



HAL
open science

Intégration de fonctions électroniques émergentes

Etienne Puyoo

► **To cite this version:**

Etienne Puyoo. Intégration de fonctions électroniques émergentes. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Claude Bernard Lyon 1; Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2025. <tel-04993900>

HAL Id: tel-04993900

<https://hal.science/tel-04993900v1>

Submitted on 17 Mar 2025

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.



HAL Authorization

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
et l'Université Claude Bernard LYON I

Intégration de fonctions électroniques émergentes

SPECIALITE : Micro/nano-électronique

Par

Etienne PUYOO

Soutenue le 11/03/2025 devant la Commission d'examen

BOCQUET Marc	Professeur	Aix-Marseille Université	Rapporteur
GRISOLIA Jérémie	Professeur	INSA de Toulouse	Rapporteur
JOUBERT Pierre-Yves	Professeur	Université Paris-Saclay	Rapporteur
BELLET Daniel	Professeur	Grenoble INP - PHELMA	Examineur
CALMON Francis	Professeur	INSA de Lyon	Examineur
FERRIGNO Rosaria	Professeur	Université Claude Bernard Lyon 1	Examinatrice

Table des matières

Préambule	3
Chapitre 1 : Résumé de carrière	5
1. Curriculum Vitae	7
2. Activités d'enseignement	9
1. Enseignements dispensés à l'INSA de Lyon	9
2. Responsabilités et tâches collectives	11
3. Activités pédagogiques à l'étranger	12
3. Activités de recherche	13
1. Synthèse des activités de recherche	13
2. Encadrement doctoral	15
3. Responsabilités scientifiques	16
4. Diffusion des travaux	19
5. Liste de publications	20
Chapitre 2 : Transistors à un électron	25
1. Procédé de nano-oxydation par microscopie à force atomique	27
1. Etalonnage du procédé de nano-oxydation	27
2. Etude d'un phénomène d'électro-migration	30
2. Procédé « tout ALD »	35
1. Croissance d'îlots de Pt par ALD	35
2. Etude du transport électronique au sein de structures multi-îlots	36
3. Caractérisation de transistors fonctionnels	41
Chapitre 3 : Capteurs piézorésistifs flexibles	45
1. Transducteurs à nanoparticules	47
2. Transducteurs à effet piézo-tunnel	51
1. Etude physique et optimisation du transducteur	51
2. Intégration d'un capteur sur support plastique	55
3. Transducteurs à nano-fissure	57
1. Ingénierie de fissure à l'échelle nanométrique	57
2. Développement d'un système de prise de pouls radial	59
Chapitre 4 : Dispositifs mémoire et sélecteur	65
1. Intégration de dispositifs CBRAM sur substrat souple	67
2. Caractérisation thermique in situ de dispositifs mémoire et sélecteur	72
1. Caractérisation de dispositifs CBRAM	73
2. Caractérisation de dispositifs NDR	75
Bilan personnel et perspectives	81
Références bibliographiques	85

Préambule

Ce manuscrit expose une sélection des travaux que j'ai pu entreprendre depuis l'automne 2012, à l'occasion de mon arrivée au sein de l'équipe Electronique de l'INL. De façon générale, l'ensemble de mes activités de recherche s'articule autour de l'intégration de fonctions microélectroniques émergentes. Au démarrage de mes activités en 2012, le secteur de la recherche en microélectronique venait d'amorcer une structuration pour permettre à l'industrie de continuer à innover face aux contraintes économiques (coût croissant de fabrication) et physique (dissipation thermique, fuites de courant, efficacité énergétique) imposées par la miniaturisation continue des transistors. L'idée de la stratégie proposée à l'époque n'était pas de sortir de la loi de Moore mais plutôt de la compléter en diversifiant les possibilités technologiques et fonctionnelles. Comme illustré dans la figure ci-dessous, inspirée d'un graphique présenté dans le rapport de l'ITRS de 2011 (International Technology Roadmap for Semiconductors), trois approches de recherche étaient programmées pour la décennie suivante :

- l'approche « More Moore » qui vise à poursuivre les efforts de miniaturisation de la taille des transistors CMOS dans la lignée de la loi de Moore,
- l'approche « Beyond CMOS » qui fait référence à des technologies logiques alternatives au transistor CMOS, reposant sur des nouveaux matériaux (nanotubes, nanofils, matériaux 2D), de nouveaux concepts physiques (transistors à un électron, tunnel FET) et de nouveaux paradigmes (circuits neuromorphiques, ordinateur quantique) pour le développement de systèmes plus performants en terme de vitesse de calcul et/ou de consommation énergétique,
- l'approche « More than Moore » qui vise à améliorer les performances globales d'une puce en y intégrant de nouvelles fonctions sans se préoccuper de la réduction de taille des composants. L'accent est généralement mis sur l'hétéro-intégration pour combiner des capacités de calcul numérique avec des fonctionnalités de détection, d'actionnement, de communication ou même de stockage d'énergie.

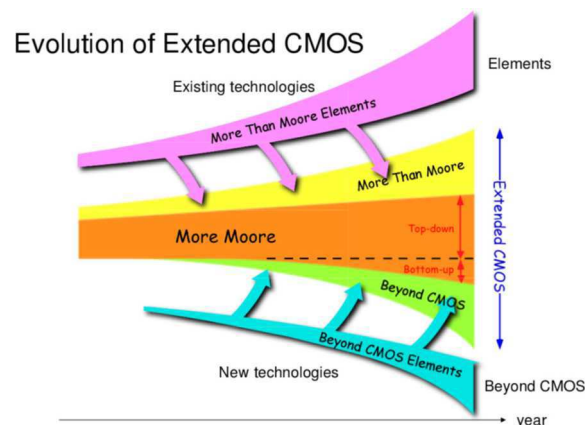


Figure 1 : Illustration synthétique de la feuille de route proposée en 2011 par l'ITRS pour le secteur de la recherche en microélectronique (<https://www.semiconductors.org/resources/2011-international-technology-roadmap-for-semiconductors-itsr/>)

Dans ce contexte, mes activités de recherche se sont intéressées à l'intégration de différentes technologies de dispositifs émergents de la microélectronique relevant à la fois des approches « Beyond CMOS » et « More than Moore ». Ce manuscrit qui s'organise selon quatre parties distinctes présente de manière chronologique l'évolution de mes travaux de recherche au cours des douze dernières années.

Dans un premier temps, je présente un résumé de mes activités d'enseignement et de recherche réalisées au sein de mon établissement de rattachement, l'INSA de Lyon. Ce premier chapitre me permet notamment d'introduire les différents modules d'enseignements dispensés dans la discipline physique au sein du département FIMI (pour Formation Initiale aux Métiers de l'Ingénieur), de faire un état des lieux des responsabilités et tâches collectives auxquelles j'ai participé dans le cadre de mes fonctions d'enseignant, et de présenter mon implication dans le cadre de missions pour le groupe INSA à l'étranger (Maroc et Côte d'Ivoire). Ce premier chapitre expose également une synthèse de mes activités de recherche, des encadrements doctoraux et des différents projets auxquels j'ai participé.

Le deuxième chapitre du mémoire s'intéresse spécifiquement aux travaux de recherche réalisés sur la thématique des transistors à un électron. Le transistor à un électron est un composant émergent qui a été introduit dans les roadmaps de l'ITRS dans le cadre de l'approche « Beyond CMOS » pour sa très faible consommation énergétique. Ces travaux ont été développés à l'INL dans le cadre de deux thèses de doctorat (Nicolas Guillaume et Daniel Thomas) que j'ai eu le plaisir d'encadrer entre 2012 et 2017.

Le troisième chapitre présente les différents développements qui ont été mis en œuvre au laboratoire à partir de 2015 pour aboutir à l'intégration de capteurs à transduction piézorésistive dans le cadre d'un rapprochement des axes « nanoélectronique » et « microsystèmes » de l'équipe électronique. Les travaux présentés dans ce chapitre s'inscrivent dans la démarche « More than Moore » en proposant le développement de procédés éprouvés par l'industrie microélectronique (ALD, PVD) pour des applications post-CMOS, et également dans le domaine de l'électronique flexible. Une partie de ces activités a été réalisée dans le cadre des thèses de Rémi Rafael et de Nicolas De Pinho Ferreira.










Le quatrième et ultime chapitre de ce mémoire est dédié à l'intégration de dispositifs memristifs pour des applications mémoire et sélecteur. Une première partie s'intéresse aux principaux résultats obtenus dans le cadre de la thèse de Prabir Mahato sur l'intégration de points mémoires CBRAM à base de POE (Poly-oxyde d'éthylène). La deuxième partie dévoile deux techniques d'imagerie thermique operando qui ont été mises en œuvre pour étudier des composants CBRAM sur substrat flexible élaborés en interne à l'INL, et également des composants à résistance différentielle négative (NDR, pour Negative Differential Resistance) fabriqués par un partenaire Australien basé à l'ANU (Australian National University) à Canberra.

Ce mémoire se termine par une section courte qui dresse un bilan personnel de mes activités et propose des perspectives de travail à court et moyen terme.

Chapitre 1 : Résumé de carrière

1. Curriculum Vitae	7
2. Activités d'enseignement.....	9
1. Enseignements dispensés à l'INSA de Lyon.....	9
2. Responsabilités et tâches collectives.....	11
3. Activités pédagogiques à l'étranger	12
3. Activités de recherche	13
1. Synthèse des activités de recherche	13
2. Encadrement doctoral.....	15
3. Responsabilités scientifiques.....	16
4. Diffusion des travaux	19
5. Liste de publications	20

1. Curriculum Vitae

Formation	<p>Jun 2007</p> <p>Master de Physique - Université Bordeaux 1, France Spécialité « LASER, Matière & Nanosciences »</p> 
	<p> 2006 - CREOL, University of Central Florida, Orlando (stage de 4 mois) « Development of a reliable and cost-effective autocorrelator for ultrafast light pulses characterization »</p> <p> 2007 - CPMOH, Université Bordeaux 1, Talence (stage de 6 mois) « Imagerie thermique de composants microélectroniques en fonctionnement »</p>
Carrière	<p>Novembre 2010</p> <p>Doctorat, Université Bordeaux 1, France Ecole doctorale : « Sciences Physiques de l'Ingénieur »</p> 
	<p> 2007-2010 -CEA-LITEN (Encadrante : E.Rouvière – CEA Grenoble) & CPMOH (Directeur de thèse : S.Dilhaire – Université Bordeaux1) « Caractérisation thermique de nanofils de silicium pour des applications à la thermoélectricité » ⇒ Elaboration de dispositifs de test à base de nanofils de Si et SiGe (LITEN) ⇒ Caractérisation des dispositifs par une technique de SThM (CPMOH)</p>
	<p>Décembre 2010 à Aout 2012</p> <p>Stage Post-doctoral - Grenoble INP, France</p> 
	<p> 2010-2012 - LMGP (Encadrant : D.Bellet – Grenoble INP) dans le cadre du programme ANR ASYSCOL « Développement de cellules solaires à base de nanostructures en ZnO » ⇒ Croissance et intégration de nanofils et de nanoparticules de ZnO ⇒ Caractérisation de cellules solaires par spectroscopie d'impédance</p>
	<p>Depuis Septembre 2012</p> <p>Maître de Conférences – INSA de Lyon, France</p> 
	<p> Activités de recherche au sein de l'équipe Dispositifs Electroniques de l'INL</p> <p>⇒ Projets en tant que coordonnateur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 2024 : International Research Project NEUROSENSOR Support : 75k€ - Durée : 5 ans – Collaboration : Research School of Physics of the Australian National University (Canberra, Australie). - 2018 : BQR interne INL Support : 8,2k€ - Durée : 1 an – Collaboration : Equipe Capteurs Biomédicaux (INL) - 2015 : BQR INSA Lyon Support : 36k€ - Durée : 2 ans – Collaboration : MATEIS (UMR 5510) - 2014 : FRAMA (Fédération de Recherche André Marie Ampère) Support : 7k€ - Durée : 1 an – Collaboration : ILM (UMR 5306) et LGL (UMR5276) <p>⇒ Projets en tant que partenaire :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 2024 : Projet Shape-Med@Lyon VERTIGE Support : 397 k€ - Durée : 4 ans – Collaboration : MATEIS, HCL et LVA. - 2022 : Projet M-ERA.NET NanOx4EStor Support : 643 k€ - Durée : 3 ans – Collaboration : Uminho (Portugal) et NIMS (Roumanie). - 2021 : Projet BQR interne INL Support : 8k€ - Durée : 1 an - 2019 : Projet ANR VISIONs Support : 657 k€ - Durée : 4 ans – Collaboration : ILM (UMR 5306), INSP (UMR 7588), LMA (USR 3264), LPENSL (UMR 5672) et Navier (UMR 8205) <p>Thèses encadrées :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 2012/2015 : Nicolas Guillaume « Vers la réalisation de composants nanoélectroniques métalliques par anodisation localisée par AFM » - 2014/2017 : Daniel Thomas « Réalisation de transistors à un électron par encapsulation d'îlots nanométriques de platine dans une matrice diélectrique en utilisant un procédé ALD » - 2015/2018 : Rémi Rafaël « Intégration de jauges piézorésistives à effet tunnel pour la réalisation de micro-capteurs MEMS à haute sensibilité » - 2017/2020 : Prabir Mahato « Etude et développement de mémoires résistives pour l'électronique flexible » <p>Activités d'enseignement au sein du département FIMI de l'INSA Lyon Cours, Travaux Dirigés et Travaux Pratiques en physique générale (électricité, optique and mécanique).</p>

Les principales étapes de ma carrière sont présentées chronologiquement dans le court CV en page précédente. Comme indiqué dans ce document, j'ai débuté ma carrière par une thèse de doctorat co-financée par la Région Aquitaine et le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) dans le cadre d'un projet entre le laboratoire du CPMOH (UMR 5798) et le CEA Liten. L'objectif de ma thèse était de développer une technique de mesure de conductivité thermique de nanofils de silicium individuels pour des applications à la conversion d'énergie thermoélectrique. Cette première expérience de recherche m'a permis de développer des compétences dans le domaine des nanotechnologies et plus particulièrement de l'intégration de nanodispositifs de test et de la métrologie thermique par SThM (en anglais, Scanning Thermal Microscopy). J'ai également eu l'opportunité au cours de ma thèse d'assurer des enseignements au niveau L1 en tant qu'intervenant sur des travaux pratiques de physique (IUT Mesures Physiques, Université Bordeaux 1) et au niveau M2 dans le cadre d'un cours d'introduction à la microscopie à force atomique (Master Pro « Sciences et Technologies », Université Bordeaux 1).

J'ai poursuivi ma carrière par un stage post-doctoral au LMGP à Grenoble (UMR 5628), financé dans le cadre d'un projet ANR intitulé ASYSCOL, pour Approche Systémique pour le développement de Cellules Solaires à Colorants. Cette seconde expérience de recherche m'a permis de me perfectionner dans le domaine de l'intégration de dispositifs à base de nanomatériaux (nanofils et nanoparticules de ZnO) avec le développement de dispositifs photovoltaïques complets, présentant des rendements de conversion à l'état de l'art. J'ai également eu l'opportunité de compléter mes compétences en développement instrumental avec la prise en main de techniques de caractérisation électro-optique (mesures courant-tension et spectroscopie d'impédance sous éclairage). Au cours de ce contrat post-doctoral, j'ai également réalisé des vacances en enseignement au sein de l'école d'ingénieur PHELMA (Grenoble INP) avec la dispense de travaux pratiques de physique en niveau L3 et dans le cadre d'un cours d'introduction au photovoltaïque en niveau M2.

Depuis ma nomination au poste de Maître de Conférences en 63ème section à l'INSA de Lyon en septembre 2012, j'effectue mes activités de recherche au sein de l'équipe Electronique de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon (INL, UMR 5270). L'INL est un laboratoire qui comporte 5 tutelles : le CNRS, l'INSA de Lyon, l'école Centrale de Lyon, l'Université Claude Bernard et CPE Lyon. Ses missions principales s'articulent autour du développement de recherches technologiques multidisciplinaires dans le domaine des micro-nanotechnologies et de leurs applications (technologies de l'information, technologies du vivant et de la santé, énergie et environnement). Les activités que je mène au sein du laboratoire s'organisent plus particulièrement autour de l'intégration de fonctions émergentes pour des applications en électronique back-end et en électronique flexible. Dans ce contexte, j'ai eu l'opportunité d'encadrer officiellement quatre thèses de doctorat et ai participé à huit projets financés dont quatre en tant que coordinateur. Mes activités de recherche sont présentées plus en détail dans la section 3 de ce chapitre.

2. Activités d'enseignement

1. Enseignements dispensés à l'INSA de Lyon

L'INSA de Lyon est une école généraliste qui propose une formation d'ingénieur d'une durée de cinq ans. Depuis ma nomination en septembre 2012, j'effectue la majeure partie de mes enseignements dans la discipline Physique au sein du département du 1er cycle (rebaptisé FIMI en 2018, pour Formation Initiale aux Métiers de l'Ingénieur). Le département FIMI constitue une passerelle d'une durée de 2 ans, pour accompagner les étudiants du lycée vers les départements de spécialité. Le département FIMI accueille environ 1700 étudiants répartis dans 7 filières de formation (filière Classique, 4 filières internationales, Sportifs de Haut Niveau et Formation Active en Science). L'objectif commun de ces différentes filières du département FIMI est de proposer une formation générale dans des domaines fondamentaux tels que les mathématiques, la physique, la chimie, la mécanique, l'informatique, la conception, la production et les sciences humaines.

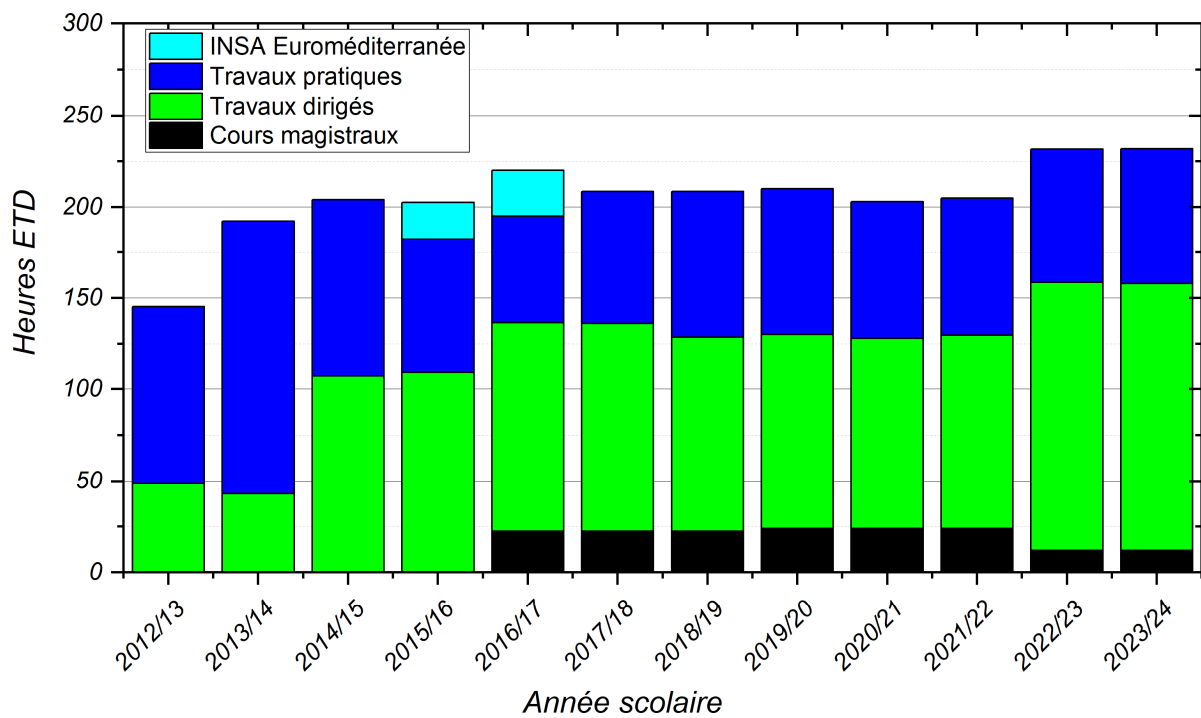


Figure 1.1 : Synthèse du service d'enseignement dans la discipline Physique

La figure 1.1 présente une synthèse de mon service d'enseignement effectué par année scolaire sur les différents modules « Cours Magistraux » (CM), « Travaux Dirigés » (TD) et « Travaux Pratiques » (TP) depuis ma nomination en septembre 2012. Actuellement, j'effectue en moyenne 220 heures équivalent TD (ETD) par année scolaire dans la discipline Physique, principalement en première année de la filière classique du département FIMI. Les thématiques enseignées sont l'optique, l'électrocinétique, la mécanique et l'électromagnétisme. Un descriptif détaillé de mes enseignements est proposé dans la section suivante.

- **Présentation des différents modules d'enseignement :**

La première année de la filière classique du département FIMI accueille chaque année environ 500 étudiants qui sont répartis dans 5 lanières de 100 étudiants. Ces 5 lanières de 100 étudiants sont elles-mêmes subdivisées en 4 groupes de 25 élèves. Dans la discipline Physique, les séances de CM sont dispensées par lanière (groupe de 100 étudiants) alors que les TD et séances mixtes de TP/TD sont dispensées par groupe de 25 élèves. Actuellement, mon service comprend l'encadrement d'un groupe de 25 élèves sur une année scolaire complète pour la partie TD et TP/TD et d'une lanière pour un CM de Mécanique qui occupe la moitié d'un semestre. Le programme de Physique de première année comprend 5 modules différents répartis sur deux semestres. Chacun de ces 5 modules intègre des séances de CM, TD et TP.

Le premier semestre de la discipline Physique démarre avec un module d'optique (5h de CM, 9,5h de TD et 9h de TPTD) au cours duquel sont abordées des notions élémentaires relatives à la nature ondulatoire et corpusculaire de la lumière, aux systèmes optiques (notions d'objet et d'image, lentilles minces sphériques, miroirs) et aux instruments d'optiques (doublets de lentilles, œil humain, aberrations...). Puis le semestre se poursuit avec un module « Mesure » (3h de CM, 5h de TD et 9h de TP/TD) dédié aux unités, dimensions et incertitudes (par encadrement et traitement statistique). Le semestre 1 se termine par un module d'électrocinétique (8h de CM, 24h de TD et 12h de TP/TD) au cours duquel sont abordées des notions relatives aux grandeurs électriques et dipôles (charge, courant, tension, puissance, dipôles passifs, actifs, linéaires et non linéaires), aux circuits en régime continu (lois de Kirchhoff, transfiguration de réseaux, bilan de puissance), aux circuits en régime transitoire (effets capacitif et inductif d'ordre 1, bilan de puissance) et aux circuits en régime sinusoïdal forcé (impédances complexes, représentation de Fresnel, filtres électroniques, puissance active).

Le second semestre de la discipline Physique comprend uniquement deux modules : un module de mécanique (15h de CM, 29,5h de TD, 12h de TP/TD et 3h de TP) et un module d'électromagnétisme (11h de CM, 26,5h de TD, 3h de TP/TD et 6h de TP). Le module de mécanique couvre les domaines de la cinématique (notions de référentiel, de bases de coordonnées, études de mouvement simples, vecteurs position, vitesse et accélération), de la dynamique du point (lois de Newton, théorèmes énergétiques), de la statique du solide et des fluides (notions de moment d'une force, principe fondamental de la statique, forces pressantes et poussée d'Archimède), et enfin de la dynamique des solides (théorème du moment cinétique appliqué au solide en rotation, oscillations libres et forcées). Le module d'électromagnétisme propose trois chapitres principaux dédiés respectivement à l'étude de champs statiques (électrique et magnétique), aux forces électromagnétiques (Lorentz et Laplace) et à l'induction électromagnétique (induction statique et motionnelle).

Les étudiants sont évalués au contrôle continu. Trois interrogations écrites courtes (épreuve d'une durée de 1h30) et une interrogation longue de fin de semestre (épreuve d'une durée de 3h) sont proposées par semestre. Des questionnaires à choix multiples obligatoires et notés sont également proposés toutes les deux semaines sur la plateforme interactive Moodle du département FIMI. Les TP sont évalués au cours de deux manipulations de synthèse prévues à la fin de chaque semestre. Un compte-rendu d'expérience noté est également demandé au second semestre. Des séances de soutien en petit groupe sont également prévues au fil de l'eau toute l'année pour les élèves identifiés comme en difficulté dans la discipline Physique.

- Supports vidéo développés dans le cadre de l'enseignement à distance :

Durant, les deux années scolaires 2019/20 et 2020/21, les pratiques pédagogiques ont été fortement chamboulées par les restrictions sanitaires. Le passage du tout présentiel au tout distanciel m'a permis de découvrir de nouvelles pratiques (enseignement à distance, classe inversée...) et m'a conduit à développer de nouvelles activités qui ont été reprises par plusieurs enseignants de ma discipline. En voici quelques exemples :

- Travaux pratiques à distance :

Activité champ magnétique terrestre (<https://youtu.be/uqwE1DtTg8>) : cette vidéo propose de mesurer l'intensité et l'inclinaison du champ magnétique terrestre à notre latitude avec un smartphone. Les mesures réalisées par une centaine d'étudiants confinés chez eux sur tout le territoire français et également à l'étranger (Afrique du nord, Asie et Amérique du sud) ont été recensées sur un document partagé en ligne et exploitées pour identifier les variations du champ magnétique terrestre sur la surface du globe. Au-delà de l'intérêt pédagogique, cette activité a permis de renforcer les liens entre les étudiants qui se sont retrouvés éloignés géographiquement pendant le confinement.

Activité pendule de torsion (<https://youtu.be/XL20ntJMOaw>) : exploitation d'un support vidéo pour déterminer la période d'oscillation, le couple de torsion et le coefficient d'amortissement d'un pendule de torsion.

TP Oscilloscope (<https://youtu.be/tBjVo0hM7Kg>) : vidéo introductive présentant le matériel utilisé et les objectifs d'une séance de TP.

- Exemple de support utilisé en classe inversée :

Cours de dynamique des mouvements simples du solide (https://youtu.be/pYz_NkC5qNc).

2. Responsabilités et tâches collectives

Responsable du TP/TD Mesures à l'oscilloscope : formation des enseignants, coordination de l'installation/rangement du matériel dans trois salles soit 36 bancs, évolution de l'énoncé et du corrigé.

Enseignant référent pour les stages de découverte de l'entreprise : suivi de 4 à 8 élèves par an en stage d'observation d'un mois en entreprise pendant la période estivale.

Participation active en 2021/22 à deux groupes de travail (GT TP et GT Mécanique) en charge d'appliquer la réforme de première année visant à modifier le programme de physique pour la rentrée 2022/23. Cette réforme résulte notamment de l'introduction de nouveaux modules d'enseignement (numérique et DDRS) dans la maquette du département FIMI.

Participation active en 2019/20 à la réforme d'évaluation par compétence des travaux pratiques de physique.

Participation en 2019/2020 aux enseignements d'une lanterne expérimentale visant à introduire des outils numériques (Matlab) au sein des enseignements de physique de première année.

Participation active en 2018/2019 à la réforme de 2^{ème} année « chantier onde » avec la réadaptation du TP « Cordes » sous un nouveau format de type TP/TD.

Rédaction et test d'interrogations écrites (généralement deux sujets par an).

Participation aux commissions préparatoires de jury de fin d'année (la première année est probatoire).

3. Activités pédagogiques à l'étranger

- **Partenariat avec le Maroc :**

En 2015, le groupe INSA et l'Université Euro-Méditerranéenne de Fès (UEMF) s'unissaient autour d'un projet de formation commun visant à délivrer un diplôme d'ingénieur reconnu par les organismes d'accréditation Français (Commission des titres d'ingénieur) et Marocain (Commission Nationale de Coordination de l'Enseignement Supérieur). Cette union a donné naissance à l'INSA EuroMéditerranée qui devenait la toute première école d'ingénieur du groupe INSA à être basée hors du territoire français. Cette école, intégrée à l'UEMF, a ouvert ses portes au Maroc à la rentrée scolaire 2015/2016.

Suite à un appel à volontariat, je me suis engagé en 2015 auprès du Directeur de la Formation pour participer à la préparation des enseignements de physique de la toute première promotion de l'INSA EuroMéditerranée. Dans ce cadre, j'ai participé depuis la France, puis plus tard sur place au Maroc, à l'élaboration de sujets de Travaux Dirigés et au montage d'expériences de Travaux Pratiques intégrés aux modules « Electromagnétisme » et « Mécanique » de première année. J'ai également eu l'opportunité de dispenser des enseignements sur place, à Fès, au cours de deux missions d'enseignement à l'automne 2015 et au printemps 2017. Cette expérience enrichissante m'a permis d'ouvrir mes enseignements à de nouveaux publics (principalement des étudiants marocains et d'Afrique sub-saharienne) possédant une culture et un bagage théorique différent des étudiants de l'INSA de Lyon. Cette expérience m'a également permis d'interagir et d'échanger avec des enseignants d'autres établissements du groupe INSA sur nos pratiques pédagogiques.

- **Partenariat avec la Côte d'Ivoire :**

L'INSA de Lyon a signé en juillet 2023 une convention de partenariat avec le Ministère de l'enseignement technique, de la formation professionnelle et de l'apprentissage de Côte d'Ivoire. Dans le cadre de ce partenariat, l'INSA de Lyon s'est engagé dans un programme d'une durée de trois ans visant à accompagner la création de classes préparatoires scientifiques, option Technologie et Sciences Industrielles (TSI) au sein du Lycée technique d'Abidjan.

Suite à un appel à volontaires lancé par la direction du département FIMI, je me suis engagé en janvier 2024 pour participer à cet accompagnement dans le cadre de la discipline physique. Cette mission d'accompagnement consiste principalement à partager des ressources pédagogiques (Polycopié de cours, TD, TP, semainiers, corrigés, sujet d'évaluations, annales), et à animer régulièrement des réunions d'avancement avec les enseignants de physique ivoiriens. Le programme de formation développé dans les classes préparatoires TSI 1 et 2 est directement calqué sur le programme dispensé au FIMI à Lyon. L'un des objectifs est d'arriver

à terme à synchroniser les évaluations des étudiants Lyonnais et Abidjanais, sur les mêmes sujets d'interrogation.

Au travers de cette mission, j'ai eu l'opportunité en juin 2024 d'effectuer un séjour de dix jours sur place à Abidjan pour participer au montage de la plateforme de TP de physique de 1^{ère} année. Cette expérience s'est avérée extrêmement riche et intéressante. Avec l'aide d'un collègue physicien du FIMI, nous avons réceptionné du matériel d'électricité et de mécanique qui avait été commandé au préalable, et avons monté dans la foulée seize séquences de TP de 2h, couvrant tout le programme de 1^{ère} année. Au cours de cette semaine intense, nous avons formé nos deux collègues ivoiriens à l'utilisation des différents montages et avons encadré en fin de semaine une séance de TP avec les étudiants de première année (figure 1.2). Ce programme d'accompagnement suit actuellement son cours avec le montage de la formation de deuxième année.

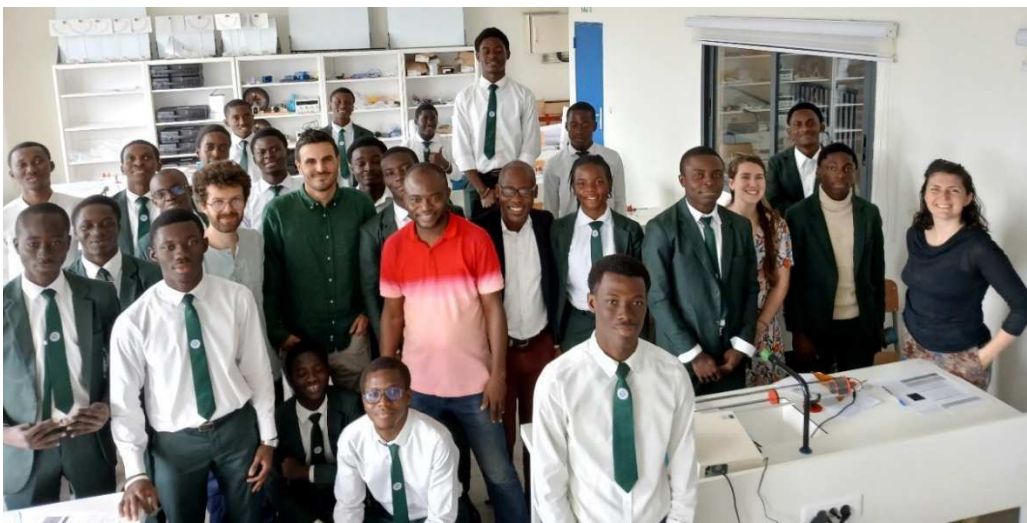


Figure 1.2 : Photographie en salle de TP de la première promotion de la prépa TSI du Lycée technique d'Abidjan.

3. Activités de recherche

1. Synthèse des activités de recherche

Lors de ma nomination en septembre 2012, j'ai rejoint les activités de l'équipe Electronique concernant le développement de composants mono-électroniques, dont l'élément de base est le transistor à un électron (en anglais SET, pour Single Electron Transistor). Ces activités autour de la mono-électronique ont formellement débuté dans l'équipe Electronique en 2010 avec le démarrage du projet ANR SEDIMOS (en anglais, Single Electron Device Integration on CMOS technology) en collaboration avec l'Université de Sherbrooke. Dans le cadre de ce projet, l'équipe intervenait principalement en support de caractérisation et de modélisation sur la technologie nano-damascène développée à l'Université de Sherbrooke. Très rapidement, l'équipe a souhaité prendre de l'indépendance en développant sa propre technologie à l'INL. Ceci s'est traduit par le démarrage d'un projet BQR porté par Martine Le Berre (Maître de Conférences à l'INSA) en janvier 2012 et d'une thèse ministérielle en novembre 2012 (thèse

de Nicolas Guillaume). L'ouverture de mon poste répondait à un besoin humain dans le cadre de ces différents projets de recherche. Dès mon arrivée, j'ai donc œuvré à la mise en place de différentes briques technologiques nécessaires au développement de composants mono-électroniques. Plus spécifiquement, dans le cadre du projet BQR et de l'encadrement de la thèse de Nicolas Guillaume, j'ai pris en main le démarrage d'activités sur la nano-oxydation par microscopie à force atomique (en anglais AFM, pour Atomic Force Microscopy). L'oxydation localisée par AFM est une technique d'écriture directe qui permet un prototypage rapide de nano-composants. Cette technique est adaptée à la réalisation de jonctions tunnels et d'îlots métalliques, éléments de base du transistor à un électron. Nous nous sommes alors intéressés aux phénomènes de transport électronique au sein de jonctions MOM (métal/oxyde/métal) élaborées par cette technique de nano-oxydation. Dans le cadre d'un projet financé par la FRAMA (Fédération de Recherche André Marie Ampère), nous avons pu mettre en évidence un phénomène d'électromigration intervenant dans ces jonctions sous atmosphère humide. Ces travaux ont été valorisés au travers de présentations d'affiches au cours de 2 conférences nationales et d'une conférence européenne (EUROMAT 2013 – Séville), d'un oral avec actes récompensé par le prix du meilleur papier dans une conférence internationale (ICQNM 2013 – Barcelone) [29], d'une conférence invitée internationale (EMN meeting 2016 – Prague) et d'un article de revue internationale à comité de lecture [12].

Toujours sur la thématique des transistors à un électron, j'ai entrepris par la suite le développement d'une voie de fabrication alternative. Plutôt que de réaliser les jonctions tunnels par oxydation localisée, j'ai proposé d'utiliser un équipement d'ALD (en anglais, Atomic Layer Deposition) qui permet de déposer des couches minces de diélectrique couche atomique par couche atomique. Cette nouvelle approche a été développée dans le cadre d'un projet BQR (NANOGAP) en collaboration avec le laboratoire MATEIS et dans le cadre de la thèse de Daniel Thomas qui a démarré en novembre 2014. Dans le cadre de ces deux projets, nous avons abouti au développement d'une filière de fabrication à petit échelle de SETs multi-îlots fonctionnant à basse température (<170K). L'originalité de ces travaux réside dans le fait que nous avons démontré la faisabilité d'un procédé « tout ALD » pour la croissance des îlots métalliques et de la matrice diélectrique. Ces travaux ont été valorisés au travers de la présentation d'une affiche au cours d'une conférence internationale, de 2 oraux dans des conférences nationales, de 4 oraux dans des conférences internationales dont un prix de la meilleure présentation, et de 2 articles de revue internationale à comité de lecture [10, 11].

A partir de 2014/2015, dans le cadre d'un rapprochement des axes « nanoélectronique » et « mécanique des microsystèmes » de l'équipe DE, je me suis intéressé au développement de fonctions capteur en électronique flexible. J'ai tout d'abord développé en collaboration avec Christophe Malhaire (MCF dans l'équipe électronique) différentes approches de transduction piézorésistive. Dans le cadre de la thèse de Rémi Rafael qui a démarré en octobre 2015, nous avons tout d'abord démontré la faisabilité de jauges de contraintes à effet piézo-tunnel en utilisant des jonctions tunnel MOM élaborées par ALD. L'ALD a ici un double intérêt : accès à un contrôle extrêmement précis de l'épaisseur des jonctions tunnels (de l'ordre de 10nm) et à une température de dépôt inférieure à 200°C permettant d'intégrer les transducteurs sur substrat polymère flexible. Par la suite, toujours sur la thématique des capteurs piézorésistifs flexibles, nous nous sommes intéressés aux transducteurs à nanoparticules métalliques en ré-exploitant les matériaux qui avait été développés dans le cadre de la thèse de Daniel Thomas sur les transistors à un électron. Plus récemment, nous avons démarré des activités portant sur les

transducteurs à nano-fissure qui présentent actuellement des sensibilités records. Grâce à cette dernière technologie de transducteur ultra-sensible, nous avons développé dans le cadre d'un projet BQR (en collaboration avec l'équipe Capteurs Biomédicaux de l'INL) un capteur de prise de pouls radial communiquant sans fil avec une interface logicielle. L'idée de ce projet était de valoriser les compétences et savoir-faire du laboratoire qui couvrent toute la chaîne de valeur, allant du matériau jusqu'au système. L'ensemble de ces travaux sur les capteurs piézorésistifs flexibles ont été valorisés au travers de deux présentations orales dans un GDR national (RAFALD) et un GDR international (NAMIS Wokshop, Bombay 2019), de 4 présentations orales dans des conférences internationales dont 3 avec actes [23,24,28] et de 4 articles de revue internationale à comité de lecture [5,7,9,11].

Les activités dans le domaine de l'électronique flexible ont été renforcées dans l'équipe Electronique avec le recrutement de Damien Deleruyelle (Professeur à l'INSA de Lyon) en septembre 2016. Ce recrutement a contribué au démarrage d'activités dans le domaine des mémoires résistives de type CBRAM (Conductive Bridge Random Access Memories). Au-delà des fonctions « capteur », le secteur de l'électronique flexible est également en demande de nouvelles briques mémoires pour le développement de circuits et systèmes intégrés sur substrat polymère. Dans le cadre de la thèse de Prabir Mahato qui s'est achevée en décembre 2020, nous nous sommes intéressés au développement de dispositifs CBRAM (Conductive Bridge Random Access Memory) à base d'un matériau polymère éco-compatible, le POE (poly-oxide d'éthylène). Ces travaux réalisés en collaboration avec le laboratoire IMP (Institut des Matériaux Polymères) nous ont permis d'aboutir au développement de points mémoires intégrés sur substrat polyimide avec des spécifications à l'état de l'art.

En parallèle de ce projet, je me suis également intéressé au développement d'une technique de caractérisation thermique basée sur l'AFM (mode SJEM, pour Scanning Joule Expansion Microscopy) permettant de localiser avec précision la position du filament conducteur formé au sein de l'empilement mémoire CBRAM. Cette étude a été mise en avant parmi 5 autres articles sur la couverture du journal IEEE Electron Device Letters en juin 2020. Je poursuis actuellement ces activités de caractérisation dans le cadre d'une collaboration avec une équipe de la Research School of Physics de l'Australian National University basée à Canberra. Deux nouveaux modes d'imagerie operando ont été mis en œuvre dans ce cadre pour caractériser des dispositifs à résistance différentielle négative (NDR en anglais pour Negative Differential Resistor) qui peuvent être utilisés comme brique de base pour la fabrication de composants sélecteurs ou de composants neuro-inspirés (synapses ou neurones artificiels). L'ensemble des travaux réalisés sur les composants memristors (dispositifs CBRAM et NDR) ont donné lieu à 5 articles de revue internationale à comité de lecture [1,2,3,4,6], 5 présentations orales dans des conférences internationales dont 2 avec actes [25,26] et 1 communication orale dans une conférence nationale.

2. Encadrement doctoral

Thèse de Prabir Mahato soutenue le 14/12/2020 :
“ Etude et développement de mémoires résistives pour l'électronique flexible”
Encadrement à hauteur de 30% (directeur de thèse : D. Deleruyelle)
Publications communes avec le doctorant : [4, 25, 26]

Thèse de Rémi Rafael soutenue le 12/12/2018 :

“Intégration de jauges piézorésistives à effet tunnel pour la réalisation de micro-capteurs MEMS à haute sensibilité”

Co-direction à hauteur de 50% (directeur de thèse : C. Malhaire)

Une autorisation de co-direction de thèse m’a été attribuée par le Comité Consultatif des Etudes Doctorales de l’INSA de Lyon en vue de la préparation de l’HDR.

Publications communes avec le doctorant : [5, 7, 9, 11, 28]

Thèse de Daniel Thomas soutenue le 15/12/2017 :

“Réalisation de transistors à un électron par encapsulation d’îlots nanométriques de platine dans une matrice diélectrique par utilisation d’un procédé ALD”

Encadrement à hauteur de 40% (directeurs de thèse : M. Le Berre & L. Militaru)

Publications communes avec le doctorant : [10, 11]

Thèse de Nicolas Guillaume soutenue le 14/12/2015 :

“Vers la réalisation de composants nanoélectroniques métalliques par anodisation localisée par AFM”

Encadrement à hauteur de 50% (directrice de thèse : M. Le Berre)

Publications communes avec le doctorant : [12, 29]

3. Responsabilités scientifiques

- Responsabilités administratives et mandats locaux :

Ces dernières années, j’ai cherché à m’investir localement dans les instances de mon laboratoire mais également plus largement à l’échelle de la COMUE « Université de Lyon ». Ceci s’est traduit par mon élection/nomination dans différents conseils et comités du laboratoire et par une prise de responsabilités administratives en 2021 au sein du bureau de l’école doctorale EEA de l’Université de Lyon. L’école doctorale (ED) EEA coordonne un réseau de 9 unités de recherche dont 5 UMR CNRS et accueille en continu entre 200 et 250 doctorants pour environ 130 personnels HDR. Les thématiques couvertes par l’ED EEA sont l’automatique, la micro-nanoélectronique, le génie électrique, l’ingénierie pour le vivant ainsi que le traitement du signal et de l’image. Mes responsabilités au sein de l’ED EEA et de l’INL sont détaillées dans les deux sections suivantes.

- Responsabilités administratives :

Membre du bureau de l’école doctorale EEA de l’université de Lyon depuis mars 2021 (<https://edeea.universite-lyon.fr/ed-160-eea/site-francais/navigation/l-ed-eea/>). Composé de 6 membres (dont le directeur et le directeur adjoint), le bureau est une instance sur laquelle s’appuie l’équipe de direction pour élaborer les procédures/réformes proposées à la discussion et/ou au vote en conseil de l’ED. Une part importante de la mission concerne la gestion des différentes campagnes d’attribution de contrats doctoraux (contrats doctoraux établissement, contrats doctoraux à l’International, etc…) avec l’évaluation des sujets de thèse, l’audition des candidats et la proposition d’un classement final. Les membres du bureau ont également un rôle de référent au sein des différents laboratoires partenaires pour informer sur les différentes procédures de l’ED. Le bureau se réunit environ 6 à 10 fois par an pour mener l’ensemble de ses missions.

Responsable de l’axe transverse "Technologies de micro-fabrication" de l’équipe Electronique depuis janvier 2024. L’équipe s’est récemment structurée autour des 3 axes

transverses suivants : "Technologie de micro-fabrication", "Caractérisation électrique" et "Simulation". En tant que responsable de l'axe "Technologies de micro-fabrication", je suis en charge de l'animation de réunions trimestrielles visant à recenser les besoins de l'équipe liés aux technologies de micro-fabrication (recrutement de personnels techniques, remontées pour les plans d'équipement, échange et mutualisation de savoir-faire "procédé"). Quinze personnels de l'équipe (hors doctorants et post-doctorants) sont actuellement impliqués dans cet axe transverse.

- Responsabilités et mandats locaux :

Elu au conseil de l'école doctorale EEA de l'université de Lyon depuis mars 2021. Dans ce cadre, je suis impliqué en tant que représentant de l'ED dans une douzaine de comités de suivi de thèse (CST) qui se déroulent chaque année sur la période juin-octobre. L'objectif du comité de suivi est de s'assurer du bon déroulement de la formation doctorale et d'émettre un avis sur la poursuite en doctorat à chaque demande de réinscription. Un CST comprend généralement une présentation orale d'une quinzaine de minutes du doctorant suivie de deux entretiens séparés, avec les encadrants puis avec le doctorant. En tant que représentant de l'ED, je suis en charge de l'évaluation des rapports d'activité des doctorants (bilan intermédiaire annuel et rapport scientifique en fin de première année), de l'animation des CST et de la rédaction du rapport d'évaluation du CST. Cette mission qui nécessite un investissement conséquent m'a permis en quelques mois de rencontrer et d'interagir avec un grand nombre de confrères de la COMUE et d'acquérir une vision large des projets de recherche menées au sein de l'Université de Lyon dans les domaines thématiques de l'EEA.

Elu au conseil de laboratoire (CL) de l'INL depuis janvier 2021. Le CL est convoqué 5 fois par an à l'INL par le directeur d'unité. Il s'agit d'une instance consultative sur laquelle s'appuie la direction pour améliorer l'organisation, la politique de recherche et la vie du laboratoire.

Membre nommé au comité de prospective scientifique (CPS) de l'INL de janvier 2021 à février 2024. Le CPS est un comité consultatif visant à organiser la gestion des besoins en nouveaux équipements, le développement des moyens humains et de nouvelles filières technologiques sur la plateforme NanoLyon de l'INL (<https://inl.cnrs.fr/le-comite-de-prospective-scientifique/>). Le CPS se réunit 3 à 4 demi-journées par an sous la responsabilité du directeur adjoint délégué à la technologie de l'INL.

Membre nommé à la cellule hygiène et sécurité (CHS) de l'INL depuis l'automne 2020. Cette instance est convoquée 2 fois par an par le directeur d'unité et permet un suivi régulier du registre de santé/sécurité au travail, de faire un point sur les travaux/incidents survenus dans les locaux du laboratoire et de planifier les actions futures à mener.

• Responsabilités de contrats :

- Projets en tant que coordinateur :

2024 : International Research Project NEUROSENSOR (financement CNRS INSIS)
Support : 75k€ - Durée : 5 ans – Collaboration : Research School of Physics of the Australian National University (Canberra, Australie).

2019 : BQR interne INL – « PulseSensor : dispositif portable innovant à film piézorésistif ultrasensible pour la mesure de la pression sanguine et de l'activité cardiaque »
- Support : 8,2k€ - Durée : 1 an – Collaboration : Equipe Capteurs Biomédicaux (INL).

2015 : BQR INSA Lyon : « Maîtrise d'un procédé d'élaboration d'électrodes à nanogap : vers une construction par étape de composants nanoélectroniques » (Acronyme : NANOGAP).
Durée du projet : 2 ans (de janvier 2015 à décembre 2016)
Montant du projet : 36k€ (financement de frais de salle blanche et d'expériences de microscopie principalement)
Collaboration : Equipe SNMS du laboratoire MATEIS (UMR 5510)

2014 : FRAMA (Fédération de Recherche André Marie Ampère) : « Etude et contrôle de phénomènes d'électro-migration au sein de jonctions métal/oxyde/métal ».
Durée du projet : 10 mois (de mars 2014 à décembre 2014)
Montant du projet : 7k€ (financement d'expériences de microscopie principalement)
Collaboration : Institut Lumière Matière (ILM-UMR 5306) et Laboratoire de Géologie de Lyon (LGL-UMR5276).

- Projets en tant que partenaire :

2024 : Projet Shape-Med@Lyon VERTIGE
Support : 397 k€ - Durée : 4 ans – Collaboration : MATEIS, HCL et LVA.

2022 : Projet M-ERA.NET NanOx4EStor. – Rôle : mesures des propriétés électriques de condensateurs ferroélectriques sous contrainte mécanique - Support : 643 k€ - Durée : 3 ans – Collaboration : Uminho (Portugal) et NIMS (Roumanie).

2021 : Projet BQR interne INL – Rôle : Développement d'un mode d'imagerie thermique par AFM pour la caractérisation de mémoires résistives et de sélecteurs. - Support : 8k€ - Durée : 1 an.

2019 : Projet ANR VISIONs – Rôle : caractérisation électro-mécanique de structures de test. - Support : 657 k€ - Durée : 4 ans – Collaboration : ILM (UMR 5306), INSP (UMR 7588), LMA (USR 3264), LPENSL (UMR 5672) et Navier (UMR 8205).

- Membre de jurys :

Membre du jury de thèse de M. Blaise, le 15 avril 2024 à l'Université de Strasbourg.
Sujet : "De la modélisation biomécanique du vestibule de l'oreille interne chez l'homme pour l'étude de variations saines et pathologiques".

Membre du jury de thèse de P. Mahato, le 14 décembre 2020 à l'INSA de Lyon.
Sujet : " Etude et développement de mémoires résistives pour l'électronique flexible".

Membre du jury de thèse de R. Rafael, le 12 décembre 2018 à l'INSA de Lyon.
Sujet : "Intégration de jauges piézorésistives à effet tunnel pour la réalisation de micro-capteurs MEMS à haute sensibilité".

Membre du jury de thèse de D. Thomas, le 15 décembre 2017 à l'INSA de Lyon.
Sujet : "Réalisation de transistors à un électron par encapsulation d'îlots nanométriques de platine dans une matrice diélectrique par utilisation d'un procédé ALD".

Membre du jury de thèse de N. Guillaume, le 14 décembre 2015 à l'INSA de Lyon.
Sujet : "Vers la réalisation de composants nanoélectroniques métalliques par anodisation localisée par AFM".

- Membre de comités de sélection :

Membre du Comité de Sélection pour le poste de maître de conférences n°xxxx ouvert à Grenoble INP-Phelma/Croma LMGP en 2025.

Membre du Comité de Sélection pour le poste de maître de conférences n°4389 ouvert à l'INSA de Lyon/INL en 2024.

Membre du Comité de Sélection pour le poste de maître de conférences n°4194 ouvert à l'INSA de Lyon/INL en 2017.

4. Diffusion des travaux

- Organisation de congrès :

Membre du comité d'organisation du 25^{ème} Forum des Microscopies à Sonde Locale qui s'est déroulé à Lyon du 22 au 26 avril 2024 (<http://www.sondeslocales.fr/copil2024>). Le congrès a rassemblé plus de 150 participants sur 5 journées qui se sont articulées autour de présentations orales, de cours originaux et de divers ateliers proposés par des équipementiers sur le thème de la microscopie en champ proche.

Membre du comité d'organisation du 55^{ème} Congrès Annuel du Club EEA qui s'est déroulé sur le campus de LyonTech La Doua les 28 & 29 mai 2015. Le congrès 2015 a rassemblé une centaine de participants sur 2 journées qui se sont articulées autour de 5 conférences-débats sur le thème de la bioingénierie en lien avec l'EEA.

- Participation à des réseaux de recherche :

Présentation orale en avril 2024 au 25^{ème} forum des microscopies à sonde locale à Lyon : « Imagerie thermique in situ de dispositifs à résistance différentielle négative ».

Correspondant INL pour le GDR international NAMIS. Présentation orale « Flexible strain sensors elaborated by ALD » donnée lors du workshop réalisé à l'automne 2019 à l'IIT Bombay en Inde.

Présentation orale lors du Workshop RAFALD (Réseau des Acteurs Français de l'ALD) organisé du 6 au 8 novembre 2018 à Villeurbanne : "PEALD of Pt nanoparticles: towards the development of single electron transistors and flexible strain sensors".

- Activité éditoriale :

Revue d'articles pour différents journaux (Advanced Electronic Materials, ACS Applied Materials & Interfaces, Journal of Applied Physics, Review of Scientific Instruments, Communications Engineering, Microelectronic Engineering).

- Vulgarisation scientifique :

Co-organisation et co-animation d'un atelier intitulé « Toucher le Nano-monde » à la fête de la science en 2015. L'objectif de cet atelier consistait à faire découvrir à des publics variés (élèves de collège/lycée, familles...) différentes techniques de microscopie de champ proche. Cet atelier s'articulait autour d'une présentation orale d'une trentaine de minutes puis d'une démonstration de nano-lithographie sur un équipement de type AFM. Nous avons ouvert cet atelier pendant 3 demi-journées à l'automne 2015.

5. Liste de publications

- *Articles dans des revues internationales à comité de lecture :*

[1] “Biorealistic Neuronal Temperature-Sensitive Dynamics within Threshold Switching Memristors: Toward Neuromorphic Thermosensation”

A Bonagiri, SK Das, CV Marquez, A Rúa, E Puyoo, SK Nath, D Albertini, N Baboux, M Uenuma, RG Elliman & SK Nandi

ACS Applied Materials & Interfaces, 16, 24, 31283–31293 (2024)

[2] “Physical Origin of Negative Differential Resistance in V3O5 and Its Application as a Solid-State Oscillator”

SK Das, SK Nandi, CV Marquez, A Rúa, M Uenuma, E Puyoo, SK Nath, D Albertini, N Baboux, T Lu, Y Liu, T Haeger, R Heiderhoff, T Riedl, T Ratcliff & RG Elliman

Advanced Materials 35 (8), 2208477 (2023)

[3] “High Spatial Resolution Thermal Mapping of Volatile Switching in NbOx-Based Memristor Using In Situ Scanning Thermal Microscopy”

SK Nandi, E Puyoo, SK Nath, D Albertini, N Baboux, SK Das, T Ratcliff & RG Elliman

ACS Applied Materials & Interfaces 14 (25), 29025-29031 (2022)

[4] “Water-soluble polyethylene-oxide polymer based memristive devices”

P Mahato, E Puyoo, S Pruvost, D Deleruyelle

Microelectronic Engineering 260, 111806 (2022)

[5] “Piezo-tunneling strain sensors integrated on plastic by combining vacuum thin film coatings and 3D printing technologies”

R Rafael, E Puyoo, C Malhaire

Microsystem Technologies 26 (12), 3623-3628 (2020)

[6] “Conductive filament localization within crossbar resistive memories by scanning joule expansion microscopy”

E Puyoo, D Albertini

IEEE Electron Device Letters 41 (6), 848-851 (2020)

[7] “Ultra-high sensitivity to strain of cracked thin films based on metallic nanoparticles in a dielectric matrix”

E Puyoo, S Brottet, R Rafaël, C Malhaire

IEEE Sensors Letters 2 (3), 1-4 (2018)

[8] “Bidirectional light-induced conductance switching in molecular wires containing a dimethyldihydroxyrene unit”

A Bakkar, F Lafalet, D Roldan, E Puyoo, D Jouvenot, G Royal, E Saint-Aman, S Cobo

Nanoscale 10 (12), 5436-5441 (2018)

[9] “Piezo-tunnel effect in Al/Al2O3/Al junctions elaborated by atomic layer deposition”

R Rafael, E Puyoo, C Malhaire

Journal of Applied Physics 122 (18) 184501 (2017)

- [10] “Investigation of the in-plane and out-of-plane electrical properties of metallic nanoparticles in dielectric matrix thin films elaborated by atomic layer deposition”
D Thomas, E Puyoo, M Le Berre, L Militaru, S Koneti, A Malchere, T Epicier, L Roiban, D Albertini, A Sabac & F Calmon
Nanotechnology 28 (45), 455602 (2017)
- [11] “Metallic nanoparticle-based strain sensors elaborated by atomic layer deposition”
E Puyoo, C Malhaire, D Thomas, R Rafael, M R'Mili, A Malchere, L Roiban, S Koneti, M Bugnet, A Sabac & M Le Berre
Applied Physics Letters 110 (12) 123103 (2017)
- [12] “Study and characterization of the irreversible transformation of electrically stressed planar Ti/TiOx/Ti junctions”
N Guillaume, E Puyoo, M Le Berre, D Albertini, N Baboux, C Chevalier, K Ayadi, J Grégoire, B Gautier & F Calmon
Journal of Applied Physics 118 (14) 144502 (2015)
- [13] “Tunnel junction engineering for optimized metallic single-electron transistor”
KG El Hajjam, MA Bounouar, N Baboux, S Ecoffey, M Guilmain, E Puyoo, LA Francis, A Souifi, D Drouin & F Calmon
IEEE Transactions on Electron Devices 62 (9), 2998-3003 (2015)
- [14] “High Performance ZnO-SnO₂:F Nanocomposite Transparent Electrodes for Energy Applications”
G Giusti, V Consonni, E Puyoo, D Bellet
ACS Applied Materials & Interfaces 6 (16), 14096-14107 (2014)
- [15] “Fabrication of ZnO/absorber heterostructures for nanostructured solar cells”
R Salazar, D Aldakov, D Bellet, E Puyoo, C Lévy-Clément, V Ivanova
ECS Transactions 53 (22), 31 (2013)
- [16] “Si and SiGe nanowires: fabrication process and thermal conductivity measurement by 3 ω -scanning thermal microscopy”
S Grauby, E Puyoo, JM Rampnoux, E Rouviere, S Dilhaire
The Journal of Physical Chemistry C 117 (17), 9025-9034 (2013)
- [17] “Critical nucleation effects on the structural relationship between ZnO seed layer and nanowires”
S Guillemin, V Consonni, E Appert, E Puyoo, L Rapenne, H Roussel
The Journal of Physical Chemistry C 116 (47), 25106-25111 (2012)
- [18] “Efficient dye-sensitized solar cells made from ZnO nanostructure composites
E Puyoo, G Rey, E Appert, V Consonni, D Bellet »
The Journal of Physical Chemistry C 116 (34), 18117-18123 (2012)
- [19] “Scanning thermal microscopy of individual silicon nanowires”
E Puyoo, S Grauby, JM Rampnoux, E Rouvière, S Dilhaire
Journal of Applied Physics 109 (2) 024302 (2011)
- [20] “Thermal exchange radius measurement: Application to nanowire thermal imaging”

E Puyoo, S Grauby, JM Rampnoux, E Rouvière, S Dilhaire
Review of Scientific Instruments 81 (7) 073701 (2010)

[21] “Joule expansion imaging techniques on microelectronic devices”
S Grauby, LDP Lopez, A Salhi, E Puyoo, JM Rampnoux, W Claeys & S. Dilhaire
Microelectronics journal 40 (9), 1367-1372 (2009)

- *Brevet :*

[22] “Systems and methods for measuring ultra-short light pulses”
R Bernath, M Richardson, J Duncan, M Hemmer, T McComb, E Puyoo
US Patent 7,551,267 (2009)

- *Actes publiés de conférences internationales, congrès et colloques :*

[23] “Development of a bio-inspired angular acceleration sensor: towards the non-invasive investigation of inner ear pathologies”
E Puyoo, A Vieren, L Roiban, L Grémillard, E Ionescu
2021 Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS and MOEMS
pp. 1-4, doi: 10.1109/DTIP54218.2021.9568668

[24] “Portable device integrating an ultrasensitive mechanical crack-based sensor for the wireless monitoring of cardiac activity”
NDP Ferreira, E Puyoo, B Massot, S Brottet, C Malhaire
2020 Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS and MOEMS
Proc. Symp. Design, Test, Integr. Packag. MEMS MOEMS (DTIP), pp. 1–5

[25] “CBRAM devices with a water casted solid polymer electrolyte for flexible electronic applications”
P Mahato, E Puyoo, D Deleruyelle, S Pruvost
2019 IEEE 14th Nanotechnology Materials and Devices Conference (NMDC), Stockholm, Sweden, 2019, pp. 1-5, doi: 10.1109/NMDC47361.2019.9083996

[26] “Conductive Bridge Random Access Memory Devices Based on an Ecofriendly Solid Polymer Electrolyte”
P Mahato, E Puyoo, S Pruvost, D Deleruyelle
8th Advanced Functional Materials and Devices

[27] “Development of ultrasensitive extended-gate Ion-sensitive-field-effect-transistor based on industrial UTBB FDSOI transistor”
GT Ayele, S Monfray, F Boeuf, JP Cloarec, S Ecoffey, D Drouin, E Puyoo & A Souifi
2017 47th European Solid-State Device Research Conference (ESSDERC), 264-267

[28] “Study of piezo-tunnel effect in Metal/A₂O₃/metal junctions”
R Rafael, E Puyoo, C Malhaire
2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD), Montpellier, France, 2016, pp. 284-287, doi: 10.1109/ICD.2016.7547600

[29] “Nano fabrication of oxide patterns using Atomic Force Microscopy on titanium towards the development of Nano devices”

G Nicolas, E Puyoo, M Le Berre, D Albertini, N Baboux, B Gautier, ...
ICQNM (Seventh International Conference on Quantum, Nano and Micro Technologies)
pp 1-4 (2013)

[30] "Effect of nanostructuring on the thermal conductivity of thermoelectric materials"
S Grauby, E Puyoo, M M Rojo, M Martin-Gonzalez, W Claeys and S Dilhaire,
19th International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems (THERMINIC),
Berlin, Germany, 2013, pp. 73-78, doi: 10.1109/THERMINIC.2013.6675191

[31] "Fabrication of transparent conductive thin film electrodes based on Ag nanowire on
transparent substrates using the spray method for photovoltaic applications"
G Giusti, D Langley, C Jiménez, E Puyoo, A Muthukumar, E Appert, V Consonni & D Bellet
MRS Online Proceedings Library 1439, 51-56 (2012)

[32] "Simultaneous topographic and thermal imaging of silicon nanowires using a new SThM
probe"
E Puyoo, S Grauby, J-M Rampnoux, W Claeys, E Rouvière and S Dilhaire,
2010 16th International Workshop on Thermal Investigations of ICs and Systems
(THERMINIC), Barcelona, Spain, 2010, pp. 1-6.

Chapitre 2 : Transistors à un électron

1. Procédé de nano-oxydation par microscopie à force atomique.....	27
1. Etalonnage du procédé de nano-oxydation	27
2. Etude d'un phénomène d'électro-migration au sein de jonctions Ti/TiO _x /Ti.....	30
2. Procédé « tout ALD »	35
1. Croissance d'îlots de Pt par ALD.....	35
2. Etude du transport électronique au sein de structures multi-îlots	36
3. Caractérisation de transistors fonctionnels.....	41

Ce chapitre présente les différents développements technologiques qui ont été mis en œuvre depuis mon arrivée à l'INL pour aboutir à l'intégration de transistors mono-électroniques métalliques. Le SET (en anglais, Single Electron Transistor) est un composant à trois terminaux qui conduit les électrons par des événements tunnel successifs entre deux électrodes séparées par un ou plusieurs îlots conducteurs nanométriques [Likharev 1999, Pashkin 2000, Park 2002, Dubuc 2007, George 2010, Rousseau 2014]. Par un mécanisme de blocage coulombien, il est possible de contrôler le niveau de courant « électron par électron », ce qui en fait un dispositif ultra-basse consommation. L'intérêt de tels composants émergents métalliques par rapport aux technologies silicium est lié à leur procédé de fabrication qui peut être réalisé à basse température et intégré dans la partie back-end de puces CMOS. Du fait de leur grande sensibilité à la charge environnante, ces transistors ont notamment longtemps été envisagés pour développer des matrices de capteurs ultra-sensibles intégrés sur CMOS [Karre 2008, Nakajima 2016]. Cependant, au démarrage de ces travaux en 2012, les caractéristiques électriques des SETs (température de fonctionnement, rapport I_{on}/I_{off} , fiabilité) n'étaient pas suffisantes pour envisager leur développement à une échelle industrielle. La réalisation de dispositifs performants nécessitait un contrôle absolu de la qualité des jonctions tunnel et de la taille des îlots présents entre les électrodes de source et drain. Les travaux présentés dans ce chapitre avaient donc pour objectif commun d'optimiser ces deux aspects en focalisant principalement les efforts sur le procédé de fabrication.

La première partie de ce chapitre s'intéresse au procédé de nano-oxydation par microscopie à force atomique qui permet une écriture directe de nano-composants. Cette technique est adaptée à la réalisation de jonctions tunnels et d'îlots métalliques, éléments de base du transistor à un électron. L'étalonnage du procédé est tout d'abord présenté, puis nous nous concentrons sur l'étude de phénomènes d'électro-migration observés au sein de jonctions Ti/TiO_x/Ti.

La seconde partie du chapitre est dédiée au développement d'un procédé « tout ALD » qui a été mis en œuvre pour développer des transistors multi-îlots. Nous présentons tout d'abord la croissance de nanoparticules de Pt par ALD, puis nous nous intéressons au phénomène de transport électronique au sein de structures multi-îlots encapsulées dans une matrice d'alumine. Enfin, nous démontrons la faisabilité de ce procédé « tout ALD » pour la réalisation de transistors mono-électroniques fonctionnant à basse température.

1. Procédé de nano-oxydation par microscopie à force atomique

1. Etalonnage du procédé de nano-oxydation

La fabrication de transistors à un électron nécessite un contrôle extrêmement précis de la taille de l'îlot présent au cœur du dispositif mais également de l'épaisseur des jonctions qui séparent l'îlot des électrodes de source et drain. L'année de mon intégration à l'INL, l'équipe Electronique avait opté pour le développement du procédé de nano-oxydation par AFM pour sa résolution (<50nm) et sa grande flexibilité qui permet un prototypage rapide de composants avec des géométries variées. Le procédé de nano-oxydation est basé sur le principe de fonctionnement suivant : sous atmosphère humide, le balayage d'une pointe AFM polarisée électriquement sur la surface d'un échantillon conducteur engendre une oxydation locale (à l'échelle nanométrique) de la surface [Avouris 1997, Garcia 1998, Guillaume 2015].

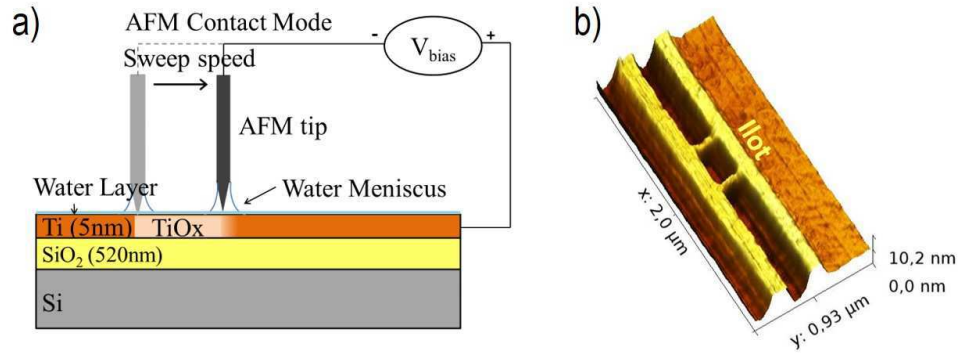


Figure 2.1 : a) Schéma de principe du procédé de nano-oxydation par AFM [Guillaume 2015] ; b) Exemple de structure réalisée à l'INL sur un film mince de Ti.

La figure 2.1a illustre schématiquement ce procédé réalisé sur un film mince de titane. Le couple de matériaux Ti/TiO_x a volontairement été sélectionné au démarrage du projet car notre équipe disposait à l'époque d'une expertise en caractérisation sur les dispositifs SETs réalisés à l'Université de Sherbrooke avec ce même couple de matériaux. Un exemple de structure réalisée à l'INL sur film mince de Ti est présenté en figure 2.1b. Cette structure, comprenant un îlot de Ti isolé par deux barrières d'oxyde de titane, est représentative de la géométrie souhaitée pour le canal du SET.

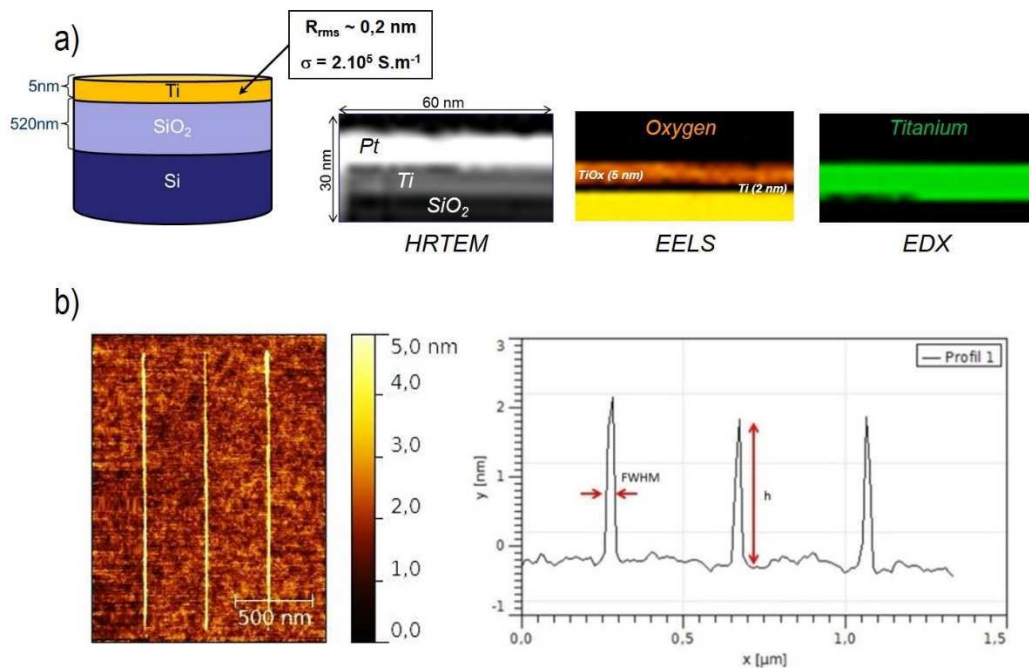


Figure 2.2 : a) Schéma d'un échantillon de calibration et coupe transverse HRTEM d'une couche mince de Ti intégrée sur substrat SiO₂/Si ; b) Image et profil AFM de lignes d'oxyde réalisées sur film mince de Ti.

Lors de mon intégration, la première étape du projet a donc consisté à étalonner le procédé de nano-oxydation sur couches minces de Ti. En figure 2.2a, nous présentons une vue schématique d'un échantillon utilisé pour la calibration, constitué d'une couche mince de Ti de 5 nm d'épaisseur nominale déposée par évaporation au canon à électrons sur un substrat SiO₂/Si. Nous présentons également une coupe transverse HRTEM (en anglais, High Resolution

Transmission Electron Microscopy) ainsi qu'une cartographie des éléments chimiques O et Ti qui révèlent la présence d'un oxyde natif de 5nm et d'une couche résiduelle de Ti de seulement 2nm d'épaisseur (figure 2.2a). L'étalonnage du procédé a donc consisté à réaliser des lignes d'oxydes sur ce type de film mince de Ti (figure 2.2b) et à caractériser leur morphologie (hauteur de ligne et largeur à mi-hauteur) en fonction de différents paramètres (type de pointe utilisée, mode de fonctionnement de l'AFM, vitesse de balayage, tension appliquée, taux d'humidité).

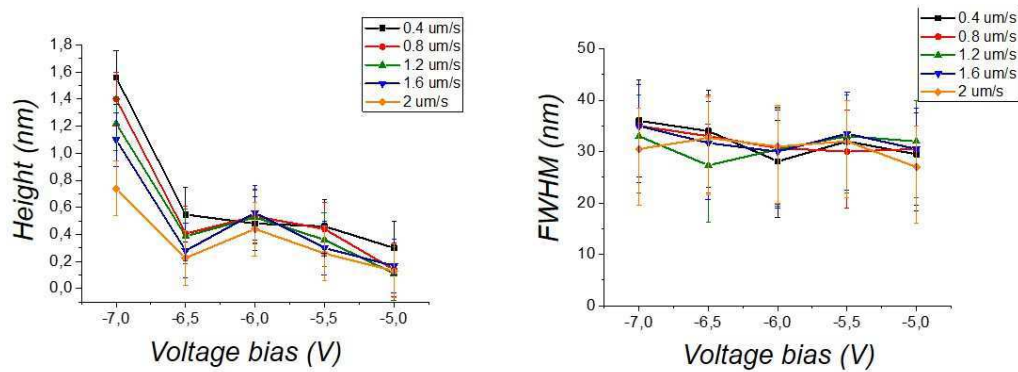


Figure 2.3 : Influence de la tension appliquée et de la vitesse de balayage sur la hauteur et la largeur à mi-hauteur des motifs d'oxydes.

L'influence de la vitesse de balayage et de la tension appliquée sur la hauteur et largeur à mi-hauteur des motifs d'oxyde sont présentées en figure 2.3. Il apparaît que la largeur à mi-hauteur ne varie pas significativement avec ces deux paramètres alors que la hauteur d'oxyde décroît lorsque la vitesse de balayage augmente et lorsque la tension appliquée diminue. Il est à noter que ces tendances observées à l'INL sont en accord avec la littérature de l'époque.

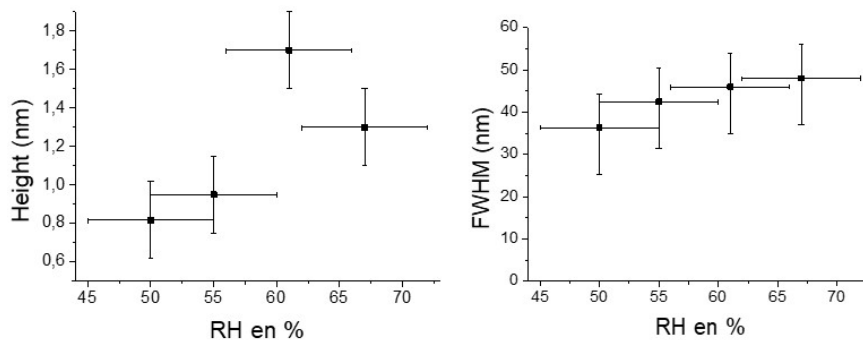


Figure 2.4 : Influence du taux d'humidité sur la hauteur et la largeur à mi-hauteur des motifs d'oxydes.

Concernant l'influence du taux d'humidité, deux graphiques présentés en figure 2.4 illustrent le fait que la taille des motifs (hauteur et largeur à mi-hauteur) augmente avec le niveau d'humidité dans la gamme 40% - 70%, tendance reportée également dans la littérature par différentes équipes de recherche.

Enfin, en figure 2.5, nous présentons une comparaison des résultats obtenus avec différentes pointes AFM ainsi qu'une comparaison des modes contact et semi-contact de l'AFM. Il est observé que la résolution des motifs obtenus en mode contact est similaire à celle obtenue en mode semi-contact. Toutefois, nous préconisons une utilisation du mode semi-contact qui permet de limiter grandement la dégradation de l'extrémité des pointes (et donc la

résolution) au cours du procédé. A noter également, que les meilleurs rapports d'aspect (hauteur d'oxyde/largeur à mi-hauteur) de l'ordre de 0.1 ont été obtenus avec des pointes en siliciure de Pt. Ces pointes ont donc été sélectionnées pour la suite de l'étude et la réalisation de dispositifs de test.

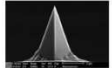
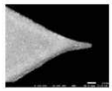

Probe	Mode	Voltage bias (V)	Sweep speed ($\mu\text{m/s}$)	Aspect ratio ($\times 10^{-3}$)
PtIr 	Contact	-4	0,17	38
	Semi-contact	-7	0,4	46
PtSi 	Semi-contact	-6,8	0,4	105
Diamond 	Semi-contact	-6,5	0,2	16

Figure 2.5 : Comparaison de différents types de pointes AFM et des modes contact et semi-contact.

2. Etude d'un phénomène d'électro-migration au sein de jonctions Ti/TiO_x/Ti

Les premiers dispositifs de test qui ont été réalisés sont des jonctions planaires de type Ti/TiO_x/Ti. Différents jeux de masque de lithographie UV ont été développés pour élaborer ces dispositifs constitués d'une ligne micrométrique de Ti (épaisseur de 5nm) connectée à 4 pads épais d'aluminium (200nm d'épaisseur). Des exemples d'images de dispositifs de test sont présentées en figure 2.6. Ces structures de test métalliques ont été élaborées par un procédé de type lift-off à partir de deux niveaux de masquage (niveau 1 : ligne de Ti ; niveau 2 : pads épais d'Al).

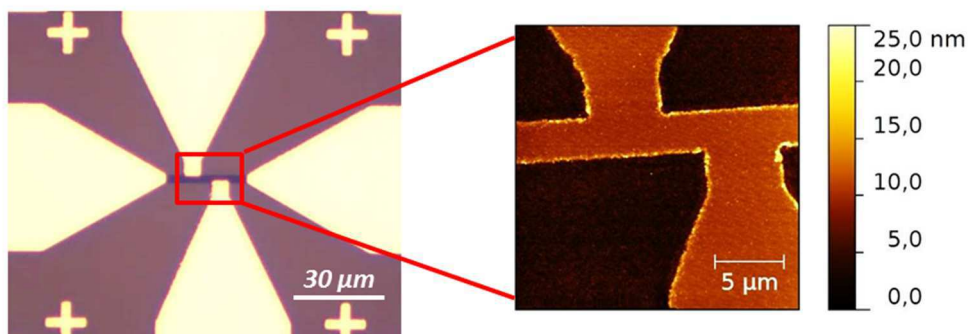


Figure 2.6 : Images de dispositifs de test obtenues au microscope optique et par AFM.

Le procédé de nano-oxydation a par la suite été utilisé pour former une barrière de TiO_x orthogonale à la direction de la ligne micrométrique de Ti. Un exemple d'images AFM obtenues avant et après formation de la jonction planaire Ti/TiO_x/Ti est présentée en Figure 2.7.

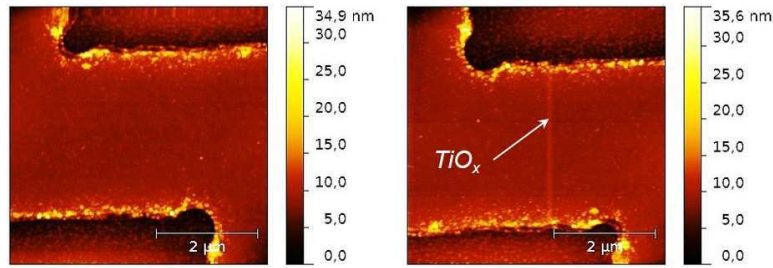


Figure 2.7 : Images AFM d'un dispositif de test avant et après formation de la barrière de TiO_x .

Nous avons par la suite démarré une campagne de caractérisation du transport électronique au sein de ce type de jonction. Un phénomène destructif d'électro-migration a alors été rapidement mis en évidence lorsque nous alimentions électriquement nos dispositifs. Notre projet s'est alors orienté vers la compréhension de ce phénomène qui représentait un verrou pour la fabrication de transistors fonctionnels. L'obtention d'un financement de la Fédération de Recherche André Marie Ampère (FRAMA) nous alors permis en 2014 de caractériser ce phénomène à l'échelle microscopique en collaboration avec deux équipes lyonnaises du LGL et de l'ILM.

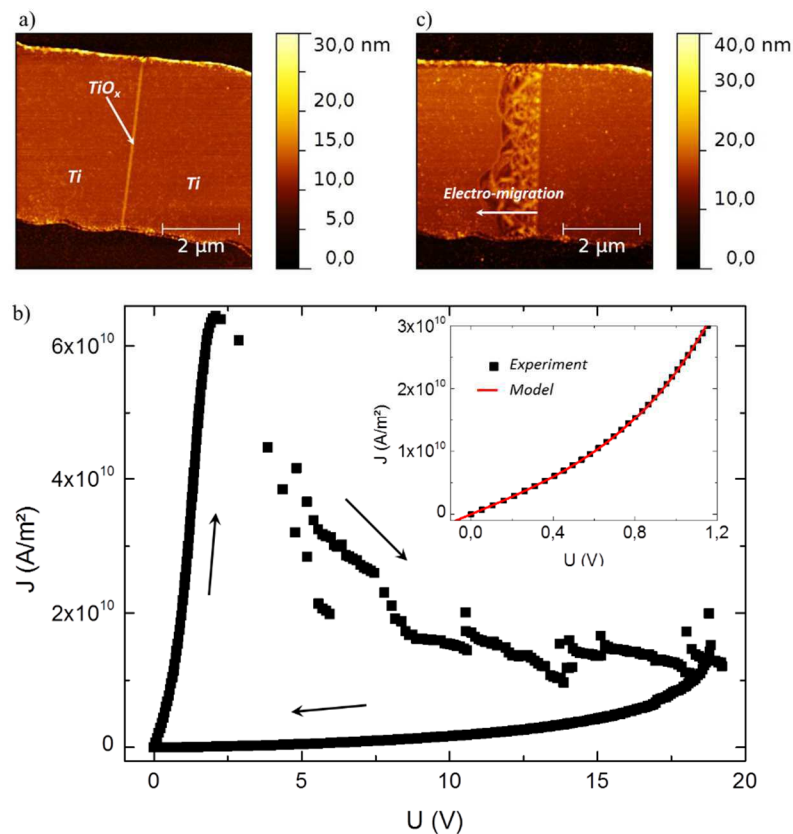


Figure 2.8 : a) Image AFM d'une jonction $Ti/TiO_x/Ti$ avant application d'un stress électrique ; b) Caractéristique $J(V)$ d'une jonction $Ti/TiO_x/Ti$ - Insert : ajustement d'un modèle de conduction ionique sur les données à bas champ ; c) Image AFM de la jonction après obtention de la caractéristique $J(V)$.

La figure 2.8 présente des images AFM d'une jonction $Ti/TiO_x/Ti$ avant et après application d'une rampe en tension aller/retour de 20V. La caractéristique $J(V)$ (densité de courant en fonction de la tension) associée à cette rampe en tension est également présentée en

figure 2.8. Le phénomène d'électro-migration se manifeste par un élargissement de la barrière de TiO_x dans le sens opposé du champ électrique imposé. Au niveau de la caractéristique $J(V)$, un phénomène d'hystérésis irréversible correspondant à une augmentation de la résistivité de la jonction est observé. Il est à noter qu'à bas champ (tension inférieure à 1.2V), la caractéristique satisfait à un modèle de conduction ionique. Au-delà de 1.2V, la diminution brutale du niveau de courant est associée à la dégradation de la jonction.

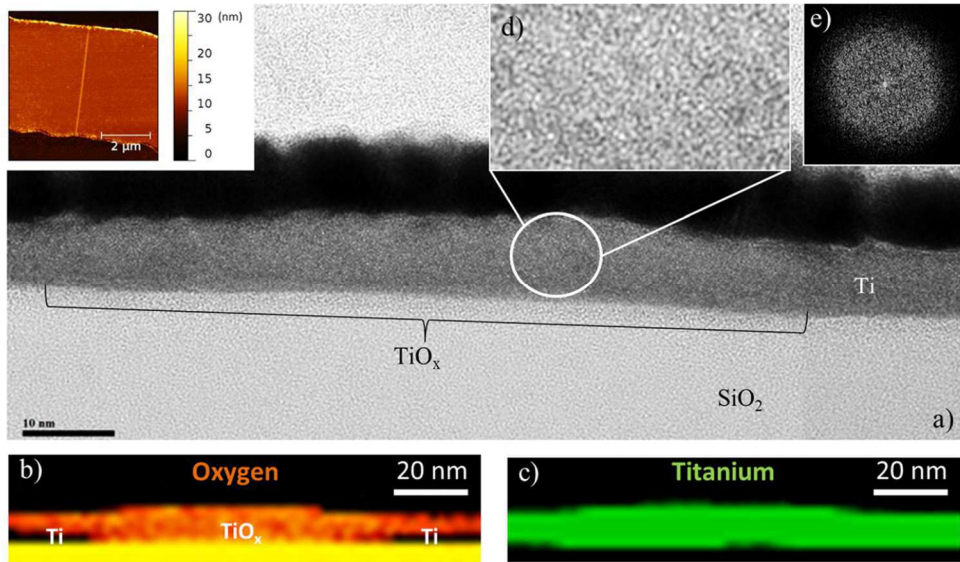


Figure 2.9 : a) Section transverse HRTEM d'une jonction vierge ; b) Analyse de l'élément oxygène par EELS ; c) Analyse de l'élément Ti par EDX ; d) Image HRTEM de l'oxyde de titane formé par AFM ; e) Cliché de diffraction révélant la nature amorphe de l'oxyde de titane.

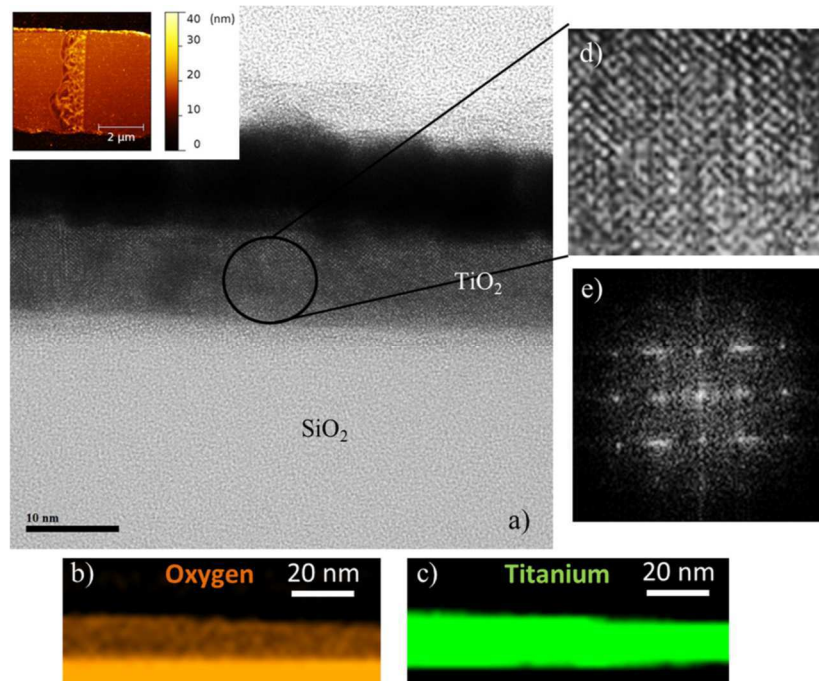


Figure 2.10 : a) Section transverse HRTEM d'une jonction stressée électriquement ; b) Analyse de l'élément oxygène par EELS ; c) Analyse de l'élément Ti par EDX ; d) Image HRTEM de l'oxyde de titane ; e) Cliché de diffraction révélant la nature cristalline de l'oxyde de titane (phase rutile).

Dans le cadre du projet financé par la FRAMA, nous avons mené des analyses par microscopie électronique en transmission sur des jonctions vierges et des jonctions stressées électriquement. Les résultats de ces analyses sont synthétisés dans les figures 2.9 et 2.10.

Concernant la caractérisation des jonctions vierges, l'analyse EELS (en anglais, Electron Energy Loss Spectroscopy) de l'élément oxygène (figure 2.9b) nous a tout d'abord permis de vérifier que l'oxydation de la ligne de titane s'effectue bien sur toute son épaisseur. De plus, la réalisation de clichés de diffraction centrés sur la barrière nous ont permis de révéler la nature amorphe de l'oxyde TiO_x formé par AFM (figure 2.9e).

Concernant les jonctions stressées électriquement, les analyses morphologiques et chimiques réalisées par TEM nous ont permis d'identifier la nature du matériau correspondant à l'élargissement de la barrière sous champ : il s'agit également d'oxyde de titane. L'analyse structurale menée à partir d'images HRTEM (figure 2.10d) et de clichés de diffraction (figure 2.10e) nous a permis d'identifier la nature cristalline (phase rutile) de l'oxyde de titane formé sous stress électrique.

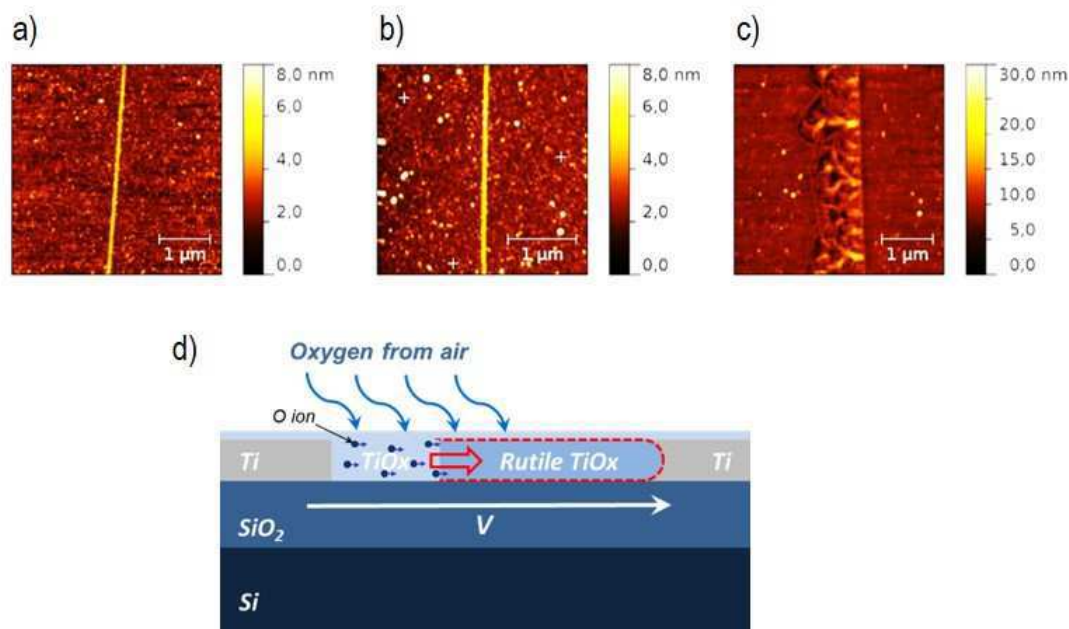


Figure 2.11 : a) Image AFM d'une jonction vierge ; b) Image AFM de cette même jonction soumise à 10 rampes en tension successives de 20V sous vide ; c) Image AFM de la jonction soumise à une unique rampe en tension de 20V sous air ; d) Schéma illustrant le processus de dégradation de la jonction sous stress électrique.

Nous avons par la suite mené des expériences visant à identifier l'influence de l'atmosphère ambiante sachant que la formation d'oxyde de titane sous champ électrique nécessite un apport d'oxygène. Cette série d'expériences est résumée en figure 2.11. Une jonction vierge a été introduite dans une enceinte sous vide et stressée électriquement à plusieurs reprises sans qu'aucun phénomène d'électro-migration ne soit observé. Les figures 2.11a et 2.11b présentent respectivement des images AFM d'une jonction vierge et de cette même jonction soumise à 10 rampes en tension successives de 20V sous vide. Après l'application répétée d'un stress électrique sous vide, la morphologie de la jonction reste

inchangée. Cette même jonction a alors été soumise à une unique rampe de 20V sous air pour laisser apparaître à nouveau un élargissement conséquent de la barrière résultant du phénomène d'électro-migration (figure 2.11c). Cette série d'expériences nous a permis de mettre en évidence le rôle de l'air ambiant qui permet un apport d'oxygène au cours du processus de dégradation de la jonction sous stress électrique (figure 2.11d). L'ajout d'une couche barrière de type SiN_x en surface du composant nous semble être une voie prometteuse pour limiter l'apport d'oxygène et inhiber ce phénomène de dégradation.

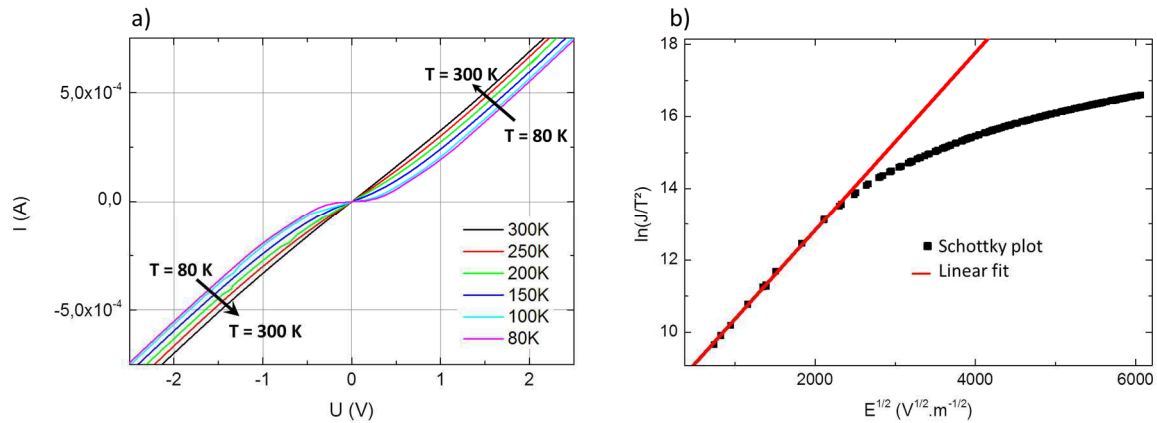


Figure 2.12 : a) Caractéristiques courant-tension obtenues sous vide à différentes températures ; b) Linéarisation (plot Schottky) de la caractéristique obtenue à 80K.

La figure 2.12a présente une série de caractéristiques $I(V)$ (courant-tension) obtenues sous vide pour des températures comprises entre 80K et 300K. Le phénomène d'hystérésis obtenu précédemment à l'air n'apparaît plus ici car le phénomène de dégradation de la jonction est inhibé sous vide. A partir de ces mesures, un mécanisme de transport activé thermiquement de type émission Schottky a été identifié. Une hauteur de barrière de l'ordre de 25-50 meV et une permittivité diélectrique relative de 4.9 ont été extraites à partir d'un ajustement du modèle d'émission Schottky sur les mesures réalisées à 80K (figure 2.12b).

Bien qu'une solution ait été trouvée pour s'affranchir du phénomène de dégradation des jonctions (fonctionnement sous vide ou ajout d'une couche barrière), les caractéristiques des jonctions élaborées par nano-oxydation ne se sont malheureusement pas avérées compatibles avec les critères de fonctionnement du SET. Une hauteur de barrière supérieure à l'énergie thermique $k_B T$ des porteurs libres est nécessaire pour limiter le courant thermoionique au sein du canal du SET et maximiser les rapports $I_{\text{on}}/I_{\text{off}}$ du transistor. Or ici, les jonctions obtenues par nano-oxydation présentent une caractéristique quasi-ohmique à 300K avec une hauteur de barrière de l'ordre de 25-50 meV, comparable à l'énergie thermique des porteurs à température ambiante.

Après trois années de recherches exploratoires sur le sujet dans le cadre de la thèse de Nicolas Guillaume, nous avons pris la décision de réorienter nos activités au profit d'un nouveau procédé basé sur l'ALD (en anglais, Atomic Layer Deposition). La qualité des jonctions obtenues par nano-oxydation et l'arrivée au laboratoire d'un nouveau bâti d'ALD en 2014 ont été deux éléments déterminants qui nous ont conduit vers ce choix de réorientation.

2. Procédé « tout ALD »

1. Croissance d'îlots de Pt par ALD

Dans le cadre de la thèse de Daniel Thomas qui a débuté à l'automne 2014, nous nous sommes intéressés à la croissance de nanoparticules (NPs) de platine par PEALD (Plasma-Enhanced Atomic Layer Deposition). L'objectif principal de la thèse consistait à réaliser, à petite échelle, des SETs fonctionnels intégrant un réseau tridimensionnel d'îlots nanométriques de platine encapsulé dans une matrice diélectrique d' Al_2O_3 . Il est à noter que les SETs multi-îlots présentent deux avantages majeurs par rapport aux SETs à îlot unique [Pepin 1999, Ohkura 2006] :

- sensibilité réduite aux effets de charge parasite,
- possibilité d'atteindre des surfaces de jonction extrêmement faibles.

L'originalité du projet résidait dans le fait que nous souhaitions développer un procédé « tout ALD » pour la croissance des îlots de platine et de la matrice diélectrique. L'ALD présentait un double intérêt pour ce projet :

- accès à un contrôle extrêmement précis de la taille des nanostructures (taille des îlots de Pt et épaisseur des jonctions tunnel),
- température de dépôt relativement faible (de l'ordre de 200°C) , compatible avec une intégration BEOL (Back-End Of Line).

Soutenus en janvier 2015 par un projet BQR en collaboration avec le laboratoire lyonnais MATEIS, nous avons été en mesure de démarrer une action autour de la croissance et de la caractérisation de nanostructures de platine élaborées par PEALD. Le financement BQR nous a notamment permis de couvrir des frais conséquents de salle-blanche et d'avoir un large accès aux microscopes électroniques du CLYM (Consortium Lyon-St Etienne de Microscopie) pour la caractérisation des nanostructures.

La figure 2.13 présente une synthèse des résultats de cette étude. Pour la croissance de NPs de Pt, nous nous sommes inspirés de recettes disponibles dans la littérature [Puurunen 2004, Baker 2011, Liang 2011, Ding 2013] que nous avons réadaptées à notre bâti de dépôt (FIJI F200 – Ultratech). La croissance a donc été réalisée à partir du précurseur MeCpPtMe_3 et d'un plasma oxygène. Nous nous sommes orientés vers des dépôts assistés par plasma O_2 car la littérature mentionnait une réduction du délai de nucléation par rapport à des dépôts thermiques utilisant de la vapeur d'eau comme réactif [Baker 2011]. Il est à noter que toutes les croissances de nanostructures de Pt ont été effectuées sur des couches minces d' Al_2O_3 préalablement déposée par ALD à 200°C , dans le même bâti. Nous rappelons que l' Al_2O_3 est le matériau diélectrique qui a été sélectionné au démarrage du projet pour encapsuler les NPs de Pt et former les jonctions tunnel du canal du transistor. Pour la croissance d' Al_2O_3 , particulièrement bien documentée dans la littérature [Hemmen 2007, Jakshick 2003], nous avons utilisé les deux réactifs suivants : le triméthyl-aluminium (TMA) et l'eau.

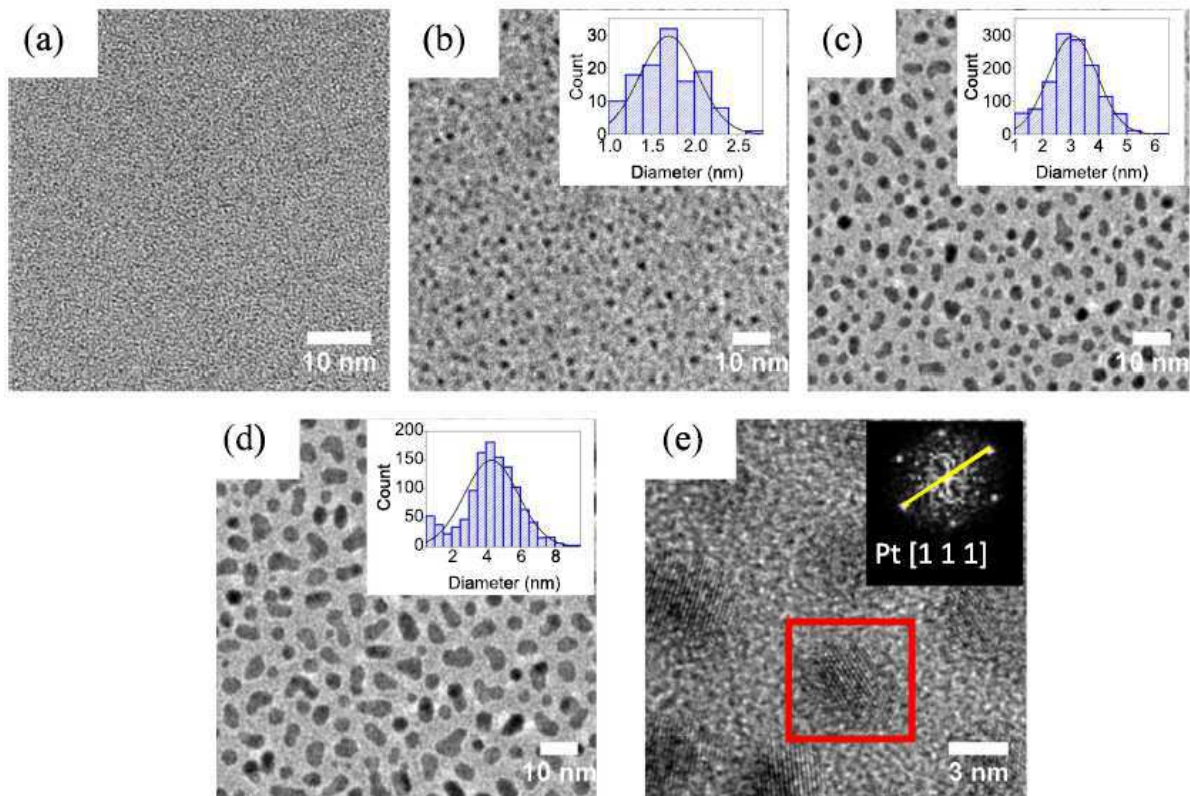


Figure 2.13 : Images TEM de NPs de Pt: a) échantillon de référence constitué d'une couche mince d' Al_2O_3 de 5nm d'épaisseur déposée par ALD sur une membrane de SiO_2 ; NPs de Pt élaborées à partir de b) 30 cycles, c) 45 cycles et d) 60 cycles de croissance PEALD à 200°C sur une couche mince d' Al_2O_3 de 5nm d'épaisseur ; e) image HRTEM révélant la structure cristalline cfc des NPs de Pt.

Comme illustré en figure 2.13, cette étude nous a permis de vérifier qu'il est possible de contrôler le diamètre moyen des nanoparticules dans la gamme de 1.5nm à 5nm, en jouant simplement sur le nombre de cycles de croissance PEALD. Au-delà de 45 cycles de croissance (figure 2.13d), les NPs de Pt commencent à coalescer pour former des nanostructures longilignes. A noter qu'au-delà de 100 cycles, il est possible d'obtenir un film mince percolant de Pt. Les nanostructures obtenues sont cristallines avec une structure cfc qui est typiquement rencontrée pour le platine sous sa forme massive (figure 2.13e).

2. Etude du transport électronique au sein de structures multi-îlots

Après avoir optimisé le procédé de croissance des NPs de Pt, nous nous sommes intéressés aux phénomènes de transport électronique au sein de couches minces composites constituées d'un réseau 3D de NPs encapsulées dans de l'alumine. Ces dernières ont été obtenues en intercalant 5 couches de NPs de Pt (50 cycles) avec 6 couches d' Al_2O_3 de 2,4nm d'épaisseur (24 cycles). Nous rappelons que l'objectif du projet consistait à utiliser ces films nanocomposites comme canal du SET. Nous avons donc élaboré des dispositifs de test dont la géométrie est schématisée en figure 2.14. Deux types de structures à deux terminaux ont été étudiées : des structures verticales et des structures planaires.

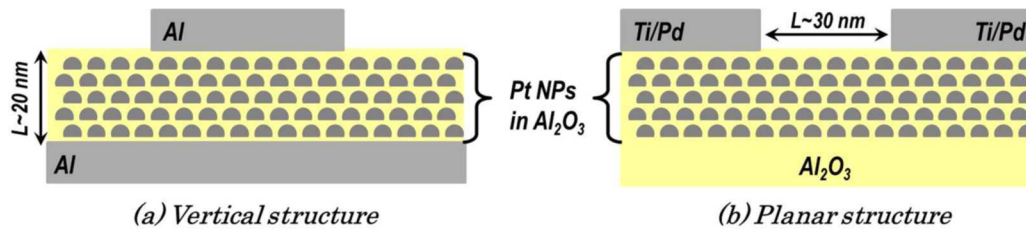


Figure 2.14 : Représentation schématique des dispositifs de test utilisés pour l'étude du transport électronique au sein de films composites à base de NPs de Pt.

Pour élaborer les structures verticales, nous avons intégré une couche mince nanocomposite sur un film d'aluminium jouant le rôle d'électrode inférieure. L'électrode supérieure de géométrie circulaire, également constituée d'aluminium, a été obtenue par évaporation au canon à électrons au travers d'un masque d'ombrage.

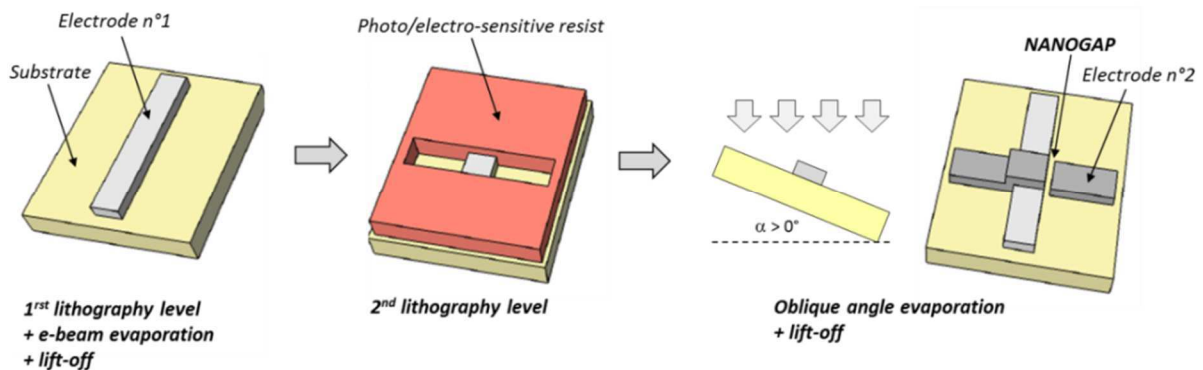


Figure 2.15 : Illustration des différentes étapes du procédé d'évaporation à angle.

Concernant les structures planaires, nous avons développé un procédé d'évaporation à angle nous permettant d'aligner par effet d'ombrage des paires d'électrode avec des distances de séparation inférieures à 50nm [Philipp 1999, Rousseau 2014]. La figure 2.15 illustre les différentes étapes du procédé d'évaporation à angle réalisé à partir de deux niveaux de masquage. Pour aligner latéralement les deux électrodes, deux évaporations successives sont nécessaires : à plat pour la première électrode, puis avec un angle non nul pour la seconde (figure 2.15). La taille du nanogap séparant les deux électrodes dépend alors simplement de l'épaisseur de la première électrode et de l'angle utilisé pour la seconde évaporation. Des images MEB (Microscopie Electronique à Balayage) de nanogaps obtenus pour différents angles d'évaporation sont présentés en figure 2.16. Un gap minimum de 6nm de long et de 100µm de large a été obtenu par cette méthode (le dispositif de 6nm est électriquement ouvert, il ne présente pas de court-circuit).

Une section transverse STEM d'une structure de test planaire est présentée en figure 2.17. Sur cette image, nous pouvons observer distinctement les cinq couches de NPs de Pt encapsulées dans la matrice d' Al_2O_3 . Un nanogap de 30nm de long a alors été intégré en surface du film nanostructuré par application du procédé d'évaporation à angle. La cartographie EDX des éléments métalliques Pt, Ti et Pd nous a permis de vérifier qu'aucun résidu métallique issu du procédé ne vient court-circuiter le nanogap.

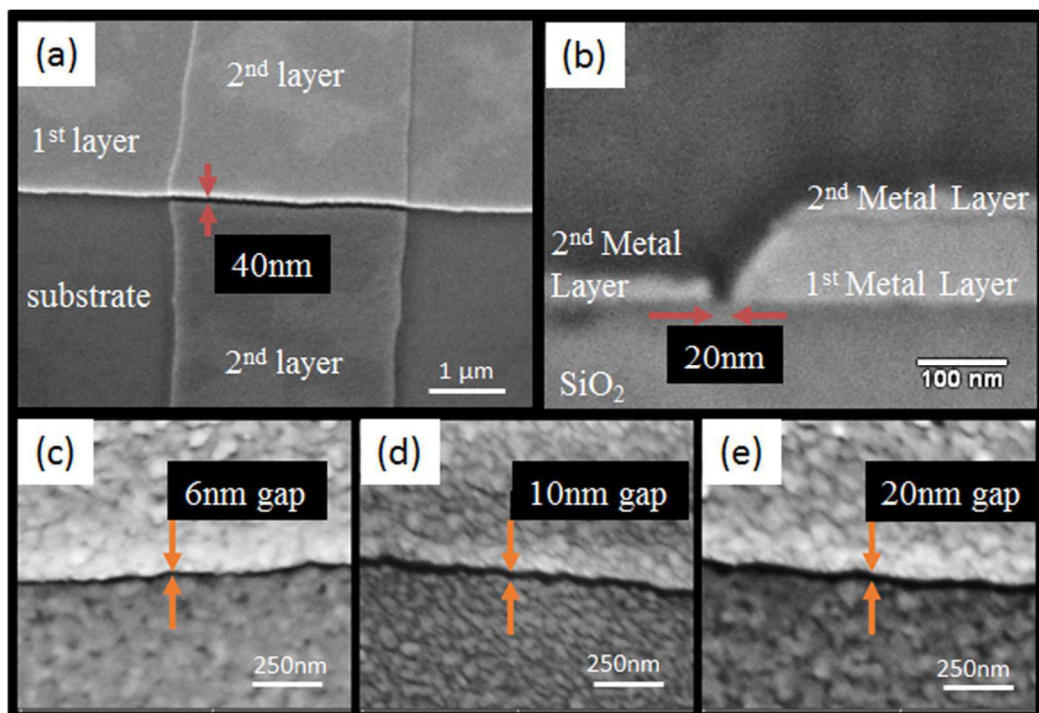


Figure 2.16 : Images MEB de nanogaps élaborés par évaporation à angle : a) vue de dessus d'un nanogap de 40nm ; b) vue en coupe d'un gap de 20nm ; vue de dessus de différents gaps obtenus avec des angles d'évaporation de c) 30°, d) 45° et e) 60°.

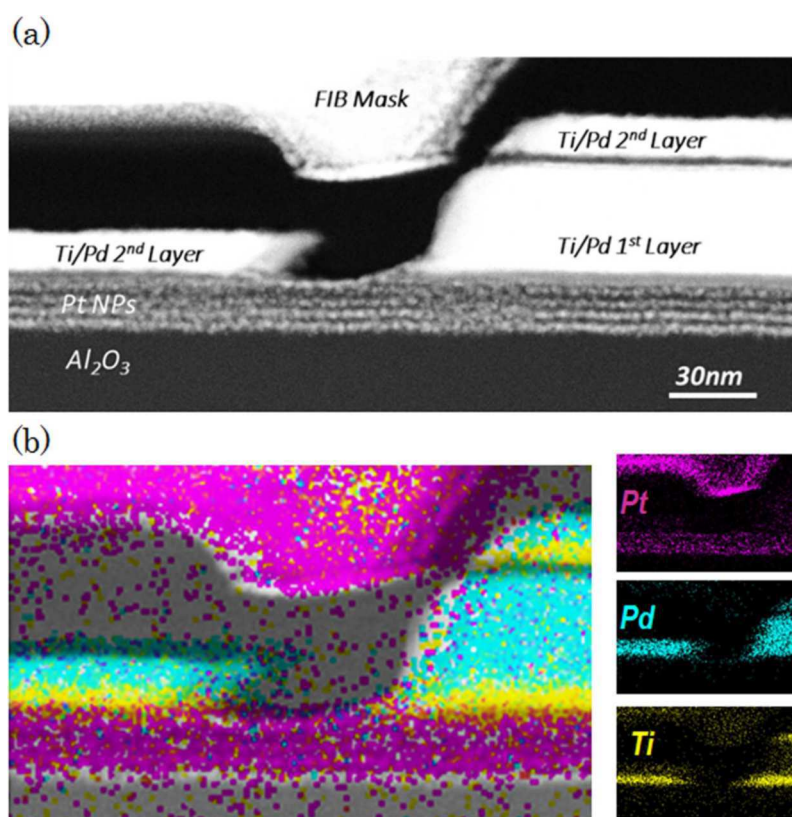


Figure 2.17 : a) Section transverse STEM d'un dispositif de test planaire ; b) cartographie EDX des éléments Pt, Pd et Ti.

Les caractéristiques électriques des dispositifs de test sont présentées en figures 2.18 et 2.19. Concernant les structures verticales, nous avons comparé les caractéristiques I(V) d'un dispositif intégrant des NPs de Pt avec celles d'un dispositif de référence intégrant uniquement de l'alumine. Une tendance assez claire apparaît sur ce graphique : l'ajout des nanoparticules de Pt dans la matrice diélectrique d'Al₂O₃ augmente considérablement le niveau de courant sur toute la gamme de tension et de température. Les caractéristiques I(V) de la structure de référence d'Al₂O₃ sont en accord avec le modèle Fowler-Nordheim de courant tunnel à fort champ. Concernant la structure verticale incluant des nanoparticules de Pt, nous avons identifié un mécanisme de transport de type Poole-Frenkel. Ce mécanisme de transport implique l'émission thermique de porteurs de charge dans la bande de conduction du diélectrique depuis des niveaux de piège présents dans la bande interdite. Contrairement au mécanisme Fowler-Nordheim qui est limité à l'interface Métal/Isolant, le mécanisme Poole-Frenkel est donc limité dans le volume du film nanocomposite. A partir d'un ajustement du modèle Poole-Frenkel sur les données expérimentales, nous avons extrait une profondeur de piège Φ de l'ordre de 50meV. D'après la littérature, la hauteur de barrière d'une interface Pt/Al₂O₃ est de l'ordre de 3eV. La valeur extraite de 50 meV est bien inférieure à 3eV ce qui signifie que les îlots de Pt ne jouent pas eux-mêmes le rôle de pièges dans le mécanisme Poole-Frenkel. La présence de défauts à l'interface Pt/Al₂O₃ et/ou dans le volume de la matrice diélectrique d'Al₂O₃ est donc possiblement à l'origine de ce mécanisme de conduction assisté par pièges.

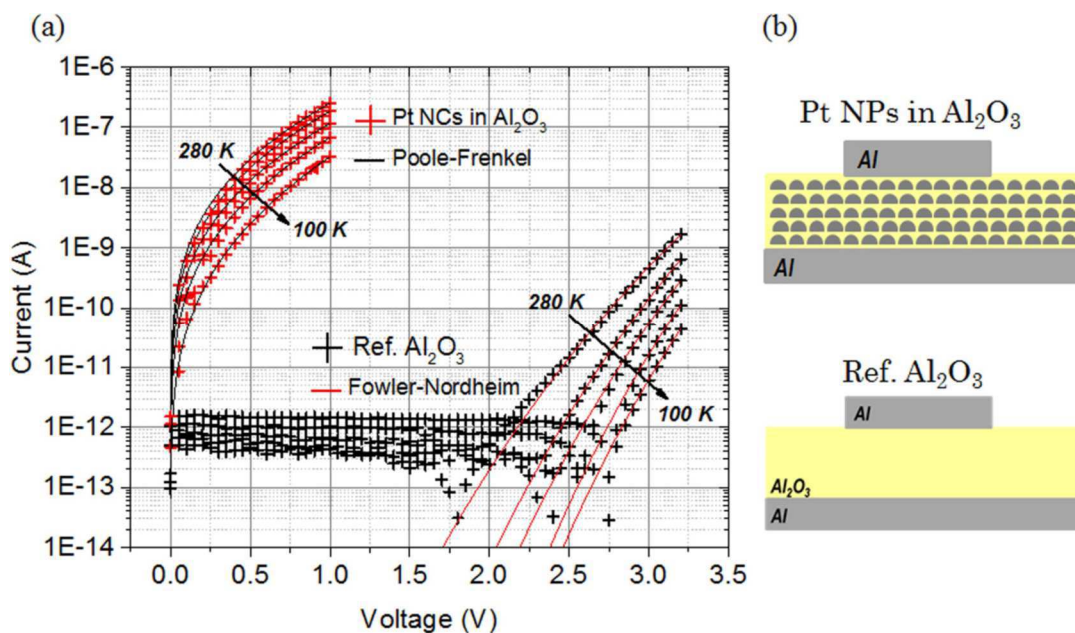


Figure 2.18 : a) Caractéristiques I(V) de structures de test verticales sur une gamme de température comprise entre 100K et 280K ; b) Vue schématique des structures de test verticales.

A partir des caractéristiques I(V) de la structure de test planaire (figure 2.19), nous avons également identifié un mécanisme de transport assisté par piège de type Poole-Frenkel. Les ajustements des courbes théoriques sur les données expérimentales nous ont permis d'extraire une profondeur de pièges de 80meV, à nouveau très inférieure à la hauteur de barrière Pt/Al₂O₃ de l'ordre de 3eV. Cette extraction confirme que les îlots de Pt ne jouent pas eux-mêmes le rôle de piège dans le mécanisme Poole-Frenkel. Les écarts observés sur les valeurs de profondeur

de piège pour les 2 structures verticales et planaires proviennent possiblement de l'imprécision de notre méthode d'extraction.

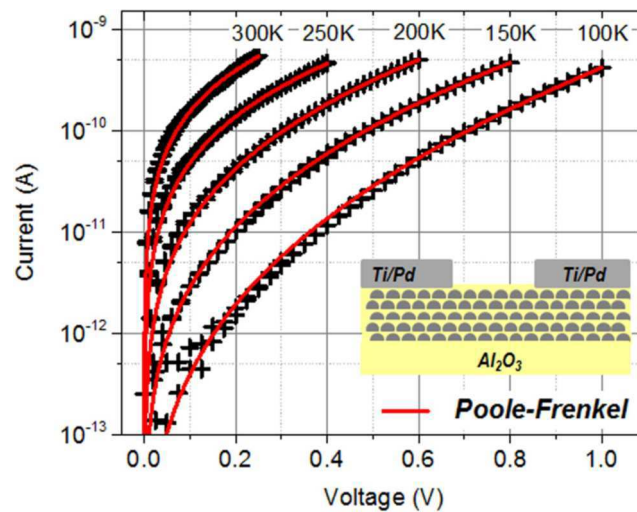


Figure 2.19 : Caractéristiques $I(V)$ d'une structure de test planaire sur une gamme de température comprise entre 100K et 300K

Bien que le mécanisme de transport identifié soit le même pour les deux types de structure (verticale et planaire), un écart significatif (de plus de 3 ordres de grandeur) apparaît sur les densités de courant sur toute la gamme du champ E appliqué. A titre indicatif, les densités de courant maximales obtenues avec la structure planaire sont de l'ordre 5400 A/m^2 alors que celles obtenues avec la structure verticale ne dépassent jamais $1,5 \text{ A/m}^2$. Il est à noter que cet écart significatif sur les densités de courant est observable sur toute la gamme de température comprise entre 100K et 300K. D'après les extractions effectuées, il semblerait que cette anisotropie du transport électronique provienne principalement d'une différence de mobilité des porteurs dans les deux directions (dans le plan et hors du plan) du film nanocomposite. Notre hypothèse est que les défauts qui contribuent au mécanisme Poole-Frenkel sont localisés majoritairement aux interfaces des couches intermédiaires d' Al_2O_3 qui isolent chacun des 5 plans d'îlots de Pt. Ces défauts pourraient effectivement être générés pendant le dépôt de Pt lorsque chaque couche intermédiaire d' Al_2O_3 est exposée au précurseur MeCpPtMe_3 . Par soucis de clarté, nous avons illustré de manière très schématique en figure 2.20 la possible localisation des pièges dans l'empilement complet. Sur la base du schéma présenté en figure 2.20, il est envisageable que la distance moyenne entre deux pièges voisins soit bien plus faible dans la direction du plan plutôt que dans la direction hors du plan. À notre avis, ces différentes distributions de pièges dans les deux directions peuvent être à l'origine de cette anisotropie du transport électronique.

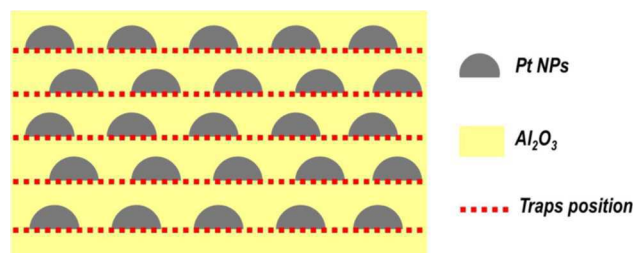


Figure 2.20 : Illustration schématique de la position des pièges dans l'empilement NPs de Pt/ Al_2O_3 .

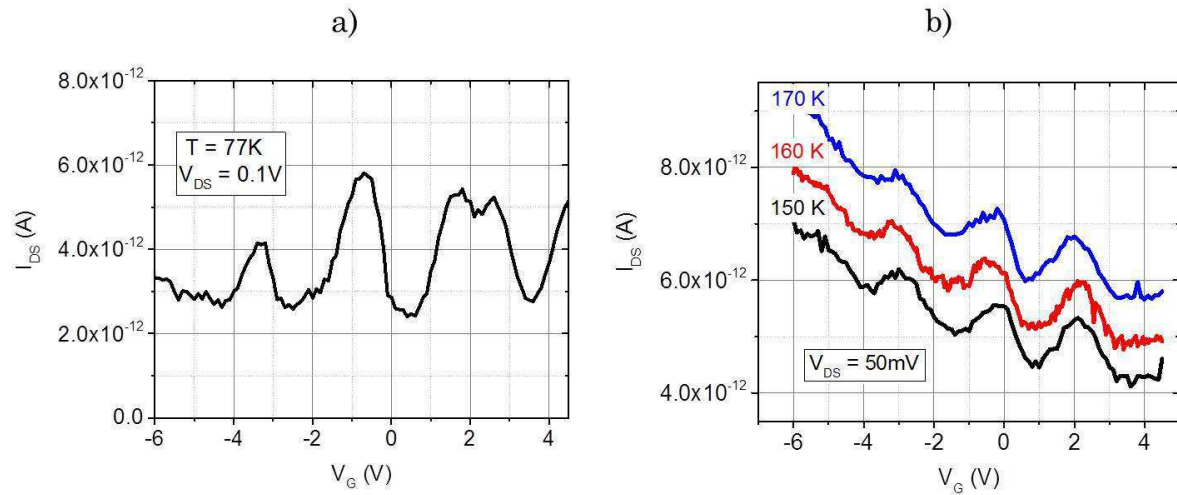


Figure 2.23 : Caractéristiques $I_{DS}(V_G)$ d'un dispositif SET obtenue à a) 77K et entre b) 150K et 170K.

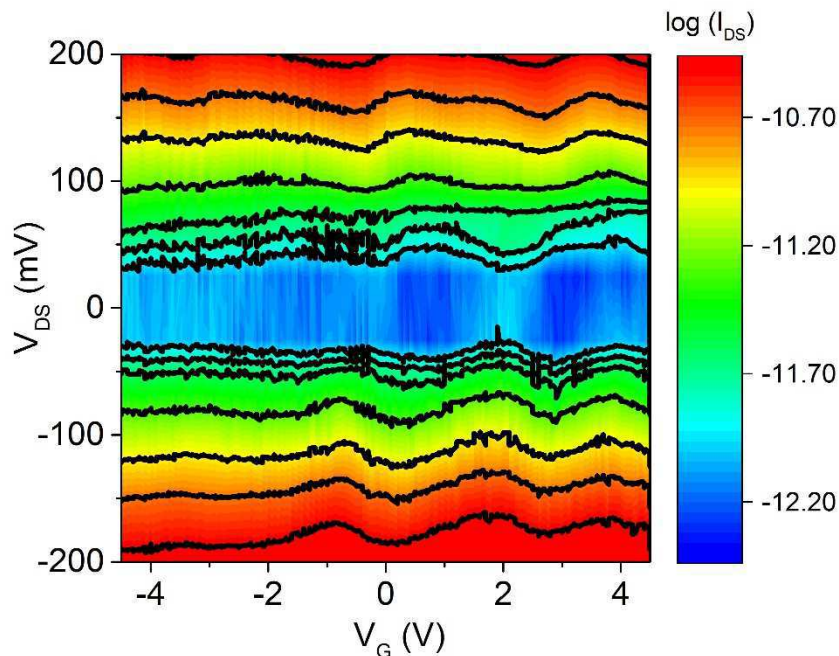


Figure 2.24 : Courant I_{DS} mesuré à 100K en fonction des tensions V_{DS} et V_G .

Les caractéristiques électriques d'un dispositif SET sont présentés en figures 2.23 et 2.24. En figure 2.23a, nous présentons une caractéristique $I_{DS}(V_G)$ mesurée à 77K. Les oscillations observées sur ce graphique résultent d'un phénomène de blocage Coulombien au sein de la structure muti-îlots. Ces oscillations communément appelées oscillations de Coulomb sont caractéristiques d'un fonctionnement du transistor en mode SET. Un rapport I_{ON}/I_{OFF} maximum de l'ordre de 2,4 est obtenu sur cette caractéristique à 77K. Lorsque la température de l'enceinte de mesure est augmentée à 170K (figure 2.23b), les oscillations de Coulomb sont toujours présentes mais avec une amplitude réduite. Un rapport I_{ON}/I_{OFF} maximum de seulement 1,1 est obtenue à 170K. Au-delà de 170K, les oscillations ne sont plus observées sur la caractéristique $I_{DS}(V_G)$.

Le mécanisme de transport de type Poole-Frenkel qui a été identifié précédemment est possiblement à l'origine de cette limitation du fonctionnement du SET à des températures supérieures à 170K. Le mécanisme de transport Poole-Frenkel est vu ici comme un mode de conduction parasite qui prend le dessus à haute température sur des événements tunnel séquentiels d'îlot en îlot. Réduire la concentration de pièges dans la matrice d'alumine permettrait d'abaisser la contribution Poole-Frenkel et d'augmenter la température de fonctionnement des SETs.

Une cartographie du niveau de courant dans le canal à 100K en fonction des paramètres V_{DS} et V_G est présentée en figure 2.24. Sur ce graphique, les courbes noires représentent des lignes iso-courant. Le fait que les lignes iso-courant ne soient pas des droites horizontales indique que les oscillations de Coulomb ont pu être observées sur toute la gamme de tension explorée, allant de -200mV à 200mV pour la tension drain-source V_{DS} et de -4.5V à 4.5V pour la tension de grille V_G . Il est à noter que ce fonctionnement en mode SET à basse température a été observé sur plusieurs composants présentant des géométries différentes (différentes longueurs et largeurs de canal). Une variabilité importante a tout de même été obtenue sur les caractéristiques $I_{DS}(V_G)$ (rapports I_{ON}/I_{OFF} et période des oscillations fluctuants d'un dispositif à l'autre). Ces travaux nous ont tout de même permis de démontrer la faisabilité d'un procédé « tout ALD » basse température pour le développement à petite échelle de SETs fonctionnels.

Conclusion

Ces travaux sur la thématique des transistors à un électron m'ont permis de m'intégrer au cœur des activités de l'équipe électronique et d'interagir avec un grand nombre de collègues du laboratoire. Ces travaux fortement orientés process m'ont également permis de me former et de prendre en main un grand nombre d'équipements sur la plateforme NanoLyon. Toutefois, cette technologie a perdu de l'essor avec les années (les SETs sont sortis des roadmaps de l'ITRS, essoufflement des financements...). Nous avons donc ré-exploité notre savoir-faire technologique au profit d'applications dans le domaine des capteurs et des dispositifs memristifs. Ces travaux sont présentés dans les deux chapitres suivants.

Chapitre 3 :

Capteurs piézorésistifs flexibles

1. Transducteurs à nanoparticules.....	47
2. Transducteurs à effet piézo-tunnel.....	51
1. Etude physique et optimisation du transducteur	51
2. Intégration d'un capteur sur support plastique	54
3. Transducteurs à nano-fissure	57
1. Ingénierie de fissure à l'échelle nanométrique.....	57
2. Développement d'un système de prise de pouls radial	60

Ce troisième chapitre présente les différents développements qui ont été mis en œuvre pour aboutir à l'intégration de capteurs flexibles à transduction piézorésistive. Ces travaux ont été initiés en 2015 suite à un rapprochement des axes « nanoélectronique » et « microsystèmes » de l'équipe Electronique. Suite à plusieurs réunions brainstorming, l'idée nous est venue d'exploiter l'expertise sur les croissances ALD basse température pour développer différentes fonctions capteur sur substrat polymère flexible. Les transducteurs piézorésistifs sont largement utilisés dans le secteur des MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems) et de l'électronique flexible pour une variété d'applications (capteurs de pression, capteurs inertiels, contrôle tactile, capteurs biomédicaux, contrôle de l'activité physique, robotique, etc...) [Barlian 2009, Amjadi 2016]. Ces dernières années, la recherche dans le domaine s'est majoritairement intéressée à l'utilisation des nanotechnologies pour optimiser conjointement la sensibilité, la consommation énergétique et la miniaturisation de ces transducteurs [Grow 2005, He 2006, Hermann 2007, Li 2012, Zhu 2013, Amjadi 2014]. Bien que l'utilisation des nanotechnologies pour ce type d'application ait engendré un grand nombre d'études et de publications de la part de laboratoires académiques du domaine, de nombreux verrous (manipulation de nano-objets, complexité des procédés, mise à l'échelle industrielle, reproductibilité et fiabilité des capteurs) restent encore à lever pour aboutir à un transfert vers l'industrie. Les travaux présentés dans ce chapitre s'inscrivent dans cette démarche en proposant le développement de procédés éprouvés par l'industrie microélectronique (ALD, PVD) pour des applications dans le domaine des MEMS et de l'électronique flexible.

La première partie de ce chapitre s'intéresse à la technologie des transducteurs piézorésistifs à nanoparticules. Les structures multi-îlots développées dans le cadre de la thèse de Daniel Thomas sur la thématique des transistors à un électron ont été réutilisées et intégrées sur substrat souple pour développer des jauges de contrainte. La réponse électro-mécanique de ces films minces nanostructurés est tout d'abord analysée puis exploitée pour développer un capteur de pression sur support plastique.

La seconde partie du chapitre est dédiée à l'étude de l'effet piézo-tunnel au sein de jonctions Métal/ Al_2O_3 /Métal élaborées à basse température ($<200^\circ\text{C}$) par ALD. Après optimisation, ces transducteurs sont intégrés sur support souple puis transférés sur pièce plastique par utilisation de l'impression 3D.

Enfin, la dernière section du chapitre présente des travaux sur la thématique des jauges à nano-fissures. Des films minces développés par ALD sont utilisés pour contrôler la morphologie de fissures formées à faible niveau de déformation ($<1\%$). Le contrôle de la morphologie des fissures nous permet d'ajuster et d'optimiser la sensibilité des transducteurs. Ces transducteurs sont enfin utilisés pour développer un système de prise de pouls radial communiquant sans fil avec une interface logicielle.

1. Transducteurs à nanoparticules

Les transducteurs à nanoparticules exploitent la sensibilité de l'effet tunnel à la déformation. Sous contrainte mécanique, la déformation d'une barrière de potentiel engendre une variation exponentielle du courant et donc de la résistance effective de la jonction. Cet effet a initialement été exploité avec des réseaux auto-organisés de colloïdes d'or [Hermann 2007]. Le réseau

tridimensionnel de nanoparticules se comporte comme un réseau série-parallèle de jonctions tunnel. Les barrières tunnel sont localisées aux jonctions entre nanoparticules voisines qui sont enrobées dans une gangue organique. Cette technologie a été reprise plus tard par différents groupes dans le monde pour développer des capteurs de déformation à haut facteur de jauge sur différents types de substrat [Siffalovic 2010, Tanner 2012, Sangeetha 2013, Jiang 2015, Yi 2015, Schlicke 2016, Wang 2016]. Des facteurs de jauge compris entre 10 et 300 ont été reportés à ce jour avec cette technologie. Ces transducteurs sont généralement obtenus à partir de solutions colloïdales qui sont transférées sur substrat souple par impression au jet d'encre, pulvérisation à l'aérographe, dépôt couche par couche ou encore auto-assemblage par convection. Notre approche a consisté à utiliser les matrices nanocomposites élaborées par ALD, à base de NPs de Pt encapsulées dans de l'alumine pour cette même application. L'originalité de notre démarche est principalement liée à l'utilisation de l'ALD qui, de notre point de vue, permettrait un transfert facilité vers l'industrie par rapport aux procédés utilisés dans les travaux susmentionnés.

Le procédé qui avait été initialement optimisé dans le cadre de la thèse de Daniel Thomas sur substrat silicium a donc été transféré sur substrat souple. Le transfert du procédé s'est fait aisément car l'ALD ne nécessite pas des températures de croissance élevées (200°C). Pour élaborer les transducteurs, nous avons empilé plusieurs couches de NPs de Pt et d'Al₂O₃, toutes deux déposées dans le même réacteur sur substrat polyimide. Les NPs de Pt sont obtenues à partir de 50 cycles de croissance PEALD et présentent un diamètre moyen de 3.1nm (figure 3.1a). La figure 3.1b présente une coupe transverse STEM sur laquelle nous pouvons observer une couche nanocomposite de 15 nm d'épaisseur. Afin de favoriser la nucléation et la croissance des NPs de Pt, nous avons au préalable déposé un film mince d'Al₂O₃ de 10 nm d'épaisseur sur le substrat polyimide. La couche sensible nanocomposite a ensuite été obtenue en intercalant cinq couches de NPs de Pt avec cinq couches d'alumine d'une épaisseur de l'ordre de 1.2nm (12 cycles de croissance ALD). Des électrodes en aluminium ont finalement été intégrées en surface du multicouche par évaporation au canon à électron au travers d'un masque d'ombrage. Une photographie et une illustration schématique d'un transducteur flexible complet sont présentées en figure 3.1(c).

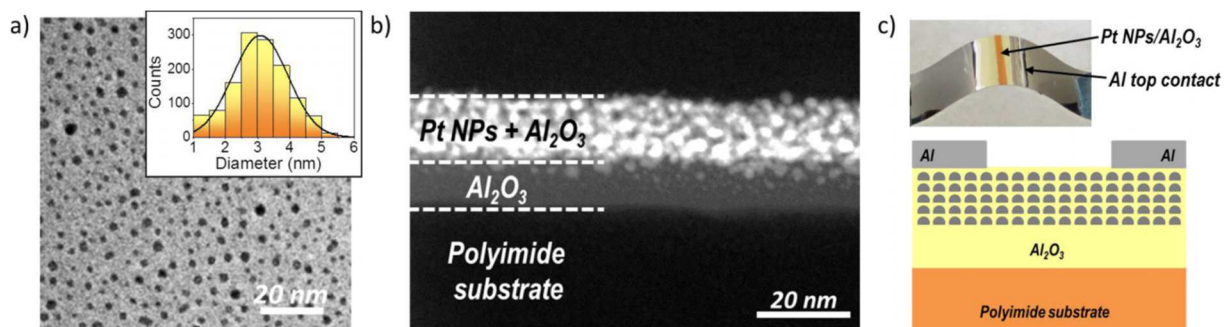


Figure 3.1 : a) Image TEM de NPs de Pt élaborées par PEALD ; b) Section transverse STEM d'un film composite NPs de Pt/Al₂O₃ intégré sur substrat souple ; c) Photographie d'un transducteur flexible à NPs et vue schématique de l'empilement.

Afin d'analyser la réponse électro-mécanique de transducteurs souples, un banc de flexion dédié a été développé. Le banc est constitué de deux micro-manipulateurs sur lesquels est fixé le transducteur à ses deux extrémités. En modifiant la distance entre les deux

manipulateurs, il est alors possible de mettre l'échantillon en flexion dans une configuration de flambement. La figure 3.2a présente une série de photographies d'un transducteur flexible en configuration de flambement à différents niveaux de déformation. Le rayon de courbure au centre de l'échantillon est mesuré pour chaque déplacement des manipulateurs (de 0 à 6mm par pas de 1mm) et la déformation en surface est déterminé à l'aide d'un modèle géométrique 1D. La figure 3.2b présente une courbe d'étalonnage du banc de flexion. Le déplacement des manipulateurs est relié sur cette courbe à la déformation en surface.

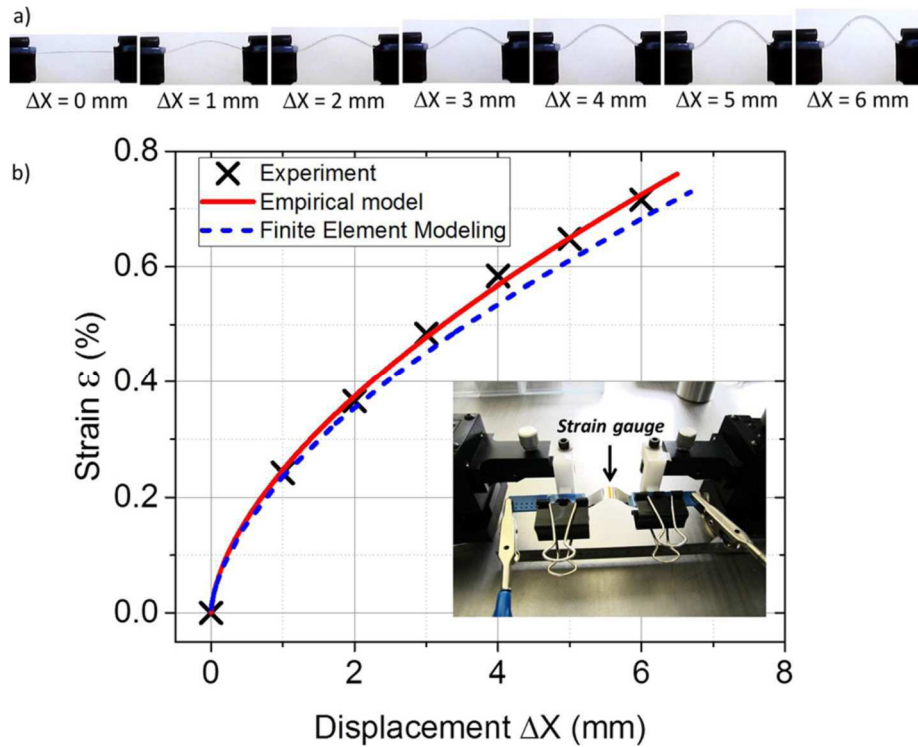


Figure 3.2 : a) Série de photographies du transducteur soumis à différents niveaux de contrainte en configuration de flambement ; b) Courbe d'étalonnage du banc de test de flexion.

La réponse électro-mécanique des transducteurs à NPs est présentée en figure 3.3. Des caractéristiques courant-tension à différents niveaux de déformation sont tout d'abord présentées en figure 3.3a. A partir de la caractéristique réalisée sans contrainte externe appliquée, nous estimons une résistivité de $2,8 \cdot 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ pour le film mince nanocomposite qui est supérieure de 9 ordres de grandeur par rapport à la résistivité du platine sous sa forme massive. Cette résistivité électrique élevée indique que le transport électronique est ici limité aux jonctions entre les NPs de Pt adjacentes. La variation relative de résistance du transducteur en fonction de la déformation en surface est présentée en figure 3.3b. Un facteur de jauge maximum de 70 est extrait à 0,5% de déformation. Ces données obtenues en configuration de flambement sont également comparées à des mesures réalisées en configuration de contact conformationnel pour laquelle le transducteur flexible est fixé sur des gabarits cylindriques de différents diamètres. Un bon accord est observé pour ces deux configurations sur une gamme de déformation comprise entre 0% et 0,3%. Ces données expérimentales sont également comparées à un modèle analytique qui prend en compte deux mécanismes de transports concurrents entre nanoparticules adjacentes : une contribution ohmique due à la présence de défauts au sein de la couche diélectrique d'alumine et une contribution tunnel. L'ajustement du

modèle aux données expérimentales nous permet d'aboutir à la conclusion suivante : bien que le transport électronique soit majoritairement influencé par la présence de défauts dans l'alumine, la dépendance exponentielle de la résistance du transducteur à la déformation est attribuée à des événements tunnels minoritaires entre nanoparticules adjacentes.

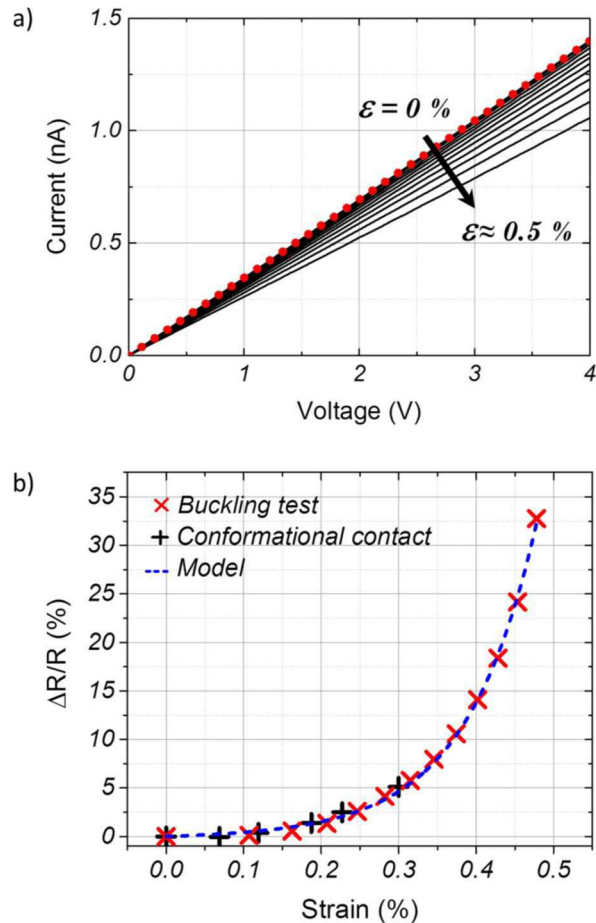


Figure 3.3 : a) Caractéristiques courant-tension obtenues à différents niveaux de déformation ; b) Réponse électromécanique du transducteur à nanoparticules.

Nous avons finalement utilisé ces transducteurs flexibles à NPs pour développer un capteur de pression intégré sur plastique. Comme indiqué en figure 3.4a, nous avons intégré 4 transducteurs à NPs de Pt en configuration de pont de Wheatstone sur une membrane de polyimide de $75\mu\text{m}$ d'épaisseur. Nous avons par la suite collé cette membrane à la cire sur une pièce en plastique percée en son centre, un des 4 transducteurs ayant été volontairement aligné au centre du trou. Le système a alors été testé en pression sur la gamme 0-200mbar. La réponse du capteur est présentée en figure 3.4b pour une tension d'alimentation du pont de 1V. Une bonne linéarité est observée sur la gamme 0-200mbar avec une sensibilité de $4,75 \cdot 10^{-3} \text{ bar}^{-1}$. Bien que la sensibilité puisse être encore augmenté en optimisant le design du capteur (épaisseur de la membrane, taille et position des jauges...), ces premiers résultats démontrent la faisabilité d'un dispositif MEMS intégré sur plastique.

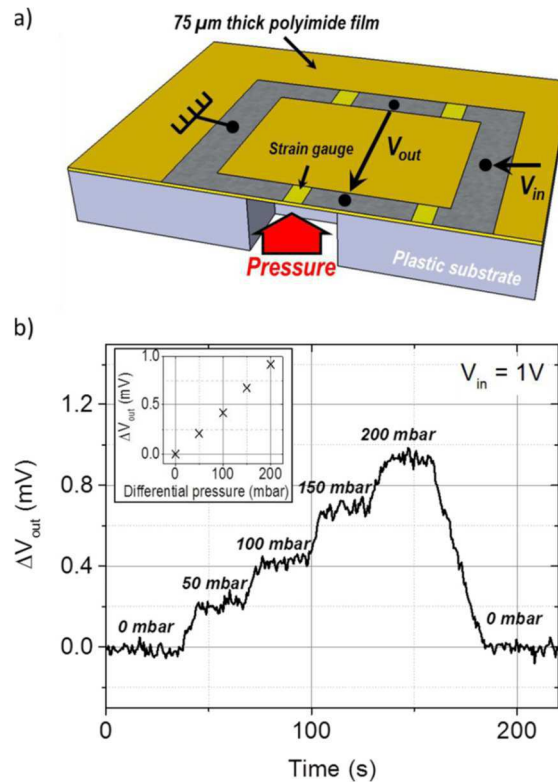


Figure 3.4 : a) Schéma du capteur de pression intégré sur plastique ; b) Réponse du capteur de pression sur la gamme 0-200mbar pour une alimentation en entrée de 1V.

2. Transducteurs à effet piézo-tunnel

1. Optimisation et étude physique du transducteur

A l'instar des réseaux tridimensionnels de nanoparticules, les transducteurs à effet piézo-tunnel exploitent la sensibilité de l'effet tunnel à la contrainte mécanique mais dans des jonctions tunnel unique. A notre connaissance, nous n'avons relevé que deux études antérieures à nos travaux sur le sujet. Friedrich et al. se sont intéressés à la fin des années 1990 au comportement sous contrainte mécanique de diodes silicium polarisées en inverse et pour lesquelles le transport électronique s'effectue par effet tunnel bande à bande [Friedrich 1997]. Plus récemment en 2015, Zhu et McNamara se sont intéressés à l'étude de l'effet piézo-tunnel au sein de jonctions MOS (Metal Oxide Semiconductor) [Zhu 2015]. Pour ces deux études, des facteurs de jauges de l'ordre de 20-30 ont été obtenus avec une faible sensibilité thermique par rapport aux piézorésistances en silicium. Dans le cadre de la thèse de Rémi Rafael qui a débuté à l'automne 2015, nous nous sommes intéressés à l'effet piézo-tunnel au sein de jonctions MOM (Metal Oxide Metal) qui peuvent être élaborées à basse température sur différents types de substrat (polymères, intégration BEOL...). Dans le cadre de ce projet, des structures « crosspoint » Metal/ Al_2O_3 /Metal ont tout d'abord été développées et optimisées sur substrat silicium. Le procédé a alors été transféré sur support souple pour démontrer la faisabilité d'un capteur de pression intégré sur plastique.

La figure 3.5 présente une vue schématique des étapes de fabrication des jonctions MOM ainsi qu'une caractéristique $J(E)$ (densité de courant en fonction du champ électrique appliqué)

qui corrobore avec un mécanisme de transport par effet tunnel à fort champ de type Fowler-Nordheim.

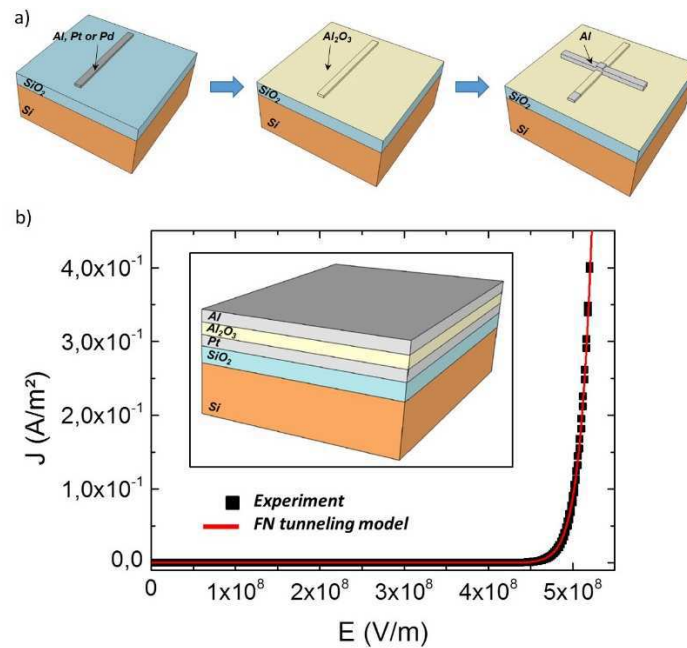


Figure 3.5 : a) Vue schématique du procédé d'élaboration des jonctions MOM ; b) Caractéristique $J(E)$ d'une jonction $Pt/Al_2O_3/Al$.

La réponse électromécanique des jonctions MOM a été analysée en flexion sur des poutres centimétriques en silicium. Le banc de test présenté en figure 3.6a est équipé d'un étai dans lequel est fixé la poutre en silicium qui intègre trois structures « crosspoint ». Une flèche connue est appliquée à l'autre extrémité de la poutre à l'aide d'un vérin motorisé. Le courant tunnel au travers de la jonction MOM est alors mesuré en simultané pour différents niveaux de déformation (figure 3.6b) à l'aide d'un analyseur paramétrique équipé de pré-amplificateurs de courant permettant des mesures bas niveau (jusqu'à la centaine de femtoampère). La déformation en surface de la poutre est déterminée à partir d'un modèle analytique inspiré de la théorie des poutres d'Euler-Bernoulli. Comme indiqué en Figure 3.6c, le facteur de jauge extrait est transversal car les lignes de courant sont orthogonales à la direction de la déformation.

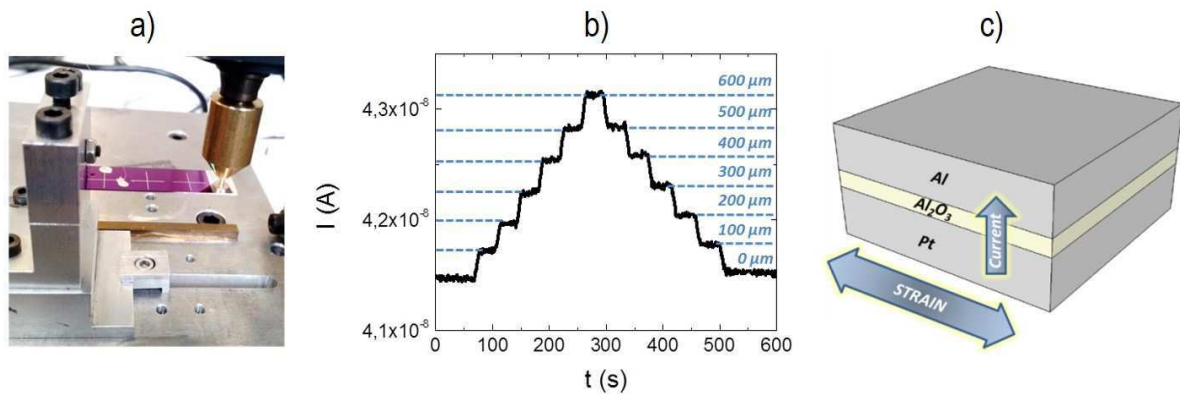


Figure 3.6 : a) Photographie du banc de test de flexion sur poutre silicium ; b) Courant tunnel au travers d'une jonction $Pt/Al_2O_3/Al$ pour différents niveaux de déformation ; c) Représentation schématique de la direction des lignes de courant et de la déformation appliquée.

La figure 3.7 présente la variation relative du courant tunnel au sein d'une jonction Pt/Al₂O₃/Al sur une gamme de déformation comprise entre 0 et 0.06%. Un facteur de jauge de l'ordre de 60 est extrait de cette mesure. La variation relative du courant en fonction de la déformation est comparée à un modèle géométrique basé sur le mécanisme de transport de Fowler-Nordheim. Ce modèle géométrique prend en compte uniquement les variations d'épaisseur et de surface de la jonction sous déformation. Comme présenté en figure 3.7, les simples effets géométriques sous déformation ne sont pas suffisants pour expliquer l'obtention de facteurs de jauge aussi élevés (de l'ordre de 60). Il est donc probable que des paramètres physiques de la jonction tels que la hauteur de barrière et/ou la masse effective des porteurs dans l'alumine varient sous déformation.

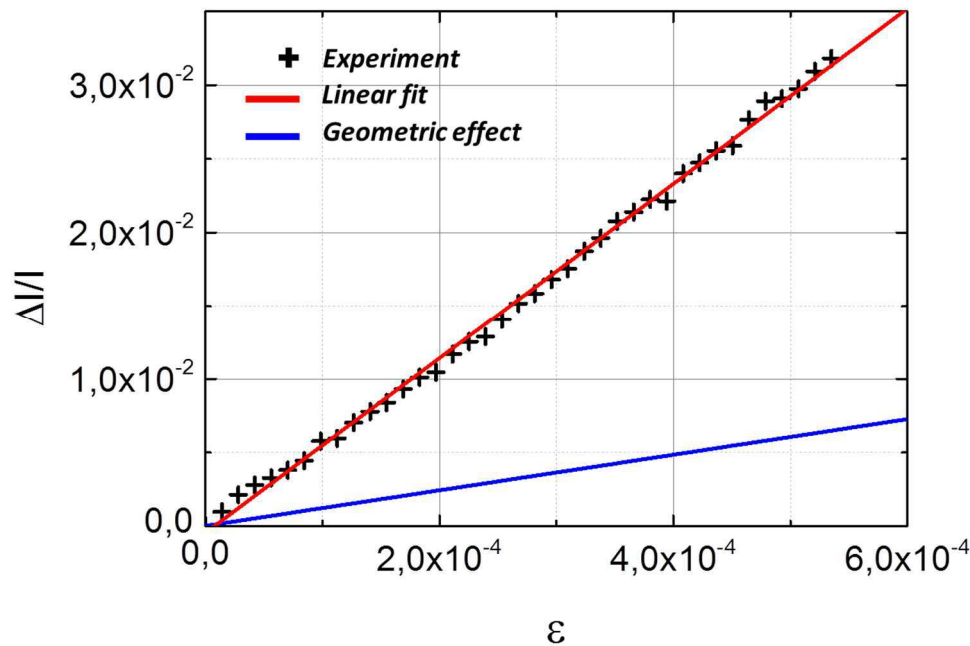


Figure 3.7 : Variation relative du courant tunnel en fonction de l'élongation imposée en surface.

Afin de déterminer l'influence de la hauteur de barrière et/ou de la masse effective sur la réponse électromécanique des jonctions, nous avons mené une étude paramétrique qui est résumée en figure 3.8. Les facteurs de jauge de 6 jonctions présentant différentes natures d'électrode inférieure (Al, Pt ou Pd) et différentes épaisseurs d'oxyde tunnel (10 et 20 nm) ont été caractérisées en fonction du niveau de courant imposé à vide. Pour chacune des jonctions MOM, deux facteurs de jauge différents ont été extraits. Ces deux facteurs de jauge sont obtenus par injection des charges par l'électrode inférieure et supérieure, respectivement.

Les facteurs de jauge extraits sous ces conditions s'échelonnent de 30 à 90 sur trois décades de niveau de courant (de 100pA à 100nA). La première information tirée de la figure 3.8 est qu'il n'y a pas d'influence significative de la nature de l'électrode d'injection (Al, Pd ou Pt) sur le facteur de jauge. Nous en déduisons que la réponse électromécanique de la jonction MOM repose principalement sur les propriétés intrinsèques de la couche d'alumine et non sur les propriétés du métal d'où les électrons sont injectés (Al, Pd ou Pt). Nous en concluons que la hauteur de barrière n'a que peu d'influence sur la réponse électro-mécanique et que la masse effective des électrons dans l'alumine joue au contraire un rôle majeur.

La deuxième observation importante concerne l'influence du sens du courant (injection par l'électrode inférieure ou supérieure) sur le facteur de jauge. Quels que soient la nature de l'électrode et le niveau de courant à vide, le facteur de jauge extrait est environ deux fois plus élevé lorsque les électrons sont injectés à partir de l'électrode supérieure qu'à partir de l'électrode inférieure. En régime tunnel à fort champ (régime Fowler-Nordheim), la barrière triangulaire vu par les électrons présente une épaisseur effective inférieure à l'épaisseur réelle de la jonction. Les électrons ne « voient » donc pas la même couche effective d'alumine lorsque la polarité de la jonction est inversée. Il est de plus probable que la variation sous contrainte de la masse effective aux interfaces soit affectée par la composition chimique de l'alumine. Un gradient de composition de l'alumine dû au procédé de croissance de la couche et/ou à des phénomènes d'inter-diffusion pourrait expliquer cette différence de facteurs de jauge obtenus avec les deux polarités. Les deux nuages de point correspondants en figure 3.8 aux deux types d'injections ont été comparés à un modèle analytique toujours basé sur le mécanisme de transport de Fowler-Nordheim. Ce modèle prend en compte les variations géométriques sous déformation (épaisseur et section de la jonction) et également une variation relative de la masse effective dans l'alumine. Des variations relatives respectives de -0,28% et -0,17% de la masse effective sont suffisantes à 0,1% de déformation pour expliquer les facteurs de jauges obtenus pour les deux types d'injection. A noter que la diminution du facteur de jauge avec le niveau de courant est simplement liée à la non-linéarité du modèle de Fowler-Nordheim.

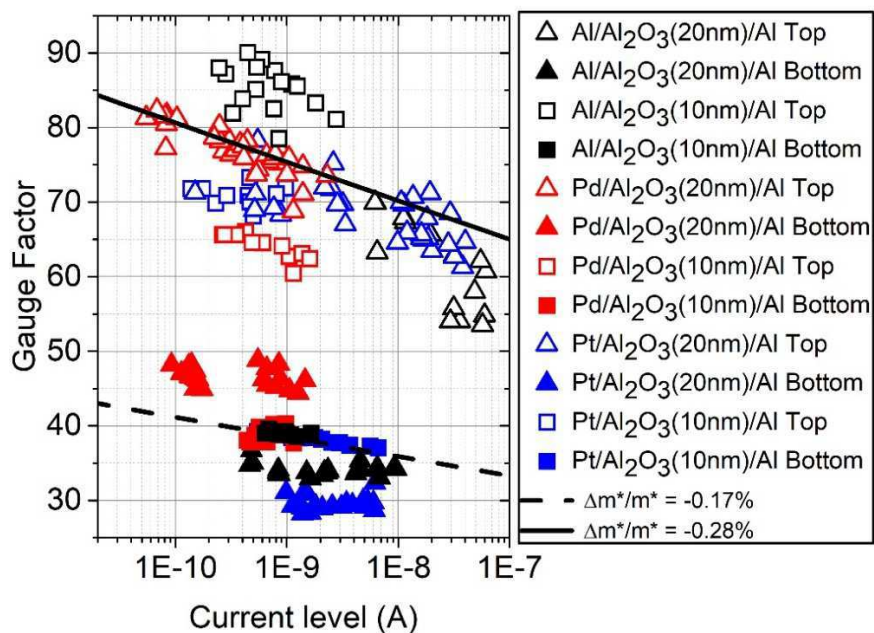


Figure 3.8 : Facteurs de jauge de 6 jonctions présentant différentes natures d'électrode inférieure (Al, Pt ou Pd) et différentes épaisseurs d'oxyde (10 et 20 nm) en fonction du niveau de courant imposé à vide. Les symboles « pleins » correspondent à une injection des électrons par l'électrode inférieure alors que les symboles « vides » correspondent à une injection par l'électrode supérieure.

2. Intégration d'un capteur sur support plastique

Après optimisation sur substrat silicium, le procédé d'élaboration des jonctions a été transféré sur substrat polyimide pour développer un capteur de pression intégré sur plastique. Dans la section précédente, nous avons présenté le développement d'un capteur obtenu par

collage à la cire de la membrane en polyimide sur une pièce en plastique. Dans le cadre de la thèse de Rémi Rafael, une approche différente basée sur l'impression 3D a été mise en œuvre. Comme présenté en figure 3.9, la partie rigide du capteur en PLA (acide polyactique) est directement imprimée sur la face arrière de la membrane par la méthode FFF (Fused Filament Fabrication). La membrane est au préalable marquée au LASER de découpe pour favoriser l'adhésion du matériau imprimé sur la membrane.



Figure 3.9 : Photographies des différentes étapes du procédé d'impression de la partie rigide en PLA du capteur de pression sur la membrane en polyimide.

Deux niveaux de masque d'ombrage ont été usinés par gravure LASER pour définir la géométrie des jonctions piézo-tunnel (figures 3.10a et b). L'électrode inférieure présente une géométrie circulaire de 5mm de diamètre correspondant à la taille totale de la membrane du capteur. Sept électrodes supérieures rectangulaires sont intégrées en périphérie de la membrane (figures 3.10c), là où la déformation est la plus élevée sous pression. L'empilement choisi pour ce démonstrateur intègre une électrode inférieure de palladium et une épaisseur de 10nm d'alumine pour une section de 0,25mm².

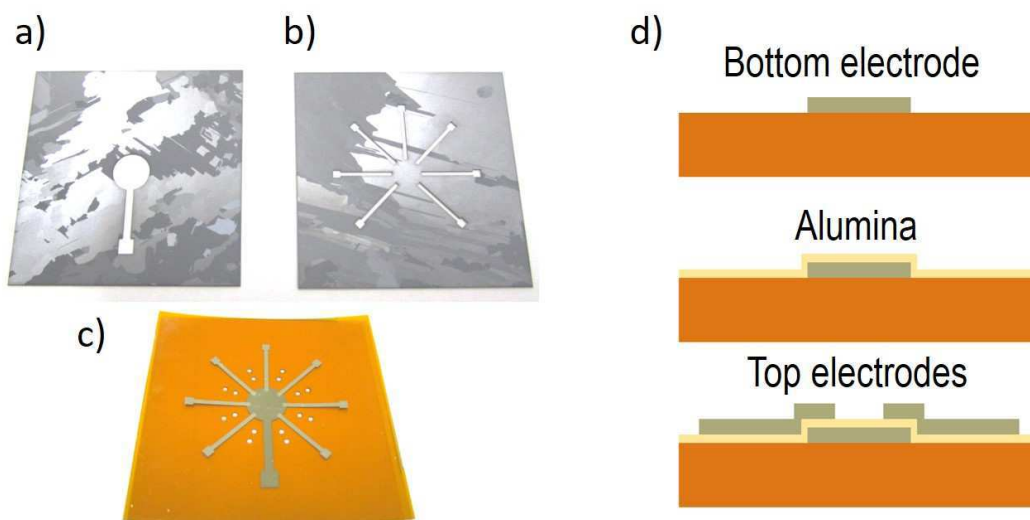


Figure 3.10 : Photographies des masques pochoir en polysilicium utilisés pour l'intégration des électrodes a) inférieures et b) supérieures sur la membrane de polyimide ; c) Photographie de sept jonctions piézo-tunnel intégrées en périphérie de la membrane circulaire ; d) Schéma illustrant le procédé d'élaboration des jonctions piézo-tunnel sur la membrane de polyimide.

La réponse du capteur de pression est présentée en figure 3.11 sur la gamme 0 – 850 mbar. La variation relative de courant tunnel au travers d’une des sept jonctions est mesurée en fonction du temps pour différents niveaux de surpression appliqués. Une réponse linéaire est observée sur la gamme 0 – 400mbar avec une sensibilité de $0,19 \text{ bar}^{-1}$. Au-delà de cette démonstration, ces travaux ouvrent des perspectives dans le développement d’une nouvelle gamme de capteurs MEMS intégrés sur plastique.

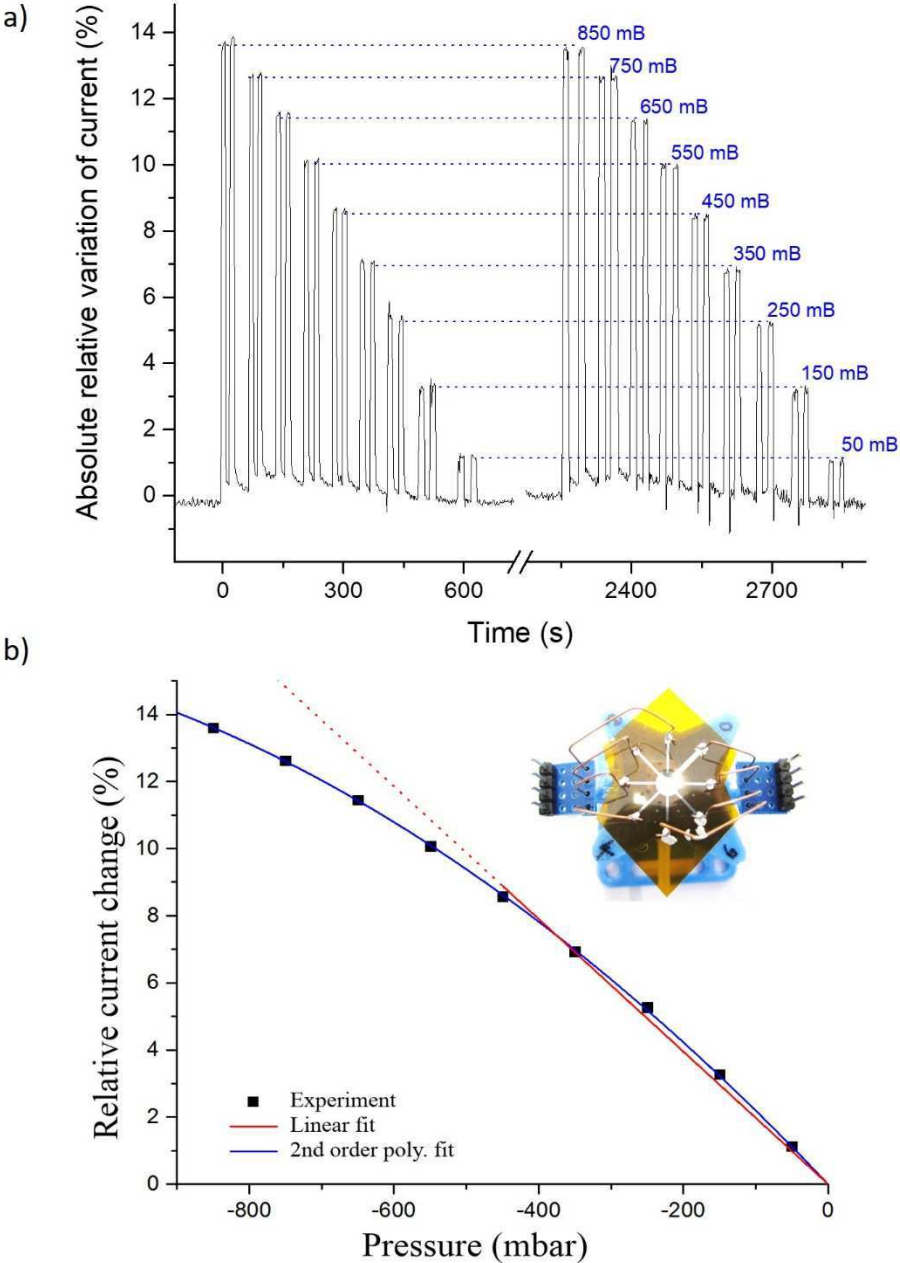


Figure 3.11: Réponse du capteur de pression intégré sur plastique sur la gamme 0-850mbar.

3. Transducteurs à nano-fissure

1. Ingénierie de fissure à l'échelle nanométrique

Parmi toutes les approches qui ont été proposées dans la littérature ces dernières années, la technologie des transducteurs à nano-fissure est celle qui permet d'atteindre les facteurs de jauge les plus élevés. Le concept des transducteurs à nano-fissures a fait son apparition dans la littérature en 2014 dans la revue Nature et repose sur le principe de fonctionnement suivant : sous contrainte mécanique, l'ouverture de fissures préformées au sein d'une couche mince conductrice engendre une variation géante de la résistance électrique de la couche [Kang 2014]. D'après plusieurs études, la sensibilité et la plage de détection optimale sont directement liées à la morphologie des fissures, à l'échelle nanométrique [Kang 2014, Choi 2017]. La figure 3.12a est une représentation schématique d'une fissure formée au sein d'un film conducteur qui présente une certaine distribution de taille d'aspérité. La sensibilité du transducteur est principalement liée à la largeur de cette distribution de taille alors que la plage de détection optimale est dépendante de la taille moyenne des aspérités. Plus la taille moyenne des aspérités est petite et plus la plage de détection se décale vers les faibles niveaux de déformation. D'autre part, moins les tailles d'aspérité sont dispersées et plus la sensibilité augmente.

En 2018, nous avons proposé une idée originale pour contrôler la morphologie des fissures et ainsi adapter la sensibilité et la plage de fonctionnement du transducteur. Le concept proposé est illustré en figure 3.12b et repose sur l'utilisation des films nano-composites constitués de NPs de Pt encapsulées dans de l'alumine. L'alumine ayant un allongement à la rupture inférieur à celui du Pt, notre hypothèse est que la formation et la propagation de fissures s'effectuent prioritairement sous déformation au sein de la matrice d'alumine, en contournant les NPs. La morphologie des fissures peut donc être contrôlée en ajustant la taille des NPs.

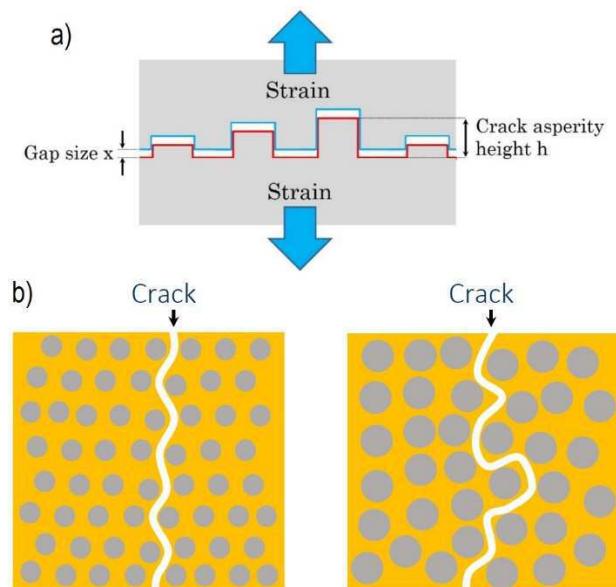


Figure 3.12 : a) Représentation schématique d'une fissure formée au sein d'un film conducteur qui présente des tailles d'aspérité dispersées ; b) Génération de fissures au sein de films nanocomposites présentant des distributions de taille de nanoparticule différentes.

La figure 3.13 présente des images MEB en vue de dessus de fissures formées au sein d'un film nanocomposite de NPs de Pt encapsulées dans de l'alumine. Un niveau de déformation de l'ordre de 1% en tension a été appliqué pour former deux fissures orthogonales à la direction de la contrainte. Ces deux fissures sont ici formées préférentiellement à proximité des contacts supérieurs en aluminium utilisés pour mesurer la résistance du film nanocomposite.

La figure 3.14 présente la réponse électromécanique de ce même film avant (en noir) et après (en rouge) la formation des fissures. Sur le premier cycle de déformation, la résistance du film augmente progressivement jusqu'à atteindre deux discontinuités à environ 0,7% et 1% d'élongation qui correspondent possiblement à la formation des deux fissures. Ce premier cycle présente alors une large hysteresis avec un retour à une valeur de résistance initiale de l'ordre de 220 M Ω . Sur le second cycle de déformation, le film présente une réponse pseudo-linéaire sur la gamme 0,2%-0,4% avec un facteur de jauge maximum de 20 000 à 0,3% de déformation. Un phénomène d'hystérésis est toujours présent et est possiblement attribué à des forces d'adhésion s'exerçant sur les parois des fissures formées.

Concernant la stabilité de la réponse électro-mécanique, nous avons réalisé des expériences de cyclage mécanique à différents niveaux de déformation à l'aide d'un banc de flexion motorisé. La figure 3.15 présente l'évolution temporelle de la résistance électrique d'un transducteur soumis à des cycles de déformation à un niveau de 1.1% en tension. Le résultat de cette expérience nous a permis de valider la stabilité de la réponse du transducteur au-delà de 1200 cycles de déformation.

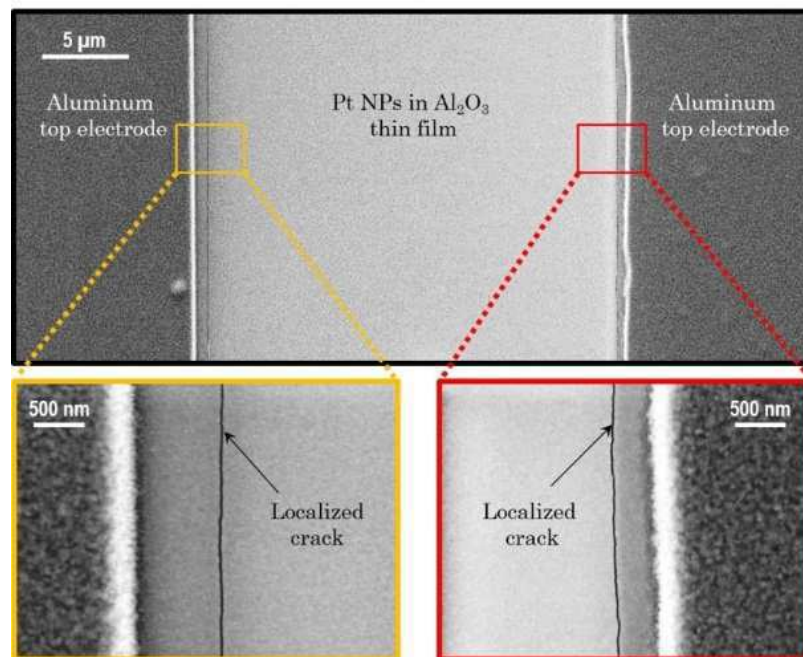


Figure 3.13 : Images MEB en vue de dessus de fissures formées au sein d'un film nanocomposite de NPs de Pt encapsulées dans de l'alumine.

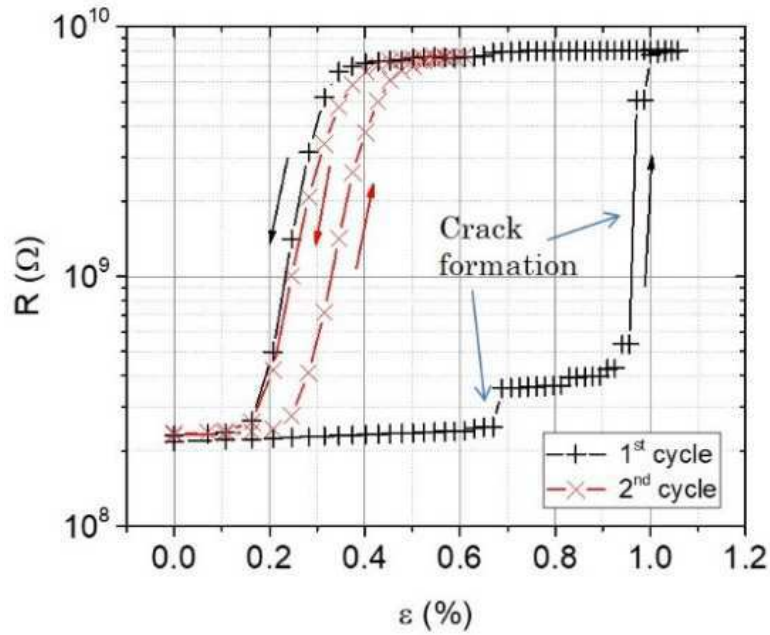


Figure 3.14 : Réponse électromécanique du film nanocomposite avant (en noir) et après (en rouge) la formation des fissures.

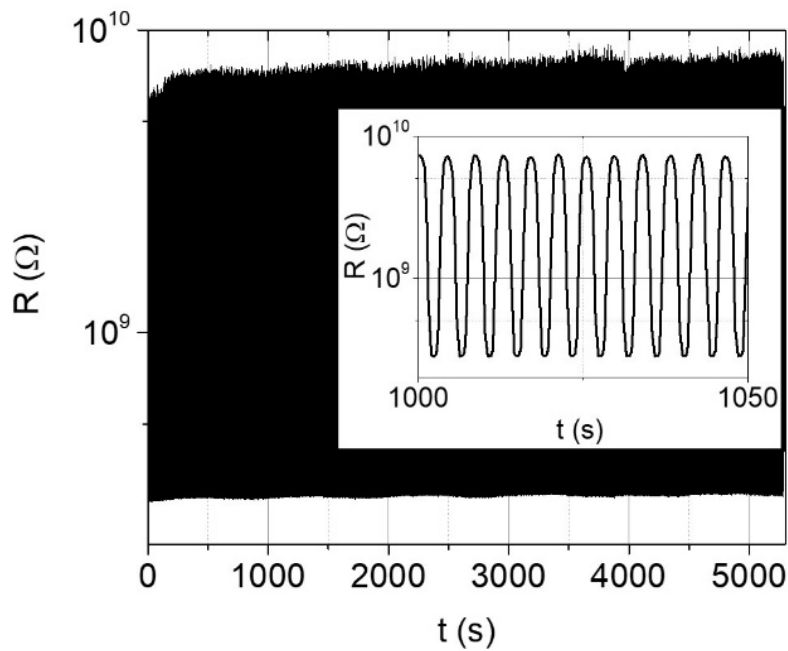


Figure 3.15 : Réponse électromécanique du film nanocomposite fissuré sur plus de 1200 cycles de déformation à un niveau de 1.1% en tension.

La figure 3.16 recense et compare des valeurs de facteur de jauge maximum obtenues avec cette technologie de transducteurs à nano-fissure par différents groupes dans le monde. L'utilisation de films nanocomposites nous a permis d'atteindre des facteurs de jauge record à bas niveau de déformation (< 0,5%) pour des applications en électronique flexible.

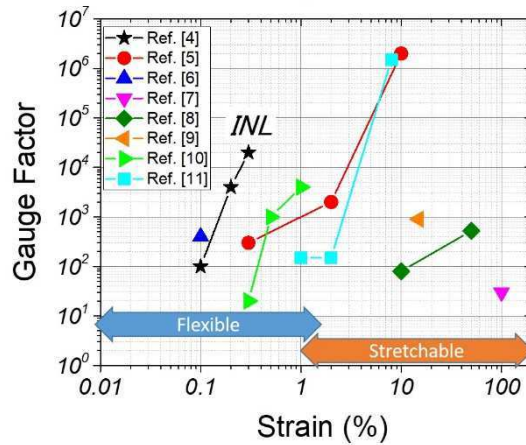


Figure 3.16 : Comparaison des facteurs de jauge maximums obtenus par différents groupes de recherche avec la technologie des transducteurs à nanofissure (les références indiquées sur la figure sont accessibles dans [Ferreira 2020]).

2. Développement d'un système de prise de pouls radial

Dans le cadre d'un projet Bonus Qualité Recherche financé par l'INL en 2018 en collaboration avec des collègues de l'équipe Capteurs biomédicaux, nous avons développé un démonstrateur utilisant ces transducteurs à nano-fissure. Il s'agit d'un système permettant de suivre en temps réel l'activité cardiaque au poignet. Comme illustré dans la figure 3.17, le positionnement d'un transducteur à nano-fissure en contact avec le poignet d'un individu au repos permet de suivre son activité cardiaque. Le suivi de résistance du film nano-composite fissuré permet de détecter l'onde de pouls et d'extraire différentes informations physiologiques (rythme cardiaque et activité respiratoire). Dans le cadre du projet BQI, nous nous sommes fixés comme objectif de développer un système ergonomique communiquant sans fil avec une interface logicielle.

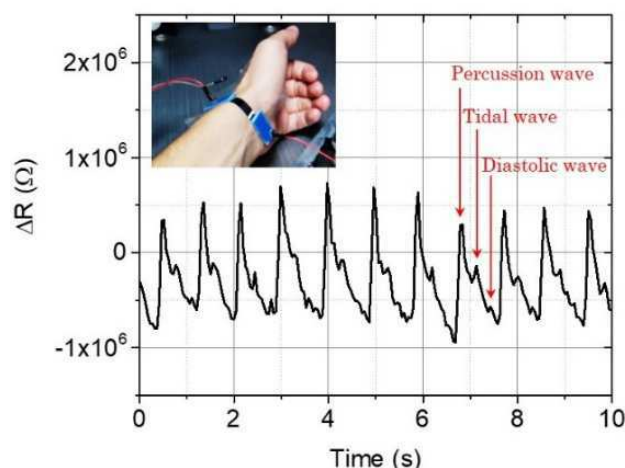


Figure 3.17 : Suivi de l'activité cardiaque au poignet avec un transducteur flexible à nanofissure.

Dans la première phase du projet, nous avons cherché à remplacer le film nanocomposite de NPs de Pt par un empilement $Al_2O_3/Ti/Pd$ afin d'alléger le procédé de fabrication (coût prohibitif et dégradation rapide du précurseur ALD pour la croissance de NPs de Pt). Une vue

schématique et une photographie de l'empilement complet sont présentées en Figure 3.18a et 3.18b. La couche d'alumine de 10nm d'épaisseur (élaborée par ALD) permet de favoriser la génération de fissures à faible niveau de déformation dans le film conducteur de Ti/Pd intégré en surface par évaporation au canon à électron. Des images MEB du transducteur en vue de dessus sont également présentées en figure 3.18c, après formation des fissures. L'application d'un niveau de déformation de 1% en tension nous a permis de générer deux à trois fissures parallèles entre les deux électrodes supérieures distantes de 6 μ m.

Des simulations par éléments finis nous ont permis d'observer que le niveau de déformation en surface du transducteur est maximum dans la zone active séparant les deux électrodes en aluminium (figure 3.19a). Cette augmentation locale du niveau de déformation est intéressante car elle favorise la formation préférentielle de fissures au sein de la zone active. Nous avons également observé qu'il est possible d'augmenter le niveau de déformation maximum en adaptant l'épaisseur des électrodes supérieures pour favoriser la nucléation de fissures entre les deux électrodes (figure 3.19b).

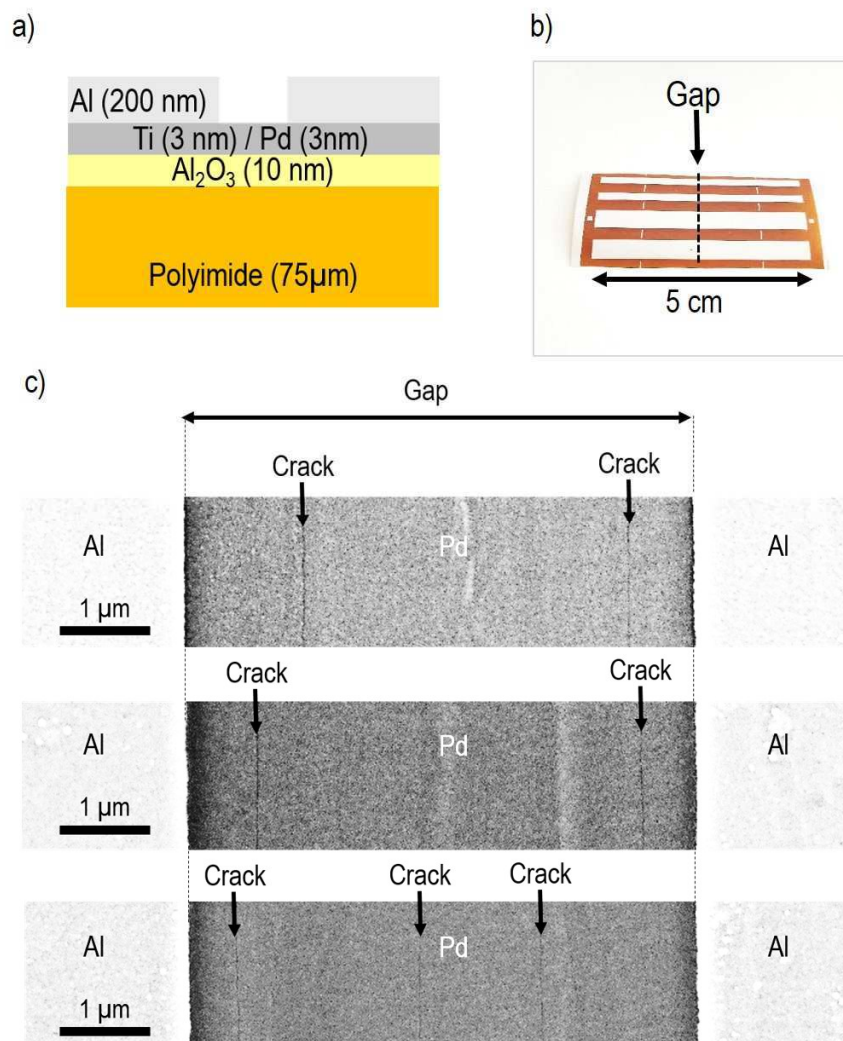


Figure 3.18 : a) Représentation schématique en coupe et b) photographie du transducteur flexible à base d'une bicouche Al₂O₃/Pd ; c) Images MEB de fissures parallèles générées dans le gap séparant les deux électrodes supérieures d'aluminium.

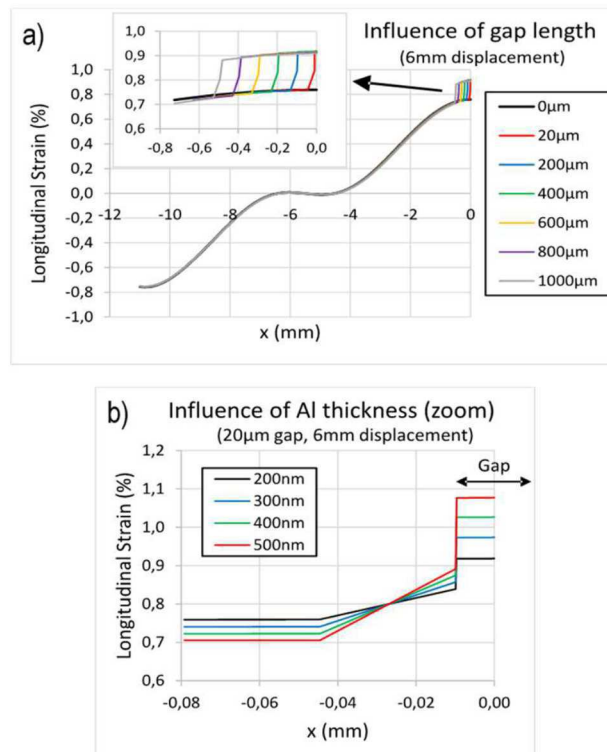


Figure 3.19 : a) Simulation par éléments finis de la déformation longitudinale générée en surface en fonction de la position x le long du transducteur (la position $x = 0$ correspond au centre du gap) ; b) Influence de l'épaisseur des électrodes d'aluminium sur le niveau de déformation générée au centre du gap.

Afin d'éviter tout effet de l'atmosphère ambiante sur la réponse électromécanique, nous avons encapsulé les transducteurs avec une couche de résine de $1,1\mu\text{m}$ d'épaisseur utilisée dans nos procédés standard de photolithographie (AZ 5214). La réponse électromécanique d'un même transducteur avant et après l'étape d'encapsulation est présentée en figure 3.20a. A notre grande surprise, l'étape d'encapsulation nous a permis d'améliorer grandement la sensibilité (facteur de jauge maximum de 30 000 à 0.25% de déformation) en réduisant légèrement la gamme d'utilisation du transducteur. Nous attribuons cette modification de la réponse à deux effets possibles :

- une contrainte interne au sein de la couche de résine qui met en tension les fissures et décale la courbe de sensibilité vers les faibles niveaux de déformation ;
- une réduction de l'influence du taux d'humidité sur la réponse du transducteur.

Afin de valider cette seconde hypothèse, nous avons testé la réponse électromécanique d'un transducteur non-encapsulé sous air et sous vide. Comme illustré en figure 3.20c, pour un échelon de déformation de 0,25%, le capteur testé sous vide engendre une plus grande variation relative de résistance que lorsqu'il est testé dans les mêmes conditions sous air. D'après une étude récente de la littérature [Hong 2018], l'eau adsorbée en surface des fissures joue le rôle de pont conducteur et atténue l'augmentation de résistance du capteur lorsque les fissures sont ouvertes en tension (figure 3.20b).

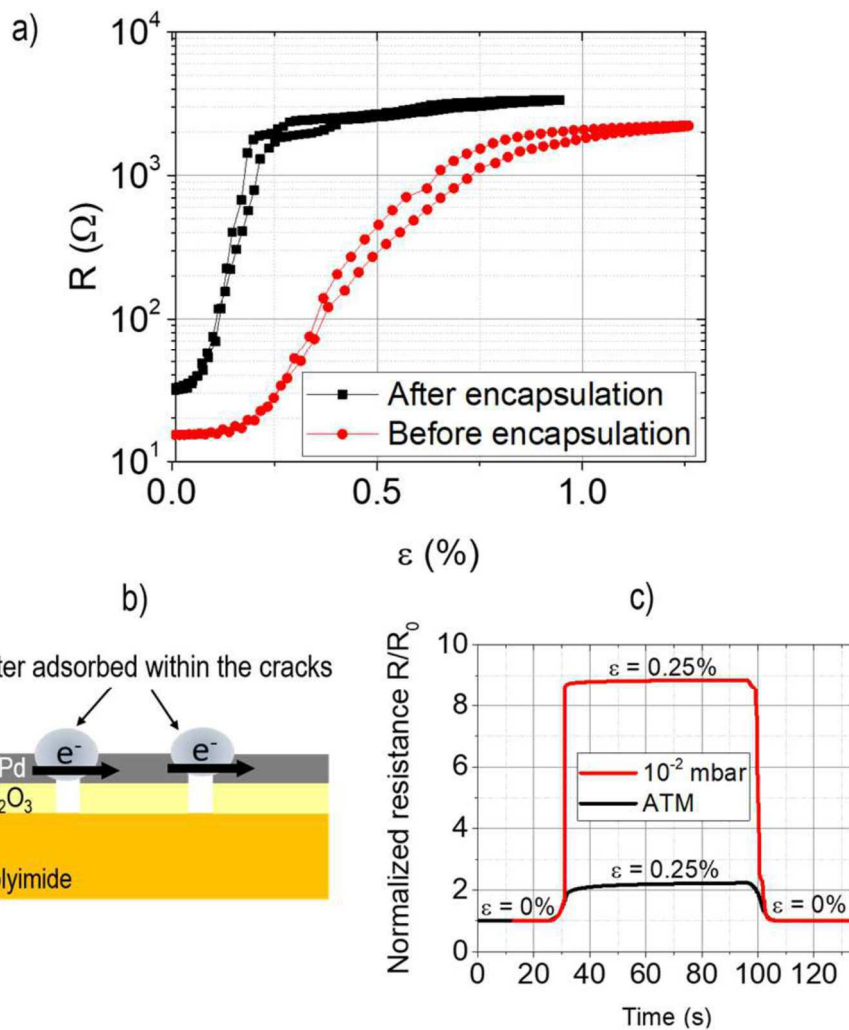


Figure 3.20 : a) Réponse électromécanique d'un transducteur à nanofissure avant et après encapsulation par une couche de résine de $1,1\mu\text{m}$ d'épaisseur (AZ 5214) ; b) Représentation schématique de ponts conducteurs générés dans les fissures sous atmosphère ambiante ; c) Réponse du transducteur soumis à des échelons de déformation de $0,25\%$, sous air et sous vide.

La figure 3.21 présente deux photographies ainsi qu'un schéma en coupe du système complet qui intègre le transducteur à nano-fissures ainsi développé. Le transducteur est monté sur un PCB en face arrière côté poignet alors qu'un deuxième PCB en face avant intègre le circuit d'acquisition et de transmission des données. Ce dernier intègre un circuit ratiométrique 3 fils pour la mesure de résistance du transducteur, un convertisseur analogique-digital (ADS 1247) qui offre deux sources de courant programmable et un microcontrôleur (BGM13S) équipé d'un transmetteur bluetooth. Les deux PCB (de transduction et d'acquisition) sont reliés verticalement par des connecteurs mezzanine. Une pièce rectangulaire imprimée en 3D est également montée en face arrière pour ajuster la force d'appui sur le poignet. L'ensemble du système est alors alimenté par une batterie qui est fixée sur le bracelet.

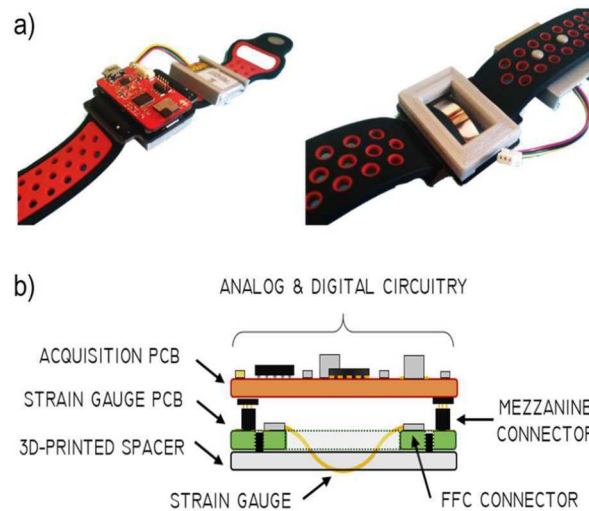


Figure 3.21 : a) Photographies du système de suivi de l'activité cardiaque au poignet ;
b) Représentation schématique en coupe du système complet.

La figure 3.22 présente une vue de l'interface logicielle qui permet de suivre en temps réel l'activité cardiaque au poignet. Il s'agit d'une application Android personnalisée qui permet de se connecter au microcontrôleur et ainsi collecter les données envoyées par le capteur. Cette interface permet de régler les paramètres du circuit tels que les niveaux de courant délivrés par les deux sources, le gain et la fréquence d'échantillonnage pour affiner l'acquisition. Au-delà de l'intérêt applicatif, cette démonstration de concept nous a permis de valoriser (au travers de conférences, workshop à l'étranger, visites de laboratoire...) toute une chaîne de valeurs développées en interne à l'INL qui s'échelonne du matériau jusqu'au système fonctionnel.

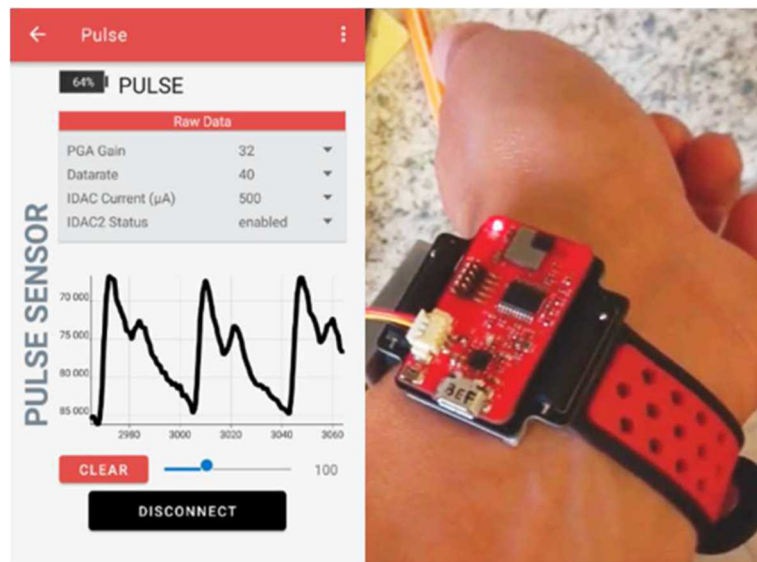


Figure 3.22 : Vue de l'interface logicielle permettant de suivre l'activité cardiaque au poignet en temps réel.

Chapitre 4 :

Dispositifs mémoire et sélecteur

1. Intégration de dispositifs CBRAM sur substrat souple	67
2. Caractérisation thermique in situ de dispositifs mémoire et sélecteur	72
1. Caractérisation de dispositifs CBRAM	73
2. Caractérisation de dispositifs NDR	75

Ce quatrième chapitre présente les différents développements qui ont été mis en œuvre pour aboutir à l'intégration de fonctions mémoire et sélecteur. Ces travaux ont été initiés dans l'équipe DE suite au recrutement de Damien Deleruyelle (Professeur à l'INSA de Lyon) en septembre 2016. Ce recrutement a contribué au démarrage d'activités dans le domaine des mémoires résistives de type CBRAM (Conductive Bridge Random Access Memories) intégrées sur substrat polymère. Mes compétences dans le domaine de l'intégration de fonctions électroniques sur substrat souple ont été mises à profit à partir de l'automne 2017 dans le cadre de l'encadrement de la thèse de Prabir Mahato en collaboration avec le laboratoire IMP (Institut des Matériaux Polymères). L'objectif de ce projet consistait à démontrer le développement de points mémoire fonctionnels sur substrat souple à partir d'un matériau polymère éco-compatible le POE (poly-oxyde d'éthylène). En parallèle de ces travaux, j'ai entrepris une action pour développer en interne deux techniques de caractérisation thermique in situ basées sur la microscopie à force atomique : le mode SJEM (pour Scanning Joule Expansion Microscopy) et le mode SThM (Scanning Thermal Microscopy). Les effets électrothermiques jouent un rôle prépondérant dans le fonctionnement des mémoires résistives mais également des sélecteurs mémoire qui leur sont associés. Le développement de techniques d'imagerie thermique in situ nous semblait donc tout à fait pertinent pour caractériser ce type de composants et optimiser leur fonctionnement.

La première partie de ce chapitre présente les principaux résultats obtenus dans le cadre de la thèse de Prabir Mahato sur l'intégration de composants CBRAM à base de POE [Mahato 2019, Mahato 2020]. La deuxième partie s'intéresse aux deux techniques de caractérisation thermique qui ont été mises en œuvre pour étudier d'une part des composants CBRAM sur substrat flexible élaborés en interne à l'INL [Puyoo 2020], et également des composants à résistance différentielle négative (NDR, pour Negative Differential Resistance) fabriqués par un partenaire Australien basé à l'ANU (Australian National University) à Canberra [Nandi 2022, Das 2023, Bonagiri 2024].

1. Intégration de dispositifs CBRAM sur substrat souple

La mémoire CBRAM (Conductive Bridge Random Access Memories) est une classe de mémoire non-volatile qui stocke l'information à partir d'états de résistance distincts [Kozicki 2016]. La CBRAM est un dispositif généralement constitué de deux électrodes (une inerte et l'autre électro-chimiquement active) et d'un électrolyte solide en couche mince, inséré entre les deux. Le principe de fonctionnement de la CBRAM repose sur des réactions d'oxydo-réduction qui permettent la formation/dissolution réversible de filaments métalliques entre les deux terminaux. Un état de faible résistance (LRS, pour Low Resistance State) est induit par la présence d'au moins un pont métallique alors que l'absence de filament se traduit par un état de haute résistance (HRS, pour High Resistance State) [Kozicki 2016]. Au démarrage de la thèse, la plupart des études dans le domaine proposait l'utilisation d'oxydes métalliques ou d'alliages de chalcogénures comme électrolyte solide [Zhuge 2015, Deleruyelle 2013]. Quelques premiers travaux ouvraient toutefois la voie vers l'utilisation de matériaux polymères pour des applications dans le domaine de l'électronique flexible [Raeis-Hosseini 2016, Huber 2017, Lee 2020].

Parmi les différents polymères envisagés, nous avons fait le choix au démarrage de la thèse de nous orienter vers le POE car c'est un matériau éco-compatible qui peut être manipulé en solution aqueuse et permet d'éviter l'utilisation de solvants CMR (cancérogènes, mutagènes et toxiques) [Money 2013, Verma 2017].

La figure 4.1 illustre le procédé de fabrication que nous avons mis en œuvre pour élaborer des dispositifs CBRAM sur substrat silicium. Un réseau d'électrodes inférieures inertes en Pt est tout d'abord intégré par évaporation au canon à électron au travers d'un masque d'ombrage. Le substrat est alors soumis à un traitement ozone puis la couche de POE est étalée à la tournette. Enfin, un réseau d'électrodes supérieures actives en argent est intégré à nouveau par évaporation au canon à électron.

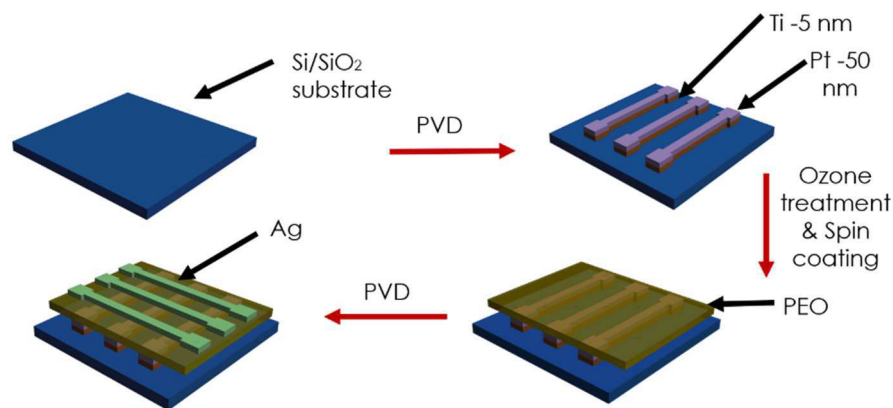


Figure 4.1 : Procédé de fabrication de dispositifs CBRAM à base de POE

La figure 4.2a présente des caractéristiques courant-tension typiques obtenues sur des dispositifs CBRAM présentant différentes épaisseurs de POE. Une épaisseur nominale de 150nm de POE est nécessaire pour obtenir un fonctionnement mémoire avec des cycles complets d'écriture/effacement (cf figure 4.2b). D'excellents rapports I_{on}/I_{off} supérieurs à 10^5 sont obtenus avec ce type de structure pour des tensions d'écriture/effacement de l'ordre du volt. De plus, nous avons montré qu'il est possible de contrôler la valeur de l'état LRS en jouant sur le niveau de courant maximum imposé lors de l'étape d'écriture (figure 4.2c et d). Ce résultat ouvre des perspectives dans le développement de mémoires multi-niveaux et de synapses artificielles.

Une étude de cyclage a également été menée pour étudier la variabilité intrinsèque des composants CBRAM à base de POE. La figure 4.3 présente les niveaux HRS et LRS obtenus sur 300 cycles d'écriture/effacement à deux niveaux de courant d'écriture. Cette étude nous a permis d'observer qu'un niveau minimum de courant d'écriture de $100\mu A$ est nécessaire pour obtenir une commutation non-volatile. Les tests de cyclage réalisés pour un courant d'écriture de $10\mu A$ présentent un taux d'échec supérieur à 50% en phase d'écriture. Ce taux d'échec élevé est attribué à une rupture spontanée du filament conducteur à basse tension qui engendre de faux états LRS. Plusieurs études de la littérature ont effectivement montré que la taille et la stabilité du filament métallique est dépendante du niveau de courant d'écriture [Ielmini 2011, Nardi 2012].

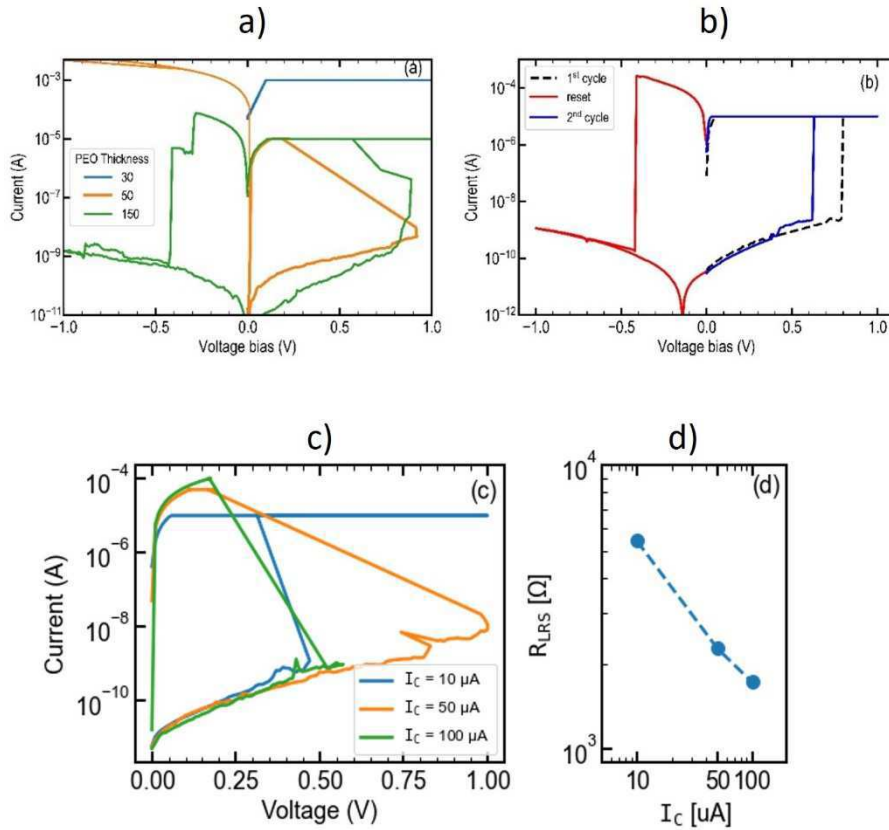


Figure 4.2 : a) Caractéristiques courant-tension de dispositifs CBRAM présentant différentes épaisseurs de POE ; b) Cycle complet d'écriture/effacement ; c) Cycles d'écriture obtenus pour différents niveaux limites de courant ; d) Evolution de l'état de basse résistance en fonction du niveau de courant limite imposé pendant le cycle d'écriture.

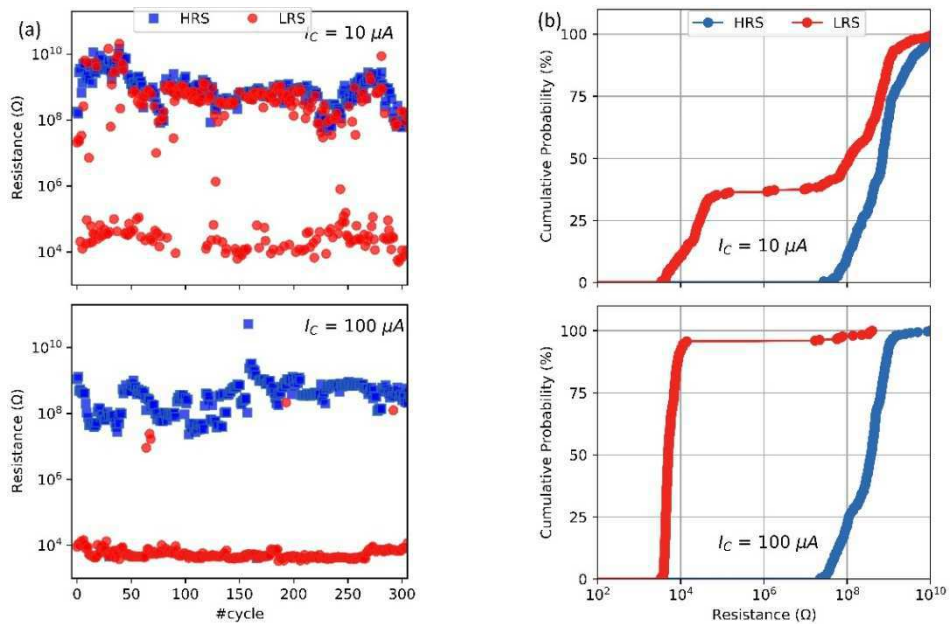


Figure 4.3 : a) Niveaux HRS et LRS obtenus sur 300 cycles successifs d'écriture/effacement avec des niveaux de courant d'écriture de $10\mu\text{A}$ et $100\mu\text{A}$; b) Fonction de répartition des états HRS et LRS pour des niveaux de courant d'écriture de $10\mu\text{A}$ et $100\mu\text{A}$.

La volatilité de l'état LRS observée pour de faibles niveaux de courant d'écriture (i.e. $10\mu\text{A}$) n'est pas compatible avec un fonctionnement mémoire mais pourrait tout à fait être exploitée pour développer des composants sélecteurs. Les composants sélecteurs présentent des caractéristiques courant-tension à forte non-linéarité et permettent, lorsqu'ils sont associés avec une mémoire résistive, d'éviter des phénomènes de courant de contournement dans les structures cross-bar de haute densité. L'association en série d'un composant sélecteur avec une mémoire résistive (configuration 1S-1R) en chaque point d'un réseau cross-bar permet de fournir uniquement du courant à la cellule sélectionnée et d'éviter tout chemin parallèle indésirable [Lee 2013, Song 2017]. Un exemple de caractéristique courant-tension illustrant une commutation volatile sur un empilement à base de POE est présenté en figure 4.4a. L'état LRS est obtenu pour une tension d'écriture V_{SET} de l'ordre de 0,6V et est maintenu sur le balayage retour jusqu'à un niveau de tension V_{HOLD} de 150mV environ, avec un rapport I_{on}/I_{off} supérieur à 10^4 . Une étude statistique des paramètres V_{HOLD} et du rapport I_{on}/I_{off} (figure 4.4b et c) nous a permis de conclure que ce type de structures à base de POE peut être envisagé pour le développement de fonctions sélecteur pour des courants de fonctionnement inférieurs à $10\mu\text{A}$.

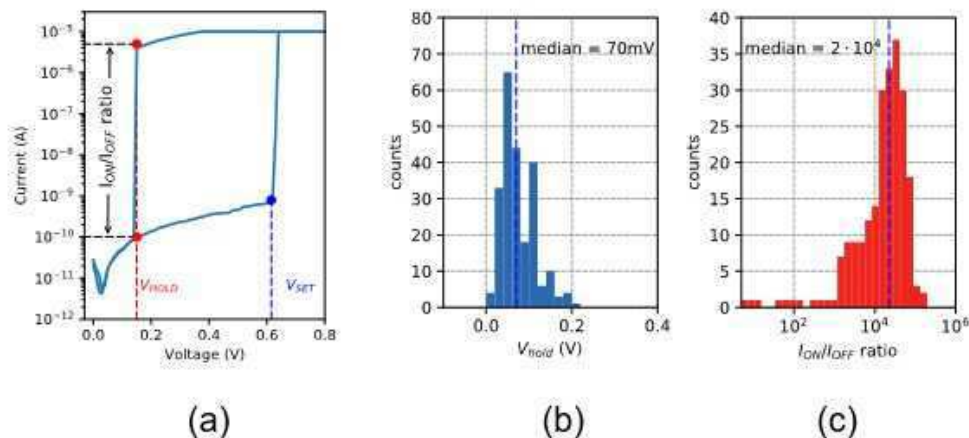


Figure 4.4 : a) Exemple de caractéristique courant-tension illustrant une commutation volatile sur un empilement à base de POE ; Distributions statistiques b) du niveau de tension V_{HOLD} et c) du rapport I_{ON}/I_{OFF} .

Après optimisation sur substrat silicium, le procédé de fabrication des structures mémoires à base de POE a été transféré sur substrat polyimide pour une ouverture vers des applications dans le domaine de l'électronique flexible. Les caractéristiques mémoires obtenues sur support flexible sont très proches de celles obtenues sur substrat silicium. Comme illustré en figure 4.5 des rapports I_{on}/I_{off} supérieurs à 10^4 sont observés sur plus de 300 cycles d'écriture/effacement lorsque qu'un courant d'écriture de $100\mu\text{A}$ est imposé.

Les structures CBRAM sur support souple ont par la suite étaient stressées mécaniquement pour évaluer leur résistance à la déformation. La figure 4.6 présente une photographie du banc de flexion motorisé qui a été développé en interne dans l'équipe. Le substrat polyimide qui intègre les composants CBRAM est fixé horizontalement entre deux plateformes. Une de ces deux plateformes est mobile et peut effectuer un mouvement de translation dans le plan horizontal. En modifiant la distance entre les deux plateformes, le substrat entre en configuration de flambement et une déformation est alors appliquée en surface,

au niveau des composants CBRAM. La figure 4.6b présente les états HRS et LRS obtenus après plusieurs cycles de déformation à 1.2% en tension. Sur les 5 dispositifs testés, un rapport I_{on}/I_{off} supérieurs à 10^2 est conservé au-delà de 10 000 cycles de déformation.

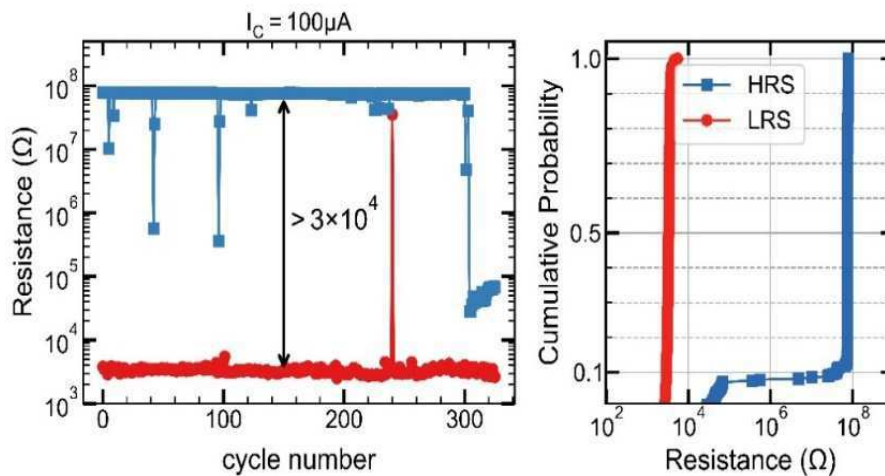


Figure 4.5 : Caractéristiques mémoire d'un dispositif CBRAM flexible intégré sur substrat polyimide.

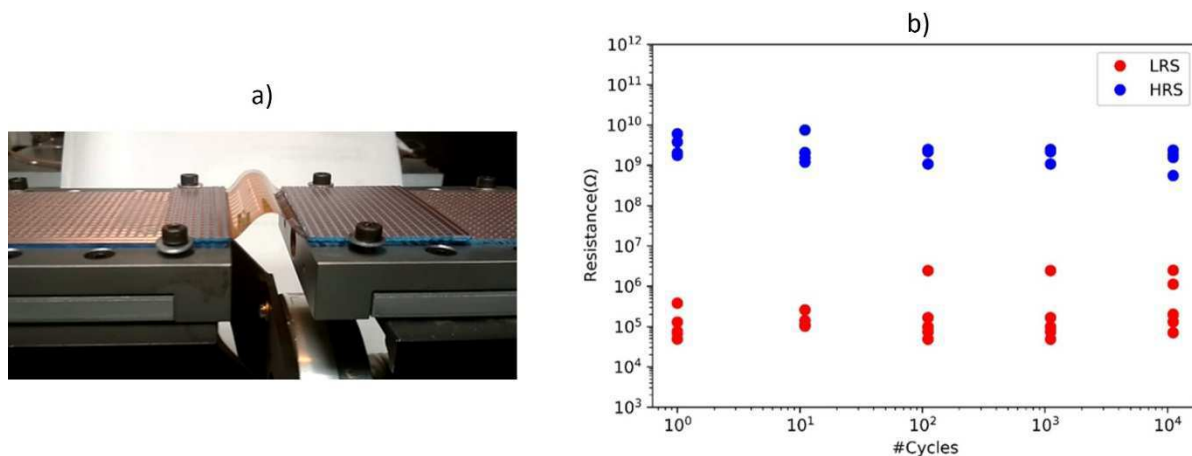


Figure 4.6 : a) Photographie du banc de flexion motorisé ; b) Niveaux HRS et LRS mesurés après plusieurs cycles de déformation à 1,2% en tension.

Des cycles d'écriture/effacement ont également été réalisés sous déformation en utilisant un gabarit cylindrique. La figure 4.7 compare des distributions statistiques de tensions d'écriture/effacement obtenues sans déformation et avec un rayon de courbure de 33mm. Les distributions obtenues dans les deux configurations présentent des valeurs moyennes et écart-type assez similaires ce qui ouvre des perspectives pour l'utilisation de ce type de mémoire flexible sur surface courbée.

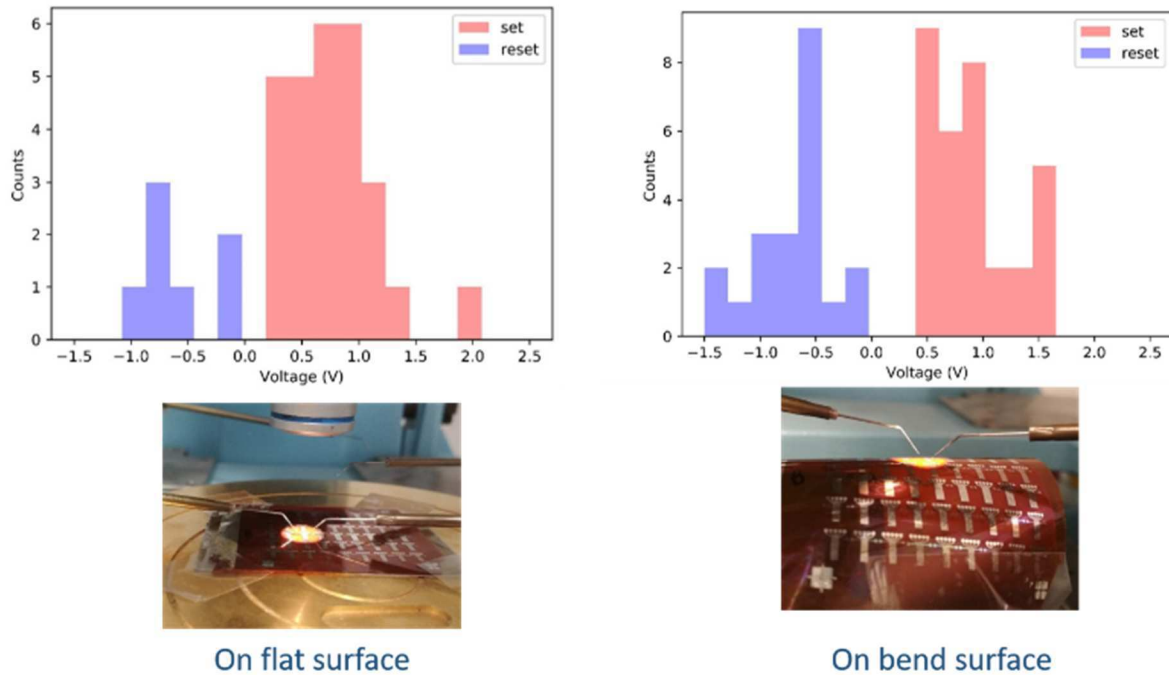


Figure 4.7 : Distributions statistiques des tensions d'écriture et d'effacement obtenues sans déformation (à gauche) et en imposant un rayon de courbure de 33mm au substrat polyimide.

2. Caractérisation thermique in situ de dispositifs mémoire et sélecteur

La compréhension et le contrôle des mécanismes à l'origine de la croissance de filaments conducteurs est un enjeu majeur pour assurer la fiabilité des dispositifs CBRAM. Cette problématique se pose aussi avec les dispositifs sélecteur de type NDR car ils s'appuient également sur une conduction filamentaire. Plusieurs approches intéressantes basées sur la microscopie électronique en transmission [Yang 2012, Hubbard 2015] et des techniques issues de la microscopie à sonde locale [Celano 2014, Celano 2014-2, Deleruyelle 2013] ont été proposées dans la littérature ces dernières années pour observer et analyser ces filaments conducteurs. Toutefois, ces différentes approches s'avèrent soit destructives, soit inadaptées à l'étude d'empilements complets. Ces différentes techniques n'apportent de surcroît aucune information sur le comportement thermique du dispositif alors que les effets électrothermiques jouent un rôle prépondérant dans le fonctionnement des dispositifs CBRAM et NDR.

Pour répondre à cette problématique, nous avons donc proposé de développer en interne deux techniques d'imagerie thermique basées sur la microscopie à force atomique : le SJEM (pour Scanning Joule Expansion Microscopy) [Varesi 1998, Cannaearts 2001] et le SThM (pour Scanning Thermal Microscopy) [Majumdar 1999]. Pour l'anecdote, le développement de ces deux techniques m'a permis de revenir à mes toutes premières activités de recherche menées entre 2007 et 2010 dans le cadre d'un stage de Master 2 [Grauby 2009], puis au cours de ma thèse de doctorat au sein du laboratoire LOMA de l'Université de Bordeaux [Puyoo 2010, Puyoo 2011].

1. Caractérisation de dispositifs CBRAM par SJEM

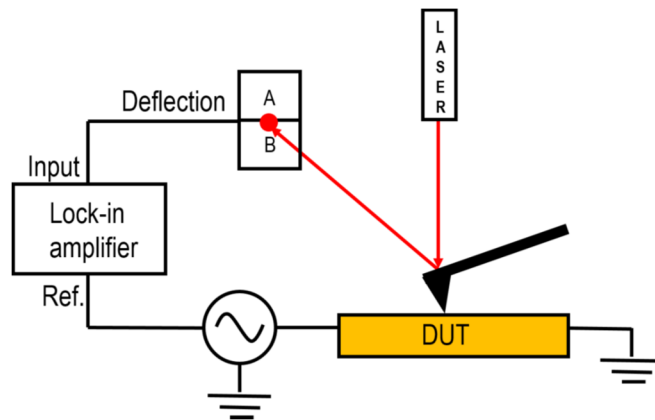


Figure 4.8 : Schéma illustrant le principe de fonctionnement du mode SJEM.

La figure 4.8 illustre le principe de fonctionnement du mode SJEM qui a été développé à l'INL pour caractériser des dispositifs CBRAM en fonctionnement. Comme indiqué sur le schéma, le dispositif de test est alimenté par une tension sinusoïdale et une détection synchrone est réalisée sur le signal de déflexion du levier de la sonde AFM pour reconstruire une image de dilatation de surface du composant.

Les dispositifs de test ont intégralement été élaborés au laboratoire sur substrat polyimide et intègrent un empilement Pd/Al₂O₃/Ag (cf figure 4.9). Les électrodes inférieures et supérieures ont été obtenues à l'aide de masques pochoir par évaporation au canon à électron alors que la couche d'alumine de 10 nm d'épaisseur (jouant le rôle d'électrolyte solide) a été élaborée par ALD. Ces dispositifs CBRAM présentent des rapports ON/OFF supérieurs à 10⁴ pour des tensions d'écriture/effacement de l'ordre de 1V et -1.5V, respectivement (cf figure 4.9).

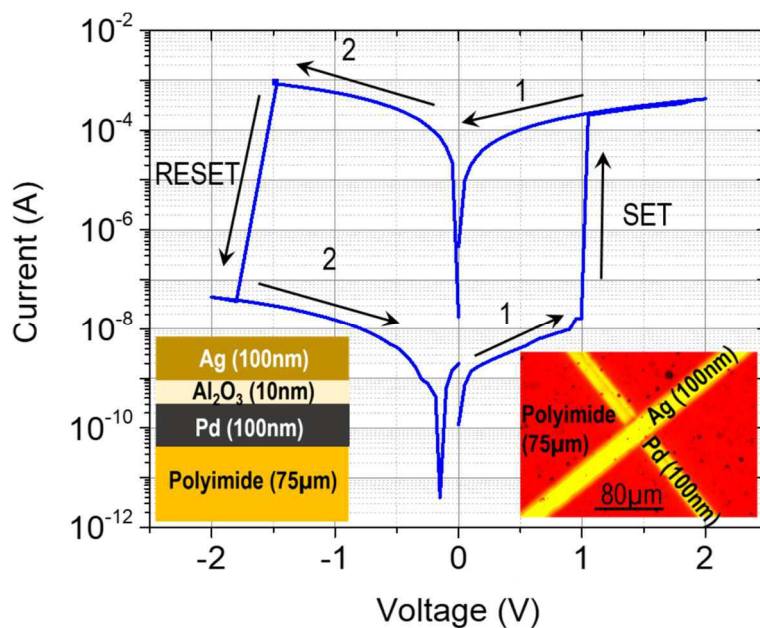


Figure 4.9 : Caractéristique courant-tension d'un dispositif CBRAM à base d'Al₂O₃ intégré sur substrat polyimide. Inserts : Schéma de l'empilement complet (à gauche) et image en microscopie optique d'un point mémoire (à droite).

Avant de procéder à l'étape d'imagerie de dilatation de surface par SJEM, le dispositif de test est préalablement basculé dans l'état LRS par application d'une tension continue de 1V. L'excitation sinusoïdale utilisée dans le mode SJEM est alors maintenue positive entre 0 et 1V (l'électrode inférieure de Pd étant reliée à la terre) pour éviter toute rupture du filament conducteur pendant l'acquisition de l'image d'une durée de l'ordre de 10 minutes.

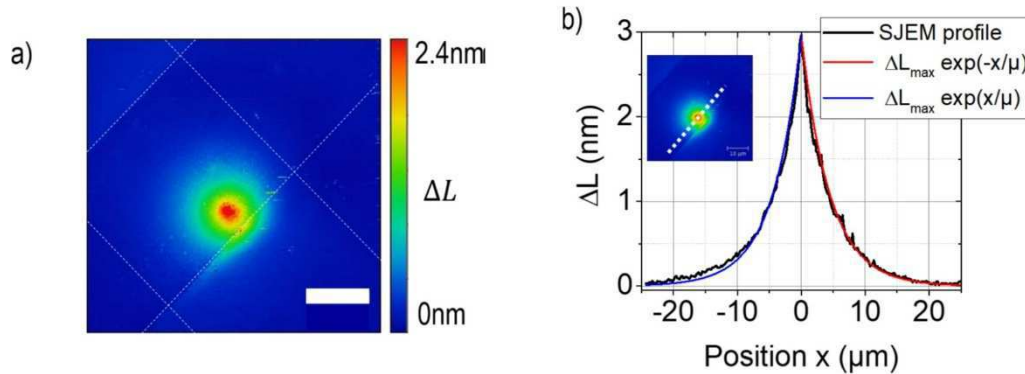


Figure 4.10 : a) Image SJEM d'un point mémoire CBRAM ; b) Profil SJEM centré sur le filament conducteur du point mémoire.

La figure 4.10 présente une image SJEM d'un dispositif CBRAM excité à une fréquence de 50kHz. La fréquence de fonctionnement a volontairement été choisie grande devant la fréquence de coupure de l'asservissement du microscope pour limiter l'atténuation du signal de déflexion du levier. Le signal de déflexion en sortie de la photodiode à quatre cadrans (initialement exprimée en volt) est étalonné et converti en nanomètres à partir d'une courbe d'approche/retrait réalisée in situ avec la même sonde. Comme illustré en figure 4.10, un point chaud correspondant à une dilatation de surface maximale de 3nm est observé en bordure du motif du point mémoire. La présence de ce point chaud révèle la présence d'un unique filament conducteur au sein de l'empilement Pd/Al₂O₃/Ag. A noter que la dilatation de surface maximale extraite des images SJEM est bien proportionnelle à la puissance dissipée par effet Joule dans l'état LRS (cf figure 4.11) ce qui confirme l'origine électro-thermique du signal détecté et écarte toute contribution artéfactuelle.

Nous avons donc validé l'utilisation du mode SJEM comme technique d'imagerie thermique non-destructive permettant de détecter et localiser avec précision la position de filaments conducteurs au sein de dispositifs CBRAM en fonctionnement. Ces travaux ouvrent des perspectives vers des analyses de fiabilité qui pourraient être appliquées à toute famille de dispositifs basée sur des mécanismes de conduction filamentaire.

Cette étude a été mise en avant parmi cinq autres articles sur la page de couverture du numéro de juin 2020 de la revue IEEE Electron Device Letters [Puyoo 2020]. Suite à la publication de ces travaux, nous avons été contactés par une équipe australienne de l'ANU pour entamer une collaboration centrée sur la caractérisation de dispositifs NDR à base de NbO_x et de V₃O₅. Les actions menées dans le cadre de cette collaboration récente sont présentées dans la section suivante.

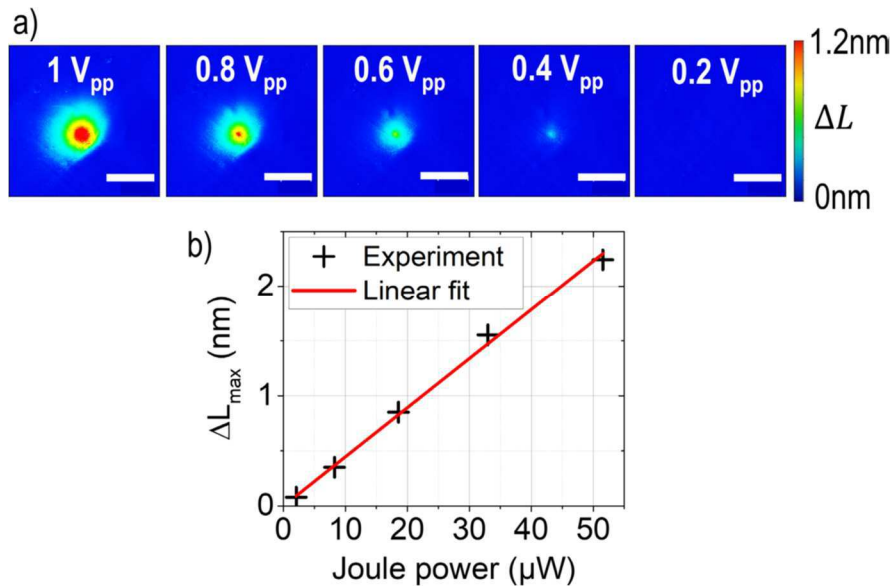


Figure 4.11 : a) Images SJEM obtenues pour différentes valeurs de la tension d'alimentation du dispositif CBRAM ; b) Déplacement maximum mesuré en surface en fonction de la puissance dissipée par effet Joule.

2. Caractérisation de dispositifs NDR par SThM

2.1 NDR à base d'oxyde de Niobium NbO_x

Les dispositifs à résistance différentielle négative (NDR pour Negative Differential Resistance) à base d'empilements Métal-Oxyde-Métal (MOM) représentent de bons candidats pour le développement de sélecteurs mémoire de haute densité [Liu 2014] et sont également envisagés pour des applications dans le domaine du calcul neuromorphique [Drouhin 2022]. Le fonctionnement de ces dispositifs repose sur des propriétés de transport électronique dépendantes de la température qui engendrent des phénomènes de redistribution des lignes de courant au sein de l'empilement. Le développement d'expériences de microscopie thermique à balayage sur des dispositifs NDR à base d'oxyde de niobium (NbO_x) nous a permis de mettre en évidence ce phénomène et de confirmer les théories existantes.

La figure 4.12 présente des images MEB en vue de dessus et en section transverse de dispositifs NDR élaborés par notre partenaire australien de l'ANU. Les dispositifs étudiés intègrent un empilement Pt/NbO_x/Nb/Pt. Une représentation schématique du montage SThM est également présentée en figure 4.12. Le SThM intègre une sonde thermorésistive qui est incluse dans un pont de Wheatstone. Le pont est alimenté par l'oscillateur interne d'une détection synchrone à une fréquence de 2 kHz et la tension de sortie du pont est analysée par l'entrée différentielle de la détection synchrone à la même fréquence. Ce signal de sortie modulé à 2 kHz est utilisé pour construire l'image SThM. Le signal SThM permet de suivre indirectement la résistance de sonde qui est elle-même proportionnelle à la température en surface du composant. Il est à noter que les dispositifs ainsi caractérisés sont alimentés par une source continue de courant.

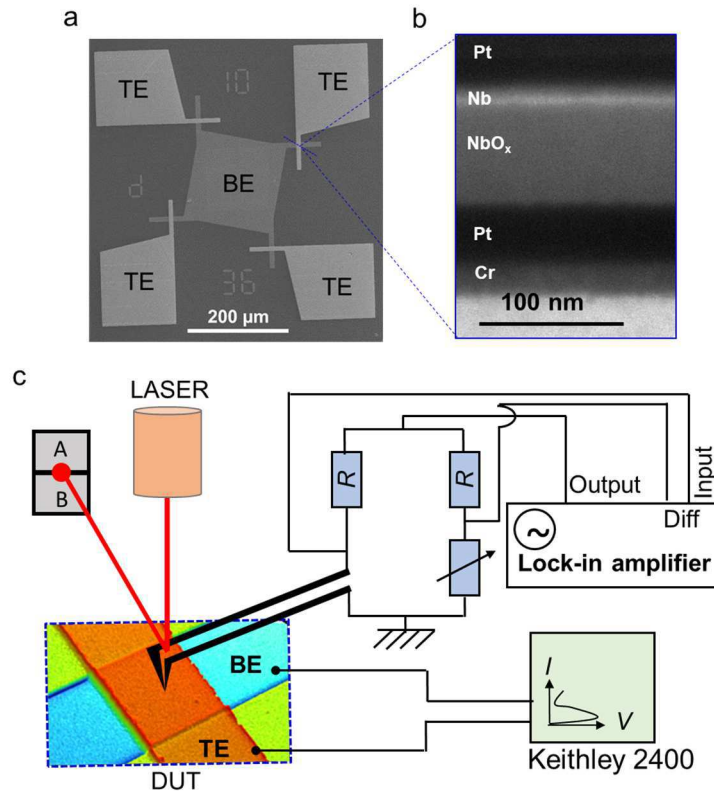


Figure 4.12 : Images MEB de dispositifs NDR à base d'oxyde de niobium a) en vue de dessus et b) en section transverse ; c) Schéma illustrant le principe de fonctionnement du mode SThM.

Une procédure d'étalonnage spécifique a été mise en œuvre pour estimer la température en surface des composants. Cette procédure a nécessité la conception et la fabrication d'un échantillon d'étalonnage, en interne, à l'INL. La figure 4.13a présente une vue schématique en coupe de l'échantillon de référence qui est un micro-ruban de Pt intégré sur un substrat SiO₂/Si. Nous avons volontairement choisi d'utiliser du Pt car les électrodes supérieures des dispositifs NDR sont également constituées de Pt. L'idée était d'obtenir des résistances thermiques de contact (entre la sonde et la surface) identiques sur les dispositifs NDR et le dispositif d'étalonnage. Comme illustré en figures 4.13b-c, l'élévation de température moyenne du micro-ruban de Pt est estimée à partir d'une caractéristique courant-tension quasi-statique et du coefficient de température du dispositif. Un TCR de $1,44 \times 10^{-3} K^{-1}$ (Temperature Coefficient of Resistance) a préalablement été mesuré dans une enceinte climatique entre 0 et 100°C. Des images SThM (cf figures 4.13d-e) ont par la suite été réalisées sur le micro-ruban de test à différents niveaux de courant (entre 0 et 20mA). Le signal SThM moyenné sur la surface du micro-ruban est alors comparé à la température moyenne du micro-ruban (cf figure 4.13f) pour au final extraire un coefficient d'étalonnage de l'ordre de $72K.V^{-1}$. Ce coefficient d'étalonnage est par la suite utilisé pour estimer la variation de température de surface des différents dispositifs NDR analysés par SThM avec la même sonde.

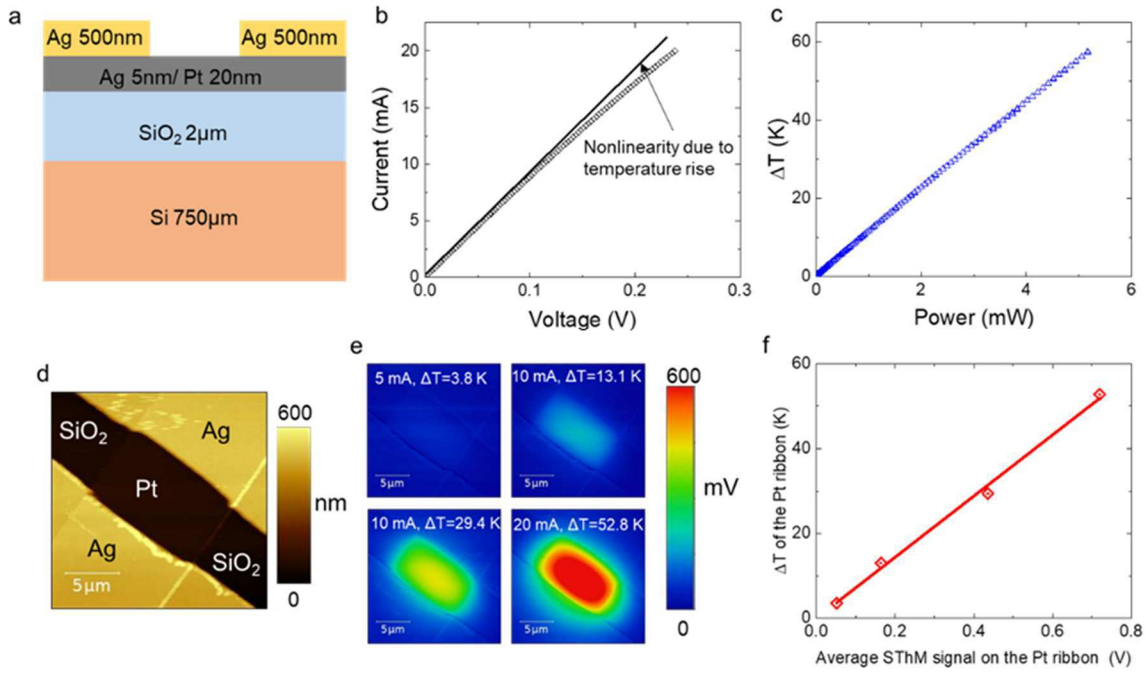


Figure 4.13 : a) Schéma illustrant l'empilement complet du dispositif d'étalonnage ; b) Caractéristique courant-tension quasi-statique du dispositif d'étalonnage ; c) Elévation de température moyenne du dispositif d'étalonnage en fonction de la puissance dissipée par effet Joule ; d) Image de topographie AFM du dispositif d'étalonnage ; e) Images SthM réalisées à différents niveaux de courant ; f) Courbe d'étalonnage représentant l'élévation de température moyenne du dispositif d'étalonnage en fonction du signal SThM moyenné sur toute la surface du micro-ruban de Pt.

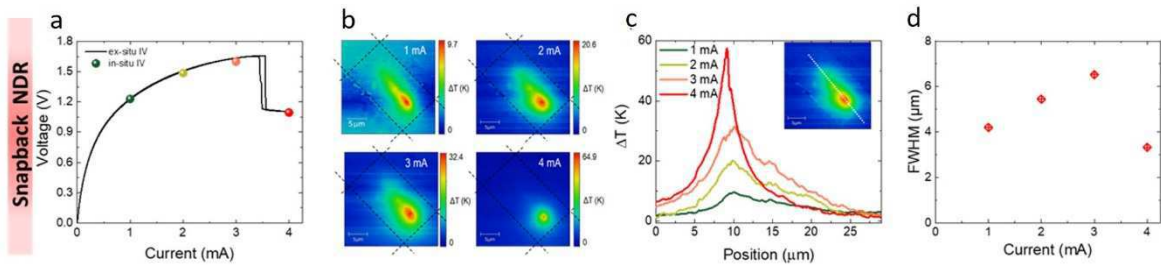


Figure 4.14 : a) Caractéristique courant-tension quasi-statique d'un dispositif NDR à base de NbO_x ; b) Images SThM réalisées à différents niveaux de courant ; c) Profils SThM centrés autour d'un point chaud ; d) Largeur à mi-hauteur des profils SThM en fonction du niveau de courant imposé.

Une caractéristique courant-tension quasi-statique d'un dispositif NDR à base de NbO_x est présentée en figure 4.14a. Cette caractéristique présente une discontinuité entre 3 et 4mA qui est due à un problème de régulation de la source de courant lorsque le dispositif passe en régime NDR. Des images SThM du dispositif ont été réalisées pour différents points de fonctionnement, et notamment de part et d'autre de cette discontinuité (figure 4.14b). Un resserrement significatif de la tâche thermique est observé entre les points de fonctionnement réalisés à 3mA et 4mA (figure 4.14b-d). Ce resserrement de la tâche thermique autour d'un unique point chaud est une signature du phénomène de redistribution des lignes de courant qui

est à l'origine du comportement NDR. Cette observation expérimentale constitue une validation de la thèse développée par nos partenaires australiens.

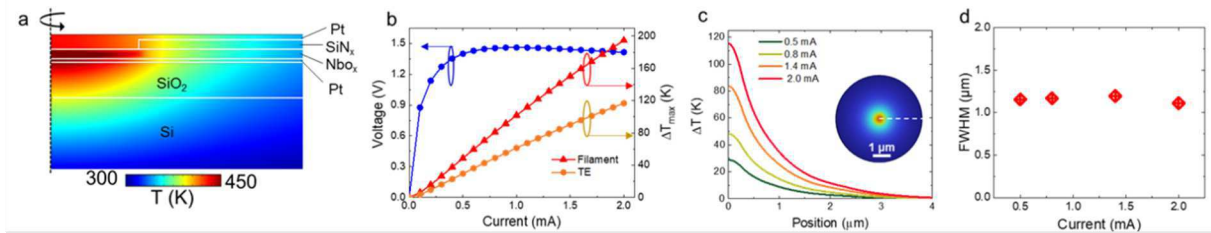


Figure 4.15 : Données issues d'un modèle électro-thermique par éléments finis :a) Cartographie de température au sein de l'empilement; b) Caractéristique courant-tension et températures associées du filament conducteur et de l'électrode supérieure ; c) Profil de température en surface du dispositif ; d) Largeur à mi-hauteur de la tâche thermique en fonction du niveau de courant imposé.

Plus largement, les cartographies thermiques obtenues par SThM nous ont permis d'alimenter des modèles par éléments finis (figure 4.15) et d'extraire des informations sur les propriétés thermiques de l'empilement. Nous avons notamment pu identifier des résistances thermiques d'interface qui conditionnent la distribution de température au sein du dispositif. Ces derniers travaux ouvrent la voie vers une gestion thermique de la structure pour un contrôle global du fonctionnement du dispositif.

2.1 NDR à base d'oxyde de Vanadium V₃O₅

Parmi les matériaux envisagés pour le développement de dispositifs sélecteur, l'oxyde de vanadium V₃O₅ [Adda 2022] semble particulièrement intéressant car il présente une transition isolant/métal favorable à l'établissement du comportement NDR à une température supérieure à la température de fonctionnement typique des processeurs contemporains [Das 2023]. Le développement d'expériences in situ de microscopie thermique à balayage couplées à des mesures de réflectivité optique nous a permis d'observer l'initiation du comportement NDR à une température bien en deçà de la température de transition du matériau V₃O₅. Cette démonstration expérimentale réalisée sur des échantillons en provenance de notre partenaire australien appuie une nouvelle théorie selon laquelle le déclenchement du comportement NDR serait essentiellement attribué à la dépendance en température de la conductivité de la phase isolante du V₃O₅ et pas directement à la transition isolant/métal du matériau.

La figure 4.16 présente des images SThM et de réflectivité optique réalisées sur un même composant NDR à base de V₃O₅ à différents points de fonctionnement. Comme indiqué précédemment, les images SThM nous renseignent sur la température en surface du composant alors que les images de micro-réflectivité optique nous informent sur le changement de phase du matériau V₃O₅. En effet, l'indice de réfraction du V₃O₅ varie de manière significative dans le visible de part et d'autre de la transition isolant/métal. Cette variation d'indice induit une variation de réflectivité du matériau lorsqu'il est éclairé en lumière blanche. Il est à noter que ces mesures de réflectivité ont été rendues possibles car les dispositifs présentent une configuration planaire, contrairement aux dispositifs précédents à base de NbO_x basés sur un empilement métal/isolant/métal. Une couche pleine plaque de V₃O₅ a été déposée en surface d'un substrat SiO₂/Si et deux électrodes supérieures ont été intégrées en surface avec une distance de séparation de l'ordre de quelques micromètres (5 μm sur le dispositif présenté en figure 4.16). Le matériau V₃O₅ est donc directement accessible en surface pour des mesures de

réflectivité. Ces mesures ont été réalisées sur un microscope optique éclairé en lumière blanche et disposant d'un objectif 80X et d'une caméra CCD. Les images de micro-réflectivité optique sont obtenues à température ambiante en soustrayant une image brute réalisée à courant nul à une seconde image réalisée à courant non-nul, correspondant à un point de fonctionnement particulier.

Comme illustré en figure 4.16, le déclenchement du comportement NDR a lieu à un niveau de courant de 1mA alors que la température maximale mesurée en surface reste bien inférieure à la température de transition isolant/métal du matériau et qu'aucune variation de réflectivité n'est observée. Ces résultats expérimentaux nous ont permis d'émettre une nouvelle hypothèse selon laquelle le comportement NDR serait attribué à la dépendance en température de la conductivité de la phase isolante du V_3O_5 et pas directement à la transition isolant/métal du matériau.

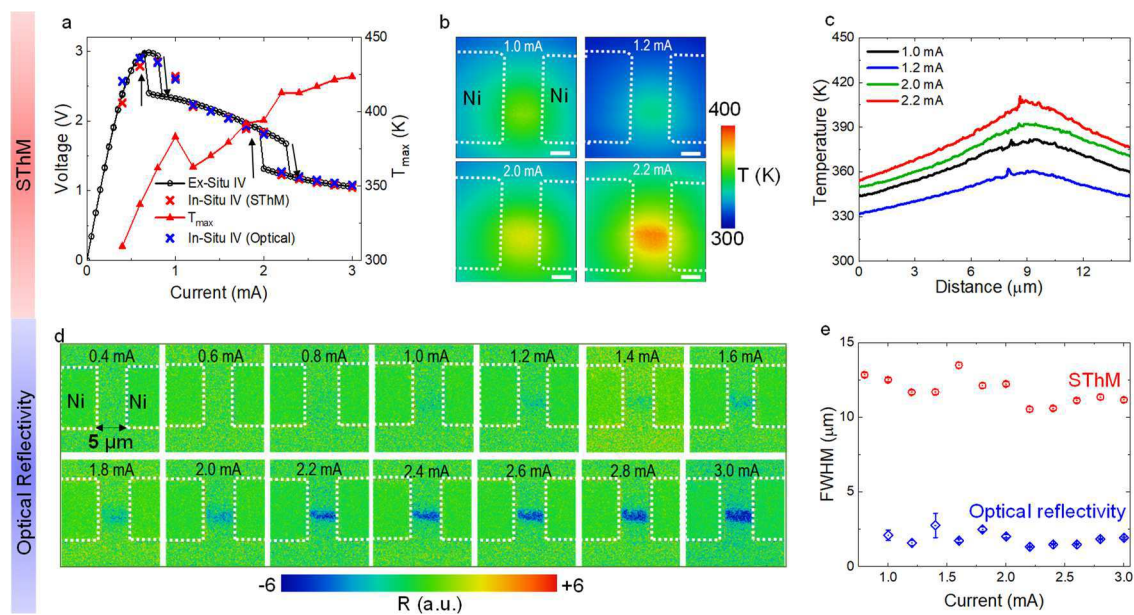


Figure 4.16 : a) Caractéristique courant-tension et température maximale associée d'un dispositif NDR à base de V_3O_5 ; b) Images SThM obtenues à différents niveaux de courant ; c) Profils SThM au centre du gap séparant les deux électrodes supérieures ; d) Images de réflectivité optique à différents niveaux de courant ; e) Largeur à mi-hauteur des profils SThM et de réflectivité optique au centre du gap.

Ces travaux menés en étroite collaboration avec le partenaire de l'ANU viennent d'être financés en 2024 par le CNRS pour une durée de 5 ans dans le cadre d'un IRP (International Research Project). Des perspectives intéressantes sont donc envisagées à court et moyen terme sur cette thématique de recherche qui implique coté INL des développements d'expériences de caractérisation multi-échelle et multi-physiques de dispositifs en fonctionnement. Au travers de cet IRP intitulé NEUROSENSOR, nous souhaitons étendre notre étude au développement de capteurs imitant le comportement de cellules nerveuses du système sensoriel épidermique (mécanorécepteurs et thermorécepteurs). Ces perspectives de recherche qui s'insèrent dans la continuité des travaux engagés ces dernières années sur les thématiques des capteurs et des dispositifs memristifs sont présentées et développées dans la section finale suivante.

Bilan personnel et perspectives

La préparation de ce manuscrit d'Habilitation à Diriger des Recherches m'a permis de réaliser un travail réflexif sur le contenu de mes activités de recherche et d'en dégager les principales perspectives.

Au cours des douze dernières années passées au sein de l'INL, mes travaux se sont construits sur un socle de compétences centré autour des technologies de micro/nanofabrication et du développement de techniques de caractérisation multi-échelles et multiphysiques. Les dispositifs et fonctions émergentes que j'ai étudiés et intégrés dans le cadre de ces activités sont variés, allant des transistors à un électron aux capteurs piézo-résistifs, pour aboutir aujourd'hui aux dispositifs memristifs. Ce parcours éclectique est le résultat de rencontres et de collaborations qui se sont développées grâce à différentes opportunités, notamment dans le cadre de divers appels à projets.

Un axe de recherche pérenne semble désormais se dessiner autour du développement d'une filière de dispositifs neuromorphiques basés sur des composants memristifs. Les systèmes neuro-inspirés possèdent la capacité de traiter l'information de manière parallèle et distribuée, à l'image du cerveau humain, offrant une efficacité énergétique bien supérieure aux systèmes informatiques conventionnels. Contrairement aux architectures de calcul classiques, les systèmes neuromorphiques sont capables de répondre de manière plus efficace à des tâches complexes, telles que la reconnaissance d'images, l'analyse de données en temps réel ou encore le traitement du langage naturel, des domaines où l'intelligence artificielle (IA) joue un rôle crucial. L'investissement dans des technologies de dispositifs neuro-inspirés permettrait d'accélérer le développement d'algorithmes d'IA plus performants et plus proches des capacités cognitives humaines. En outre, cette approche pourrait également transformer d'autres secteurs technologiques, tels que la robotique, en permettant l'émergence de robots plus autonomes et adaptatifs, et le secteur des prothèses médicales en favorisant le développement de dispositifs médicaux capables d'interagir plus efficacement avec des systèmes biologiques, notamment dans le cadre de la stimulation neuronale ou de la régénération des tissus neuronaux.

Cette demande croissante de systèmes avancés capables de reproduire l'efficacité du cerveau dans le traitement de l'information pousse les chercheurs à explorer de nouveaux matériaux et architectures, allant au-delà des technologies conventionnelles à base de silicium. Parmi les solutions envisagées, les matériaux à changement de phase (PCM) semblent des candidats prometteurs en raison de leurs propriétés uniques bien adaptées à la mise en œuvre de neurones et de synapses artificiels (figure 1) [Nandakumar 2018, Xu 2020]. En particulier, le dioxyde de vanadium (VO_2) se distingue comme une option intéressante car il présente une transition isolant-métal discontinue et hystérétique à une température proche de celle ambiante (figure 1) [Schofield 2023, Yuan 2022]. Bien que la littérature sur les dispositifs neuro-inspirés à base de VO_2 soit déjà riche, plusieurs questions fondamentales concernant la physique de ces dispositifs restent à ce jour non résolues.

Le dioxyde de vanadium (VO_2) présente des transitions de phase complexes, influencées par plusieurs facteurs tels que la température, le champ électrique et la contrainte mécanique [Schofield 2023]. Le couplage entre ces différents domaines physiques – thermique, électrique et mécanique – engendre des défis pour la compréhension du comportement de ce matériau dans divers dispositifs et pour prédire son interaction avec l'environnement externe. De nombreuses questions demeurent également quant à l'influence de la structure et de la

morphologie du VO₂ sur les performances des dispositifs. Plusieurs études ont déjà démontré que des films minces de VO₂, qu'ils soient amorphes [Nandi 2020], polycristallins [Nandi 2020, Bidoul 2024] ou épitaxiés [Ratier 2024], peuvent être utilisés pour concevoir des neurones et synapses artificiels sur divers substrats. Néanmoins, l'impact de la structure du matériau sur la température de transition isolant-métal (IMT), sur la largeur de l'hystérésis et la conduction filamentaire reste encore mal compris. Les raisons pour lesquelles certains dispositifs à base de VO₂ nécessitent une étape d'électroformage alors que d'autres s'en dispensent, ainsi que l'influence de cette étape sur la conduction filamentaire demeurent également incertaines.

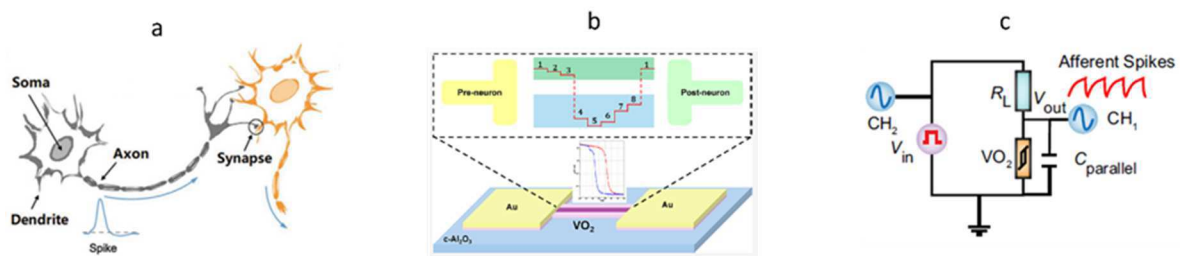


Figure 1 : a) Schéma de deux neurones biologiques connectés par une synapse [Xu 2020] ; b) Synapse électronique artificielle basée sur VO₂ [Ratier 2024] ; c) Illustration d'un circuit basé sur un dispositif NDR à base de VO₂ pour l'implémentation d'un neurone à spikes [Yuan 2022].

A court terme, je souhaite donc poursuivre mes activités de recherche dans le domaine de l'intégration de dispositifs memristifs à base de VO₂ pour la fabrication de neurones artificiels. Ce projet bénéficie d'un partenariat avec l'Australian National University (ANU) basée à Canberra. Un financement de type IRP (International Research Project) vient de nous être alloué par le CNRS en 2024 pour une durée de 5 ans afin de renforcer cette collaboration sur une thématique scientifique (i.e. l'électronique neuromorphique) qui est au cœur de la stratégie de développement de l'INL. L'idée directrice du projet est d'étudier la réponse de neurones artificiels à base d'oxyde de vanadium à des stimuli externes mécaniques et thermiques, afin d'évaluer leur capacité à imiter le comportement de neurones sensoriels. Le mode de fonctionnement particulier de ce nouveau type de capteur biomimétique (fréquence propre de l'oscillateur dépendante de l'intensité du stimulus externe) devrait faciliter l'intégration d'éléments sensibles au sein d'architectures matérielles neuromorphiques et ouvrir des perspectives dans les domaines de l'intelligence artificielle, de la robotique et des prothèses médicales. Au-delà de la visée applicative, ce projet de recherche présente également un intérêt scientifique avec la compréhension de la physique de dispositifs NDR à base de matériaux à changement de phase. L'obtention de l'HDR devrait me permettre de diriger plusieurs thèses de doctorat sur le sujet, partagées entre l'INSA de Lyon et l'ANU (les partenaires se sont chacun engagés sur l'obtention de deux financements de thèse pendant la durée totale du projet).

A plus long terme, toute une filière allant du matériau (l'oxyde de vanadium) jusqu'au système pourrait voir le jour et s'établir de manière pérenne à l'INL en impliquant des collègues des équipes Matériaux et Electronique. Cet axe de recherche se limite actuellement côté INL aux aspects « physique du dispositif » avec le développement de toute une plateforme de caractérisation multi-échelle et multiphysique pour l'étude operando de dispositifs en fonctionnement. Cette plateforme est d'ailleurs toujours en cours de développement. Une demande ANR PRCE vient d'être proposée en partenariat avec le groupe Thalès qui dispose d'une expertise sur VO₂ et souhaite ouvrir ses activités vers le développement de technologies

neuro-inspirées. Dans ce contexte, nous avons proposé de développer une plateforme de caractérisation qui inclue les éléments suivants :

- Imagerie C-AFM en température sous ultraviolet pour analyser les propriétés électriques locales de films minces de VO₂ présentant diverses structures cristallines,
- Tests électriques macroscopiques afin de corrélérer les propriétés locales du matériau avec les performances de dispositifs neuromorphiques (neurones et synapses),
- Imagerie thermique operando basée sur la microscopie thermique à balayage, permettant d'obtenir des informations en temps réel sur les distributions de température de dispositifs en fonctionnement,
- Micro-réflexivité optique en température et sous contrainte mécanique afin de suivre la transition isolant-métal du VO₂ en fonctionnement.

Le développement de cette plateforme ne profitera pas seulement à la recherche sur le VO₂ mais pourra également servir de base méthodologique applicable à d'autres matériaux émergents et à diverses architectures de dispositifs, dans différents domaines physiques et à différentes échelles, pour accélérer la recherche et le développement dans le domaine de l'informatique neuromorphique. Cette plateforme pourra par exemple profiter à court terme en interne aux collègues de l'équipe iLum qui développent des fonctions photoniques neuromorphiques à base de matériaux à changement de phase.

Nous disposons actuellement de deux sources d'approvisionnement d'échantillon de VO₂ en provenance de nos partenaires de l'ANU et de l'entreprise Thalès. Le développement d'une filière interne à l'INL pourrait voir le jour sur le long terme en impliquant des personnels du laboratoire de l'équipe Matériaux qui démarrent actuellement une activité sur la croissance de VO₂ par pulvérisation cathodique pour le développement de dispositifs thermotroniques. Mes compétences en ALD pourraient également être mises à profit pour développer des couches ultraminces amorphes de VO₂ à partir de précurseurs disponibles dans le commerce. Pour les aspects modélisation compacte et conception d'architectures neuro-inspirées qui conduiraient au développement de systèmes complets, nous pourrions faire appel à des membres de mon équipe qui disposent de compétences dans le domaine, centrées aujourd'hui sur des technologies de dispositifs ferroélectriques.

L'obtention de l'HDR représente une étape importante dans ce processus de coordination pour faire naître à l'INL une filière de recherche centrée sur le développement de circuits neuro-inspirés avec une maîtrise en interne de toutes les étapes de la chaîne de valeur allant du matériau, au dispositif, jusqu'au système.

Références bibliographiques :

[Adda 2022] Coline Adda, Min-Han Lee, Yoav Kalcheim, Pavel Salev, Rodolfo Rocco, Nicolas M. Vargas, Nareg Ghazikhanian, Chung-Pang Li, Grant Albright, Marcelo Rozenberg, and Ivan K. Schuller, “Direct Observation of the Electrically Triggered Insulator-Metal Transition in V_3O_5 Far below the Transition Temperature”, *Phys. Rev. X* 12, 011025 (2022).

<https://doi.org/10.1103/PhysRevX.12.011025>

[Amjadi 2014] M. Amjadi, A. Pichitpajongkit, S. Lee, S. Ryu and I. Park, “Highly Stretchable and Sensitive Strain Sensor Based on Silver Nanowire–Elastomer Nanocomposite”, *ACS Nano* 8(5) 5154–5163 (2014).

<https://doi.org/10.1021/nn501204t>

[Amjadi 2016] M. Amjadi, K.-U. Kyung, I. Park and M. Sitti, “Stretchable, Skin-Mountable, and Wearable Strain Sensors and Their Potential Applications: A Review”, *Advanced Functional Materials* 26(11) 1678-1698 (2016).

<https://doi.org/10.1002/adfm.201504755>

[Avouris 1997] P. Avouris, T. Hertel, and R. Martel, “Atomic force microscope tip-induced local oxidation of silicon: kinetics, mechanism, and nanofabrication”, *Appl. Phys. Lett.* 71, 285 (1997).

<https://doi.org/10.1063/1.119521>

[Baker 2011] L. Baker, A. S. Cavanagh, D. Seghete, S. M. George, A. J. M. Mackus, W. M. M. Kessels, Z. Y. Liu and F. T. Wagner, “Nucleation and growth of Pt atomic layer deposition on Al_2O_3 substrates using (methylcyclopentadienyl)-trimethyl platinum and O_2 plasma”, *J. Appl. Phys.* 109, 084333 (2011).

<https://doi.org/10.1063/1.3555091>

[Barlian 2009] A. A. Barlian, W. -T. Park, J. R. Mallon, A. J. Rastegar and B. L. Pruitt, “Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems”, *Proceedings of the IEEE*, 97(3) 513-552 (2009).

<https://doi.org/10.1109/JPROC.2009.2013612>

[Bidoul 2024] N. Bidoul & al., “Tuning the Intrinsic Stochasticity of Resistive Switching in VO_2 Microresistors”, *Nano Lett.* 24, 21, 6201–6209 (2024).

<https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.4c00184>

[Bonagiri 2024] A. Bonagiri, S.K. Das, C. V. M. A. Rúa, E. Puyoo, S. K. Nath, D. Albertini, N. Baboux, M. Uenuma, R. G. Elliman and S. K. Nandi, “Biorealistic Neuronal Temperature-Sensitive Dynamics within Threshold Switching Memristors: Toward Neuromorphic Thermosensation”, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 16(24) 31283–31293 (2024).

<https://doi.org/10.1021/acsami.4c03803>

[Cannaerts 2001] M. Cannaerts, D. Buntinx, A. Volodin, and C. Van Haesendonck, “Calibration of a scanning Joule expansion microscope (SJEM)”, *Appl. Phys. A, Solids Surf.* 72(1) (2001) S67–S70.

<https://doi.org/10.1007/s003390100648>

[Celano 2014] U. Celano, L. Goux, K. Opsomer, M. Iapichino, A. Belmonte, A. Franquet, I. Hoflijck, C. Detavernier, M. Jurczak, and W. Vandervorst, “Scanning probe microscopy as a scalpel to probe filament formation in conductive bridging memory devices,” *Microelectron. Eng.*, vol. 120, pp. 67–70, May 2014.

<https://doi.org/10.1016/j.mee.2013.06.001>

[Celano 2014-2] U. Celano, L. Goux, A. Belmonte, K. Opsomer, A. Franquet, A. Schulze, C. Detavernier, O. Richard, H. Bender, M. Jurczak, and W. Vandervorst, “Three-dimensional observation of the conductive filament in nanoscaled resistive memory devices,” *Nano Lett.*, vol. 14, no. 5, pp. 2401–2406, May 2014.

<https://doi.org/10.1021/nl500049g>

[Choi 2017] Y. Choi, D. Kang, P. Pikhitsa, T. Lee, S. M. Kim, G. Lee, D. Tahk and M. Choi, “Ultra-sensitive Pressure sensor based on guided straight mechanical cracks”, *Sci Rep* 7, 40116 (2017).

<https://doi.org/10.1038/srep40116>

[Das 2023] S.K. Das, S.K. Nandi, C.V. Marquez, A. Rúa, M. Uenuma, E. Puyoo, S.K. Nath, D. Albertini, N. Baboux, T. Lu, Y. Liu, T. Haeger, R. Heiderhoff, T. Riedl, T. Ratcliff and R.G. Elliman, “Physical Origin of Negative Differential Resistance in V3O5 and Its Application as a Solid-State Oscillator”, *Advanced Materials* 2023 35 (8), 2208477.

<https://doi.org/10.1002/adma.202208477>

[Deleruyelle 2013] D. Deleruyelle, et al., “Ge₂Sb₂Te₅ layer used as solid electrolyte in conductive bridge memory devices fabricated on flexible substrate”, *Solid State Electron*, 79 (2013) 159–165.

<https://doi.org/10.1016/j.sse.2012.06.010>

[Ding 2013] S. J. Ding, H. B. Chen, X. M. Cui, S. Chen, Q.-Q. Sun, P. Zhou, H.-L. Lu, D. W. Zhang and C. Shen, “Atomic layer deposition of high-density Pt nanodots on Al₂O₃ film using (MeCp)Pt(Me)₃ and O₂ precursors for nonvolatile memory applications”, *Nanoscale Res Lett* 8, 80 (2013).

<https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-80>

[Drouhin 2022] M Drouhin, S Li, M Grelier, S Collin, F Godel, RG Elliman, B Dlubak, Juan Trastoy, Damien Querlioz, Julie Grollier, “Characterization and modeling of spiking and bursting in experimental NbOx neuron”, *Neuromorphic Computing and Engineering* 2 (4), 044008 (2022).

<https://doi.org/10.1088/2634-4386/ac969a>

[Dubuc 2007] C. Dubuc, J. Beauvais, and D. Drouin, “Single-electron transistors with wide operating temperature range”, *Appl. Phys. Lett.* 90, 113104 (2007).

<https://doi.org/10.1063/1.2713171>

[El Hajjam 2015] K.G. El Hajjam, M.A. Bounouar, N. Baboux, S. Ecoffey, M. Guilmain, E. Puyoo, L. A. Francis, A. Souifi, D. Drouin and F. Calmon, “Tunnel junction engineering for optimized metallic single-electron transistor”, IEEE Transactions on Electron Devices 2015, 62 (9), 2998-3003.

<https://doi.org/10.1109/TED.2015.2452575>

[Ferreira 2020] N. D. P. Ferreira, E. Puyoo, B. Massot, S. Brottet and C. Malhaire, “Portable device integrating an ultrasensitive mechanical crack-based sensor for the wireless monitoring of cardiac activity”, 2020 Symposium on Design, Test, Integration & Packaging of MEMS and MOEMS (DTIP), Lyon, France, 2020, pp. 1-5.

<https://doi.org/10.1109/DTIP51112.2020.9139156>

[Friedrich 1997] A. P. Friedrich, P. A. Besse, C. M. A. Ashruf, and R. S. Popovic, “New piezo-tunneling strain sensor with very low temperature sensitivity”, Proceedings of International Solid State Sensors and Actuators Conference (Transducers '97), Chicago, IL, USA, 1997, pp. 133-136 vol.1.

<https://doi.org/10.1109/SENSOR.1997.613600>

[Garcia 1998] R. Garcia, M. Calleja, and F. Perez-Murano, “Local oxidation of silicon surfaces by dynamic force microscopy: Nanofabrication and water bridge formation”, Appl. Phys. Lett. 72, 2295 (1998).

<https://doi.org/10.1063/1.121340>

[George 2010] H. C. George, A. O. Orlov, G. L. Snider, “Platinum single-electron transistors with tunnel barriers made by atomic layer deposition”, J. Vac. Sci. Technol. B 28, C6L6–C6L8 (2010).

<https://doi.org/10.1116/1.3511432>

[Guillaume 2015] N. Guillaume, E. Puyoo, M. Le Berre, D. Albertini, N. Baboux, C. Chevalier, K. Ayadi, J. Grégoire, B. Gautier and F. Calmon, “Study and characterization of the irreversible transformation of electrically stressed planar Ti/TiO_x/Ti junctions”, Journal of Applied Physics 2015, 118 (14), 144502.

<https://doi.org/10.1063/1.4932646>

[Grauby 2009] S. Grauby, L.-D. P. Lopez, A. Salhi, E. Puyoo, J.-M. Rampnoux, W. Claeys, and S. Dilhaire, “Joule expansion imaging techniques on microelectronic devices, Microelectron. J. 40(9) (2009) 1367–1372.

<https://doi.org/10.1016/j.mejo.2008.04.016>

[Grow 2005] R. J. Grow, Q. Wang, J. Cao, D. Wang and H. Dai, “Piezoresistance of carbon nanotubes on deformable thin-film membranes”, Appl. Phys. Lett. 86, 093104 (2005).

<https://doi.org/10.1063/1.1872221>

[He 2006] R. He and P. Yang, “Giant piezoresistance effect in silicon nanowires”, Nature Nanotech 1, 42–46 (2006).

<https://doi.org/10.1038/nnano.2006.53>

[Hemmen 2007] J. L. van Hemmen, S. B. S. Heil, J. H. Klootwijk, F. Roozeboom, C. J. Hodson, M. C. M. van de Sanden and W. M. M. Kessels, “Plasma and Thermal ALD of Al₂O₃ in a Commercial 200 mm ALD Reactor”, *J. Electrochem. Soc.* 154 G165 (2007).

<https://doi.org/10.1149/1.2737629>

[Hermann 2007] J. Herrmann, K.-H. Müller, T. Reda, G. R. Baxter, B. Raguse, G. J. J. B. de Groot, R. Chai, M. Roberts and L. Wiczorek, “Nanoparticle films as sensitive strain gauges”, *Appl. Phys. Lett.* 91, 183105 (2007).

<https://doi.org/10.1063/1.2805026>

[Hong 2018] S. K. Hong, S. Yang, S. J. Cho, H. Jeon and G. Lim, “Development of waterproof crack-based stretchable strain sensor based on PDMS shielding”, *Sensors* 18 1171 (2018).

<https://doi.org/10.3390/s18041171>

[Hubbard 2015] W. A. Hubbard, A. Kerelsky, G. Jasmin, E. R. White, J. Lodico, M. Mecklenburg, and B. C. Regan, “Nanofilament formation and regeneration during Cu/Al₂O₃ resistive memory switching,” *Nano Lett.*, vol. 15, no. 6, pp. 3983–3987, Jun. 2015.

<https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.5b00901>

[Huber 2017] B. Huber, P.B. Popp, M. Kaiser, A. Ruediger, C. Schindler, “Fully inkjet printed flexible resistive memory”, *Appl. Phys. Lett.* vol. 110 (14) (2017).

<https://doi.org/10.1063/1.4978664>

[Ielmini 2011] D. Ielmini, “Modeling the universal set/reset characteristics of bipolar RRAM by field- and temperature-driven filament growth”, *IEEE Trans. Electron Devices* 58 (12) 4309–4317 (2011).

<https://doi.org/10.1109/TED.2011.2167513>

[Jakshick 2003] S. Jakschik, U. Schroeder, T. Hecht, M. Gutsche, H. Seidl and J. W. Bartha, “Crystallization behavior of thin ALD-Al₂O₃ films”, *Thin Solid Films* 425(1–2) 216-220 (2003).

[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(02\)01262-2](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)01262-2)

[Jiang 2015] C.-W. Jiang, I.-C. Ni, S.-D. Tzeng and W. Kuo, “Nearly isotropic piezoresistive response due to charge detour conduction in nanoparticle thin films”, *Sci Rep* 5, 11939 (2015).

<https://doi.org/10.1038/srep11939>

[Kozicki 2016] M.N. Kozicki, H.J. Barnaby, “Conductive bridging random access memory - materials, devices and applications”, *Semicond. Sci. Technol.* 31 (11) (2016) 0–54.

<https://doi.org/10.1088/0268-1242/31/11/113001>

[Karre 2008] P. S. K. Karre, M. Acharya, W. R. Knudsen and P. L. Bergstrom, “Single Electron Transistor-Based Gas Sensing With Tungsten Nanoparticles at Room Temperature”, *IEEE Sensors Journal*, vol. 8, no. 6, pp. 797-802 (2008).

<https://doi.org/10.1109/JSEN.2008.923224>

[Lee 2013] M. J. Lee, D. Lee, S. H. Cho, et al., “A plasma-treated chalcogenide switch device for stackable scalable 3D nanoscale memory”, *Nat Commun* 4, 2629 (2013).

<https://doi.org/10.1038/ncomms3629>

[Lee 2020] J.H. Lee, S.P. Park, K. Park, H.J. Kim, “Flexible and waterproof resistive random-access memory based on nitrocellulose for skin-attachable wearable devices”, *Adv. Funct. Mater.* 30 (1) (Jan. 2020) 1907437.

<https://doi.org/10.1002/adfm.201907437>

[Li 2012] X. Li, R. Zhang, W. Yu, K. Wang, J. Wei, D. Wu, A. Cao, Z. Li, Y. Cheng, Q. Zheng, R. S. Ruoff and H. Zhu, “Stretchable and highly sensitive graphene-on-polymer strain sensors”, *Sci Rep* 2, 870 (2012).

<https://doi.org/10.1038/srep00870>

[Liang 2011] X. Liang, Y. Zhou, J. Li and A.W. Weimer, “Reaction mechanism studies for platinum nanoparticle growth by atomic layer deposition”, *J Nanopart Res* 13, 3781–3788 (2011).

<https://doi.org/10.1007/s11051-011-0299-x>

[Likharev 1999] K. K. Likharev, "Single-electron devices and their applications," in *Proceedings of the IEEE*, vol. 87, no. 4, pp. 606-632, April 1999.

<https://doi.org/10.1109/5.752518>

[Liu 2014] X. Liu, S. K. Nandi, D. K. Venkatachalam, K. Belay, S. Song and R. G. Elliman, “Reduced Threshold Current in NbO₂ Selector by Engineering Device Structure”, *IEEE Electron Device Letters* 35(10) 1055-1057 (2014).

<https://doi.org/10.1109/LED.2014.2344105>

[Mahato 2019] P. Mahato, E. Puyoo, D. Deleruyelle, S. Pruvost, CBRAM devices with a water casted solid polymer electrolyte for flexible electronic applications, 2019 IEEE 14th Nanotechnology Materials and Devices Conference (NMDC), pp. 1–5.

<https://doi.org/10.1109/nmdc47361.2019.9083996>

[Mahato 2022] P. Mahato, E. Puyoo, S. Pruvost, D. Deleruyelle, Water-soluble polyethylene-oxide polymer based memristive devices, *Microelectronic Engineering* 260 (2022) 111806.

<https://doi.org/10.1016/j.mee.2022.111806>

[Majumdar 1999] A. Majumdar, Scanning Thermal Microscopy, *Annual Review of Materials Science* 29 (1999) 505-585.

<https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.29.1.505>

[Money 2013] B. K. Money and J. Swenson, “Dynamics of poly(ethylene oxide) around its melting temperature”, *Macromolecules* 46(17) (2013) 6949–6954.

<https://doi.org/10.1021/ma4003598>

[Nakajima 2016] A. Nakajima, “Application of Single-Electron Transistor to Biomolecule and Ion Sensors”, *Appl. Sci.* 2016, 6, 94.

<https://doi.org/10.3390/app6040094>

[**Nandakumar 2018**] S. R. Nandakumar & al., “A phase-change memory model for neuromorphic computing”, *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* 124, 152135 (2018).
<https://doi.org/10.1063/1.5042408>

[**Nandi 2020**] S. K. Nandi & al., “Understanding modes of negative differential resistance in amorphous and polycrystalline vanadium oxides”, *J. Appl. Phys.* 128, 244103 (2020).
<https://doi.org/10.1063/5.0027875>

[**Nandi 2022**] S. Nandi, E. Puyoo, S. K. Nath, D. Albertini, N. Baboux, S. K. Das, T. Ratcliff, and R. G. Elliman, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2022, 14, 25, 29025–29031.
<https://doi.org/10.1021/acsami.2c06870>

[**Nardi 2012**] F. Nardi, S. Larentis, S. Balatti, D.C. Gilmer, D. Ielmini, “Resistive switching by voltage-driven ion migration in bipolar RRAM—part I: experimental study”, *IEEE Trans. Electron Dev.* 59 (9) 2461–2467 (2012).
<https://doi.org/10.1109/TED.2012.2202319>

[**Ohkura 2006**] K. Ohkura, T. Kitade and A. Nakajima, “Cotunneling current in Si single-electron transistor based on multiple islands”, *Appl. Phys. Lett.* 89, 183520 (2006).
<https://doi.org/10.1063/1.2384802>

[**Park 2002**] J. Park, A. Pasupathy, J. Goldsmith, C. Chang, Y. Yaish, J. R. Petta, M. Rinkoski, J. P. Sethna, H. D. Abruña, P. L. McEuen et D. C. Ralph, “Coulomb blockade and the Kondo effect in single-atom transistors”, *Nature* 417, 722–725 (2002).
<https://doi.org/10.1038/nature00791>

[**Pashkin 2000**] Y. A. Pashkin, Y. Nakamura and J. S. Tsai, “Room-temperature Al single-electron transistor made by electron-beam lithography”, *Appl. Phys. Lett.* 76, 2256–2258 (2000).
<https://doi.org/10.1063/1.126313>

[**Pepin 1999**] A. Pépin, C. Vieu, M. Mejias, Y. Jin, F. Carcenac, J. Gierak, C. David, L. Couraud, H. Launois, A. S. Cordan, Y. Leroy and A. Goltzené, “Temperature evolution of multiple tunnel junction devices made with disordered two-dimensional arrays of metallic islands”, *Appl. Phys. Lett.* 74, 3047–3049 (1999).
<https://doi.org/10.1063/1.124060>

[**Philipp 1999**] G. Philipp, T. Weimann, P. Hinze, M. Burghard and J. Weis, “Shadow evaporation method for fabrication of sub 10 nm gaps between metal electrodes”, *Microelectronic Engineering* 46(1–4) 157–160 (1999).
[https://doi.org/10.1016/S0167-9317\(99\)00052-0](https://doi.org/10.1016/S0167-9317(99)00052-0)

[**Puurunen 2004**] R. L. Puurunen and W. Vandervorst, “Island growth as a growth mode in atomic layer deposition: A phenomenological model”, *J. Appl. Phys.* 96, 7686–7695 (2004).
<https://doi.org/10.1063/1.1810193>

[Puyoo 2010] E. Puyoo, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, S. Dilhaire, Thermal exchange radius measurement: Application to nanowire thermal imaging, *Rev. Sci. Instrum.* 81, 073701 (2010).

<https://doi.org/10.1063/1.3455214>

[Puyoo 2011] E. Puyoo, S. Grauby, J.-M. Rampnoux, E. Rouvière, S. Dilhaire, Scanning thermal microscopy of individual silicon nanowires, *J. Appl. Phys.* 109, 024302 (2011).

<https://doi.org/10.1063/1.3524223>

[Puyoo 2017] E. Puyoo, C. Malhaire, D. Thomas, R. Rafael, M. R'Mili, A. Malchere, L. Roiban, S. Koneti, M. Bugnet, A. Sabac and M. Le Berre, Metallic nanoparticle-based strain sensors elaborated by atomic layer deposition, *Applied Physics Letters* 2017, 110 (12), 123103.

<https://doi.org/10.1063/1.4978778>

[Puyoo 2018] E. Puyoo, S. Brottet, R. Rafaël and C. Malhaire, Ultrahigh sensitivity to strain of cracked thin films based on metallic nanoparticles in a dielectric matrix, *IEEE Sensors Letters* 2018, 2 (3), 1-4.

<https://doi.org/10.1109/LSENS.2018.2865883>

[Puyoo 2020] E. Puyoo and D. Albertini, Conductive Filament Localization Within Crossbar Resistive Memories by Scanning Joule Expansion Microscopy, *IEEE Electron Device Letters* 41 (6) (2020) 848-851.

<https://doi.org/10.1109/LED.2020.2986543>

[Raeis-Hosseini 2016] N. Raeis-Hosseini, J.S. Lee, Controlling the resistive switching behavior in starch-based flexible Biomemristors, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8 (11) (2016) 7326–7332.

<https://doi.org/10.1021/acsami.6b01559>

[Rafael 2017] R. Rafael, E. Puyoo and C. Malhaire, Piezo-tunnel effect in Al/Al₂O₃/Al junctions elaborated by atomic layer deposition, *Journal of Applied Physics* 2017, 122 (18), 184501.

<https://doi.org/10.1063/1.4994163>

[Rafael 2020] R. Rafael, E. Puyoo and C. Malhaire, Piezo-tunneling strain sensors integrated on plastic by combining vacuum thin film coatings and 3D printing technologies, *Microsystem Technologies* 2020, 26 (12), 3623-3628.

<https://doi.org/10.1007/s00542-020-04832-7>

[Ratier 2024] T. Ratier & al., “Vanadium dioxide by atomic Layer Deposition: a promising material for next-generation memory devices”, *J. Phys. Chem. Lett.* 15, 9811–9819 (2024).

<https://doi.org/10.1021/acs.jpcclett.4c02192>

[Rousseau 2014] J. Rousseau, R. Morel, L. Vila, A. Brenac, A. Marty, L. Notin and C. Beigné, “Sub-10 nm nano-gap device for single-cluster transport measurements”, *Appl. Phys. Lett.* 104, 073103 (2014).

<https://doi.org/10.1063/1.4865814>

[**Sangeetha 2013**] N. M. Sangeetha, N. Decorde, B. Viallet, G. Viau and L. Ressler, “Nanoparticle-Based Strain Gauges Fabricated by Convective Self Assembly: Strain Sensitivity and Hysteresis with Respect to Nanoparticle Sizes”, *J. Phys. Chem. C* 117(4) 1935–1940 (2013).

<https://doi.org/10.1021/jp310077r>

[**Schlicke 2016**] H. Schlicke, M. Rebber, S. Kunzea and T. Vossmeier, “Resistive pressure sensors based on freestanding membranes of gold nanoparticles”, *Nanoscale* 8 183-186 (2016).

<https://doi.org/10.1039/C5NR06937H>

[**Schofield 2023**] P. Schofield & al., “Harnessing the Metal–Insulator Transition of VO₂ in Neuromorphic Computing”, *Adv. Mater.* 35, 2205294 (2023).

<https://doi.org/10.1002/adma.202205294>

[**Siffalovic 2010**] P Siffalovic, L Chitu, K Vegso, E Majkova, M Jergel, M Weis, S Luby, I Capek, J Keckes, G A Maier, A Satka, J Perlich and S V Roth, “Towards strain gauges based on a self-assembled nanoparticle monolayer—SAXS study”, *Nanotechnology* 21 385702 (2010).

<https://doi.org/10.1088/0957-4484/21/38/385702>

[**Song 2017**] J. Song, J. Woo, S. Lim, S.A. Chekol, H. Hwang, “Self-limited CBRAM with threshold selector for 1S1R crossbar Array applications”, *IEEE Electron Device Lett.* 38 (11) 1532–1535 (2017).

<https://doi.org/10.1109/LED.2017.2757493>

[**Tanner 2012**] J L Tanner, D Mousadakos, K Giannakopoulos, E Skotadis and D Tsoukalas, “High strain sensitivity controlled by the surface density of platinum nanoparticles”, *Nanotechnology* 23 285501 (2012).

<https://doi.org/10.1088/0957-4484/23/28/285501>

[**Thomas 2017**] D. Thomas, E. Puyoo, M. Le Berre, L. Militaru, S. Koneti, A. Malchere, T. Epicier, L. Roiban, D. Albertini, A. Sabac and F. Calmon, Investigation of the in-plane and out-of-plane electrical properties of metallic nanoparticles in dielectric matrix thin films elaborated by atomic layer deposition, *Nanotechnology* 2017, 28 (45), 455602.

<https://doi.org/10.1088/1361-6528/aa8b5e>

[**Varesi 1998**] J. Varesi and A. Majumdar, Scanning Joule expansion microscopy at nanometer scales, *Appl. Phys. Lett.* 72(1) (1998) 37–39.

<https://doi.org/10.1063/1.120638>

[**Verma 2017**] M.L. Verma, H.D. Sahu, “Study on ionic conductivity and dielectric properties of PEO-based solid nanocomposite polymer electrolytes”, *Ionics (Kiel)*. 23 (9) (2017) 2339–2350. <https://doi.org/10.1007/s11581-017-2063-4>

[Wang 2016] G. Wang, W. Jiao, L. Yi, Y. Zhang, K. Wu, C. Zhang, X. Lv, L. Qian, J. Li and S. Yuan, “Topography-specific isotropic tunneling in nanoparticle monolayer with sub-nm scale crevices”, *Nanotechnology* 27 405701 (2016).

<https://doi.org/10.1088/0957-4484/27/40/405701>

[Xu 2020] M. Xu & al., “Recent Advances on Neuromorphic Devices Based on Chalcogenide Phase-Change Materials”, *Adv. Funct. Mater.* 30, 2003419 (2020).

<https://doi.org/10.1002/adfm.202003419>

[Yang 2012] Y. Yang, P. Gao, S. Gaba, T. Chang, X. Pan, and W. Lu, “Observation of conducting filament growth in nanoscale resistive memories,” *Nature Commun.*, vol. 3, no. 1, p. 732, Jan. 2012

<https://doi.org/10.1038/ncomms1737>

[Yi 2015] L. Yi, W. Jiao, K. Wu, L. Qian, X. Yu, Q. Xia, K. Mao, S. Yuan, S. Wang and Y. Jiang, “Nanoparticle monolayer-based flexible strain gauge with ultrafast dynamic response for acoustic vibration detection”, *Nano Res.* 8, 2978–2987 (2015).

<https://doi.org/10.1007/s12274-015-0803-1>

[Yuan 2022] R. Yuan & al., “A calibratable sensory neuron based on epitaxial VO₂ for spike-based neuromorphic multisensory system”, *Nature Communications*, 13, 3973 (2022).

<https://doi.org/10.1038/s41467-022-31747-w>

[Zhu 2013] S.-E. Zhu, M. K. Ghatkesar, C. Zhang and G. C. A. M. Janssen, “Graphene based piezoresistive pressure sensor”, *Appl. Phys. Lett.* 102, 161904 (2013).

<https://doi.org/10.1063/1.4802799>

[Zhu 2015] L. Zhu and S. McNamara, “Low Power Tunneling Current Strain Sensor Using MOS Capacitors”, *Journal of Microelectromechanical Systems* 24(3) 755-762 (2015).

<https://doi.org/10.1109/JMEMS.2014.2351778>

[Zhuge 2015] F. Zhuge, et al., Mechanism for resistive switching in chalcogenide-based electrochemical metallization memory cells, *AIP Adv.* 5 (5) (2015) 0–8.

<https://doi.org/10.1063/1.4921089>