



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers Institute of Technology researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/11603>

#### **To cite this version :**

Souheyla FAKIRI, Alain IOST, Khadidja RAHMOUN, Katir ZIOUCHE, Alex MONTAGNE -  
Caracterisations mecaniques par procede de nanoindentation de couches de silicium poreux  
nanostructurees - 2016

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [scienceouverte@ensam.eu](mailto:scienceouverte@ensam.eu)



## CARACTERISATIONS MECANIQUES PAR PROCEDE DE NANOINDENTATION DE COUCHES DE SILICIUM POREUX NANOSTRUCTUREES

Souheyla Fakiri<sup>1,3</sup>, Alain Iost<sup>2</sup>, Alex Montagne<sup>2</sup>, Khadija Rahmoun<sup>1</sup>, Katir Ziouche<sup>3</sup>

1 : Unité de Recherche Matériaux et Energies Renouvelables, URMER, Université Abou Bekr Belkaid, Pôle Universitaire Imama, B.P. 119, 13000, Tlemcen, Algérie

2 : Laboratoire Mechanics, Surfaces and Materials Processing, MSMP, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 8 Boulevard Louis XIV, CS 50008-59046 Lille Cedex France

3 : Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, UMR CNRS 8520 IEMN-DHS, Avenue Poincaré - B.P. 60069 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex France

### Mots clé

Silicium poreux, porosité, nanoindentation, dureté, module de Young.

### INTRODUCTION

Dans la technologie des semi-conducteurs, le silicium poreux (SiP) trouve un grand intérêt notamment pour ses propriétés thermiques ou même diélectriques qui jouent un rôle important notamment pour la fabrication de microsystèmes ou de micro-capteurs [1]. Le silicium méso poreux, qui nous intéresse, est obtenu par gravure électrochimique de silicium fortement dopé P<sup>++</sup>. La forme microstructurée obtenue a une porosité qui influe fortement sur les propriétés mécaniques de la couche SiP. Pour garantir de bonnes tenues mécaniques, une solution consiste à oxyder la couche de SiP.

### REALISATION ET CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE DU SILICIUM POREUX

De manière générale, le silicium méso poreux est obtenu par gravure électrochimique de silicium fortement dopé P<sup>++</sup> d'épaisseur  $e = 380 \pm 25 \mu\text{m}$  et de résistivité  $\rho \sim 0,01 \Omega \cdot \text{cm}$ , dans un bain à base d'acide fluorhydrique (HF) et d'éthanol. Cette anodisation, est effectuée à l'aide d'une cellule d'anodisation AMMT<sup>®</sup> à double réservoirs [2]. Un système de fixation permet de disposer de façon étanche le wafer entre les deux cuves de sorte que toute la densité de courant électrique le traverse. Les propriétés des couches de silicium obtenues par anodisation (épaisseur, porosité et diamètre des pores) dépendent de la concentration d'HF, de la densité de courant appliquée et du temps d'anodisation. Nous proposons d'étudier les propriétés mécaniques de 4 échantillons obtenus avec différentes densités de courant (20, 40, 60 et 80 mA/cm<sup>2</sup>). L'anodisation a été effectuée à température ambiante dans l'obscurité. La figure 1 présente plusieurs photographies réalisées par microscopie électronique à balayage du SiP après anodisation d'une heure avec une densité de courant 80 mA/cm<sup>2</sup>. Le diamètre moyen des pores est de l'ordre de 15 nm (figure 1.a) et la structuration du silicium méso poreux est colonnaire avec ramification (figure 1.b).

### CARACTERISATION MECANIQUE

La caractérisation des propriétés mécaniques par nanoindentation, dureté et module d'Young, présente une très forte corrélation avec le taux de porosité. Le module varie en fonction de la porosité suivant une relation puissance : [3] (Fig. 2-a) :  $E_p = C E_s \rho^m$  où  $E_p$  et  $E_s$  représentent respectivement le module d'Young du matériau poreux et du matériau massif,  $\rho$  la densité,  $m$  une constante égale à 2 pour une porosité ouverte et  $C$  une constante voisine de 1 [3].

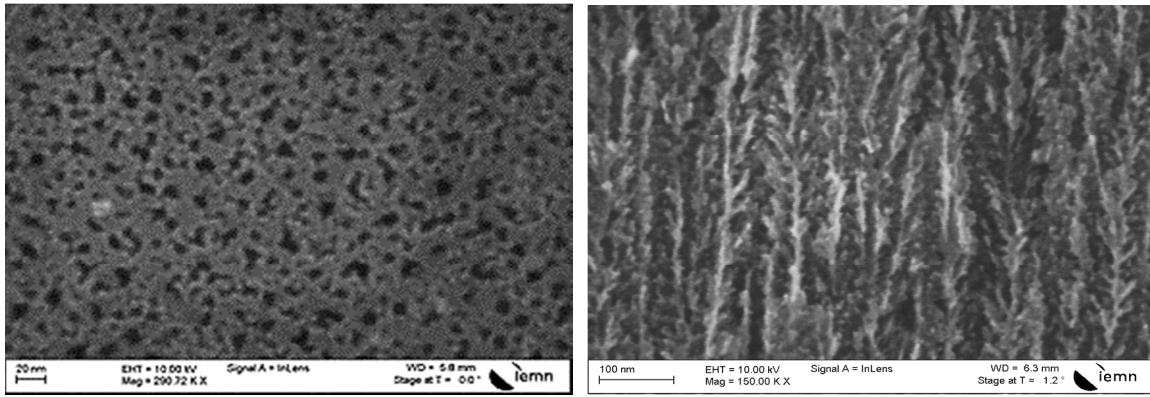


Figure 1 : Microstructure du Silicium à 68% de porosité : surface (gauche) et coupe transverse (droite).

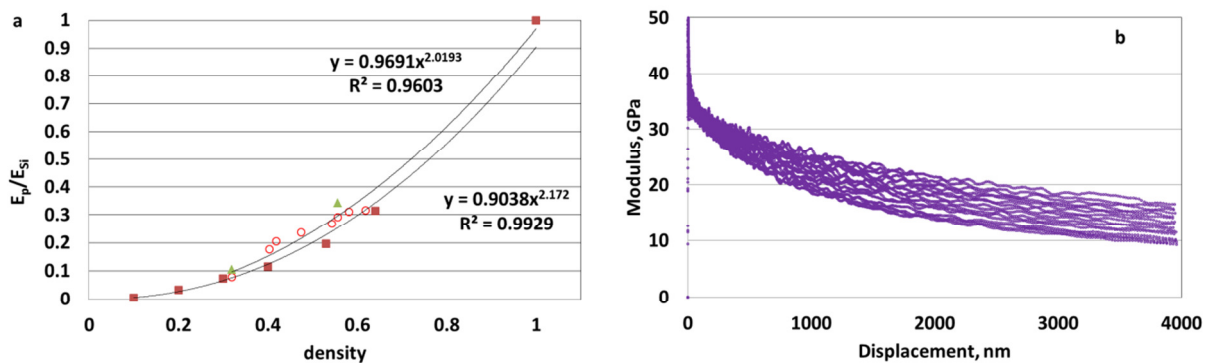


Figure 2 : Variation relative du module d'Young en fonction de la densité (a) (les ronds correspondent à nos résultats, les carrés à ceux de Bellet et al. [4] et les triangles aux matériaux oxydés) et en fonction de la profondeur de pénétration (b) pour le silicium oxydé avec 68 % de porosité

La mesure continue de la raideur (méthode CSM) au cours de la pénétration montre également que les propriétés évoluent avec la profondeur de pénétration, principalement pour les matériaux oxydés. Cela étant d'autant plus marquée que la porosité est importante (Fig. 2-b).

## CONCLUSION

Nous nous sommes intéressés aux propriétés mécaniques de couches de SiP réalisées par gravure électrochimique de silicium fortement dopé  $P^{++}$  dans un bain d'acide fluorhydrique. La mise en œuvre d'une technologie de caractérisation par nanoindentation nous a permis de mesurer la dureté et le module de Young pour différentes porosités. Les résultats montrent une très forte corrélation de ces grandeurs avec le taux de porosité. Ces propriétés évoluent avec la profondeur de pénétration, principalement pour les matériaux oxydés.

## Références

- [1] K. Ziouche, P. Godts, Z. Bougrioua, C. Sion, T. Lasri and D. Leclercq, *Quasi-monolithic heat flux microsensor based on porous silicon boxes*, Sens. Actuator A-Phys., **164**, pages. 35-40, 2010.
- [2] A. Uhler and I. W. Uhler, *Historical perspective on the discovery of porous silicon*, Phys. Stat. Solidi (c), **2** (9), pages 3185- 3187, 2005.
- [3] L. J., Gibson and M.F. Ashby, *Cellular solids: structure and properties*, Cambridge Univ. Press, 1999.
- [4] D. Bellet, P. Lamagnere, A. Vincent, Y. Brechet, *Nanoindentation investigation of the Young's modulus of porous silicon*, Journal of Applied Physics, **80** (7), pages 3772-3776, 1996.