

Détermination des contraintes locales par microdiffraction Kossel

P. Gergaud^{a,**}, R. Pesci^b, S. Berveiller^b

^a CEA-Léti, MINATEC - 17, rue des Martyrs, 38 054 GRENOBLE Cedex 9 -France

^b LPMM, UMR CNRS 7554, ENSAM Metz, 4, rue Augustin Fresnel - Metz Technopôle - 57078 METZ Cedex 3 - France

Abstract - A Kossel microdiffraction experimental set up is under development both inside a Scanning Electron Microscope (SEM) and on a microdiffraction beamline at ESRF. It allows the determination of the crystallographic orientation as well as the inter- and intragranular strains and stresses on the micron scale, using a micrometer spot. We will show the first results obtained on both setup and described the experimental difficulties.

1. Introduction

La détermination des contraintes mécaniques à une échelle de plus en plus locale est aujourd'hui un enjeu essentiel dans les micro et nanotechnologies (stress engineering, fiabilité des composants (stress voiding, électromigration, ...), adhérence des films...) et de manière général dans le développement de matériaux composites. Un effort important au niveau international a été mené pour développer des outils de caractérisation qui permettent de mesurer des champs de déformations avec des résolutions spatiales toujours améliorées. Parmi les techniques toujours en développement mais qui ont déjà montré leur capacité à fournir des informations mécaniques pertinentes, on peut citer : la microdiffraction faisceau blanc, le micro raman, la diffraction électronique en faisceau convergent (CBED), la diffraction X cohérente, l'EBSD... Comme la plupart de ces techniques, la diffraction de Kossel est de principe assez ancien, mais qui retrouve un intérêt avec l'amélioration des outils de mesures et des moyens d'analyses. La méthode proposée a par rapport aux autres techniques précédemment décrites de proposer a priori :

- une très bonne sensibilité sur les déformations : les angles de Bragg mesurés ici sont ceux de la diffraction X (au-delà de 15-20°)
- la possibilité de cartographier les déformations/contraintes et l'orientation des grains simultanément.
- une simplicité d'accès (MEB-FEG avec une caméra CCD) et de préparation (dépôt d'un film de carbone pour les matériaux non conducteurs)
- la possibilité d'instrumenter autour de cet appareillage (mesures sous sollicitation mécanique in-situ, mesures en température, sous champ électrique...)

Ses principales limitations potentielles sont à chercher du côté de la résolution spatiale (qu'on peut estimer de l'ordre du micron à quelques microns (effet de la poire d'interaction)) et le temps de mesure (quelques dizaines de min par point – équivalent à la microdiffraction FB). Le premier point peut être améliorée en effectuant les mesures sur microfaisceau X au synchrotron où des tailles de faisceau de 100 à 50 nm sont attendues sans effet d'interaction.

Enfin, malgré l'ancienneté de cette technique, elle reste jusqu'à présent peu développée, essentiellement à cause de la difficulté que pose le traitement numérique des images (positionnement précis de lignes décrites par des coniques de tous types) associée à une faible intensité des lignes de Kossel et un rapport pic sur fond très faible. Très peu d'équipes dans le monde tentent aujourd'hui de l'exploiter dans la mesure des déformations. On peut principalement citer les travaux actuels menés par l'équipe de Ullrich [1] qui ont été les premiers à montrer son utilisation pour la détermination de contraintes et plus récemment les travaux menés par l'équipe de l'ENSAM de Metz [2].

2. Principe de la méthode et résultats expérimentaux

La technique de microdiffraction Kossel utilise un effet physique découvert par W. Kossel en 1934 : lorsqu'un faisceau focalisé d'électrons (produit par exemple dans un MEB) ou de photons X (d'énergie adaptée) irradie un cristal, il provoque un rayonnement de fluorescence qui peut être diffracté par le cristal cible lui-même. Cette source divergente diffracte alors sur les plans cristallographiques du matériau, formant des cônes de Kossel (figure 1). L'indexation du cliché permet d'obtenir l'orientation de la zone étudiée, les déformations du réseau et, par conséquent, d'en déduire l'état de contraintes. Historiquement, la microdiffraction Kossel a été abandonnée

* GERGAUD Patrice : patrice.gergaud@cea.fr

au profit de l'EBSD, technique qui s'est largement développée et dont l'objectif principal est l'identification des orientations locales. En comparaison, les signaux Kossel sont des rayons X, ce qui en fait la technique privilégiée pour l'analyse de contraintes. Le développement dans le MEB permet un couplage fort entre les observations microstructurales et le comportement mécanique, grâce notamment à des sollicitations in-situ.

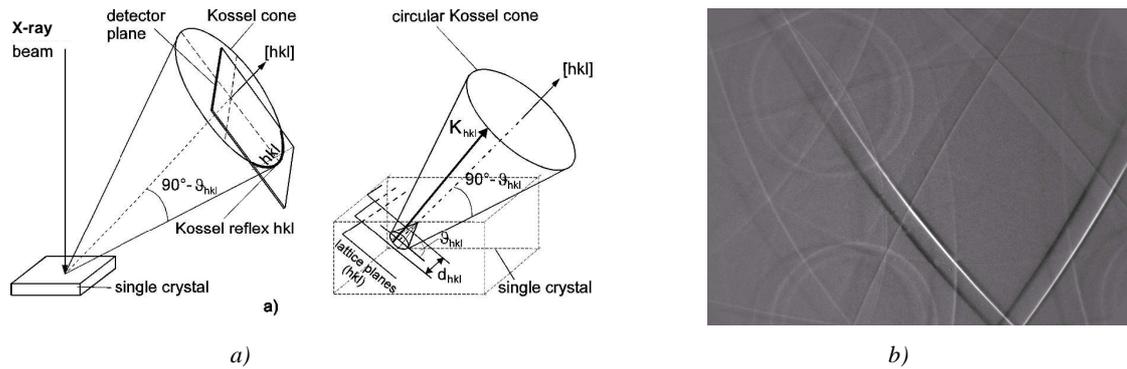


Figure 1 – a) Schéma de principe de la diffraction de Kossel; b) Exemple d'image obtenue sur un polycristal de CuAlBe dans un MEB

Les difficultés liées à l'utilisation de cette technique sont doubles : faible rapport signal/bruit et détermination précise de la position des lignes de Kossel... Cependant, les premiers résultats obtenus en Europe sont prometteurs et l'exposé décrira les moyens mis en œuvre, les premiers résultats, les limitations de la technique et les développements encore nécessaires. Nous montrerons aussi les tous premiers résultats [3] obtenus en microfaisceau ($1 \mu\text{m}^2$) sur la ligne ID13 de l'ESRF sur un film de cuivre de 750 nm d'épaisseur. Ces premiers résultats très encourageants, ouvrent la possibilité d'une application avec une résolution de 100 nm sur des films d'épaisseur équivalente.

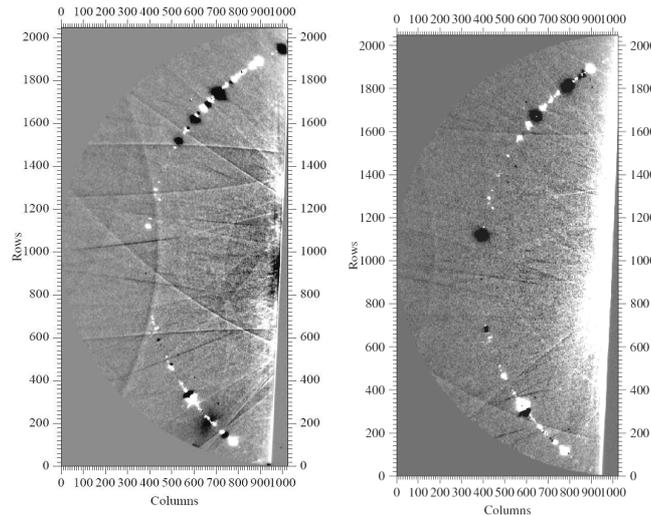


Figure. 2 - Exemples d'images obtenues sur un film de cuivre de 750 nm d'épaisseur et montrant des lignes de Kossel du cuivre mais aussi des lignes de pseudo-Kossel provenant du substrat de silicium (ces lignes sont sur les deux images). Expériences sur ID13 ESRF.

3. Références

- [1] Brechbuhl J., Bauch J. and Ullrich H. -J., Crystal Research and Technology (1999) 34 59.
- [2] Pesci R.; Inal K., Berveiller S., Patoor E., Lecomte J.S. and Eberhardt A., Mater. sci. Forum, **524-25**, (2006), 109-114.
- [3] ESRF Report for the Experiment MA-168 (2007).