ou peintures archéologiques), une identification des phases pertinentes pour les propriétés est importante. Cette identification peut difficilement se faire globalement du fait de la faible proportion de ces phases spécifiques par rapport aux phases supports (aluminosilicates hydratées, oxydes de fer, verres, quartz, calcite,...), aussi l'étude locale, utilisant un microfaisceau est importante pour localiser les phases pertinentes, extraire leur diagramme spécifique et les quantifier.

De telles microanalyses quantitatives sont courantes, en fluorescence par exemple, mais sont plus délicates en diffraction : pour qu'il y ait diffraction, il faut que des grains soient en orientation ad-hoc pour diffracter. Ceci demande un échantillonnage correct de la zone étudiée, qui est d'autant plus difficile à obtenir que le faisceau s'approche de la taille des cristallites formant l'objet. Une telle analyse quantitative demande donc, suivant la cristallinité de l'objet, de pouvoir modifier assez facilement la taille de faisceau sans changer le lieu du point focal, cela demande aussi de pouvoir jouer sur l'orientation de l'échantillon autour de ce point focal pour augmenter l'échantillonnage et de pouvoir élargir la bande passante en énergie. Généralement, tous ces requis ne sont que partiellement atteints, l'analyse quantitative doit donc tenir compte du mauvais échantillonnage et par exemple utiliser les analyses globales de profil de type Rietveld plutôt que l'analyse raie par raie.

Si nous allons plus loin dans l'analyse, nous pourrions obtenir des informations structurales et microstructurales sur le confinement d'atomes spécifiques dans les phases pertinentes, pour cela il est nécessaire de faire un affinement quantitatif des diagrammes, ceci entraînera une contrainte encore plus drastique sur l'échantillonnage et des paramètres requis ci-dessus. Ceci réalisé, grâce aux microfaisceaux, nous avons l'accès à l'étude de cristallites dont le volume est de l'ordre de qq.  $\mu\text{m}^3$  et nous pouvons faire des cartographies de l'objet par diffraction. Nous pouvons ainsi corrélérer l'image d'un objet, son contenu chimique et la structure des phases associées. Toutefois du fait des contraintes de l'échantillonnage, la résolution de ces cartographies de phases doit pouvoir être adaptée à l'échelle et à l'hétérogénéité de l'objet, c.à.d. de l'échelle du micromètre jusqu'à qq. fractions de millimètre. L'importance de ces analyses quantitatives et cartographies de phases sera illustrée par des exemples en matériaux du patrimoine et en minéralogie, qui montrent que différentes phases ayant les mêmes éléments atomiques peuvent se différencier, et que nous pouvons de plus y extraire une information de texture et de cristallinité.

## Three dimensional x-ray diffraction microscopy: fundamental applications in plasticity and recrystallization

Lawrence Margulies

*Risoe / ESRF, 6, rue Jules Horowitz, F-38043 Grenoble, Cedex*

The Dimension X-ray Diffraction Microscope (3DXRD) on the materials science beamline (ID11) of the ESRF utilizes high energy focusing optics for performing local studies of micrometer scaled gauge volumes within bulk materials. Most recently, this has allowed in situ measurements of microstructure development during tensile deformation and annealing of polycrystalline materials. The position, volume, orientation, elastic and plastic strain, and crystallographic unit cell can be derived for hundreds of grains simultaneously. Furthermore for coarse-grained materials grain boundary maps can be generated. With the present set-up the spatial resolution is  $\sim 5 \mu\text{m}$ , while diffracting units of sizes down to 150 nm can be observed. It is envisioned that the current construction of an extended experimental hutch will bring the spatial specification down to the 50-100 nm scale.

3DXRD microscopy for the first time enables dynamic studies of the individual grains and sub-grains in polycrystals. Hence, it is possible to observe how the structural elements nucleate, grow, deform or transform and in general how they interact with their local neighbourhood in near real time. This allows a detailed and non-destructive study of the local dynamics of microstructure development, providing valuable experimental data necessary to further the development of polycrystalline deformation and recrystallization models. Unresolved questions in this area include the role of morphology on active slip systems and the effects of neighboring grains on grain rotation and subdivision (grain-grain interactions). Selected applications will be discussed and demonstrated.

## **Problèmes de l'évolution microstructurale en métallurgie classique à l'échelle du micron**

**Yves Bréchet**

*LTPCM / ENSEEG, Domaine Universitaire, 1130 rue de la Piscine, B.P. 75, 38 402 Saint Martin d'Hères Cedex*

Les évolutions microstructurales en métallurgie « classique », qui contrôlent les propriétés des alliages métalliques opèrent parfois à l'échelle du micromètre, et en conséquence peuvent offrir un champ de possibles applications pour les techniques de microdiffraction. Cette présentation a pour objet, sans chercher une exhaustivité illusoire, de proposer une vue assez large de la métallurgie physique des matériaux « classiques », y compris dans les aspects peut être moins connus de la communauté des physiciens.

On s'attachera dans cette contribution à dégager, dans les transformations thermomécaniques et des relations microstructures / propriétés, des questions « ouvertes » qui pourraient bénéficier des apports de ces techniques nouvelles. Après avoir rappelé brièvement les idées couramment admises dans ces secteurs, on illustrera chaque domaine par des exemples de travaux en cours, sur des questions encore controversées. On abordera successivement, à titre d'illustration, la question de la germination de la recristallisation, la question des mécanismes de germination des transformations avec migration d'interface, et la question de l'écroutissage des matériaux à faible taille de grain. Quelques propositions d'expériences « possibles » seront proposées pour la discussion.



## **Le calcul de microstructures, un outil d'exploration des hétérogénéités de déformation dans les matériaux cristallins**

**Samuel Forest**, G. Cailletaud, D. Jeulin, V. Mounoury, S. Quilici

*Centre des Matériaux / UMR 7633 Ecole des Mines de Paris / CNRS, BP 87, Evry Cedex 91003, France*

Les méthodes d'imagerie 3D et de mesures de champ (orientation, déformation élastique) associées aux développements des moyens informatiques (notamment le calcul parallèle) permettent d'envisager et de valider le calcul de microstructures comme un outil privilégié pour établir les liens entre la microstructure et les propriétés mécaniques des matériaux. Il s'agit de réaliser des calculs à l'échelle du volume élémentaire représentatif contenant des centaines de grains dans le cas du polycristal par exemple. La théorie continue de la plasticité cristalline permet alors de prévoir les différents niveaux d'hétérogénéités qui se développent lors de la déformation d'un polycristal. Ces résultats sont confrontés à des mesures de champs d'orientation cristalline par exemple. Le cas des films minces et revêtements est abordé aussi du point de vue de la déformation plastique et de la rupture par clivage. La plasticité cristalline classique ne permet pas de prévoir d'effets d'échelle (taille de grain, de précipité...) dans le comportement mécanique du polycristal. Des développements récents sont présentés qui visent à lever cette limitation majeure.

## Mécanismes élémentaires de déformation dans les monocristaux et les alliages à microstructure complexe

Alain Couret

*CEMES-CNRS, 29 Rue J. Marvig, BP94347, 31055 Toulouse Cedex 4, France*

La déformation plastique des matériaux cristallins se produit par le déplacement des dislocations. Ainsi, durcir un matériau revient à introduire dans le matériau des obstacles à cette propagation.

L'objectif de cet exposé est de présenter une revue des mécanismes élémentaires de nucléation et de propagation des dislocations, en s'appuyant sur les travaux de la communauté française. Cette revue est limitée aux travaux concernant les matériaux métalliques.

Nous commencerons par quelques rappels sur les dislocations et sur les méthodes expérimentales permettant de les observer.

Nous poursuivrons par l'étude de différentes situations de complexité croissante : monocristal parfait, cristal contenant des atomes de soluté ou de l'ordre à courte distance, cristal durci par l'introduction d'obstacles extrinsèques tels que des précipités, des interfaces, des interphases ou des joints de grains. Nous finirons par l'introduction de la problématique de la plasticité en milieu confiné, objet d'intenses recherches à l'heure actuelle.

## Phénomènes d'endommagement des films minces : des structures de cloquage aux propriétés mécaniques locales

Christophe Coupeau

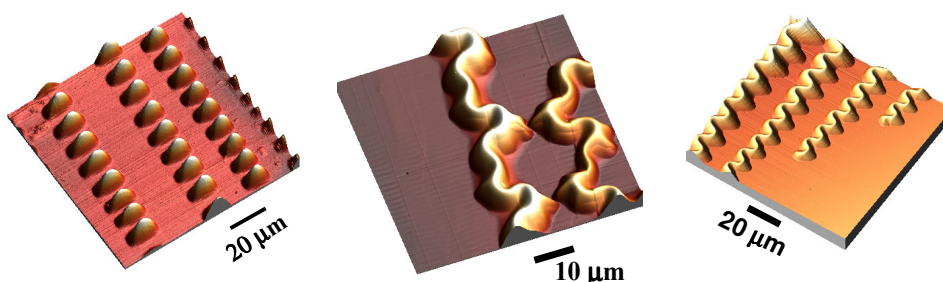
*Laboratoire de Métallurgie Physique (LMP), UMR 6630 CNRS - Université de Poitiers, SP2MI, Bvd Marie et Pierre Curie, BP 30179, 86962 Futuroscope, Chasseneuil cedex, France*

La qualité d'un revêtement destiné à un usage pratique est grandement influencée par son comportement mécanique et sa stabilité. Le taux de contraintes internes, l'épaisseur et l'adhésion sont les principaux facteurs qui déterminent la stabilité du couple revêtement/substrat et par la suite sa durée de vie. Il est ainsi indispensable lors de l'utilisation industrielle de ces systèmes que la bonne tenue mécanique de l'ensemble soit, d'une part réalisée dès l'élaboration en évitant les décohésions spontanées du dépôt sur son substrat, et d'autre part préservée lors de sollicitations mécaniques ultérieures au cours de leur utilisation.

Si la nature du substrat n'entraîne que peu de modifications sur la valeur des contraintes internes, l'épaisseur du film y joue un rôle prépondérant. Des mesures de contraintes internes réalisées par la méthode de la flèche sur des films de carbone déposés sur des substrats de verre montrent, à titre d'exemple, l'augmentation des contraintes internes avec l'épaisseur du film. Les films minces et revêtements peuvent admettre des contraintes très largement supérieures à la limite élastique de ces mêmes matériaux à l'état massif ; des contraintes de plusieurs GPa sont ainsi fréquemment obtenues lors de dépôt par pulvérisation ionique. De tels niveaux de contrainte en compression sont alors à l'origine de décollements spontanés, observés parfois même dès la sortie de la chambre de dépôt. Les composites film/substrat perdent alors les propriétés (mécanique, tribologique, optique, magnétique, électronique...) qui leur étaient conférées.

Matuda et Gilles dans les années 80 ont été les premiers à s'intéresser à ces phénomènes de flambage ; l'aspect de ces décollements a fait depuis l'objet de nombreuses études détaillées, essentiellement par microscopie optique et microscopie électronique à balayage. Des structures de cloquage de géométrie et formes très variées, apparaissant de manière aléatoire, ont dès lors été régulièrement observées. Les observations par microscopie à force atomique permettent d'ailleurs dorénavant d'analyser la structure fine de ces décollements spontanés.

De nombreux modèles principalement basés sur la relaxation de l'énergie élastique emmagasinée dans le film, par propagation d'une fissure à l'interface film/substrat, permettent maintenant de mieux appréhender ce phénomène d'endommagement. La majeure partie des structures de cloquage peut ainsi se comprendre à la simple lumière de la théorie élastique. Une cartographie de forme permet d'associer l'apparition de telle ou telle structure simple, en termes d'anisotropie de contraintes et/ou de propriétés élastiques. Les développements actuels visent dorénavant à remonter aux propriétés mécaniques locales (Module d'Young, énergie d'adhésion film/substrat), à partir de la connaissance des contraintes qui leur ont donné naissance. De nombreux écueils doivent être cependant surmontés : les contraintes au sein de ces matériaux de basse dimensionnalité sont considérées homogènes en épaisseur ; le taux réel de relaxation des contraintes dans la partie flambée est encore mal connu, les modèles élastiques supposant un niveau de contrainte de l'ordre de la contrainte critique de cloquage sur l'ensemble de la structure flambée. Enfin, le champ de contrainte au voisinage des décollements reste à explorer. Les études FEM montrent des niveaux de contrainte intenses et hétérogènes, pouvant aboutir à un endommagement plastique des films minces. Ces résultats numériques n'ont jamais été confirmés d'un point de vue expérimental, faute de résolution spatiale suffisante. La connaissance du champ de contrainte en bords de structures flambées revêt pourtant une importance capitale puisqu'il conditionne le futur délaminage du matériau composite.



Phénomènes de cloquage observés sur différents systèmes film/substrat  
(a) Au(150nm)/Polycarbonate (b) TiN-TiAl(160nm)/Si (c) Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(50nm)/GaAs

## Observing changes in thin film systems by Laue microdiffraction - stresses and defect densities

**Ralph Spolenak**

*Laboratory for Nanometallurgy, ETH Zürich, Wolfgang-Pauli-Strasse 10, CH-8093 Zürich, Switzerland*

This talk will focus on in-situ microdiffraction work performed on thin films during thermal cycling and on electromigration induced changes in miniaturized conductor lines. Novel results on electromigration in aluminum and copper will be presented. Laue microdiffraction is demonstrated to be especially useful for the investigation of early stages of electromigration, which are not accessible by other methods.

## The role of xray microdiffraction in the study of deformation size effects

**Erica T. Lilleodden**

*GKSS Forschungszentrum, Institut für Werkstoffforschung, Max-Planck-Str. 1, 21502 Geesthacht, Germany*

Size effects in plasticity have received much attention in recent years, due to increased resolution experimental capabilities, and the development of materials at small geometric and microstructural length scales. Nanoindentation, wafer curvature and, more recently, microcompression tests have all shown such size effects.

To date, a multitude of theories for the observed behaviors exist based on the evolution of dislocation distributions, and are often conflicting. In order to circumvent the coupled effects of strain gradients, as are encountered in nanoindentation and wafer curvature testing, microcompression testing is perhaps the most straight forward method to understand the effect of geometric length scale on deformation behavior.

In these experiments, a columnar structure is fabricated, typically using Focused Ion Beam (FIB) machining from a thin film or bulk specimen, with diameters on the order of tens of microns down to 100 nanometers. The columns are then compressed using a nanoindenter outfitted with a flat punch indenter. Results show a general trend of increasing strength with decreasing diameters.

In order to evaluate the relevant mechanisms associated with such size effects, high spatial resolution, non-destructive techniques are needed to analyze the dislocation structures involved. X-ray microdiffraction provides an important if not critical role in this effort. Analysis of the Laue reflections from white beam diffraction can provide insight into the heterogeneity, character, and density of the sample. As an advantage of TEM experiments, XRD techniques can be used for the comparison of pre-deformation and post-deformation structures, as well as in situ testing, and are not limited to electron transparent dimensions.

Examples of such studies conducted at Stanford University, Lawrence Berkeley Laboratory and the Paul Scherrer Institute will be presented.

## The influence of the microstructure on the functional properties of magnetic materials

**Dominique Givord**

*Laboratoire Louis Néel, CNRS, 25, Avenue des Martyrs BP 166, 38042 - Grenoble Cedex 9, FRANCE*

Magnetic materials may exhibit a large diversity of properties and fulfil various functions. A first classification of these materials is according to their coercivity, i.e. their ability to resist an applied magnetic field,  $\mu_0 H_{app}$ , which tends to change the orientation of the magnetization. From extremely soft to extremely hard materials, the coercive field,  $\mu_0 H_c$ , at which the magnetization finally follows the applied field, increases by more than 6 orders of magnitude. Soft materials are used in magnetic circuits, transformers or sensors; hard materials are used to make motors, actuators or generators; materials with medium coercivity are used as storage media.

Other properties of magnetic materials involve some coupling mechanism by which a property which is not of primarily magnetic origin (transport, optical, strain) depends on the material magnetic state. Such materials constitute the core element of various types of sensors and actuators.

In many instances, the microstructure of functional magnetic materials is highly heterogeneous. The granular structure of soft materials permits high resistivity to be obtained in an essentially metallic system, as required for high frequency applications. In hard magnets, a granular microstructure is required as well. This allows the effects of structural defects at which magnetization reversal is nucleated, to be restricted to the volume of the considered grain. In magnetic shape memory alloys, the microstructure is intrinsically associated to the deformation mechanism which involves the motion of the walls separating micron-size variants of the alloy martensitic phase.

As a result of the existence of micron-size entities in these various materials, the magnetization direction varies, even slightly, from one entity to the next. The resulting non-zero magnetic divergence is the source of demagnetising fields within matter. This leads to the permeability of soft magnetic materials and the coercivity of hard materials to be degraded. These effects are strongly reduced when the structural entities are fully aligned within the matrix. X-ray microdiffraction could help in characterising better the microstructure heterogeneity and, in turn, developing preparation procedures permitting more uniform microstructures to be obtained.

Another important property of functional magnetic materials is the possible existence of strains. Due to magnetoelastic coupling, the permeability of soft magnetic materials is degraded. Circumferential strain is at the origin of the so-called Giant-Magnetoimpedance effect, found in micron-size wires. The magnetoelastic strain is exploited in magnetostrictive sensors and actuators. In all these cases, the strain amplitude and the strain homogeneity have a direct influence on the considered phenomenon. Their study using micro-diffraction would be very instructive in view of obtaining optimum magnetic response or transduction performance.

In the final part of the presentation, I will briefly describe the possible texturing of magnetic materials under magnetic field and its characterization by micro-diffraction.

## La nécessité de la maîtrise des contraintes pour l'amélioration des composants électroniques et optoélectroniques

**Renato Bisaro** <sup>(a)</sup>, Afshin Ziaei <sup>(a)</sup>, Paolo Bondavalli <sup>(a)</sup>, Julien Nagle <sup>(a)</sup>, Jean-Claude Clément <sup>(a)</sup>, Olivier Parillaud <sup>(b)</sup>, Marie-Antoinette Poisson <sup>(b)</sup>, Xavier Marcadet <sup>(b)</sup>

*(a) Thales Research and Technology France, (b) Thales Alcatel III-V Lab, (a),(b) Route départementale 128, 91767 Palaiseau Cedex, Essone, France*

Au travers de quelques exemples empruntés au secteur de la production, du développement et de la recherche, nous dressons un florilège non exhaustif des principaux problèmes susceptibles d'être résolus par des techniques de micro-diffraction développées autour d'une source de rayonnement synchrotron de troisième génération.

Nous abordons successivement, les problèmes liés aux technologies « front end » : contraintes, électro- migration d'aluminium dans les circuits intégrés puis les problèmes liés aux technologies « back end » et en particulier aux défaillances intermittentes des connexions par « ball bonding grid arrays » (BGAs).

Nous donnons quelques exemples significatifs de problèmes rencontrés en développement. La mesure des températures et des contraintes, résolue spatialement ( $<1\mu\text{m}$ ), est une donnée cruciale des composants électroniques et optoélectroniques de puissance : transistors HBTs, PHEMTs, MESFETs et lasers de puissance. Elle conditionne l'architecture des composants en particulier des systèmes de refroidissement, leur poids et par conséquent leur capacité à être embarqués. Après avoir montré les possibilités des moyens conventionnels utilisés ( $\mu$ -photoluminescence,  $\mu$ -Raman, simulation...), nous évaluons une solution possible via la micro-diffraction.

Les lasers de puissance présentent en cours de montage des défauts caractéristiques en forme de V dont l'origine est probablement liée en partie à une relaxation plastique des contraintes emmagasinées au cours des étapes du procédé de fabrication. Une méthode de cartographie globale des contraintes reste à trouver pour améliorer les rendements de fabrication.

Nous donnons ensuite quelques exemples en recherche appliquée. De nombreux composants mettent en jeu des couches d'épaisseur nanométrique, contenant de l'indium. Par exemple, dans le cas des détecteurs IR à multipuits quantiques (QWIPs) dans la gamme 3-  $5\mu\text{m}$ , du fait de la ségrégation de l'indium le nombre d'atome d'indium dans le puits ne suffit plus à la détermination de la longueur d'onde d'absorption, il faut aussi impérativement déterminer la forme du puits. La ségrégation de l'indium est aussi un problème majeur dans l'élaboration des lasers à cascade quantique à partir du système de matériaux InAs/AlSb/GaSb. L'observation des interfaces InGaN/GaN sans formation de nano- clusters d'indium est difficile avec des sondes électroniques même pour des densités de courant de l'ordre de  $100\text{ pA/cm}^2$ , dès lors l'interprétation des propriétés physiques de ces composants est difficile. Un moyen de déterminer l'épaisseur, l'état de contrainte, la nature et la forme des interfaces des matériaux contenant de l'indium devient impératif. La mesure des déformations engendrées par les étapes technologiques ultérieures influent sur les dimensions réelles des couches actives déposées et donc sur les spécifications des dispositifs : la micro-diffraction en faisceau parallèle semble incontournable à la maîtrise des spécifications.

Les MEMS remplacent les anciennes technologies dans un nombre grandissant d'applications. Dans de nombreux cas, la capacité des MEMS à simplifier les procédés de fabrication, par exemple en intégrant senseurs et électronique associée, se traduit par des améliorations immédiates de la durée de vie des produits avant défaillance. Cependant certaines applications défient les limites des performances ultimes des dispositifs et de notre connaissance des phénomènes physiques gouvernant la fiabilité. Au travers de quelques exemples : interrupteurs, capacités accordables, déphaseurs pour applications RF, filtres de Fabry-Pérot accordables en longueur d'onde, nous montrerons l'importance de la mesure des contraintes dans le domaine sub-micronique pour la conception et la fabrication de ces objets.

## Magnetic microsystems Mag-MEMS: basics, integration, fabrication, problems

Orphée Cugat

*Laboratoire d'Electrotechnique de Grenoble, LEG-ENSIEG - BP 46 - 38402 Saint-Martin-d'Hères Cedex*

Micro-electro-mechanical systems MEMS are rapidly pervading the markets, mainly as integrated  $\mu$ -sensors both in high-tech consumer products and industrial processes.

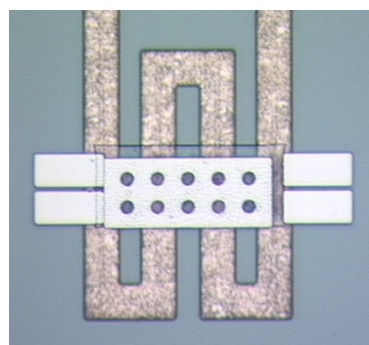
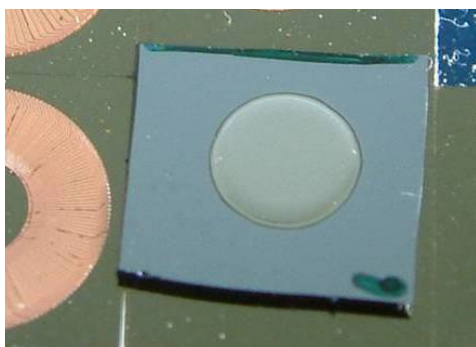
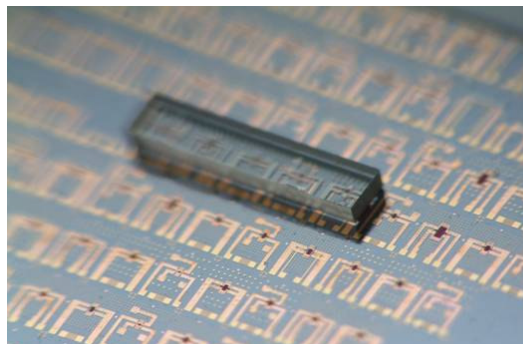
Compared to  $\mu$ -sensors,  $\mu$ -actuators are more complex to build and therefore are less developed at present. Among them, magnetically-actuated microsystems (Mag-MEMS) provide high energy density, both in terms of force and power ; they are also excellent at converting mechanical energy into electricity, acting as  $\mu$ -generators.

The speech will present the following aspects of Mag-MEMS:

- scale reduction laws, which benefit magnetic interactions
- basic elements: magnets, coils, exotic materials
- actuation: current densities, non-conventional activation modes
- examples of prototypes and applications (local and international)

The specific topic of  $\mu$ -stresses will be highlighted all along the presentation:

- thermal stress due to high temperature during deposition process
- thermal stress due to high current density, high thermal gradients during actuation
- exotic materials: magnetostriction, shape-memory alloys...
- electrical contact points
- mechanical deformation & flexion
- shocks, impacts





## Role of microstructure and mechanical stress on IC's interconnect failure under operation.

**Xavier Federspiel**<sup>(a)</sup>, D. Ney<sup>(b)</sup>

(a) Philips Semiconductors, (b) ST Microelectronics, (a),(b) : Crolles 2 Alliance R&D center, 850, rue Jean Monnet, F-38920 Crolles, France

Contact : X. Federspiel, phone : (+33) 4 38922672  
e-mail : xavier.federspiel@philips.com

With increasing integration density and miniaturization, the metal interconnects between transistor device are know a big challenge with respect to IC performance and reliability. Successive use of Aluminum and copper as interconnect material faced several failure modes, which are specific to small scale features. For instance, the nucleation and growth of cavities, or voids, under combined thermal and electrical stress was experienced since the early beginning of microelectronic production [1]. More recent works put into evidence the occurrence of failure under the only effect of temperature, i.e., thermo-elastic stress [2,3].

This presentation will summarize the most significant failure modes that are representing a limiting factor with respect to IC lifetime. The effect of copper/aluminium microstructure and mechanical stress on stress voiding and electromigration failure modes will be discussed.

- [1] Black J. R., "Mass transport of Aluminum by momentum exchange with conducting electrons", IEEE International Reliability Physics Symposium 1997.
- [2] Oshima T., et al, "Suppression of stress induced voiding in copper interconnects", IEEE IITC, 2002.
- [3] Ogawa E.T., et al., "Stress induced Voiding Under Vias Connected to Wide Cu metal leads", IEEE International Reliability Physics Symposium, 2002.