

THESE

présentée à

L'Université des Sciences et Technologies de Lille
– Université Lille-Nord de France –
UFR d'Electronique
Ecole Doctorale Sciences Pour l'Ingénieur

En vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Micro et nano technologies, acoustique et télécommunications

**FABRICATION DE MICRO-RESONATEURS HAUTE FREQUENCE POUR LA
MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE SUR DES OBJETS BIOLOGIQUES**

par

Benjamin WALTER
Ingénieur ISEN

Soutenue le 13 décembre 2011 – N° d'ordre : 40726

Président	A. Cappy	Professeur de l'Université de Lille 1
Rapporteurs	T. Bourouina	Professeur à l'ESIEE
	J. Chevrier	Professeur de l'Université Joseph Fourier
Examineurs	J-P. Aimé	Directeur de recherche CNRS au CBMN
	S. Hentz	Ingénieur-Chercheur au CEA-Grenoble
	B. Legrand	Chargé de recherche CNRS à l'IEMN
Directeur de thèse	L. Buchailot	Directeur de recherche CNRS à l'IEMN

A Yvette,

Remerciements

Ce travail à été réalisé à l'Institut d'Electronique, de Micro-électronique et de Nanotechnologie, dirigé par Alain Cappy puis par Lionel Buchaillot, et plus particulièrement au sein du groupe NAM6 (Nano&Micro Systems) dont la responsabilité a été successivement portée par Lionel Buchaillot et Bernard Legrand.

Je remercie monsieur Alain Cappy qui a accepté de présider le jury de cette thèse.

Je remercie vivement messieurs Tarik Bourouina et Joël Chevrier pour avoir accepté le rôle de rapporteur de cette thèse.

J'exprime toute ma gratitude à messieurs Jean-Pierre Aimé et Sébastien Hentz qui me font l'honneur de participer à ce jury en tant qu'examineurs.

Je remercie tout particulièrement Lionel Buchaillot pour la confiance et le soutien qu'il m'a témoigné en tant que directeur de thèse, pour m'avoir enseigné les bases des microsystemes dès le plus jeune âge (autour de 22 ans donc) et pour son contact très enrichissant tant aux niveaux scientifique et qu'humain.

Un grand merci à Bernard Legrand, également à l'origine de mes affinités pour cette discipline depuis un projet réalisé en 4^{ème} année de l'ISEN avec tout de même un niveau de masque ! Son encadrement et sa rigueur scientifique ont toujours été un moteur dès le début de notre collaboration.

Je remercie également Marc Faucher, encadrant et référant depuis le stage de Master jusqu'à la thèse. Sa pédagogie et sa constante envie d'apprendre et de transmettre m'ont fourni une motivation toujours renouvelée durant toutes ces années. La confiance avec laquelle il m'a transmis ce sujet de recherche n'a fait que renforcer ma volonté de le porter toujours plus loin.

Je tiens à remercier très chaleureusement l'ensemble des équipes de technologie et de caractérisation de l'IEMN, qui mettent quotidiennement à disposition les outils et les compétences indispensables à ces travaux de recherche.

Enfin je rajoute à cette liste nos partenaires bordelais pour les collaborations passées et à venir.

Je termine par remercier tous les « camarades » du labo et d'ailleurs, avec en vrac et dans un ordre aléatoire mais galant : Emmanuelle, Estelle, Corinne, Vanessa, Sylvie, Karine, Christiane, Pascal, François, Marc, Yves, VD, Christophe, David, Dmitri, Marc, Alex, Salim, Malek, Steve, Victor, Didier, Roger, Martin, Alex_Racaille, Alex_8000, Zhuang'inou, Achraf'ounet, JonJon, Staginou, Yann, Etienne, Damien, Tahsin_cherefsiz et Ibrahim_salak, Pabio et Pilip et surtout : PagiesBoy_kravmagi (whad up !) et Thomas Dudinet (b*** !), et tous les autres se sentant oubliés (dans le cas invraisemblable de la lecture de cette page).

A ma famille pour son soutien indéfectible et à Julia qui partage ma vie, je n'ai de mot à la hauteur de mes sentiments.

Table des matières

Introduction	7
Chapitre 1 : Etude bibliographique	9
I. L'origine de l'AFM.....	9
II. Principe de l'AFM conventionnel	9
II.1. La détection optique	9
II.2. Les forces en présence	10
II.3. Les modes de fonctionnement de l'AFM	12
III. L'AFM pour l'observation de processus biomoléculaires	14
III.1. Etat de l'art de l'AFM pour l'observation de processus biomoléculaires.....	14
III.2. Choix du mode d'imagerie	16
IV. FM-AFM.....	17
IV.1. Principe du mode FM-AFM.....	17
IV.2. Influence de la raideur du levier.....	18
IV.3. Prévention du « saut au contact ».....	20
IV.4. Définition d'un facteur de mérite.....	20
V. Les limites inhérentes au levier	21
V.1. Limite en fréquence de résonance.	21
V.2. Limite de la détection optique	22
V.3. Leviers à détection intégrée.....	22
VI. Changer de résonateur pour l'AFM	24
VI.1. S'affranchir du levier pour l'AFM.....	24
VI.2. Le levier AFM parmi les microsystemes	27
VI.3. Etat de l'art des micro-résonateurs.....	28
VII. Objectifs de cette thèse	31
Chapitre 2 : Conception de résonateurs haute fréquence pour la microscopie AFM.....	33
I. Introduction.....	33
II. Caractéristiques de la structure résonante.....	33
II.1. Choix de la structure résonante	33
II.2. Choix du mode de résonance	33

Table des matières

II.3. Fréquence de résonance d'un anneau suivant le mode elliptique.....	34
II.4. Comparaison de la fréquence de résonance d'un anneau libre et d'une poutre libre-libre à dimensions caractéristiques égales.....	35
II.5. Masse effective et raideur effective des anneaux	37
III. Caractéristiques de la transduction.....	41
III.1. Choix de la transduction.....	41
III.2. L'actionnement capacitif.....	41
III.3. La détection capacitive.....	44
IV. Modélisation électromécanique	47
V. Caractéristiques des technologies de micro-fabrication utilisées.....	52
V.1. Choix des substrats.....	52
V.2. Fabrication de pointes dans le plan du substrat.....	52
VI. Spécifications de la sonde AFM	57
VI.1. Simulation par éléments finis.....	57
VI.2. Caractéristiques des sondes à fabriquer	63
VI.3. Spécifications des structures additionnelles.....	64
VI.4. Projections et performances ultimes	66
VII. Conclusion	68
Chapitre 3 : Procédé technologique	70
I. Présentation du procédé technologique mis en œuvre.....	70
II. Gravure du silicium	71
III. Diminution de la rugosité des flancs et définition de l'entrefer.....	72
IV. Remplissage des tranchées.....	74
V. Réalisation de la pointe	77
VI. Implantation et métallisation.....	82
VII. Gravure face arrière et libération	83
VIII. Résultats sur les structures additionnelles	85
IX. Bilan de la technologie de fabrication.....	86
Chapitre 4 : Caractérisation des sondes et imagerie AFM.....	88
I. Introduction.....	88

II. Caractérisations de composants témoins	88
II.1. Caractérisations électriques	89
II.2. Caractérisations optiques	95
II.3. Identification des modes par simulation	97
II.4. Etude de la poutre dans le plan	98
II.5. Conclusion sur les caractérisations de composants témoins.	99
III. Sélection des sondes et mécanismes de défaillance	99
IV. Premières expériences d'AFM.....	101
IV.1. Mise en place de l'expérience	101
V. Démonstration d'AFM haute fréquence sur des échantillons biologiques.....	108
V.1. Introduction à la mesure « active » pour l'AFM	108
V.2. Caractérisations optiques et électriques d'une sonde à 11MHz	108
V.3. Imagerie à 11MHz.....	114
VI. Conclusion	120
Perspectives	122
I. Contexte des travaux.....	122
II. Vers la démonstration d'AFM en milieu liquide.....	123
II.1. Utilisation d'un film de liquide sur un échantillon témoin.....	123
II.2. Vers la conception d'un système micro-fluidique pour l'AFM	124
III. Objectifs à moyen terme	125
Conclusion.....	126
Bibliographie.....	128
Annexes.....	140
I. Procédé technologique détaillé	140
I.1. Procédés de photolithographie	140
I.2. Procédé technologique détaillé	141
II. Code MAPLE → APLAC	147
III. Scripts ANSYS.....	149
III.1. Dessin du résonateur avec ses ancrages et deux pointes symétriques (une pointe étant nanométrique).....	149

Table des matières

III.2. Analyse modale	152
III.3. Recherche du mode elliptique	152
III.4. Analyse harmonique.....	153

Introduction

En 1595, le hollandais Zacharias Janssen profite de ses compétences de fabricant de lentilles pour inventer un système optique qui va bouleverser la biologie : le microscope. Cet instrument est équipé de deux lentilles convexes dans un ensemble de tubes coulissants. Robert Hooke porte le nombre de lentilles à trois et obtient un grossissement de 30 fois sur son microscope lui permettant de découvrir la cellule en 1665. Le développement de la biologie cellulaire est lié à celui des techniques de microscopie. La cellule, d'une taille moyenne de $10\mu\text{m}$, représentant l'unité de vie, est un monde en soi. Les organites de la cellule utilisent des mécanismes au niveau moléculaire telle la génération d'ATP (Adénosine TriPhosphate) dans les membranes des mitochondries, source d'énergie pour toute la cellule, ou encore la réplication de l'ADN dans le noyau. Devant la complexité de la mécanique cellulaire, le développement d'outil d'observation de plus en plus puissant est essentiel.

Il faut cependant attendre 1893 et les techniques modernes d'illumination inventées par August Köhler pour que l'instrument soit capable d'exprimer son potentiel. Mais son amélioration à une limite physique : la longueur d'onde de la lumière. La diffraction limite la résolution du microscope optique à 200 nm. La découverte par Wilhelm Conrad Röntgen en 1895 des rayons X présentant une faible longueur d'onde ($\sim 1\text{nm}$), permet d'autres investigations conduisant en 1953 à la découverte de la structure en double hélice de l'ADN par James D. Watson et Francis Crick par diffraction de rayons X.

Dans les années 1930 on voit également apparaître successivement le premier microscope électronique à transmission (MET), puis le microscope électronique à balayage (MEB), utilisant comme leurs noms l'indiquent des électrons pour imager l'échantillon et non plus des photons. De nos jours, les résolutions de ces deux types de microscope est respectivement de 0,5 nm pour le MET et de 1 à 5 nm pour le MEB, mais, comme pour la diffraction de rayons X, il faut placer l'échantillon sous vide. Ils ne permettent donc pas d'imager des échantillons biologiques dans leur environnement naturel.

Plus récemment apparaît une troisième voie : la microscopie à sonde locale. Cette technique met donc en jeu une sonde, couramment une pointe très effilée, qui à l'approche d'une surface permet de mesurer les caractéristiques locales de cette dernière. En balayant la surface, on construit une image de ces caractéristiques. Cela revient à remplacer le sens de la vue par le sens du toucher. Le microscope à force atomique (AFM) inventé par G. Binnig et développé depuis 25 ans permet à l'aide de cette technique de remonter à la topographie de la surface d'un échantillon et présente la faculté unique d'autoriser l'imagerie haute résolution à l'air et en milieu liquide, réunissant les conditions pour l'observation d'échantillons biologiques dans un milieu adéquat.

Introduction

Néanmoins l'imagerie haute résolution sur les échantillons biologiques présente un certain nombre de verrous identifiants liés à la sonde AFM elle-même. Leur fréquence de fonctionnement est faible en regard des temps caractéristiques des phénomènes biologiques. La problématique identifiée ici est donc : comment augmenter la fréquence de résonance des sondes AFM sans dégrader leur sensibilité. Le cœur de cette thèse sera de proposer une nouvelle sonde AFM basée sur des micro-résonateurs électromécaniques fonctionnant à haute fréquence. Cette nouvelle approche nous permet de proposer des sondes ayant des fréquences de résonance supérieures de plusieurs ordres de grandeur à celles des sondes commerciales pour des performantes théoriquement équivalentes.

Afin de répondre à la problématique, ce manuscrit commence par faire un état de l'art de la microscopie à force atomique et de son potentiel dans le domaine de l'observation de phénomènes biologiques. En détaillant le fonctionnement de l'AFM conventionnel et en listant les verrous inhérents à la sonde AFM, il proposera des pistes pour la conception d'une nouvelle sonde. Le chapitre 2 détaillera cette phase de conception en s'appuyant sur la théorie des micro-résonateurs. En allant jusqu'à la simulation de la sonde et au calcul d'un facteur de mérite permettant de la comparer à la sonde traditionnelle, il fournira un cahier des charges précis et réaliste, prenant en compte les contraintes de la réalisation technologique de microstructures. Le chapitre 3 sera dédié au procédé de fabrication mis en œuvre pour réaliser la sonde à l'aide des techniques de micro-usinage disponibles au sein de la salle blanche de l'IEMN. L'optimisation des points critiques y sera détaillée tandis que le procédé sera reproduit dans son intégralité en annexe. Pour finir, le chapitre 4 reprendra l'ensemble des caractérisations réalisées sur les sondes, telle que la mesure de la fréquence de résonance et du facteur de qualité. Enfin, le montage des sondes réalisées dans un AFM et la présentation des images AFM obtenues permettra de mettre en perspective les sondes AFM basés sur les micro-résonateurs hautes fréquences

Chapitre 1 : Etude bibliographique

I. L'origine de l'AFM

En 1981, Binnig *et al.* [1] applique un phénomène décrit par la physique quantique, le courant tunnel, au concept de sonde locale. En approchant une pointe conductrice d'une surface également conductrice, la mesure du courant tunnel, lié à l'application d'une tension entre l'échantillon et la pointe, donne la distance entre les deux avec précision. Le balayage de la surface permet d'accéder à la topographie de l'échantillon. Le microscope à effet tunnel (STM) fait réaliser un bond au domaine de l'instrumentation en atteignant la résolution atomique [2] tout en restant limité aux surfaces conductrices ou semi-conductrices.

Les observations par STM montrent qu'en parallèle du courant tunnel des forces importantes agissant entre la pointe conductrice servant de sonde et les surfaces. L'idée de mesurer non plus un courant mais les forces présentes entre la pointe et l'échantillon donne naissance, seulement quatre ans après l'invention du STM, au Microscope à Force Atomique (AFM) [3] par la même équipe de chercheurs. Cet instrument permet alors l'imagerie à haute résolution sur des surfaces non-conductrices sous vide, mais également à l'air et dans les liquides, atteignant à son tour la résolution atomique. L'étendue du champ d'application est telle qu'aujourd'hui l'AFM est présent autant au niveau de la recherche fondamentale que dans l'industrie avec des domaines d'utilisation divers allant de l'inspection des supports de stockages (CD, DVD, disque dur) ou des composants de la micro-électronique à la chimie des polymères [4].

II. Principe de l'AFM conventionnel

II.1. La détection optique

Le principe du Microscope à Force Atomique repose sur le principe suivant : un micro-levier sert de support à une pointe de très faible rayon de courbure à son apex (typiquement de quelques nanomètres à la dizaine de nanomètres) qui servira de sonde de force. Ce système levier + pointe est réalisé en silicium ou en nitrure de silicium à l'aide des méthodes de micro-usinage issues de l'industrie de la microélectronique. A proximité de la surface à imager, la pointe subit l'action de forces qui dépendent de la distance pointe-échantillon. Ces forces sont mesurées indirectement en observant la déflexion du levier. Ce dernier se comporte comme un ressort dont la force de rappel \vec{F} est proportionnelle à sa raideur k et à l'amplitude du déplacement z qu'on lui applique à son extrémité. La composante suivant z de cette force vaut : $F_z = -k \cdot z$.

Typiquement, la mesure de la déflexion est obtenue à l'aide de la réflexion d'un laser sur le levier mesurée sur une photodiode à segments (Figure I-1). En déplaçant l'échantillon ou la

sonde dans le plan à l'aide d'une platine et en asservissant la déflexion du levier à travers une boucle de contre-réaction, une image de la surface est obtenue.

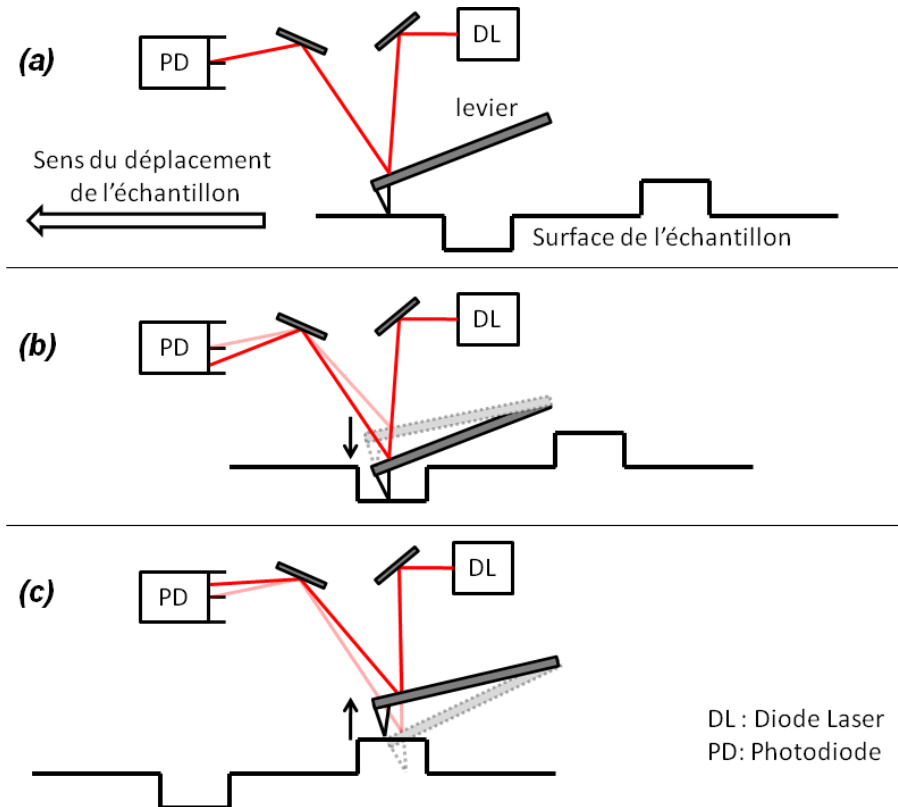


Figure I-1 Principe de la détection optique dans un AFM conventionnel (ici en mode statique). (a) Un rayon laser se réfléchit sur le levier à travers un jeu de miroirs et atteint une photodiode. La position du laser sur la photodiode donne la déflexion du levier. (b) et (c) En déplaçant le levier sur une surface, la variation de la topographie induit une déflexion du levier mesurée sur la photodiode. Le signal résultant peut être utilisé dans une boucle de contre-réaction afin d'asservir la déflexion du levier. L'image de topographie de la surface est obtenue en balayant dans le plan l'échantillon.

II.2. Les forces en présence

Les forces d'interaction mesurées entre la pointe et la surface varient en fonction de la distance entre la pointe et la surface et sont de plusieurs natures. La Figure I-2 donne l'origine des forces, leur rayon d'action et précise le caractère attractif ou répulsif de chaque force dans le cas d'un fonctionnement à l'air. A très faible distance et en l'absence de forces électrostatiques, le potentiel empirique de Lennard-Jones [5] combine la force de van der Waals et la répulsion coulombienne existant entre l'atome terminal de la pointe et l'atome de la surface à imager qui se trouve en vis-à-vis. L'énergie potentielle entre ces deux atomes séparés d'une distance r s'écrit :

$$U_{LD}(r) = 4\epsilon \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] \quad (I.1)$$

Le premier terme décrit la force répulsive à courte distance, tandis que le second décrit une force attraction à longue distance. ε et σ sont respectivement la force d'attraction et le rayon de cœur répulsif [6].

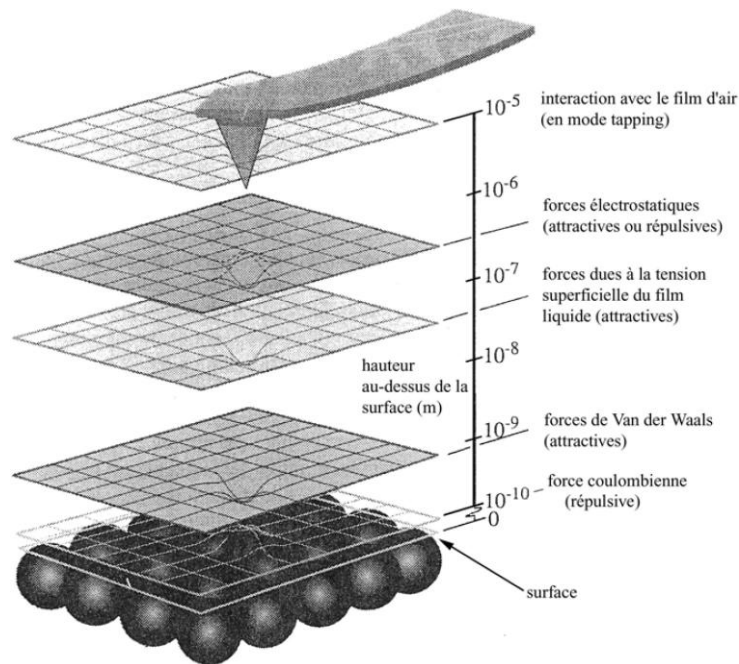


Figure I-2 Schéma représentant les principales forces (attractives ou répulsives) mises en jeux et leurs distances d'action lorsqu'une pointe de microscope à force atomique s'approche d'une surface (d'après [7]).

Les forces d'interaction entre la pointe et la surface sont d'abord de type attractif puis de type répulsif lorsque l'on approche de la surface. La courbe suivante (Figure I-3) résume les différentes interactions et donne un ordre de grandeur des forces en présence.

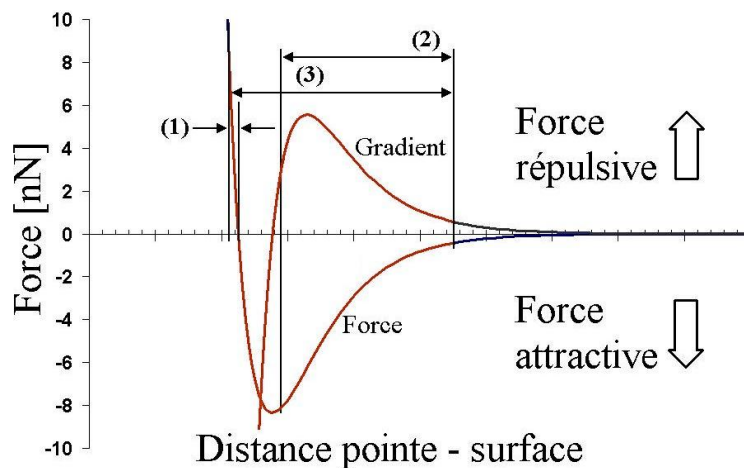


Figure I-3 Courbe représentant la force et le gradient de force en fonction de la distance pointe-surface. Les force répulsives sont notées positivement et les force attractives négativement. Les zones (1) (2) et (3) représentent les plages de fonctionnement des différents modes de l'AFM (d'après [6]).

Selon la distance pointe-surface à laquelle on se place, différents modes de fonctionnement de l'AFM sont accessibles. Les zones (1) (2) et (3) sur la Figure I-3 classent ces modes selon le type de force prépondérant, des forces répulsives en zone (1) aux forces attractives de la zone (2).

II.3. Les modes de fonctionnement de l'AFM

II.3.1 Mode statique

Si l'on approche suffisamment la pointe de la surface, il y a contact et les forces répulsives sont prépondérantes (zone (1) sur la Figure I-3). Lorsque l'on déplace la pointe en balayant la surface de l'échantillon suivant ses deux axes, en mesurant la déflexion du levier à l'aide de la mesure optique précédemment décrite, on obtient la force d'interaction pointe-échantillon. On peut alors choisir une valeur de déflexion du levier constante afin d'asservir la distance pointe-surface. L'image 3D résultant correspond à la topographie de la surface.

Cependant, travailler en mode statique impose des contraintes : la première à prendre en compte est la raideur du levier qui doit être plus faible que la liaison interatomique apparaissant entre les atomes de la pointe et de l'échantillon. En effet, les constantes de forces interatomiques dans les solides sont de l'ordre de 10N/m à 100N/m et ces valeurs chutent à 0,1N/m dans le cas d'échantillons de type biologique. Cela impose des leviers de très faible raideur. A cela il faut ajouter le fait que la fréquence de résonance du levier doit être grande devant la bande passante désirée, i.e. la fréquence à laquelle la sonde balaye la surface, pour éviter l'excitation de ce dernier et sa mise en vibration.

D'autre part, à basse fréquence, du fait des dérives en température, il existe un bruit en $1/f$ sur la mesure de la déflexion du levier. En statique, c'est ce bruit qui limite la résolution aussi les premières expériences aboutissant à une résolution atomique [8; 9] avec le mode statique se déroulèrent à basse température (4,2K).

En plus des contraintes sur la sonde, le mode statique limite en soi le type d'échantillon que l'on va pouvoir imager : la pointe étant constamment en contact avec la surface, elle va exercer des forces latérales relativement grandes du fait de la grande raideur du levier dans l'axe de balayage. Ainsi dans le cas de l'imagerie d'objets biologiques, cette force de friction risque d'avoir un effet destructeur sur les échantillons. Pour pallier ces limitations, l'emploi de l'AFM en mode dynamique, détaillé dans la suite, semble pertinent.

II.3.2 Mode dynamique

Dans cette configuration, le levier est excité autour de sa fréquence de résonance à l'aide d'un actionnement piézoélectrique. Le gradient de force présent en fonction de la distance pointe-surface modifie la fréquence de résonance du levier et atténue l'amplitude de vibration. La détection optique permet d'observer cette atténuation de l'amplitude de vibration. En fonction de la distance pointe-échantillon, on distingue deux régimes : en se plaçant dans la zone (2)

sur la Figure I-3, le régime est dit « sans contact » et la pointe n'est sensible qu'aux forces attractives apparaissant à proximité de la surface à imager. En revanche si on approche suffisamment la pointe, sa vibration provoque un contact intermittent avec l'échantillon. Ce régime dit « Mode TappingTM » [10] permet d'explorer toutes les interactions entre la pointe et la surface représentées par la zone (3) de la Figure I-3 en fonction de l'amplitude de vibration. De plus, le contact intermittent aura moins d'effets destructeurs pour la pointe et pour l'échantillon que dans le cas du mode statique car la friction lors du balayage est diminuée.

On distingue différentes méthodes de mesures permettant de remonter à la topographie de la surface. Historiquement la première méthode utilisée est celle de la « modulation d'amplitude » (AM-AFM) [11]. Dans ce cas, lorsque la pointe vibre à proximité de la surface de l'échantillon, les forces répulsives atténuent l'amplitude de vibration de la pointe et fait varier la phase du signal. En utilisant la mesure de l'amplitude ou de la phase comme signal de contre-réaction sur la distance pointe-échantillon, on est capable d'imager la surface. Cependant, ce changement d'amplitude n'est pas instantané lors d'une interaction pointe-surface. Si le levier est considéré comme un oscillateur harmonique amorti et entretenu, l'équation différentielle décrivant son mouvement présente une solution en régime transitoire lors d'une interaction. Le temps de relaxation lié à cette solution s'écrit [12] : $t_{AM} \approx 2Q/f_0$, Q étant le facteur de qualité du levier et f_0 sa fréquence de résonance. Aussi, sous vide, avec des facteurs de qualité atteignant 100 000, le temps de réponse du mode AM devient très important et la vitesse de balayage s'en trouve limitée. Cette limitation motiva l'invention d'un second mode d'imagerie.

On observe lors de ces premières expériences que l'atténuation de l'amplitude de vibration n'est pas seulement due à la dissipation d'énergie mais principalement au décalage en fréquence de la fréquence de résonance f_0 du levier lors de l'interaction pointe-surface. Ainsi en ne fixant plus la fréquence d'excitation, mais le déphasage entre le signal d'excitation et le signal mesuré à -90° d'une part et l'amplitude de vibration d'autre part, on utilise une modulation de fréquence, donnant son nom au mode FM-AFM, pour imager la surface [13]. Dans ce cas, le temps caractéristique s'écrit : $t_{FM} \approx 1/f_0$ et ne limite plus la vitesse de balayage. La Figure I-4 illustre les différences entre les deux méthodes AM et FM.

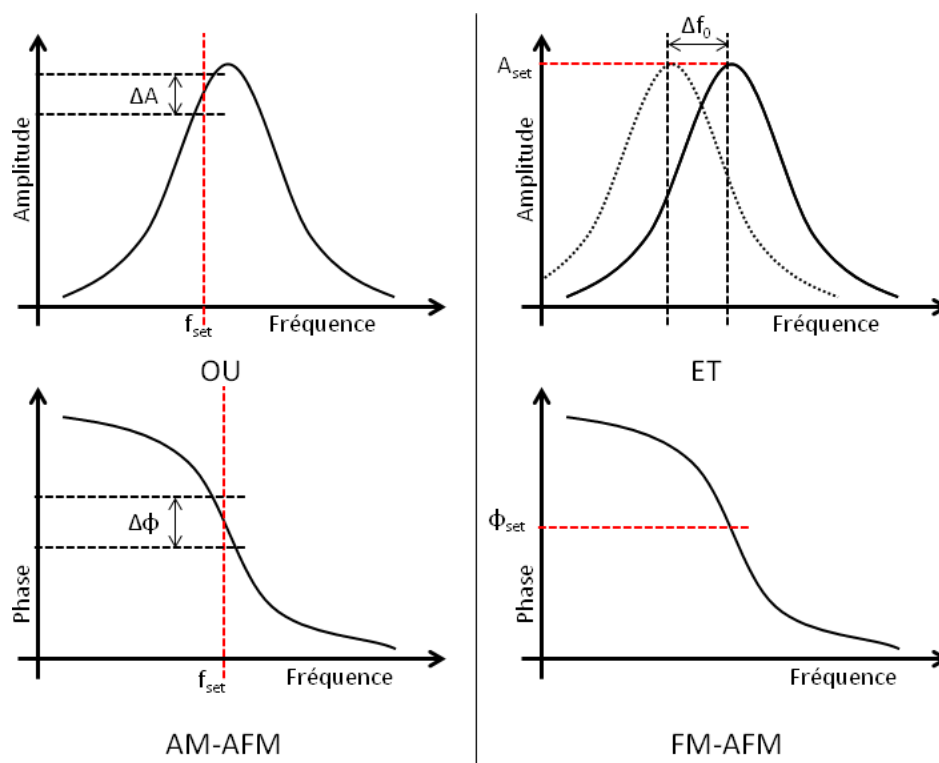


Figure I-4 Illustration des méthodes de modulation d'amplitude (AM) et de modulation de fréquence (FM) pour le mode dynamique de l'AFM. En AM, la fréquence est fixée à f_{set} de sorte que la variation d'amplitude se fasse dans la pente de la courbe de résonance. En asservissant l'altitude sur une amplitude donnée, une image topographique de la surface est réalisable. On peut également utiliser le signal de phase dont la pente est la plus grande autour de la fréquence de résonance. En FM, l'amplitude et la phase sont fixées (A_{set} et Φ_{set}). La contre-réaction utilise le décalage de fréquence observée lors de l'interaction de la pointe avec la surface

Avant de se focaliser sur un mode d'imagerie donné, nous allons donner un état de l'art de la microscopie AFM appliquée à l'observation de processus biomoléculaires. Celui-ci permettra de choisir le mode d'imagerie le plus pertinent pour ce type d'observation.

III. L'AFM pour l'observation de processus biomoléculaires

III.1. Etat de l'art de l'AFM pour l'observation de processus biomoléculaires

Très vite après l'invention de l'AFM, de premières études visant à observer des processus biomoléculaires sont menées. Dès 1987, la capacité de l'AFM à réaliser des images dans des liquides est démontrée [14] : une surface de cristaux de chlorure de sodium immergée dans de la paraffine liquide est imagée avec une résolution atomique. Puis en 1988, l'arrivée de leviers AFM micro-usinés [15] et l'introduction de la mesure optique de la déflexion [16] rendent l'AFM plus accessible et on voit apparaître de nombreuses réalisations d'images sur des échantillons biologiques [17-20]. On réalise également dès cette époque, et malgré la jeunesse de la technique, des premiers essais de visualisation de processus dynamique [21; 22] telle que l'infection de cellules isolées par un virus [23]. L'engouement pour des expériences

d'AFM en biologie est déjà visible alors que seul le mode « contact » est disponible. Or, comme précisé précédemment, ce mode d'imagerie à force constante a tendance à facilement disloquer les fragiles molécules biologiques attachées sur la surface. Aussi l'optimisation de la résolution spatiale sera au cœur des études menées à cette époque [24-27].

En 1993, le mode « tapping » est inventé [10] et sa démonstration en milieu liquide ne tarde pas [28-31], relançant l'intérêt pour l'imagerie d'échantillons biologiques fragiles sur substrat. Beaucoup moins destructeur que le mode « contact », il ouvre de nouvelles perspectives même si la vitesse d'imagerie reste faible. Après l'obtention de premières images d'ADN [32; 33], la visualisation de processus dynamiques mettant en jeu de l'ADN donne lieu à plusieurs travaux [34; 35] telle que la transcription d'ARN entre l'ADN et l'ARN polymérase [36] à une vitesse de 30 secondes par image. L'augmentation de cette vitesse d'imagerie devient un enjeu majeur pour la communauté AFM [37] et diverses pistes sont explorées comme la parallélisation réalisée à l'aide de plusieurs leviers indépendants imageant simultanément différentes parties d'un échantillon [38] ou encore en intégrant la mesure de la déflexion du levier [39], à l'aide d'un capteur à base de piézorésistance, de façon à augmenter la bande passante. Dans tous les cas, l'augmentation de la vitesse d'imagerie en mode « tapping » passe par l'augmentation de la fréquence de résonance des leviers, et pour ce faire, il faut diminuer leurs dimensions. C'est d'abord un défi technologique [40] mais cela pose également problème quand il s'agit d'utiliser la mesure optique de la déflexion car la focalisation du laser se complique [41]. Cependant, de premiers résultats furent obtenus avec, par exemple, une image d'ADN réalisée en 1,7s en 1999 [42]. Puis en 2002 à l'aide d'un système plus abouti permettant une augmentation jusqu'à 12,5 images par seconde, le déplacement de molécules de myosine en temps réel est observé [43]. L'équipe à l'origine de ce résultat conduite par Toshio Ando à l'université de Kanazawa (Japon) a conçu le microscope à force atomique le plus abouti actuellement pour l'étude d'objet biologique et de leurs processus. Cette plateforme d'AFM [44] utilise les leviers les plus petits disponibles, fourni par la société Olympus et fonctionnant à 1,2MHz en milieu liquide. Du fait de leurs faibles dimensions, 6 μ m de long pour 2 μ m de large, un système optique de mesure de déplacement dédié a été développé. Il est en effet plus difficile de focaliser précisément le laser sur la faible surface du levier. A cela s'ajoute la réalisation d'une platine rapide. Pour faire de l'AFM rapide, de l'ordre de plusieurs images par seconde, il faut augmenter la vitesse de balayage dans le plan et faire face à des problèmes d'inertie de la platine. A chaque arrêt et changement de direction, des forces d'inertie s'exercent sur la base supportant les actionneurs piézoélectriques et engendrent des vibrations qu'il faut être capable de compenser. En travaillant également sur cette problématique, l'équipe d'Ando possède aujourd'hui une plateforme complète dédiée à la microscopie en milieu liquide dont chaque maillon de la chaîne de traitement est optimisé. Les derniers résultats obtenus en 2010 et parus dans *Nature* [45], toujours au sujet de la myosine, explicite le déplacement de la protéine le long du

filament d'actine lui servant de rail. La Figure I-5, reproduit à partir de cet article, montre les étapes du déplacement à l'aide des images successives de l'échantillon.

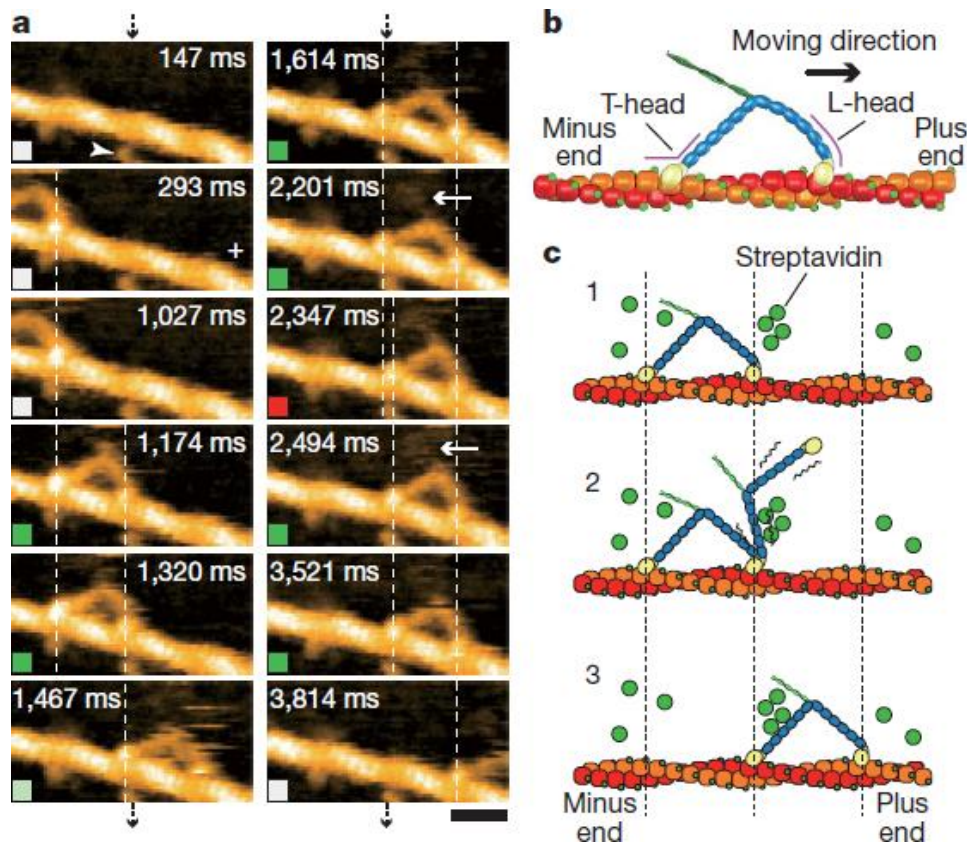


Figure I-5 (a) Séquence d'images prises successivement en AFM rapide. La molécule de myosine se déplace sur le filament d'actine pas à pas. (b) et (c) Schéma du déplacement de la myosine en présence d'ATP [45]

III.2. Choix du mode d'imagerie

Pour faire de l'imagerie AFM en milieu liquide, le mode « contact » et le mode AM-AFM ont été de nombreuses fois mis en avant. Le mode « contact » a par exemple permis d'imager à une échelle sub-nanométrique des protéines [28] et des lipides [46] de membranes biologiques artificielles tandis que le mode AM-AFM est couramment utilisé pour l'imagerie à l'échelle du nanomètre de biomolécules isolés [47; 48] et de cellules attachées au substrat [30]. Cependant, les récentes améliorations en termes de résolution spatiale viennent de l'emploi du mode FM-AFM. L'avantage que lui confère le temps caractéristique ne limitant pas la vitesse de balayage le met également en tête pour une utilisation dans une configuration d'AFM haute vitesse pour l'imagerie de processus biologiques. La partie suivante détaille le fonctionnement du mode FM-AFM afin d'en extraire un facteur de mérite permettant de comparer les sondes AFM entre elles et de travailler à leur optimisation.

IV. FM-AFM

IV.1. Principe du mode FM-AFM

La Figure I-6 présente un montage typique de FM-AFM. Un levier muni d'une pointe est excité à sa fréquence de résonance à l'aide d'un actionneur situé à proximité. La déflexion du levier est mesurée à l'aide d'un système {laser (DL) + photodiode à 4 segments (PD)} décrit précédemment. Le signal de sortie de la diode est amplifié et sert d'une part, à l'aide d'un déphaseur, à maintenir la différence de phase entre le signal de la déflexion et le signal d'excitation (ϕ) à -90° et d'autre part, à l'aide d'un circuit de contrôle de gain automatique, à maintenir l'amplitude d'oscillation (A) constante. La sortie de ce circuit relié à l'actionneur du levier forme ainsi un circuit auto-oscillant.

Lors de l'approche du levier vers la surface, les forces d'interaction pointe-surface (F_{ps}) induisent un décalage de la fréquence de résonance (Δf_c) donnée par [49] :

$$\Delta f_c = \frac{f_c}{2k_c} \int_{-A}^A \frac{\partial F_{ps}}{\partial z}(z + \Delta z) \frac{\sqrt{A^2 - \Delta z^2}}{\frac{\pi A^2}{2}} d(\Delta z) \quad (I.2)$$

Avec k_c la constance de raideur du levier et z la position verticale de la pointe. L'équation (I.2) montre que le décalage en fréquence Δf_c est proportionnel à l'intégrale du gradient de force sur une oscillation du levier, avec une fonction de pondération. Si A est suffisamment faible pour que le gradient de force soit supposé constant, l'équation (I.2) peut être simplifiée et devient :

$$\Delta f_c = -\frac{f_c}{2k_c} \frac{\partial F_{ps}}{\partial z} \quad (I.3)$$

Lors d'un décalage en fréquence sur la courbe d'amplitude, le même décalage est observé sur la courbe de phase. Tant que le déphasage ϕ dans la boucle de contre-réaction du levier reste à -90° , la fréquence d'oscillation du levier va changer en même temps que se décale la fréquence de résonance. Ainsi la mesure de Δf_c se réalise directement en mesurant le décalage de la fréquence d'oscillation du levier. Un détecteur de fréquence est placé en sortie du pré-amplificateur, comme indiqué sur la Figure I-6. Une boucle à verrouillage de phase (PLL) permet la mesure du décalage en fréquence qui passe ensuite dans un correcteur proportionnel-intégral (PI) afin d'asservir la position verticale de l'échantillon et donc de réguler la distance pointe-échantillon et d'obtenir une image topographique de la surface. On travaille donc ici à gradient de force d'interaction constant.

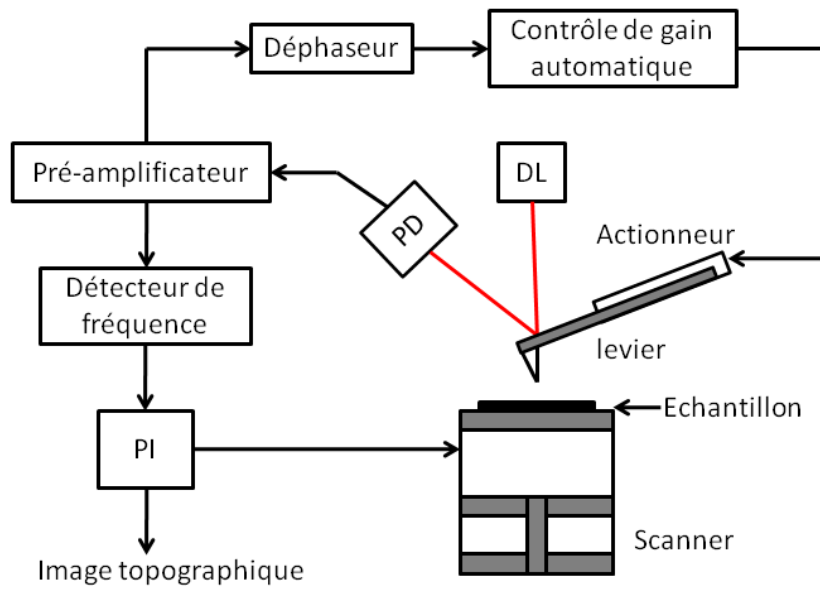


Figure I-6 Montage expérimental typique pour l'utilisation de l'AFM en mode de détection FM

Maintenant que nous avons présenté l'AFM dans le mode FM de manière générale, nous pouvons nous intéresser à la sonde proprement dite et à l'implication de ses paramètres physiques tels que sa fréquence de résonance, son facteur de qualité et sa raideur sur le fonctionnement du mode FM-AFM.

IV.2. Influence de la raideur du levier

Dans le cas de l'AFM en mode dynamique FM, on identifie principalement trois sources de bruit : les vibrations du levier induites par l'agitation thermique, le bruit du capteur de déplacement (dans lequel on inclut le bruit du laser) et le bruit généré par l'électronique de traitement. Quand ces deux derniers sont optimisés, à l'aide par exemple de détecteur de déplacement bas-bruit comme un interféromètre à fibre optique, la limite ultime de la détection et du contrôle vertical de la position de la pointe sera donnée par les vibrations parasites du levier provoquées par l'agitation thermique. L'amplitude de la densité spectrale de vibrations du levier induites par le bruit thermique s'écrit [10] :

$$n_{zB}(f) = \sqrt{\frac{2k_B T}{\pi f_c k_c Q_c} \frac{1}{[1 - (f/f_c)^2]^2 + [f/(f_c Q_c)]^2}} \quad (I.4)$$

Avec k_B la constante de Boltzmann, T la température absolue et Q_c le facteur de qualité du levier. En intégrant n_{zB} sur tout le spectre, on obtient l'amplitude de vibration moyenne (RMS) induite par le bruit thermique noté $\overline{z_B}$:

$$\bar{z}_B = \sqrt{\frac{k_B T}{k_c}} \quad (\text{I.5})$$

On voit ici l'importance de la raideur dans le contrôle de l'altitude de la pointe. Avec un levier de raideur k_c de 0,1N/m, \bar{z}_B vaut 0,2nm tandis qu'avec une raideur de 10N/m, \bar{z}_B vaut 0,02nm. Il faut donc que le levier soit suffisamment raide pour obtenir une haute résolution en mode FM-AFM.

D'autre part la densité spectrale de bruit en fréquence venant des vibrations provoquées par le bruit thermique se note :

$$n_f = \sqrt{\frac{k_B T f_c}{\pi k_c Q_c A^2}} \quad (\text{I.6})$$

Cette densité spectrale diminue également quand la raideur du levier augmente. En combinant cette équation avec le décalage en fréquence Δf_c calculé dans le cas de faibles amplitudes, le gradient de force minimal que l'on pourra mesurer dans le cas de faibles amplitudes se note :

$$\left| \frac{\partial F_{ps}}{\partial z} \right|_{min} = \sqrt{\frac{4k_c k_B T B}{\pi f_c Q_c A^2}} \quad (\text{I.7})$$

avec B la bande passante du système de mesure. Si on fait l'approximation d'un gradient de force constant, l'amplitude des forces conservatives est proportionnelle à A . Ainsi, la force conservative minimum détectable s'écrit :

$$(F_c)_{min} = \sqrt{\frac{4k_c k_B T B}{\pi f_c Q_c}} \quad (\text{I.8})$$

Cette force minimale est proportionnelle à $k_c^{1/2}$. Cependant, l'augmentation de la raideur est en général compensée par l'augmentation de la fréquence de résonance et du facteur de qualité des leviers. Ainsi la sensibilité en force n'est pas impactée outre mesure par l'utilisation de levier dit « raide » qui améliore le contrôle de l'altitude de la pointe. La Table I-1 donne quelques éléments de comparaison entre différents leviers : un levier « souple », un levier « raide » et les petits leviers conçus pour la microscopie haute fréquence.

	k_c (N/m)	f_c (kHz)	Q_{eau}	$(f_c)_{min}$ (pN) ($B = 1\text{kHz}$)	$N_{zB}(f_c)$ (fm/Hz ^{1/2})
Levier souple standard [50]	0,1	5	1,5	8	2800
Levier raide standard [50]	30	130	8	12	74
Nano-levier [44]	0,2	1200	2,5	0,6	165

Table I-1 Comparaison de différents paramètres entre des leviers commerciaux - souple ou raide - et un nano-levier conçu pour l'AFM haute fréquence dans l'eau.

La sensibilité en force entre les deux leviers commerciaux est du même ordre de grandeur, néanmoins un facteur de qualité plus élevé et une fréquence de résonance plus importante rendent la boucle d'oscillation du montage FM-AFM plus stable. Dans le cas du nano-levier, l'association d'une haute fréquence à une faible raideur maximise la sensibilité en force ce qui devrait permettre dans le cas d'un montage FM-AFM d'augmenter la vitesse de balayage d'un facteur 10 par rapport aux autres leviers présentés. Cependant, il faut noter que l'amplitude de vibration due au bruit thermique (eq. (I.4)) est également plus grande du fait de sa faible raideur, vouant ce levier à une utilisation haute vitesse, mais sans résolution spatiale poussée.

IV.3. Prévention du « saut au contact »

En mode statique, lors de l'approche de la pointe vers la surface, si le gradient de force devient supérieur à k_c , la force d'attraction attire soudainement la pointe vers la surface et le contact sera établi sans un contrôle précis de l'approche. Pour mesurer correctement la force sans adhésion de la pointe sur la surface, il convient de respecter le critère suivant :

$$k_c > \frac{\delta F_{ps}}{\delta z} \quad (\text{I.9})$$

Lors du passage au mode dynamique, ce critère devient :

$$k_c A > |F_{ps}| \quad (\text{I.10})$$

Ainsi, si on veut utiliser un levier souple, il faut le compenser par une grande amplitude d'oscillation. Cependant pour l'utilisation du mode FM-AFM, de faibles amplitudes de travail sont préférables, permettant ainsi de rester dans un régime où les interactions à faible distance sont prépondérantes et où les forces d'action à longues distances (de type forces de van der Waals) ont une influence négligeable sur le gradient de force. La résolution sera alors maximale dans ce type de régime, permettant d'atteindre la résolution atomique. Les amplitudes couramment utilisées en FM-AFM sont comprises entre 0,1nm et 1nm.

IV.4. Définition d'un facteur de mérite

Au vue des équations données dans le paragraphe précédent, il semble pertinent d'extraire un facteur de mérite basé sur les paramètres mécaniques du levier :

$$\mathcal{F}_m = \frac{f_0 Q}{k_c} \quad (\text{I.11})$$

En maximisant ce facteur, c'est-à-dire en augmentant f_0 et Q et en diminuant k_c , et ce uniquement en modifiant les paramètres mécaniques du levier, sans toucher au système de détection ni à l'électronique de traitement, on augmente la sensibilité en force (éq. (I.8)). Cependant il faut rajouter à ce facteur une borne inférieure à la diminution de k_c afin de

prévenir le risque de « saut au contact » (éq. (I.10)) et de conserver une amplitude de vibration moyenne (RMS) induite par le bruit thermique $\overline{z_B}$ assez faible (éq. (I.5)), conditionnant la haute résolution.

En conclusion il faut s'attacher à augmenter la fréquence de résonance et le facteur de qualité des sondes tout en conservant une raideur suffisante. La partie suivante traitera des limites du levier en tant que sonde AFM en termes de fréquence de résonance et de détection des vibrations du levier, puis nous verrons les solutions sur lesquelles les équipes de chercheurs se penchent et les pistes à suivre pour imaginer une solution originale.

V. Les limites inhérentes au levier

V.1. Limite en fréquence de résonance.

Le levier est la microstructure résonante de prédilection pour l'AFM. La théorie est bien connue et sa versatilité tant en termes de fréquence et de raideur que de matériaux, grâce à une technologie de fabrication robuste, laisse une grande liberté pour les expérimentations diverses. Cependant, l'augmentation de la fréquence de résonance passe nécessairement par une réduction des dimensions. La fréquence de résonance du levier est celle d'une poutre encastree-libre. Elle est donnée par la théorie d'Euler-Bernoulli et vaut pour le premier mode [51]:

$$f_c = 0,16 \frac{t}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (\text{I.12})$$

Avec L et t respectivement la longueur et l'épaisseur du levier, E le module de Young du matériau et ρ sa masse volumique. D'autre part la raideur du levier vaut :

$$k_c = \frac{wt^3}{4L^3} E \quad (\text{I.13})$$

Avec w la largeur du levier.

Lorsque l'on souhaite augmenter la fréquence de résonance des leviers pour un matériau donné, il faut donc diminuer la longueur du levier et si possible augmenter l'épaisseur, cependant la détection optique employée dans les AFM traditionnels impose de ne pas réduire la largeur w des leviers en dessous de $2 \mu\text{m}$ afin de rester au dessus de la limite de diffraction. Aussi pour conserver une raideur constante lors de la réduction du levier, le rapport t/L doit rester constant. Le nano-levier présenté dans la Table I-1 (IV.2) dont les dimensions sont de $7 \mu\text{m}$ de long pour $2 \mu\text{m}$ de large avec une épaisseur de 90nm s'approche des limites en termes de détection et de manipulation. Le levier ultime ne pourra vraisemblablement pas dépasser 3 à $4 \mu\text{m}$ de long si on souhaite conserver une détection optique pour une fréquence de résonance dans l'eau autour de 2MHz [52].

V.2. Limite de la détection optique

Il faut également noter que dans le cadre d'imagerie AFM en milieu liquide, le faisceau laser servant à la détection optique doit changer deux fois de milieu pour aller frapper le levier immergé puis pour être réfléchi sur la photodiode comme illustré sur la Figure I-7. Ces changements de milieu augmentent la diffusion et la réverbération du laser, source de bruit optique se répercutant sur la sensibilité de la mesure [52] et induisent des pertes sur le signal aux interfaces.

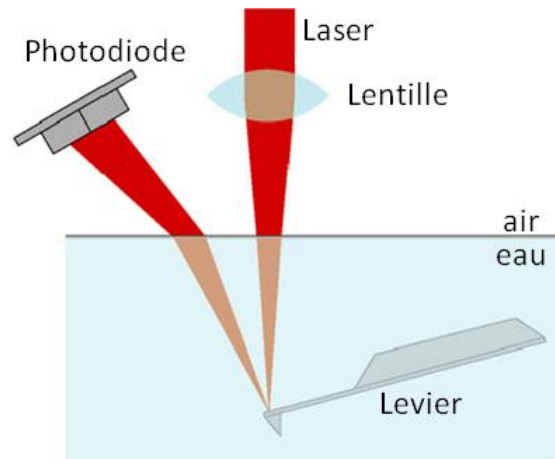


Figure I-7 Schéma d'une expérience d'AFM en milieu liquide utilisant une détection optique (d'après [52]).

Dans tous les cas la détection optique nécessite une phase de réglage et d'alignement à chaque montage d'une nouvelle sonde. Cette étape se complique avec la diminution de la taille des leviers pour monter en fréquence car le laser doit être focalisé sur une surface de $2\mu\text{m}$ de large. Les AFM de dernière génération facilitent la tâche à l'utilisateur en proposant des solutions entièrement motorisées et commandées par ordinateur avec comme revers l'augmentation de la complexité et du coût de la tête [53].

V.3. Leviers à détection intégrée

Pour s'affranchir de la détection optique, il faut intégrer un autre mode de détection. Le point commun de ces systèmes de détection est la récupération directe de l'information sur la déformation du levier à l'aide d'un signal électrique à même la sonde. La problématique de la détection est finalement transférée de la tête AFM vers la sonde. Ceci à pour effet une augmentation du coût de la sonde qui, malgré une utilisation en mode « Tapping » ou « non-contact », finie par s'user.

Dès les débuts de l'AFM, l'intérêt de la détection intégrée conjointement avec l'actionnement, classiquement piézoélectrique, a été pressenti. En 1991, Tortonese *et al.* proposent une sonde à détection piézorésistive [54] permettant la mesure de la déflexion du levier. La possibilité d'une détection locale ouvre de nouvelles perspectives : la parallélisation des leviers. Une solution à plusieurs leviers indépendants rapprochés devrait permettre de balayer une plus

grande surface. Cependant la contre-réaction de chaque levier doit également être indépendante ce qui implique un actionnement local pour chaque levier. Il faut donc remplacer l'actionneur macroscopique piézoélectrique par un actionnement intégré, qu'il soit piézoélectrique [55; 56] ou capacitif [57]. Finalement le groupe de Quate à Stanford [38] propose un levier présenté sur la Figure I-8. La zone de détection piézorésistive est réalisée à l'aide de plusieurs implantations du silicium constituant le levier tandis que l'actionnement piézoélectrique utilise une couche mince de ZnO.

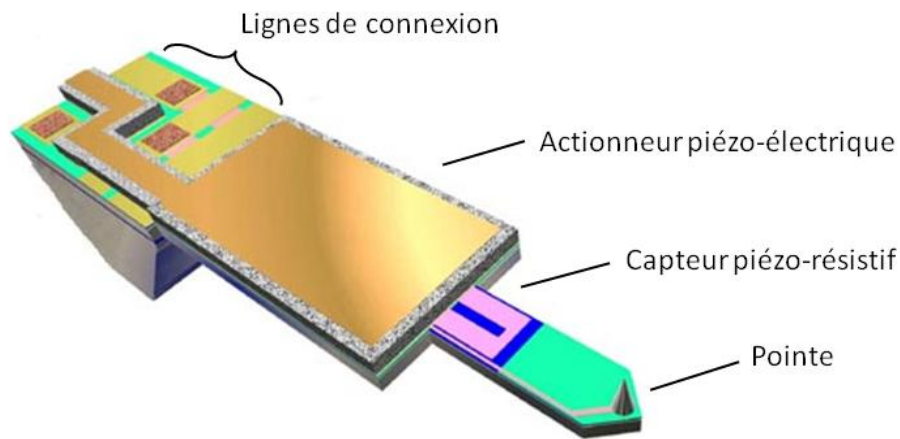


Figure I-8 Schéma d'un levier à actionnement et détection intégrés. L'actionneur piézoélectrique est placé au plus près du levier et une piézorésistance à la base du levier permet de mesurer la déflexion (d'après [38]).

Ce genre de levier sera ensuite intégré dans des sondes multi-leviers pour l'imagerie d'échantillon de grande surface. Une autre application issue de la recherche sur ces leviers a été proposée par le centre de recherche d'IBM. En 2000, une matrice de leviers à actionnement thermique et détection piézorésistive, le « millipede » [58], sert de tête d'écriture et de lecture pour un support de stockage de l'information. L'utilisation parallèle de leviers dont la mesure de la déflexion est directement électrique permet le multiplexage.

Depuis, de nombreux travaux continuent dans cette voie d'intégration de la détection. Les solutions les plus courantes sont piézoélectriques [59-61] ou piézorésistives [62-65] et plus rarement capacitives [66]. La méthode capacitive consiste à mesurer une variation de capacité entre le levier vibrant et une électrode fixe et demande une architecture particulière qui nous éloigne du levier traditionnel.

Si ces leviers ne trouvent que peu d'échos pour une utilisation « classique » de l'AFM, la concurrence des sondes « simples » et bas coût étant trop forte, ils apportent une solution pour les cas où l'encombrement de la tête pose problème. En 2007, un AFM s'est posé sur Mars avec la mission Phoenix [67]. Des leviers à détection piézorésistive sont alors utilisés, aucun martien n'étant présent pour régler le laser d'une détection optique.

La méthode piézoélectrique fait appel à une couche active déposée sur le levier tandis que la méthode piézorésistive utilise des implantations locales. Des électrodes permettent la reprise de contact afin de mesurer la tension générée ou la variation de résistance proportionnelle à la déformation du levier. La technologie de fabrication gagnant en complexité, il est plus difficile de réduire la taille des leviers pour augmenter la fréquence de résonance. C'est pourquoi le remplacement du levier par une autre structure résonante est une piste intéressante. Trouver un autre résonateur permettant d'adresser de plus hautes fréquences sans perdre la sensibilité atteinte par les leviers actuellement employés est au cœur de plusieurs études depuis quasiment le début de l'AFM. Dans la partie suivante nous allons présenter la structure la plus employée pour remplacer le levier : le diapason.

VI. Changer de résonateur pour l'AFM

VI.1. S'affranchir du levier pour l'AFM

Les limitations inhérentes au levier n'ont cependant pas échappé aux groupes de recherche travaillant sur l'AFM depuis ses débuts. La recherche d'une autre structure convenant à la microscopie de force a toujours été à l'esprit des chercheurs.

Les années 1970 voient apparaître un composant faisant preuve d'une grande stabilité en fréquence au cours du temps et possédant une très faible dérive thermique : le diapason quartz. L'avènement de la montre à quartz [68] lui donne une grande disponibilité et un très faible coût du fait de sa production de masse.



Figure I-9 (a) Seiko Quartz Astron 35SQ : première montre à quartz disponible sur le marché (1969) mise au point par la société EPSON. (b) Diapason quartz de la montre, avec et sans son capot, résonnant à 8192 Hz [68].

Les premières utilisations du diapason quartz sont faites dans le domaine de la microscopie acoustique à champ proche [69] et dans la microscopie optique en champ proche [61]. Il sert alors respectivement de capteur de force et de moyen de contrôle de la distance pointe-échantillon. Dans ce dernier cas, une fibre optique est approchée d'une surface à très faible distance (quelques nanomètres). Afin d'éviter la collision de la fibre avec la surface, et sa destruction, cette dernière est collée sur un diapason (Figure I-10). Ce faisant, la mise en

vibration du diapason permet de ressentir les forces latérales s'appliquant sur la fibre à l'approche de la surface par l'atténuation de l'amplitude de vibration. Une contre-réaction sur l'altitude du système diapason+fibre permet de prévenir le contact.

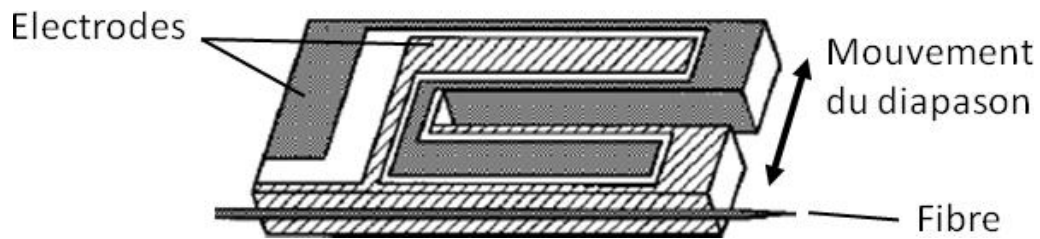


Figure I-10 Schéma de la sonde de microscopie optique en champ proche. Une fibre optique est collée sur le côté d'un diapason. La mesure de la vibration du diapason réalisée électriquement permet d'asservir la fibre en altitude au dessus de la surface de l'échantillon [61].

Il ne restait qu'un pas à faire pour réaliser de la microscopie à force atomique avec ce dispositif en remplaçant la fibre par une pointe. Les premiers travaux date de 1997 [70] et sont suivis par de nombreux autres [71-77]. La position de la pointe dans l'axe du bras du diapason ou normale à ce bras permet d'explorer différents modes de fonctionnement (Figure I-11). Cependant le montage de la pointe sur un bras déséquilibre le diapason. Ce problème peut être résolu en attachant le bras sans pointe du diapason au substrat présentant de faibles pertes. On se retrouve alors dans une configuration proche du levier AFM classique. Cette solution nécessite dans tous les cas une étape de montage délicate de la pointe sur le bras du diapason, et devant les progrès de l'AFM « standard », cette solution n'a pas été pérennisée, ne trouvant pas de réel marché.

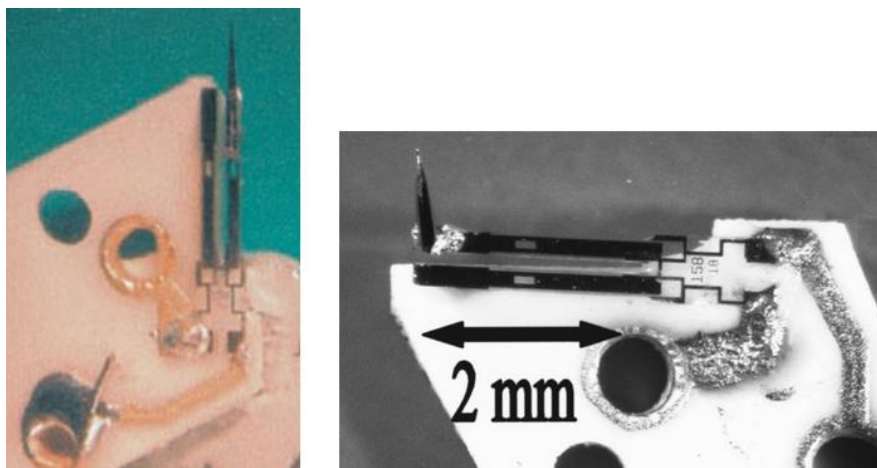


Figure I-11 Pointe montée sur un diapason, le bras dual étant fixé au substrat – à gauche la pointe est dans le prolongement du bras, le mouvement de la pointe est latéral [78] – à droite la pointe est fixée perpendiculairement au bras et son mouvement est normal à la surface à imager [79]

On trouve malgré tout dans une récente publication [80] un concept qui remet au goût du jour l'utilisation du diapason en quartz. La Figure I-12 reproduite à partir de cette publication

présente l' « A-probe ». Le diapason (tuning fork) est alors utilisé à la fois comme actionneur et comme capteur. Le mouvement « dans le plan » est transformé en mouvement « hors-plan » et fait vibrer un levier (cantilever) fixé aux extrémités du diapason. Les auteurs s'affranchissent ainsi de l'asymétrie provoquée par l'utilisation d'une seule pointe sur un bras.

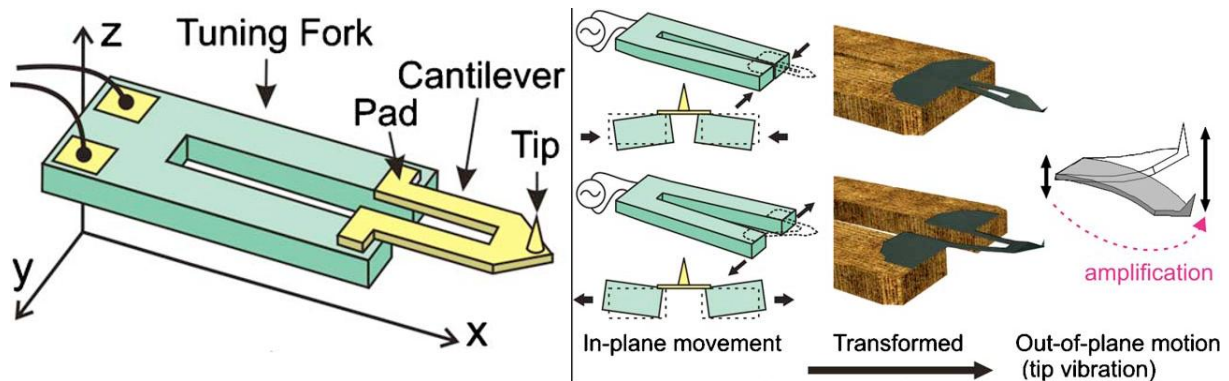


Figure I-12 Concept de la sonde « A-probe ». A gauche, le diapason (tuning fork) assemblé avec un levier (cantilever) se finissant par une pointe (tip). A droite, présentation du mode de vibration dans le plan du diapason qui excite le levier suivant un mode hors-plan. La direction de la vibration de la pointe est normale à son axe comme pour un levier AFM standard (d'après [80]).

D'autre part, l'article présente une méthode de fabrication collective consistant à fabriquer plusieurs leviers sur un substrat avec un système d'encoche permettant l'assemblage des diapasons par auto-alignement (« alignment guide » Figure I-13).

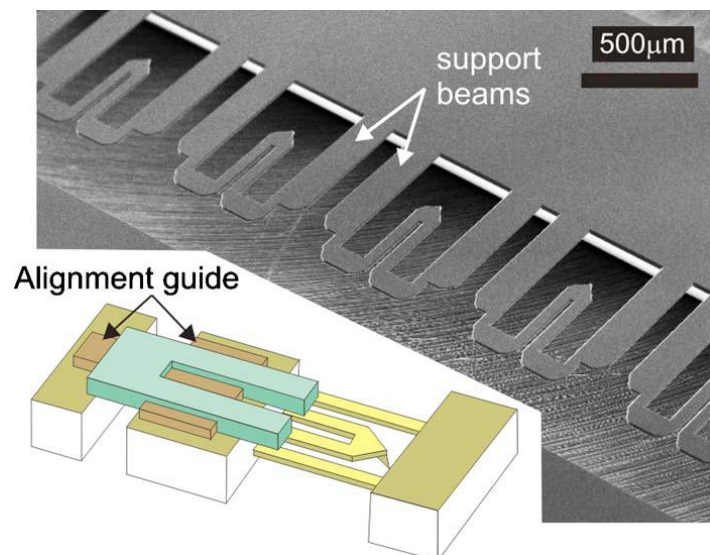


Figure I-13 Reproduction d'une image MEB des leviers « A-probe » avant assemblage avec les diapasons. Le schéma en insert montre le concept de l'assemblage, les diapasons sont fixés individuellement sur les leviers (d'après [80]).

Cette approche « hybride » propose d'accoupler le levier bien connu de l'AFM au diapason, servant à la fois à l'actionnement du levier et à la détection des interactions entre la pointe et l'échantillon. La détection est donc intégrée, mais la structure résonante reste limitée en

fréquence. Une étape de montage est également toujours nécessaire. Cela étant dit, la sonde est commercialisée par la société NanosensorsTM et se trouve être le seul produit de leur catalogue à proposer une détection intégrée.

Un second produit commercial basé sur un quartz est disponible depuis 2010 (Figure I -14). Il s'agit du « KolibriSensor » de la société SPECSTM. Il présente l'avantage d'une encapsulation complète du résonateur pour ne laisser dépasser que la pointe. Le mode extensionnel de vibration entraîne une pointe qui ressort du boîtier par un trou de 100 μ m de diamètre. Cette encapsulation empêche le liquide de rentrer en contact avec le résonateur et impacte moins son facteur de qualité que dans le cas d'une immersion totale. La fréquence de résonance du dispositif en vente est de 1MHz et présente un facteur de qualité de 9000 en milieu liquide (contre 14000 à l'air). Cette sonde a permis d'obtenir une résolution atomique sur des substrats de démonstration [81].

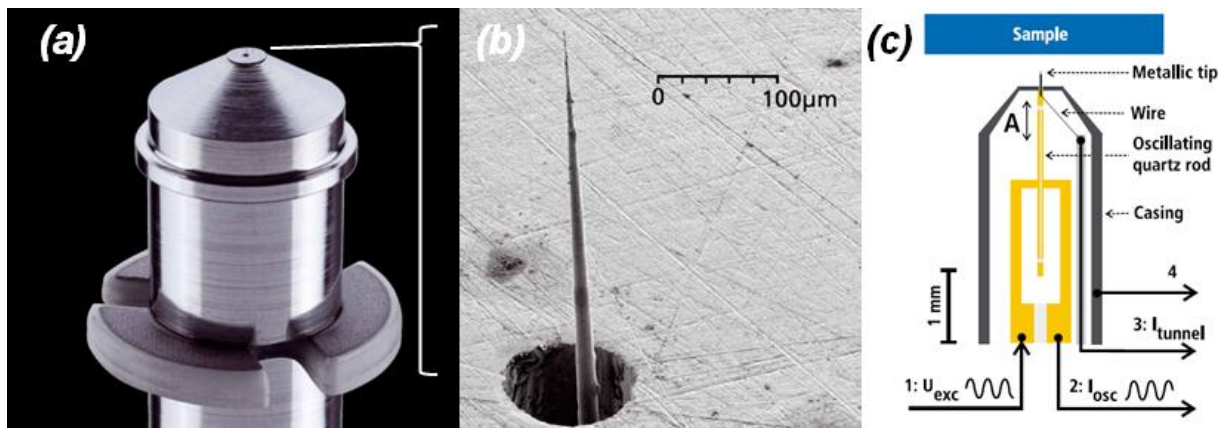


Figure I -14 (a) vue d'ensemble du KolibriSensor, le résonateur est encapsulé. (b) Image MEB de la pointe dépassant par un trou de 100 μ m de diamètre. (c) Schéma de principe de la sonde : un quartz résonne suivant le mode extensionnel entraînant la pointe dans un mouvement longitudinal. L'actionnement et la détection sont intégrés (d'après [81]).

VI.2. Le levier AFM parmi les microsystèmes

Le levier AFM, de par ses dimensions micrométriques, fait le lien entre les échantillons de taille nanométrique que l'on souhaite observer et le monde macroscopique auquel nous appartenons grâce à un signal électrique mesurable et interprétable et ce quelle que soit la transduction utilisée. Mais le levier vibrant appartient à une famille de composants très diverse : les microsystèmes électromécaniques (MEMS) parmi lesquelles on trouve la branche des résonateurs qu'on peut définir comme des structures pouvant être excitées à leur fréquence de résonance. De la même manière que les leviers AFM, les micro-résonateurs sont conçus de telle sorte qu'une transduction va leur permettre d'être excités tandis qu'une autre transduction permet la lecture du signal. Afin d'être un peu plus exhaustif, le paragraphe suivant propose une bibliographie de ces micro-résonateurs.

VI.3. Etat de l'art des micro-résonateurs

Les micro-résonateurs visent la réduction de l'encombrement et la consommation des systèmes comme l'électronique des téléphones portables en intégrant la partie « filtre » alors réalisée de manière incompatible avec les technologies de fabrication de circuits intégrés (quartz). L'objectif est de filtrer un signal sur une bande donnée qui se situera autour de la fréquence de résonance du MEMS. Cette bande passante dans les applications pour les télécom est souvent assez faible et demande donc d'avoir un résonateur avec un facteur de qualité élevé. A titre d'exemple, pour la téléphonie « 3G », le standard UMTS (Universal Mobile Telecommunications System) impose des bandes passantes de 15MHz autour de 2GHz tandis que le standard GSM toujours en vigueur dans 80% des téléphones [82] demande des bandes de 200kHz autour de 1,8GHz.

La conception des micro-résonateurs est basée sur une fabrication à l'aide des techniques de micro-usinage de surface. On trouve deux filières pour la réalisation de résonateurs hautes fréquences pour le filtrage.

Tout d'abord, la filière « piézoélectrique » avec comme réalisation marquante les filtres de type FBAR [83] (Film Bulk Acoustic Resonator). Dans ce cas, une couche piézoélectrique est déposée entre deux électrodes métalliques et est suspendue sur une membrane. L'application d'une tension variable entre les deux électrodes excite le matériau. Lorsque la longueur d'onde du signal d'excitation vaut deux fois l'épaisseur de la couche active, il y a résonance mécanique. Si les performances de ces dispositifs sont satisfaisantes en termes de fréquence et de facteur de qualité pour les applications décrites ci-dessus, les composants réalisés [84] restent non-intégrables à un procédé C-MOS. D'autre part, la fréquence de résonance dépendant seulement de l'épaisseur du matériau, la conception de circuit souffre d'un manque de flexibilité par rapport à des composants dont les dimensions latérales définiraient la fréquence de résonance. Cette affirmation est toutefois à mettre en regard avec de récents travaux de thèse présentés en 2010 proposant une architecture de « résonateur à ondes acoustiques guidées sur miroir de Bragg ». Dans ce cas, les dimensions latérales déterminent également la fréquence de résonance et la structure est réalisée sur silicium pour une co-intégration avec d'autres types de filtre.[85].

L'autre voie étudiée par une partie de la communauté MEMS est celle des résonateurs électromécaniques. L'utilisation d'une transduction d'actionnement et de détection de type capacitif permet de travailler en technologie silicium et d'obtenir un faible coût de réalisation. L'objectif de ces équipes est d'atteindre le plus grand produit $f_0 \cdot Q$. C'est cette augmentation visée qui sera le moteur des innovations sur les structures résonantes.

Historiquement, le premier MEMS résonant est un transistor à grille résonante développé par Nathanson *et al.* en 1967 [86]. La grille d'un transistor, sous la forme d'une poutre

conductrice, est suspendue au dessus du canal. A l'aide d'un couplage électrostatique, la grille est mise en vibration à la fréquence de résonance du premier mode et on observe une variation de la capacité grille-canal, modulant ainsi la quantité de porteurs libres du canal. Les fréquences de résonance des poutres étaient comprises entre 1 et 100kHz pour un facteur de qualité avoisinant les 500. Il faut cependant attendre 1989 pour que Howe *et al.* [87] applique les procédés de micro-usinage de surface à la fabrication de microstructures résonantes prenant la forme désormais bien connue par la communauté MEMS de peignes inter-digités.

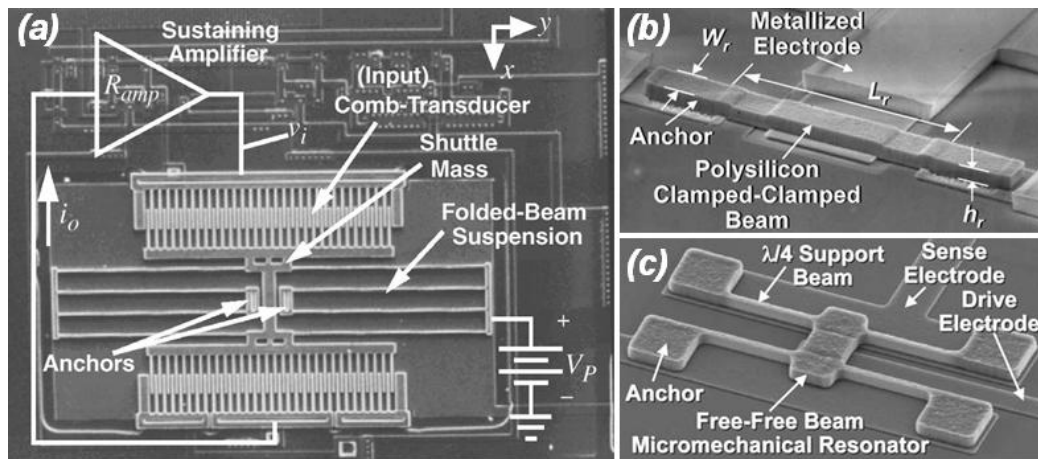


Figure I-15 Images MEB de résonateurs électromécaniques : (a) Peignes inter-digités co-intégrés avec des transistors permettant le traitement du signal au plus proche du résonateur [88]. (b) Poutre résonante bi-encastree [89]. (c) Poutre libre résonante [90].

La démonstration de leur co-intégration avec des transistors [88] (Figure I-15a) donne de l'élan à cette filière et une partie de la communauté se concentre alors sur les résonateurs en silicium. La recherche du plus grand produit fréquence de résonance par coefficient de qualité fait apparaître de nouvelles structures résonantes. Une première famille de poutres en silicium, de la poutre bi-encastree [89] (Figure I-15b) à la poutre libre [90] (Figure I-15c) est réalisée tandis que le rang des modes excités augmentent parallèlement.

Plus récemment, une nouvelle famille de micro-résonateurs est étudiée : il s'agit des résonateurs en mode de volume [91]. Cette famille regroupe les modes mettant en jeu des ondes stationnaires longitudinales. On peut classer les principaux résonateurs en mode de volumes par la forme de base de la structure et par le mode qui est adressé. La Figure I-16 présente un panel de ces modes de volume.

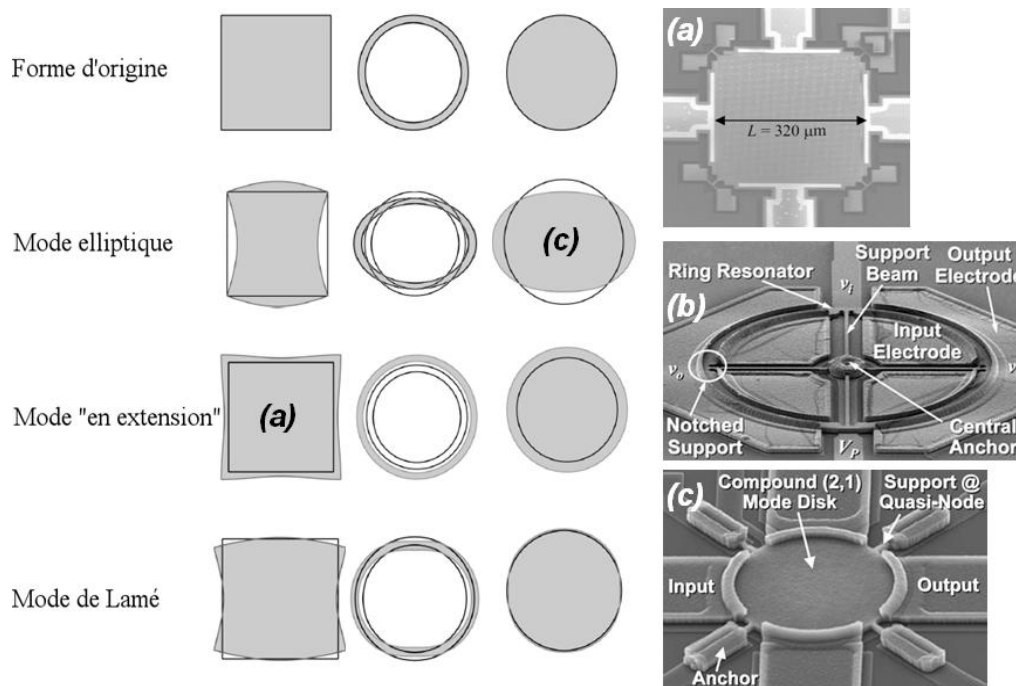


Figure I-16 formes caractéristiques des principaux modes de volume adressables sur des micro-résonateurs pour trois structures types : un carré, un anneau et un disque. Le mode de résonance est dans le plan de la structure. (a) carré résonant suivant le mode « en extension » [92]. (b) anneau résonant suivant plusieurs modes (2nd mode de contour atteint à 433MHz) [93]. (c) Disque résonant suivant le mode elliptique [94].

Cette dernière famille présente les plus grands produits $f_0 \cdot Q$ de l'état de l'art. La Figure I-17 issue de Nguyen *et al.* [95] présente la progression de ce produit au cours du temps et des publications. On y voit l'évolution jusqu'aux récents modes de volume. La dernière réalisation en silicium atteint le produit $f_0 \cdot Q$ de $1,4 \cdot 10^{13}$. D'après les travaux de Chandorkar *et al.* [96] sur le facteur de qualité maximal d'un résonateur en mode de volume en fonction de la fréquence, on approche du maximum possible avec le silicium. Le record actuel est d'ailleurs détenu par un résonateur en diamant [97]. Sur la Figure I-17 sont également placés les travaux réalisés au sein du groupe ou en collaboration depuis les années 2000 traitant des résonateurs. L'objectif n'était pas le plus grand produit $f_0 \cdot Q$. On notera toutefois le marqueur (e) plaçant les travaux d'Emmanuelle Algré [98] sur la première génération de sonde AFM utilisant des résonateurs à mode de volume.

Cependant, dans le cas de l'AFM, le facteur de mérite dépend de la raideur de la structure et pas seulement du produit $f_0 \cdot Q$. Si on veut changer de structure résonante pour la sonde AFM, il faudra donc s'attacher à maximiser le facteur de mérite (équation ((I.11)), ce qui limitera le choix des structures et des modes exploitables.

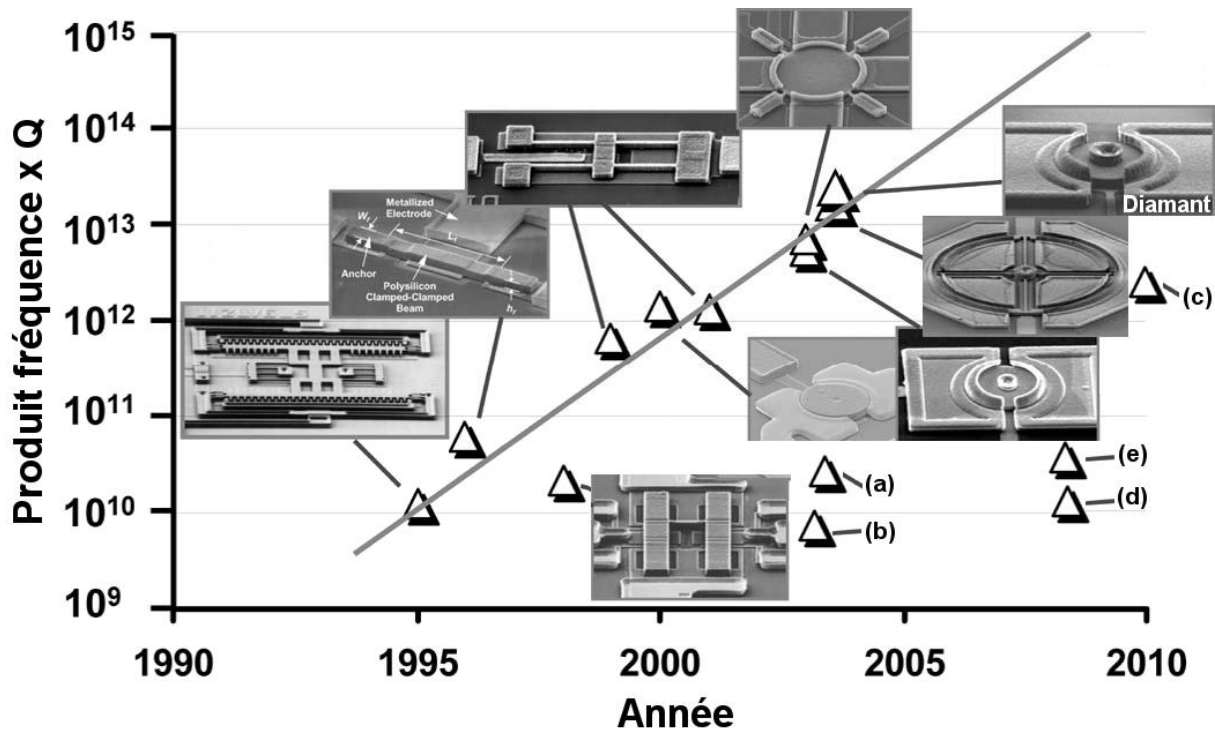


Figure I-17 Evolution du produit $f_0 \cdot Q$ en cours du temps en fonction de l'avancé des travaux. Les produits maximum sont obtenus pour des résonateurs en mode de volume. La dernière évolution est réalisée en passant du silicium au diamant. (a) à (e) : Travaux du groupe basés sur les résonateurs. (a) : [99], (b) : [100], (c) : [101], (d) : [102], (e) : sonde AFM de première génération [98].

VII. Objectifs de cette thèse

L'objectif de cette thèse est de proposer une architecture de sonde AFM, basée sur les résonateurs à mode de volume, afin de réaliser de la microscopie à force atomique en milieu liquide.

L'actionnement et la détection seront intégrés au microsystème, proposant ainsi une solution sans laser, au montage simplifié et adaptable aux expériences, quelque soit l'environnement de travail : sous vide, à l'air ambiant ou dans les liquides.

L'intégration au procédé technologique de la fabrication d'une pointe de rayon de courbure équivalent aux sondes commerciales nous permettra de nous affranchir de toute étape technologique post-procédé sur les sondes tel que l'usinage au FIB (Focused Ion Beam – faisceaux d'ions focalisés) qui doit être réalisé sonde par sonde.

Le chapitre suivant traite de la conception des sondes suivant ces objectifs et justifiera les choix fait en termes d'architecture, de transductions et de modes utilisés. A l'aide de modèles analytiques et de simulations numériques il donnera une approche du fonctionnement de ces sondes et des performances attendues.

Chapitre 2 : Conception de résonateurs haute fréquence pour la microscopie AFM

I. Introduction

Pour atteindre l'objectif de cette thèse fixé par le chapitre 1, à savoir : la réalisation d'une sonde pour la microscopie à force atomique fonctionnant en milieu liquide, il faut commencer par définir une structure résonante et son mode de vibration. Une modélisation analytique de ce mode de résonance appuyée par des simulations numériques par éléments finis permet de définir les paramètres géométriques de la sonde. A cela s'ajoute le choix des principes de transduction en entrée et sortie du résonateur. C'est-à-dire : comment mettre le microsystème en vibration d'une part, et comment détecter les interactions de ce dernier avec les échantillons à imager d'autre part. Ces interactions sont localisées à l'interface entre une pointe terminant la sonde et l'échantillon étudié. Aussi, une étude préliminaire sur la réalisation de pointes AFM s'inscrivant dans le procédé de fabrication des résonateurs sera décrite. Ce chapitre propose également d'établir un facteur de mérite pertinent pour comparer les sondes basées sur les résonateurs à mode de volume avec les leviers AFM classiques. Ces différentes étapes permettent de poser les bases du dessin de masques nécessaires au procédé de fabrication présenté au chapitre 3.

II. Caractéristiques de la structure résonante

II.1. Choix de la structure résonante

L'étude bibliographique a montré qu'il existe plusieurs structures résonant selon des modes de volume. Lors de l'ébauche du projet par l'équipe, une structure particulière a attiré l'attention : un anneau en silicium [103]. Cette structure présente plusieurs avantages dans le cas particulier de l'utilisation des résonateurs à mode de volume pour la microscopie à force atomique. Tout d'abord, le facteur de qualité et la fréquence de résonance de certains modes sont bien plus élevés que ceux des leviers d'AFM standard. De plus, un anneau est moins rigide qu'un disque et possède deux grandeurs géométriques (rayon externe et rayon interne), contre une pour le disque, permettant de paramétrer le rapport f_0/k avec une plus grande souplesse. Dans un premier temps, c'est sur cette structure que se concentrera la conception de sonde AFM haute fréquence. Nous verrons plus loin s'il est possible d'adapter d'autres géométries de résonateur à mode de volume pour la microscopie à force atomique.

II.2. Choix du mode de résonance

Il convient de différencier, parmi les modes de résonance des disques et des anneaux, les modes dits « dans le plan » et les modes dits « hors-plan ». Pour exciter un mode particulier, on peut appliquer une force distribuée à la fréquence de résonance du mode, et afin d'optimiser la transduction, elle doit être appliquée au niveau des ventres du mode, c'est-à-

dire les zones où l'amplitude de vibration est maximale. Dans d'autres cas, par exemple lors d'un actionnement piézoélectrique, c'est un moment distribué qui est appliqué localement [59]. Au-delà du type de transduction, il faut donc être capable technologiquement de localiser l'excitation afin de profiter du maximum de couplage. De même dans la volonté d'une sonde « tout électrique », une lecture d'un signal de sortie doit également se faire au niveau d'un ventre de vibration afin de profiter d'un maximum de signal. A ceci s'ajoute une contrainte « duale », à savoir qu'il faut ancrer la structure au niveau d'un nœud de vibration, c'est-à-dire là où l'amplitude de vibration est minimale, afin de minimiser les pertes par radiation acoustique aux ancrages. Ces contraintes valent pour tous les résonateurs mécaniques. Dans le cas de notre application AFM, il faut rajouter une troisième contrainte : le placement d'une pointe au niveau d'un ventre de vibration, afin que son amplitude de vibration soit maximale.

Quand on prend en compte toutes ces contraintes, il apparaît qu'un mode de vibration, tant des anneaux que des disques, peut remplir ce cahier des charges : le mode elliptique. C'est un mode « dans le plan » qui déforme le disque ou l'anneau suivant une ellipse suivant un axe puis un autre. La Figure II-1 ci-dessous illustre la forme propre du mode.

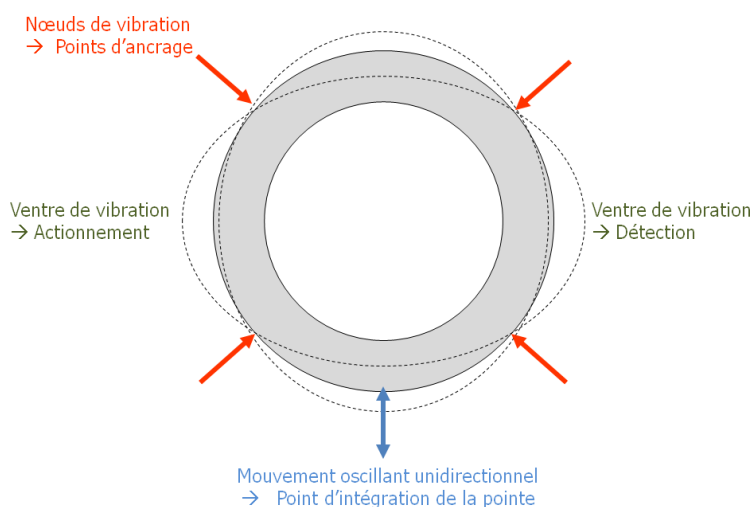


Figure II-1 Schéma de la déformation d'un anneau suivant le mode de volume elliptique (en pointillé). Les flèches rouges indiquent les nœuds du mode permettant d'ancrer l'anneau avec un minimum de perte. La flèche bleue indique le point optimal d'intégration de la pointe.

II.3. Fréquence de résonance d'un anneau suivant le mode elliptique

On note R_E et R_I respectivement les rayons externe et interne de l'anneau et t l'épaisseur de l'anneau. J. Kirkhope [104] donne une bonne approximation de la fréquence de résonance d'un anneau :

$$f_n = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{EI}{\rho AR^4} \cdot \frac{n^2(n^2 - 1)^2}{n^2 + 1} \cdot \frac{1}{1 + n^2\alpha}} \quad (\text{II.1})$$

Avec $\alpha = \frac{EI}{kGAR^2}$. Les paramètres sont décrits dans la Table II-1 ci-dessous.

Paramètres	Significations	Valeurs pour le silicium cristallin <100>
E (GPa)	Module de Young	150
I (m ⁴)	Moment quadratique pour une section rectangulaire	$\frac{t \cdot (R_E - R_I)^3}{12}$
ρ (kg/m ³)	Masse volumique	2330
A (m ²)	Aire de la section rectangulaire	$t \cdot (R_E - R_I)$
R (m)	Rayon moyen	$\frac{R_E + R_I}{2}$
n (-)	Ordre du mode	2
k_{cis} (-)	Coefficient de cisaillement	$\frac{5}{6} \frac{E}{G}$
G (GPa)	Module de Coulomb	$\frac{E}{2(1 + \nu)}$
ν (-)	Coefficient de poisson	0.279

Table II-1 Paramètres de l'équation (II.1)

Cette formule donne la fréquence de résonance de l'anneau suivant le mode elliptique pour $n=2$. Elle est valable pour des anneaux dont le rapport R_I/R_E est supérieur à 0,5. On remarque que la fréquence de résonance ne dépend que des paramètres matériau et des rayons externe et interne. Le mode étant « dans le plan », il n'y a pas de dépendance en épaisseur. Il faut toutefois respecter les règles de mise à l'échelle. Pour cela l'épaisseur doit rester petite devant le rayon de l'anneau et la largeur de l'anneau doit être au moins égale à l'épaisseur.

II.4. Comparaison de la fréquence de résonance d'un anneau libre et d'une poutre libre-libre à dimensions caractéristiques égales

On considère d'une part un anneau sans ancrage et une poutre libre-libre de longueur L , de largeur w et d'épaisseur t . On peut rapprocher la longueur de la poutre L avec la longueur de l'anneau : $2\pi R_E$ et la largeur w de la poutre de la largeur de l'anneau $R_E - R_I$.

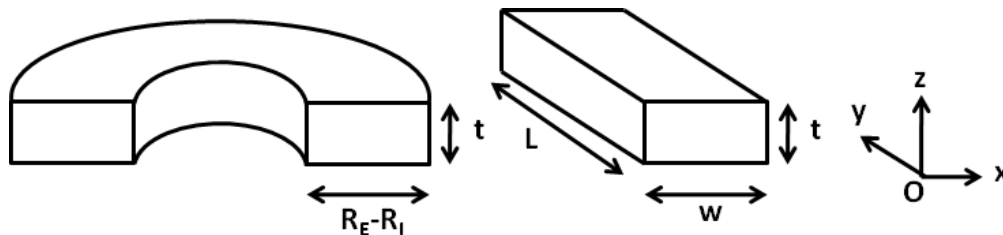


Figure II-2 Définition des paramètres géométriques utilisés.

Afin de considérer le même type de déplacement dans le plan que pour le mode elliptique de l'anneau, c'est la vibration de la poutre suivant l'axe x qui est étudiée. Pour rappel la fréquence de résonance d'une poutre de section rectangulaire se note :

$$f_{poutre_n} = \frac{k_n^2}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{12\rho}} w \quad (\text{II.2})$$

avec n le $n^{\text{ième}}$ mode de vibration de la poutre. Le produit $k_n L$ est constant et dépend des conditions aux limites fixées. Dans le cas d'une poutre libre-libre, on a : $k_1 L = 4,730041$; $k_2 L = 7,853205$; $k_3 L = 10,995608$ pour les modes 1 à 3.

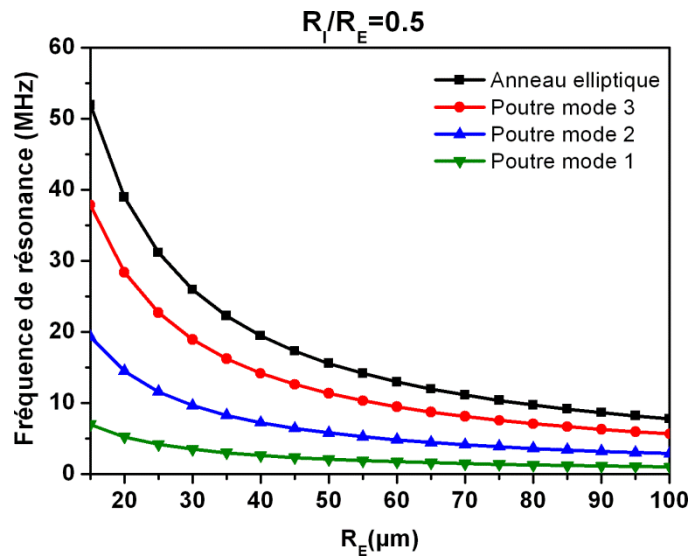


Figure II- 3 Fréquences de résonance d'un anneau résonant suivant le mode elliptique (mode 2 de l'anneau) et d'une poutre de dimensions équivalentes ($L=2 \cdot R_E$ et $w=R_E-R_I$) suivant les modes 1 à 3 en fonction de R_E pour un rapport $R_I/R_E=0,5$

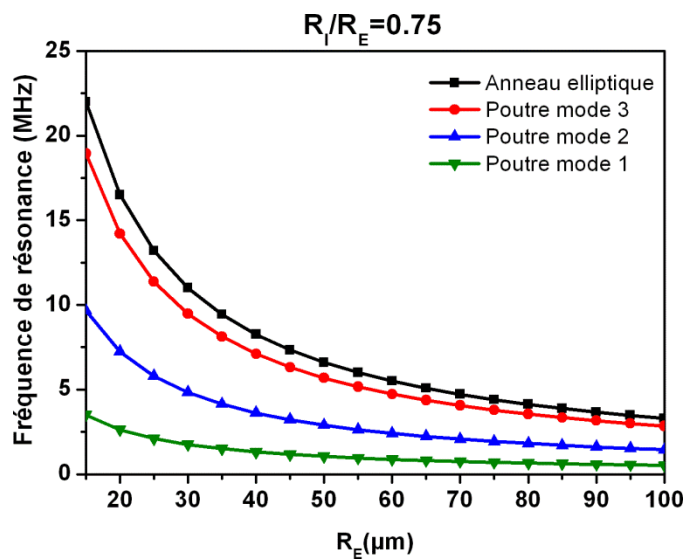


Figure II-4 Fréquences de résonance d'un anneau résonant suivant le mode elliptique (mode 2 de l'anneau) et d'une poutre de dimensions équivalentes ($L=2 \cdot R_E$ et $w=R_E-R_I$) suivant les modes 1 à 3 en fonction de R_E pour un rapport $R_I/R_E=0,75$

A dimensions équivalentes, la fréquence de résonance du mode elliptique d'un anneau libre dépasse les trois premiers modes d'une poutre libre-libre. Cependant les leviers servant en AFM classique sont encastrés-libres, car il faut bien ancrer la structure à un support pour la manipuler et l'exciter. Dans ce cas, les coefficients k_n sont modifiés par les nouvelles conditions aux limites. Il passe ainsi pour k_1L à 1,875104, k_2L à 4,694091 et k_3L à 7,854757 pour les modes 1 à 3. Cela va encore accentuer le gain en fréquence du mode elliptique de l'anneau par rapport à un résonateur de type levier. On constate ici l'intérêt de structures comme les anneaux dans le cadre de la microscopie à force atomique à haute fréquence.

La fréquence n'est cependant pas la seule variable à prendre en compte pour déterminer la valeur d'un résonateur pour l'AFM. On a vu dans le chapitre précédent que c'est le rapport $f_0 \cdot Q/k$ qui définit le facteur de mérite d'une sonde en mode FM-AFM, indépendamment de la méthode de détection utilisée et en considérant le bruit thermique comme limite au bruit de la mesure.

II.5. Masse effective et raideur effective des anneaux

Afin de décrire le fonctionnement des résonateurs, une approche modale est utilisée [105]. Cette méthode propose un équivalent mécanique simple et propre à chaque mode de résonance de la structure. Dans notre cas, seul le mode elliptique est à étudier. Le modèle équivalent est représenté sur la Figure II-5 par un schéma bloc faisant intervenir une masse effective (m_e), une raideur effective (k_e) et amortissement effectif (c_e). Ces paramètres ne sont valables qu'en un point et ne dépendent que des paramètres géométriques de la structure étudiée et de son mode de résonance. Ils sont reliés entre eux comme suit :

$$k_e = 4\pi^2 f_0^2 m_e \quad (\text{II.3})$$

$$c_e = \frac{\sqrt{k_e m_e}}{Q} \quad (\text{II.4})$$

La fréquence de résonance f_0 est calculée à partir de l'équation (II.1) tandis que le coefficient de qualité Q reste difficilement prédictible et doit être mesuré expérimentalement.

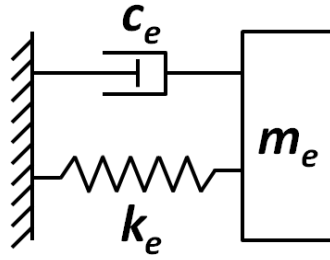


Figure II-5 Schéma bloc équivalent pour la modélisation modale du résonateur et valable au point de calcul.

Il faut également noter que le terme c_e est, à un facteur $1/2\pi$ près, l'inverse du facteur de mérite. Aussi, lorsque le facteur de mérite est maximisé, cela minimise la dissipation.

L'équation du mouvement du système au point de réduction s'écrit alors :

$$m_e \ddot{x} + c_e \dot{x} + k_e x = f_{app} \quad (\text{II. 5})$$

Si la force appliquée f_{app} est harmonique (avec une amplitude de A_{app}), la réponse du système en amplitude A et en phase φ s'écrit :

$$A = \frac{A_{app} f_0}{\sqrt{(f_0^2 - f^2)^2 + \left(\frac{f f_0}{Q}\right)^2}} \quad (\text{II. 6})$$

$$\tan \varphi = \frac{f f_0 / Q}{f_0^2 - f^2} \quad (\text{II. 7})$$

La masse effective est calculée en un point à l'aide d'une approche énergétique. On considère le point A du résonateur situé sur le ventre de vibration du mode elliptique (Figure II-1). On suppose qu'à ce point où l'amplitude de vibration est maximale toute l'énergie est conservée. On égalise alors l'énergie cinétique calculée en ce point faisant intervenir la masse effective avec l'énergie cinétique totale de l'anneau (Eq. (II.8)). Etant donné le mode étudié, le mouvement est supposé dans le plan de l'anneau, la composante en z du mouvement est nulle. En se plaçant dans le repère cylindrique tel qu'indiqué sur la Figure II-1, les coordonnées au repos du point de calcul de la masse effective sont :

$$\frac{1}{2} m_e (V_r^2|_{r=R_E} + V_\theta^2|_{\theta=0}) \quad = \quad \frac{1}{2} \rho \int_0^t \int_0^{2\pi} \int_{R_I}^{R_E} (V_r^2(r, \theta) + V_\theta^2(r, \theta)) r dr d\theta dz \quad (\text{II.8})$$

Energie cinétique calculée en A *Energie cinétique totale*

Avec V_r et V_θ les composantes radiale et tangentielle de la vitesse de l'anneau étant égales à la dérivée temporelle des composantes radiale et tangentielle du déplacement. A ce niveau du développement, deux définitions peuvent être choisies pour décrire le vecteur déplacement de l'anneau. Xie *et al.* [106] donne les équations des composantes du vecteur déplacement de la forme :

$$U_r(r, \theta) = H(r)\cos(2\theta)e^{-j\omega t} \quad (\text{II.9})$$

$$U_\theta(r, \theta) = G(r)\sin(2\theta)e^{-j\omega t} \quad (\text{II.10})$$

Avec $H(r)$ et $G(r)$ des fonctions faisant intervenir des coefficients issus du calcul d'un déterminant d'une matrice 4x4 dont les éléments sont composés de fonctions de Bessel de première et de seconde espèces et des paramètres géométriques de l'anneau. Mais si le calcul du déterminant est possible, il n'est pas aisé, la procédure devant être reproduite pour chaque géométrie étudiée. C'est pourquoi une seconde approche permettant d'approximer la masse effective de l'anneau est proposée. L'anneau est assimilé à une chaîne infinie de poutres supportées par deux ancrages [107] comme schématisé sur la Figure II-6. Les composantes du vecteur déplacement s'expriment alors comme suit :

$$U_r(r, \theta) = A_0\cos(2\theta)e^{-j\omega t} \quad (\text{II.11})$$

$$U_\theta(r, \theta) = -\frac{1}{2}A_0\sin(2\theta)e^{-j\omega t} \quad (\text{II.12})$$

En reportant ces composantes dans l'équation (II.8) on obtient la masse effective :

$$m_e = \frac{5}{8}\rho\pi t(R_E^2 - R_I^2) \quad (\text{II.13})$$

Soit une masse effective égale à 5/8 de la masse réelle. Ce coefficient ne dépend plus de la taille de l'anneau mais reste caractéristique du mode elliptique. En faisant cette approximation, la masse effective calculée est supérieure à celle obtenue par la première méthode. Elle correspond ainsi à une borne supérieure, nous plaçant donc dans le pire cas : avec la masse effective la plus grande, la raideur effective calculée est également la plus grande.

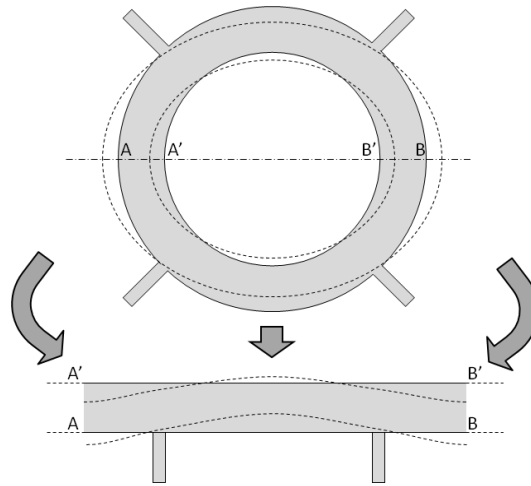


Figure II-6 L'anneau résonant suivant le mode elliptique peut être modélisé par une chaîne infinie de poutres supportées par deux ancrages.

Afin d'optimiser le facteur de mérite, on peut tracer le rapport f_0/k (la raideur k étant assimilée à la raideur effective k_e) en fonction du rapport du rayon interne sur le rayon externe de l'anneau et ce pour différentes valeurs de rayons externes (Figure II-7).

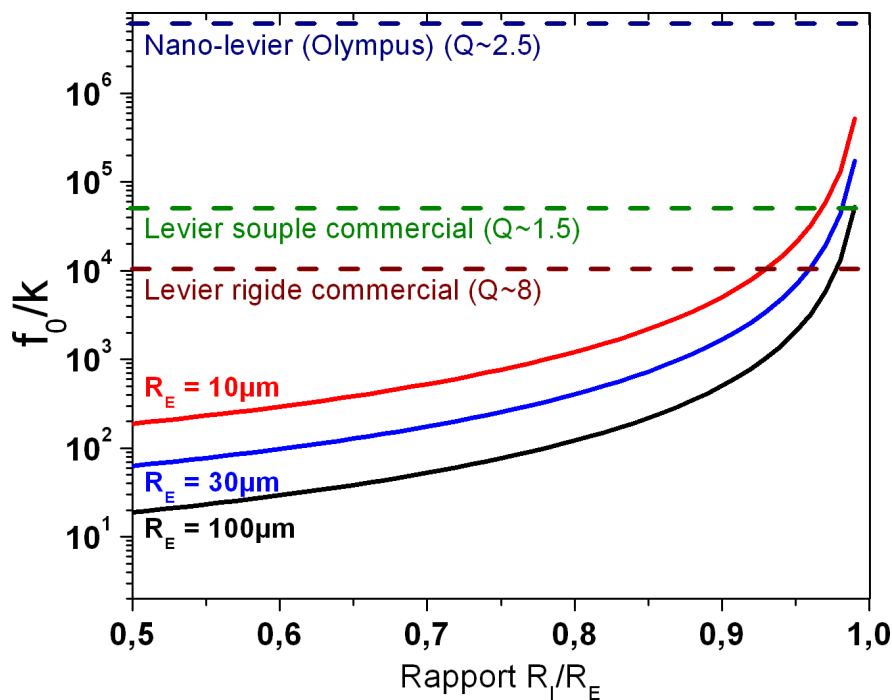


Figure II-7 Rapport f_0/k en fonction du rapport entre rayon interne et rayon externe pour un rayon externe de 10 μ m, 30 μ m et 100 μ m. Le rapport est maximal pour l'anneau le plus petit (rayon externe minimum) et le plus fin (rapport des rayons tendant vers 1).

Des valeurs de rapports f_0/k pour des leviers commerciaux [50] sont placées sur le graphique ainsi que le nano-levier Olympus utilisé par Ando [44]. Le facteur de qualité de ces leviers est indiqué.

Plus l'anneau est petit (R_E faible) et fin (R_i/R_E tendant vers 1), plus le rapport f_0/k est grand. Finalement, ce rapport est proportionnel à l'inverse de la fréquence de résonance, aussi étant

donné que l'on cherche à obtenir des sondes fonctionnant à hautes fréquences et présentant une grande sensibilité, il est nécessaire de faire un compromis entre fréquence de résonance et facteur de mérite. On prendra donc en compte ce compromis en adressant quatre fréquences de résonance différentes à l'aide de quatre géométries d'anneaux résumées dans la Table II-2.

Rayon externe R_E (μm)	Rayon interne R_I (μm)	Épaisseur t (μm)	Fréquence de résonance calculée f_0 (MHz)	Raideur k (N/m)	f_0/k (Hz.m/N)
30	25	5	6,4	$1,5 \cdot 10^4$	440
30	20	5	14,8	$1,2 \cdot 10^5$	123
30	15	5	24,6	$4,3 \cdot 10^5$	57,7
15	7,5	5	49,3	$6,1 \cdot 10^5$	80

Table II-2 Résumé des géométries choisies pour ces travaux. Fréquence de résonance, raideur et rapport de ces deux grandeurs sont calculés pour chaque structure.

De plus, l'étude bibliographique menée au chapitre 1 montre que les résonateurs à mode de volume possèdent un facteur de qualité important. Avec un facteur de qualité supposé de 1000, on pourrait obtenir des sondes présentant un facteur de mérite de l'ordre de 57500 à 440000, ce qui placerait nos résonateurs entre les leviers commerciaux et le nano-levier présentés au chapitre 1.IV.2, mais travaillant à plus haute fréquence. Ces considérations sont purement mécaniques et il faut prendre en compte au final les méthodes de transductions utilisées pour l'actionnement et la mesure des dispositifs.

III. Caractéristiques de la transduction

III.1. Choix de la transduction

Pour faire vibrer la structure, il faut la soumettre à une force oscillante proche de la fréquence de résonance du mode choisi. Afin de contrôler cette force, il convient d'utiliser une tension variable à cette même fréquence. Ensuite plusieurs options sont possibles parmi lesquelles on trouve l'actionnement à l'aide de matériaux piézoélectriques, couramment employé avec les leviers AFM standard. Dans le domaine des micro-résonateurs l'équipe possède un savoir faire certain dans la transduction capacitive [99; 100]. En outre, la bibliographie fait état d'un usage courant de cette méthode pour les résonateurs à haute fréquence. Aussi c'est cette dernière qui a été retenue dans le cadre de cette thèse.

III.2. L'actionnement capacitif

La transduction capacitive fait intervenir une électrode placée au plus près du résonateur sans toutefois être en contact avec ce dernier. Cet espace, appelé entrefer, permet l'apparition d'une capacité C entre l'électrode d'excitation et le résonateur. Du fait des dimensions de l'entrefer devant celles du résonateur, on peut considérer un modèle de condensateur plan-plan et négliger les effets de bord. L'énergie potentielle électrostatique au sein de cette

capacité se note : $E_{capa} = \frac{1}{2}CU^2$ avec U la tension appliquée entre l'électrode et le résonateur. En appliquant la superposition d'une tension de polarisation continue V_{DC} et d'une tension d'excitation alternative v_i à la pulsation ω de la forme $v_i = v_{in} \cos \omega t$, il en résulte une force électrostatique s'exerçant sur le résonateur s'écrivant : $\vec{f}_e = \overrightarrow{grad}E_{capa}$. En projetant cette force suivant le vecteur \vec{e}_r du repère cylindrique dont l'origine est confondue avec le centre de l'anneau, on obtient :

$f_{e\vec{e}_r} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial r} (V_{DC} + v_i)^2$. En développant cette expression on obtient alors :

$$f_{e\vec{e}_r} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial r} \left(\underbrace{\left[V_{DC}^2 + \frac{v_{in}^2}{2} \right]}_{\text{composante continue}} + \underbrace{\left[2V_{DC}v_{in} \cos \omega t \right]}_{\text{composante de pulsation } \omega} + \underbrace{\left[\frac{v_{in}^2}{2} \cos 2\omega t \right]}_{\text{composante de pulsation } 2\omega} \right) \quad (\text{II.14})$$

Si ω correspond à la pulsation de résonance, seule la composante à cette pulsation sera exaltée par le coefficient de qualité Q du résonateur. En modèle petit signal, on néglige la composante continue et l'harmonique à 2ω , l'amplitude F_e de la force est donc :

$$F_e = f_{e\vec{e}_r} = V_{DC}v_{in} \frac{\partial C}{\partial r} \quad (\text{II.15})$$

La force appliquée sur le résonateur est proportionnelle à V_{DC} et à l'amplitude de v_i tandis qu'une dépendance non linéaire par rapport à la variation de capacité entre le résonateur et l'électrode d'entrée subsiste. On définit alors l'efficacité de transduction au port d'entrée η par :

$$\eta = V_{DC} \frac{\partial C}{\partial r} \quad (\text{II.16})$$

Ce coefficient relie la tension variable appliquée sur l'électrode d'entrée et la force résultante s'appliquant sur le résonateur. Si aucune tension de polarisation V_{DC} n'est appliquée, il n'y a pas de force appliquée sur le résonateur.

La dérivée spatiale de la capacité renvoie à la variation de capacité, due à la variation de l'entrefer du fait des vibrations de la structure. Cette dérivée s'écrit :

$$\frac{\partial C}{\partial r} = \frac{\varepsilon_0 t R_E \theta_e}{d^2} \quad (\text{II.17})$$

Avec ε_0 la permittivité du vide, les autres paramètres, uniquement géométriques, sont schématisés sur la Figure II-8. La surface de l'électrode apparaît au numérateur tandis que l'entrefer d est au carré du dénominateur.

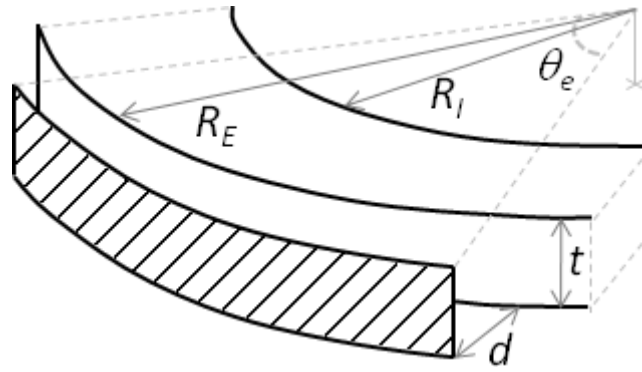


Figure II-8 Schéma de la géométrie de l'électrode capacitive (en hachuré). Elle est parallèle à l'anneau et couvre un angle θ_e sur la même hauteur t .

En analysant ce résultat, au premier ordre, le couplage capacitif est maximal pour un angle θ_e le plus grand possible. Dans notre cas, les quatre ancrages limitent cet angle à 90° . Cependant, la forme du mode influence l'efficacité de transduction, car l'application d'une force normale à la surface le long de l'anneau n'aura pas le même effet si elle est appliquée entre les ancrages ou proche des ancrages. La composante normale du déplacement (Eq. (II.11)) est nulle aux ancrages et maximale entre deux ancrages. En réécrivant l'efficacité de transduction prenant en compte la forme du mode on obtient :

$$\frac{\partial C}{\partial r} = \frac{\varepsilon_0 t R_E \int_{-\pi/4}^{\pi/4} E(\theta) \cos(2\theta) d\theta}{d^2} \quad (\text{II. 18})$$

Avec $E(\theta)$ une fonction d'électrode valant 1 si l'électrode existe et 0 si elle est absente pour une position angulaire θ donnée. L'efficacité de transduction corrigée est tracée sur la Figure II-9. La version sans prise en compte de la forme du mode calculée précédemment est également représentée.

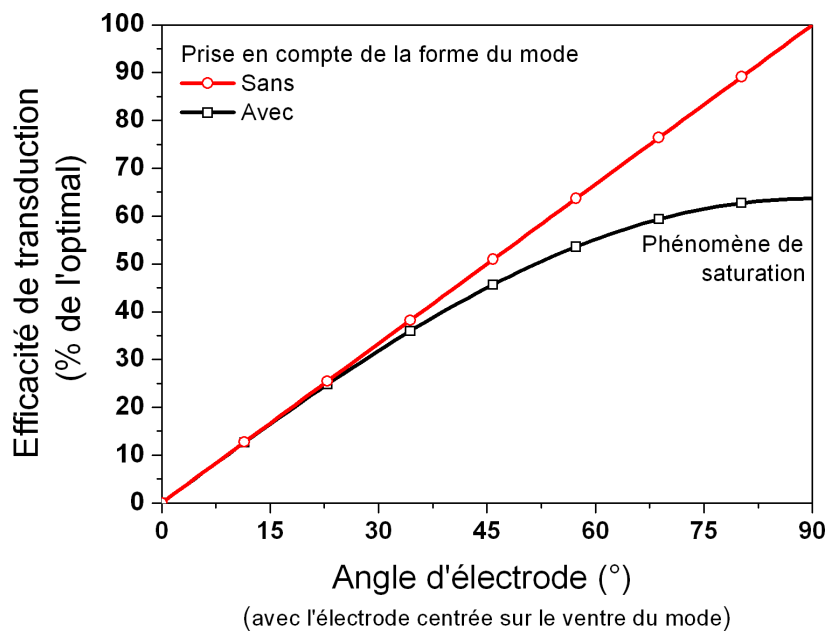


Figure II-9 Efficacité de transduction en fonction de l'angle parcouru par l'électrode tracée avec et sans prise en compte de la forme de mode. Lors de la prise en compte de cette dernière, un phénomène de saturation apparaît et limite l'efficacité de transduction.

Lors de la prise en compte de la forme du mode, on assiste à un phénomène de saturation de l'efficacité de transduction. Une électrode placée près des ancrages n'a que peu d'effet et sa participation à la transduction est minime.

Dans l'entrefer, le film d'air est soumis à un pincement du fait de la composante normale du déplacement de l'anneau vis-à-vis de l'électrode mais aussi à un cisaillement du fait de la composante tangentielle de ce même déplacement. Ces deux actions mécaniques sont des sources de dissipation d'énergie atténuant le facteur de qualité du résonateur. Plus l'angle couvert par l'électrode sera important, plus la dissipation sera importante. Du fait de la saturation de la transduction, une électrode faisant 45°, soit 50% de l'angle accessible entre deux ancrages, et étant centrée sur le ventre de vibration présente une transduction de plus de 70% de la valeur maximale atteignable tout en limitant la surface en vis-à-vis dans l'entrefer. C'est cet angle d'électrode qui est finalement choisi pour les différentes familles de résonateurs en anneaux.

III.3. La détection capacitive

De même que pour l'excitation, la transduction permettant la lecture de l'amplitude de vibration du résonateur est capacitive. Une électrode, réplique de l'électrode d'excitation, est placée en face d'un ventre de vibration du mode de résonance et est séparée du résonateur par un entrefer. Par construction, les ports d'entrée et de sortie sont identiques et le coefficient η reflète également l'efficacité de transduction du port de sortie.

La variation de la capacité entre le résonateur et l'électrode de sortie génère un courant produit par le mouvement (dit « motionnel », de l'anglais « motion ») proportionnel à l'amplitude de vibration A du résonateur.

$$I_m = -V_{DC} \frac{\partial C}{\partial r} \frac{dA}{dt} \quad (\text{II.19})$$

A la résonance, l'amplitude de vibration est maximale et vaut :

$$|A|_{\omega_0} = \frac{F_e Q}{k} = \frac{\eta v_{in} Q}{k} \quad (\text{II.20})$$

Et l'amplitude du courant motionnel à la résonance résultant s'écrit :

$$|I_m| = \frac{2\pi f_0 Q \eta^2 v_{in}}{k} \quad (\text{II.21})$$

Ce courant est en phase avec la tension d'excitation v_i . A la résonance, le résonateur peut se résumer à un rapport entre la tension d'entrée et le courant de sortie, assimilable à une résistance. Cette résistance dite « motionnelle » permet de comparer les résonateurs mécaniques entre eux à l'image du facteur de mérite défini précédemment pour les sondes AFM. L'expression de la résistance motionnelle pour notre résonateur utilisant un actionnement et une détection capacitive est la suivante :

$$R_m = \frac{k}{f_0 Q} \cdot \frac{1}{2\pi \eta^2} \quad (\text{II.22})$$

Le facteur de mérite apparaît justement dans cette résistance motionnelle. Pour avoir le maximum de signal en sortie du résonateur, il faut minimiser la résistance motionnelle. Cela correspond d'une part à maximiser le facteur de mérite, ce que l'on s'efforce déjà de réaliser, et d'autre part à améliorer la transduction capacitive.

L'optimisation de la transduction revient à poser un défi technologique. La largeur de l'entrefer, à la puissance quatre dans l'expression de la résistance motionnelle, est prépondérante pour la qualité de la transduction. Il faut être capable de fabriquer l'entrefer le plus petit possible pour avoir le maximum de transduction tant à l'actionnement qu'à la détection. La Table II-3 donne la valeur de la résistance motionnelle pour les résonateurs de chaque famille pour un entrefer de 100nm de large.

Rayon externe R_E (μm)	Rayon interne R_I (μm)	Epaisseur t (μm)	Fréquence de résonance f_0 (MHz)	Résistance motionnelle R_m (Ω) ($Q=1000$, $V_{DC}=10\text{V}$, $d=100\text{nm}$)
30	25	5	6,4	$2,9 \cdot 10^5$

30	20	5	14,8	$1,2 \cdot 10^6$
30	15	5	24,6	$2,6 \cdot 10^6$
15	7,5	5	49,3	$5,5 \cdot 10^6$

Table II-3 Résistance motionnelle pour chaque famille de résonateurs.

La quantité de signal mesurable en sortie du résonateur, le courant motionnel, varie en fonction de nombreux paramètres. Cependant, une fois le matériau fixé, et pour une tension de polarisation et une tension d'actionnement données, seuls les paramètres géométriques de la structure restent à choisir au moment de la conception : le rayon externe de l'anneau, le rapport du rayon interne sur le rayon externe, l'épaisseur de l'anneau et la dimension de l'entrefer. De ces quatre facteurs dépend l'amplitude du courant de sortie. Sur la Figure II-10, le courant motionnel, normé par le courant généré par un anneau de référence, est calculé en fonction des paramètres géométriques. L'anneau de référence est dimensionné de telle sorte qu'il ne pose pas de problème technologique majeur lors de sa fabrication. Un facteur d'échelle est ensuite appliqué à chaque paramètre jusqu'à un résonateur « ultime ». La Table II-4 donne la plage de variation de chaque facteur, entre le composant de référence et le composant ultime.

Paramètres	Plages de variation
Rayon externe R_E	$50\mu\text{m} \rightarrow 5\mu\text{m}$
Rapport R_I/R_E	$0,5 \rightarrow 0,95$
Epaisseur t	$10\mu\text{m} \rightarrow 200\text{nm}$
Entrefer d	$200\text{nm} \rightarrow 20\text{nm}$

Table II-4 Plages de variation des paramètres géométriques utilisées sur la Figure II-10

La lecture de la figure principale se fait suivant deux axes au choix parmi les quatre branches partant du centre, matérialisant l'anneau de référence (courant motionnel normé = 1). Les paramètres géométriques sont ici associés deux par deux. Enfin le carré complémentaire donne la variation du courant motionnel avec la même échelle pour un couple de paramètres n'étant pas présent sur la figure principale.

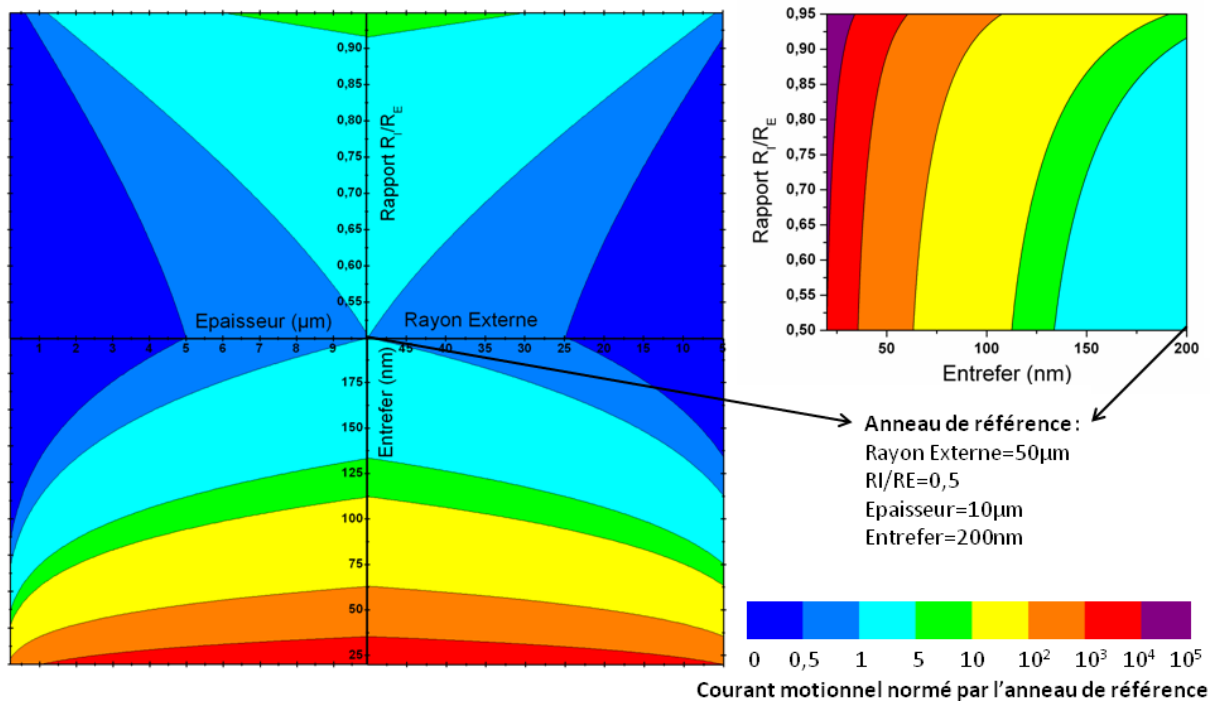


Figure II-10 Figure de mérite : courant motionnel normé par rapport au courant délivré par l'anneau de référence en fonction des paramètres géométriques.

La quantité de signal augmente drastiquement avec la diminution de la taille de l'entrefer : comme déjà précisé, ce dernier intervient à la puissance quatre dans l'expression du courant motionnel. On peut donc compenser une diminution du signal, due à une réduction d'échelle permettant de réaliser des composants fonctionnant à plus haute fréquence, par une faible réduction de la taille de l'entrefer.

La quantité de signal n'est cependant pas le seul paramètre à prendre en compte pour faire de l'AFM ; l'amplitude de vibration rentrant également en ligne de compte. Dans la figure précédente, l'excitation étant fixée, la réponse de l'anneau varie avec ses dimensions. L'utilisateur prendra soin de fixer l'amplitude de vibration en fonction des besoins de l'expérience (typiquement de 0,1nm à 10nm).

IV. Modélisation électromécanique

Pour simuler le comportement du microsystème, une stratégie consiste à utiliser un schéma électrique petit signal équivalent. Cet équivalent est construit à partir de l'analogie entre les descriptions mathématiques des phénomènes mécaniques et électriques [105]. Le résonateur est ainsi modélisé par un circuit RLC (devenant R uniquement à la résonance) et les transductions capacitives en entrée et en sortie sont représentées par des transformateurs. Ce modèle permet également de faire intervenir des éléments parasites comme des capacités de couplage direct entre le port d'excitation et de détection ou des capacités statiques au niveau de chacun des transducteurs.

L'intérêt est ici d'obtenir un équivalent électrique de tout le système, en intégrant à la fois la structure résonante et la transduction, afin de pouvoir simuler son comportement, notamment en fonction des éléments parasites ou encore d'observer l'influence d'un paramètre géométrique unique sur l'amplitude du signal de sortie. Avec l'aide du logiciel MAPLE, on calcule les grandeurs électriques équivalentes. Dans la même page de calcul, un code permet de générer un script décrivant le montage équivalent pour le logiciel de simulation APLAC et lance la simulation. Cette automatisation fournit une aide à la conception des futures sondes. Ce code MAPLE est décrit en annexe.

Le schéma électrique équivalent est présenté en Figure II-11. Les grandeurs électriques équivalentes sont calculées à l'aide des grandeurs effectives du modèle mécanique. Ainsi $R=C_e$, $L=m_e$ et $C=1/k_e$ tandis que les coefficients des transformateurs matérialisent l'efficacité de transduction définie par l'équation (II.16).

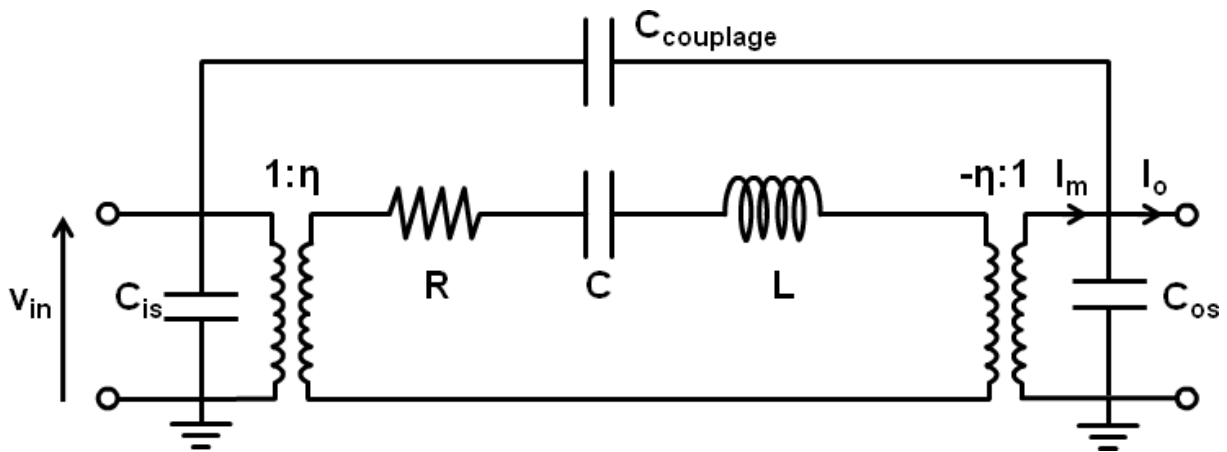


Figure II-11 Circuit électrique équivalent du résonateur. Un circuit RLC modélise la structure vibrante tandis que des transformateurs représentent les transductions au port d'entrée et de sortie. Ce type de modèle permet d'inclure les éléments parasites comme la capacité de couplage direct ou les capacités statiques des électrodes (d'après [108]).

La capacité de couplage direct est présente entre le port d'entrée et de sortie tandis que les capacités statiques se trouvent au niveau des deux ports (C_{is} et C_{os}). Le courant de sortie total I_o est composé du courant motionnel et du courant dû au couplage direct.

A l'aide de ce modèle, l'influence de l'entrefer sur l'amplitude du signal est observable en traçant le paramètre S_{21} (correspondant au coefficient de transmission mesuré sur un port de sortie 50Ω) sur la Figure II-12. Comme expliqué précédemment, la dimension de l'entrefer intervient à la puissance quatre dans l'expression de la résistance motionnelle. Son effet est prépondérant sur les autres paramètres géométriques et son approche sur le plan technologique sera traitée dans la partie suivante. D'après la simulation, un entrefer de moins de 100nm permet d'obtenir un signal de sortie de plusieurs dB, au-delà, on perd rapidement

du signal avec un pic de 3dB d'amplitude pour un entrefer de 125nm et moins d'un dB pour 150nm. L'espace maximal d'entrefer est fixé à 100nm pour ce procédé technologique.

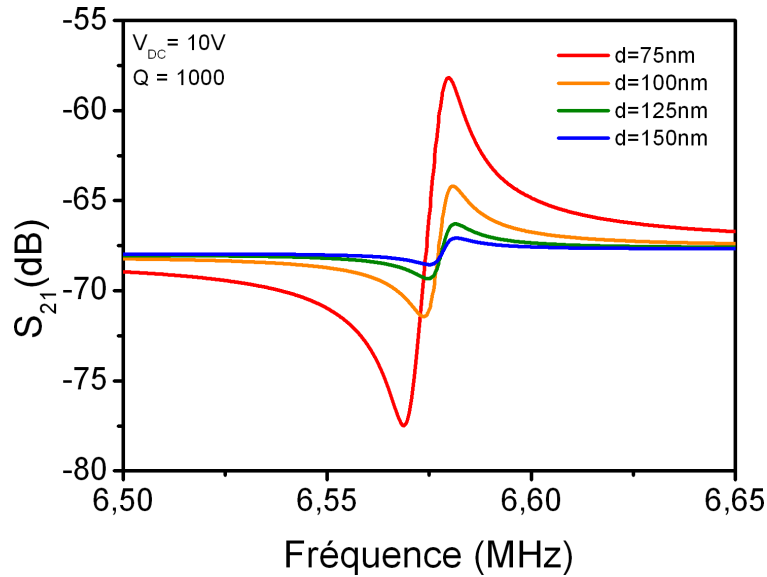


Figure II-12 Simulation APLAC basée sur le schéma électrique équivalent. Le paramètre S_{21} est simulé en fonction de la fréquence pour différentes tailles d'entrefer. Le plus petit entrefer simulé (75nm) donne le plus de signal à la résonance. Dimensions de l'anneau simulé : $R_E=30\mu m$, $R_I=25\mu m$, $t=5\mu m$. Une capacité de couplage direct de 0,1pF est ajoutée.

L'influence de la capacité de couplage est également à prendre en compte. Même avec un entrefer de faible dimension, un couplage trop important entre le port d'entrée et le port de sortie dégraderait la quantité de signal « utile », la transmission de la puissance se réalisant principalement par la capacité de couplage. En reprenant les paramètres de la simulation précédente et en fixant l'entrefer à 100nm, l'influence de la variation de la capacité de couplage direct peut être observée sur la Figure II-13. La capacité de couplage direct varie ici de 0,1pF à 1pF. On observe au fur et à mesure que la capacité augmente, une augmentation de la transmission hors résonance. La transmission de la puissance est facilitée, mais la quantité de signal utile diminue, la contribution au courant de sortie du courant motionnel diminuant devant celle du courant parasite. La conception des lignes de transmission reliant les électrodes capacitatives doit se faire de façon à diminuer la capacité de couplage direct.

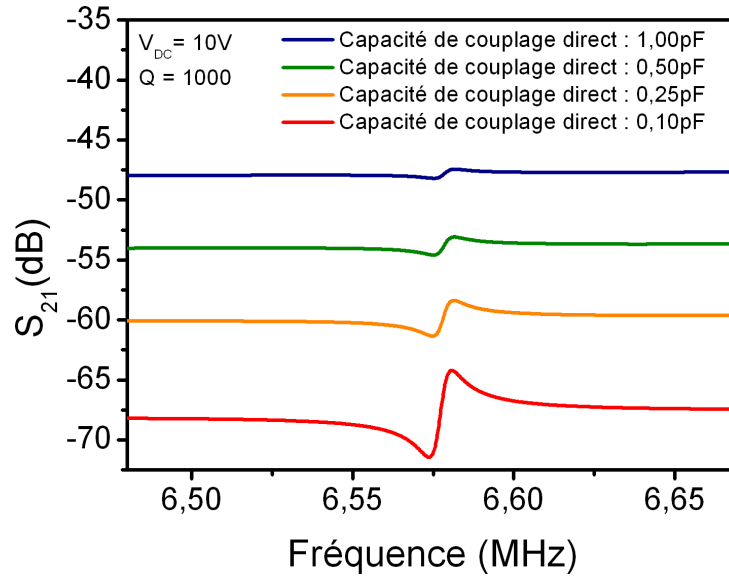


Figure II-13 Simulation APLAC basée sur le schéma électrique équivalent. Le paramètre S_{21} est simulé en fonction de la fréquence pour différentes valeurs de capacité de couplage directe entre 0,1pF et 1pF. Dimensions de l'anneau simulé : $R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=25\mu\text{m}$, $t=5\mu\text{m}$, $d=100\text{nm}$.

Pour estimer cette capacité de couplage au niveau des lignes de transmission des électrodes, on calcule la capacité coplanaire entre la ligne du signal d'excitation et celle du signal de détection. Cette capacité coplanaire est due aux lignes de champs passant, d'une part, dans l'air au-dessus du substrat et d'autre part, à celles passant par le substrat. La méthode de superposition des capacités partielles [109] donne un calcul analytique de cette capacité. La capacité coplanaire totale vaut la somme de la capacité coplanaire C_0 des lignes sans substrat avec une capacité C_ϵ^* dont les lignes de champs passent uniquement dans un substrat de permittivité $\epsilon_r^* = \epsilon_r - 1$. Le schéma de la Figure II-14(a) résume cette méthode. Le calcul de C_0 et de C_ϵ^* est donné par :

$$C_0 = \epsilon_0 L \frac{K(k')}{K(k)} \quad (\text{II. 23})$$

$$C_\epsilon^* = \frac{\epsilon_0(\epsilon_r - 1)}{2} L \frac{K(k_1')}{K(k_1)} \quad (\text{II. 24})$$

Avec $K(x)$ l'intégrale elliptique complète de première espèce et k, k_1 et k', k_1' respectivement les modules et modules complémentaires valant :

$$k = \frac{s}{d} \quad (\text{II.25})$$

$$k' = \sqrt{1 - k^2} \quad (\text{II.26})$$

$$k_1 = \frac{\tanh\left(\frac{\pi s}{4h}\right)}{\tanh\left(\frac{\pi d}{4h}\right)} \quad (\text{II.27})$$

$$k_1' = \sqrt{1 - k_1^2} \quad (\text{II.28})$$

Et avec s la distance entre les pistes, d la distance égale à s plus la largeur des pistes, L la longueur de la ligne et enfin h l'épaisseur du substrat portant les pistes. Ces paramètres géométriques sont illustrés sur le schéma de la Figure II-14(b).

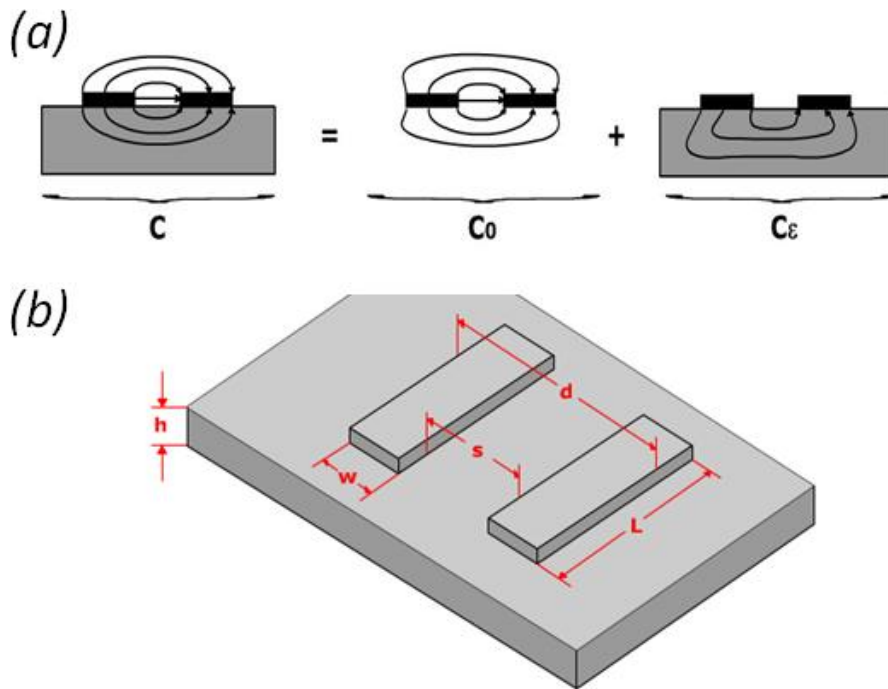


Figure II-14 (a) Principe du calcul de capacité coplanaire par la méthode de superposition des capacités partielles. (b) Paramètres géométriques des lignes pour le calcul de la capacité coplanaire.

Une application numérique mettant en jeu deux lignes parallèles espacées de $60\mu\text{m}$ (la taille du résonateur) et d'une largeur de $20\mu\text{m}$ donne une capacité coplanaire de $0,1\text{pF}$ pour une longueur de ligne de $1,6\text{mm}$. Sachant que cette capacité va diminuer avec l'augmentation de l'espace entre les lignes (s), lors du dessin des lignes à la conception du masque, un gain significatif peut encore être obtenu en séparant les lignes au fur et à mesure que l'on s'éloigne du résonateur. La contribution de la capacité coplanaire au couplage direct est établie mais il faudra peut-être prendre en compte d'autres contributions difficilement quantifiables à ce niveau. C'est pourquoi il est prévu sur le masque final des motifs de test permettant la mesure des capacités des lignes permettant d'affiner le modèle et d'améliorer la conception de la génération suivante de sondes.

Avant d'entamer la modélisation des sondes complètes intégrant la pointe et les ancrages du résonateur, nous allons fixer le choix des substrats qui seront utilisés lors de la fabrication. Ce choix conditionne la réalisation de pointe dans le plan, puisque la pointe est réalisée dans l'épaisseur du matériau.

V. Caractéristiques des technologies de micro-fabrication utilisées

V.1. Choix des substrats

Le procédé technologique est réalisé sur des substrats de type SOI (Silicon On Insulator) commerciaux dont les caractéristiques sont présentées en annexe. Ces substrats sont composés d'une couche de silicium monocristallin de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur sur une couche d'oxyde de silicium, dite couche d'oxyde enterré, de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur ; le tout reposant sur un substrat de silicium monocristallin de $300\mu\text{m}$ faisant office de support. L'orientation cristalline de la couche « composant », imposée par la technologie de fabrication de pointe décrite ci-après, est $\langle 100 \rangle$. Le dopage initial est de type P, au Bore.

L'épaisseur de la couche « composant » de $5\mu\text{m}$ a été choisie afin d'avoir un compromis entre les points suivants :

- un rapport d'aspect satisfaisant entre le rayon des anneaux choisis pour être fabriqués et leur épaisseur. Une épaisseur trop faible limiterait l'apparition de modes de résonance en volume au profit de modes de « plaques », hors-plan, tandis qu'une épaisseur trop grande ne permettrait pas de considérer le rayon de l'anneau comme la dimension caractéristique.
- L'efficacité de la transduction capacitive est liée à la surface des électrodes et varie donc linéairement avec l'épaisseur de la couche de silicium. Une couche trop fine pénaliserait la transduction.
- Les contraintes technologiques de fabrication augmentent avec la profondeur de silicium à graver. La résolution diminue avec une couche plus épaisse. Il faut donc fixer l'épaisseur à une valeur donnée permettant de conserver la résolution désirée sur les motifs à graver.

La couche d'oxyde enterrée a pour vocation d'être sacrifiée en fin de procédé afin de libérer la structure résonante fabriquée dans la première couche de silicium monocristallin. Elle sert également de couche d'arrêt pour la gravure en face arrière qui permet de détacher les sondes du substrat.

V.2. Fabrication de pointes dans le plan du substrat

Afin de réaliser une sonde AFM complète, il faut associer une pointe de rayon de courbure le plus faible possible (typiquement 10nm) avec un résonateur. Le positionnement est réalisé afin d'obtenir le maximum d'amplitude de vibration au bout de la pointe. Aussi, comme

présenté sur la Figure II-1, la pointe doit être dans l'axe de déplacement du ventre de vibration de l'anneau résonant suivant le mode elliptique. Soit à 45° par rapport à un nœud de vibration où se trouve un des ancrages du résonateur. La pointe doit être réalisée dans le plan du substrat. Puisque le mode elliptique est lui-même dans le plan du substrat, il n'y a, en théorie, aucune vibration hors-plan.

Le démonstrateur réalisé précédemment au sein de l'équipe [98; 110] fonctionnait à 1MHz. Une pointe était réalisée ponctuellement sur les meilleurs résonateurs à l'aide d'un FIB (Focused Ion Beam) (Figure II-15). Cette technique permet d'obtenir un faible rayon de courbure, mais demande de reproduire le travail pour chaque résonateur. Dans le cas d'une fabrication collective, les pointes de tous les résonateurs sont usinées simultanément lors du procédé technologique.

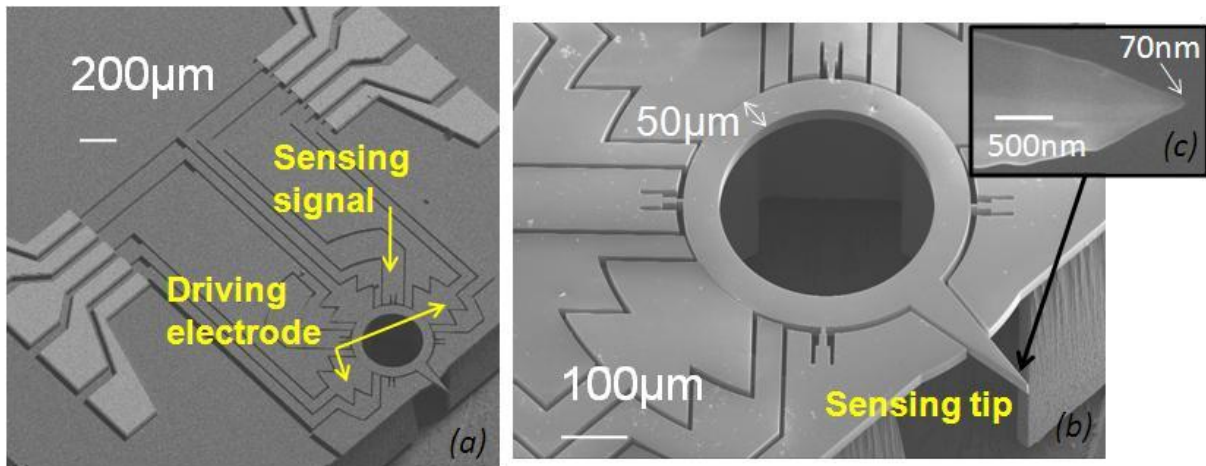


Figure II-15 Image MEB du résonateur fonctionnant à 1MHz réalisé auparavant dans l'équipe [98; 110]. (a) Vue globale du résonateur et de ses électrodes reliées aux plots de contact. (b) Zoom sur l'anneau de $250\mu\text{m}$ de rayon externe pour un rayon interne de $200\mu\text{m}$. (c) Zoom sur la pointe taillée au FIB individuellement.

Afin de valider la conception de ces pointes, nous avons choisi de faire une étude préliminaire allant jusqu'à la réalisation de pointes dans le plan avant d'intégrer le procédé au sein de la réalisation technologique globale.

Pour obtenir une pointe dans le plan du substrat, nous utilisons la technologie mise en œuvre par Robert P. Ried *et al.* [111] consistant à intersecter trois plans selon le schéma de la Figure II-16.

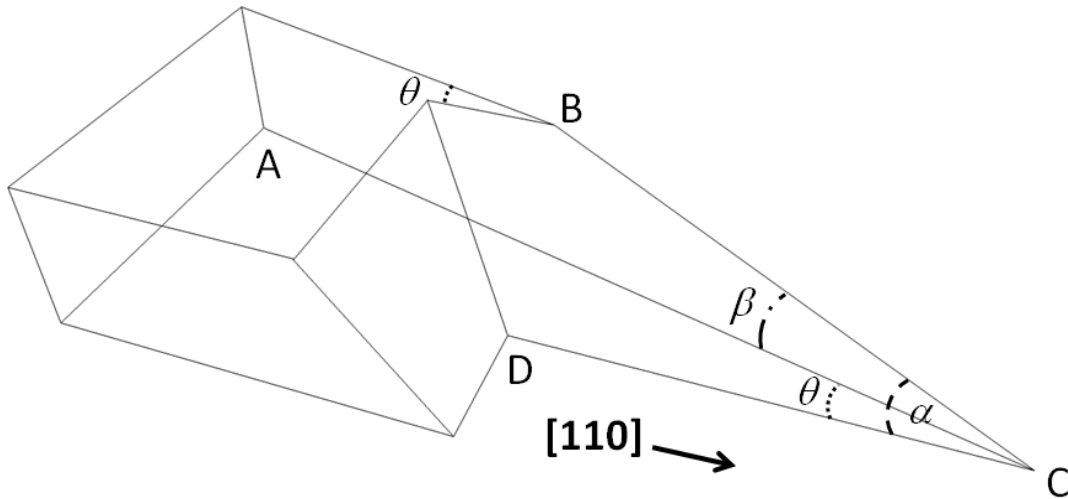


Figure II-16 Représentation schématique des plans permettant la réalisation d'une pointe dans le plan.

Les plans (DCA), (BCD) et (ACB) s'intersectent au point C et sont respectivement formés par la surface inférieure de la couche de silicium du SOI, soit le plan cristallin (001), par le plan cristallin (111) mis à jour à l'aide d'une gravure chimique et par un plan vertical défini grâce à une gravure sèche. La pointe ainsi formée au point C est dans le plan du substrat. La droite (DC) suit la direction cristalline [110] tandis qu'un angle θ est imposé entre (DC) et (AC). Cet angle est défini lors de la conception tandis que les valeurs de α (\widehat{BCD}) et β (\widehat{BCA}) dépendent uniquement de θ et des plans cristallins du silicium et sont donnés par :

$$\alpha = \tan^{-1}(\sqrt{3} \tan \theta) \quad (\text{II.29})$$

$$\beta = \tan^{-1}(\sqrt{2} \sin \theta) \quad (\text{II.30})$$

L'angle entre le plan (111) et le plan (001) valant quant à lui : $54,7^\circ$ ($\tan^{-1}(\sqrt{2})$).

La longueur de la pointe, c'est-à-dire la distance DC, dépend quant à elle uniquement de l'angle θ et de l'épaisseur de la couche de silicium t :

$$DC = \frac{t}{\sqrt{2} \tan \theta} \quad (\text{II.31})$$

Le choix du substrat SOI à utiliser dans la fabrication est donc critique pour la suite des opérations. L'épaisseur de silicium cristallin du SOI étant choisie en fonction des autres paramètres du résonateur, il nous reste un seul degré de liberté pour définir la géométrie de la pointe : l'angle θ .

Pour réaliser cette pointe, on emploie des techniques de micro-usinage de surfaces bien connues dont on va donner ici une description sommaire. Le procédé étant ensuite intégré à la

fabrication des sondes AFM dont le procédé technologique complet fait l'objet du chapitre 3 et de l'annexe 1, il ne sera pas détaillé ici, mais on en présente cependant les grandes lignes ci-dessous.

Deux étapes de photolithographie et deux gravures du silicium sont nécessaires. Une première étape permet de définir une poutre orientée suivant l'angle θ que l'on souhaite dans une couche de résine déposée sur le substrat. Par gravure RIE anisotrope, la poutre est usinée dans le silicium sur $5\ \mu\text{m}$. La gravure s'arrête sur l'oxyde de silicium enterré (Figure II-17(a)). Après le nettoyage de la résine, on dépose un oxyde de silicium basse température (LTO : Low Temperature Oxide) d'une épaisseur de $1\ \mu\text{m}$ recouvrant de manière conforme les poutres gravées dans le silicium (Figure II-17(b)). On effectue une enduction de résine positive. Par lithographie optique, on définit une fenêtre rectangulaire au-dessus de la poutre alignée suivant la direction cristalline [110] (Figure II-17(c)). En gravant l'oxyde LTO par gravure sèche dans un bâti de gravure plasma, on transfère le masque de la résine dans l'oxyde, et après nettoyage de la résine on obtient une poutre en silicium encapsulée dans une gaine d'oxyde dont seule la face supérieure est exposée (Figure II-17(d)). Cet oxyde va servir de masque à une gravure chimique : le substrat est immergé dans une solution de TMAH (TetraMethylAmmonium Hydroxide) [112; 113]. Cette attaque a la particularité de graver le silicium de manière anisotrope suivant les plans cristallins. La vitesse d'attaque du plan (111) étant plus faible ($0.035\ \mu\text{m}/\text{min}$) que celle des autres plans ($0.35\ \mu\text{m}/\text{min}$), il en résulte qu'une fois le plan (111) mis à jour, la gravure ralentit notablement (Figure II-17(e)). En gravant l'oxyde de silicium dans de l'acide fluorhydrique, on libère la pointe (Figure II-17(f)).

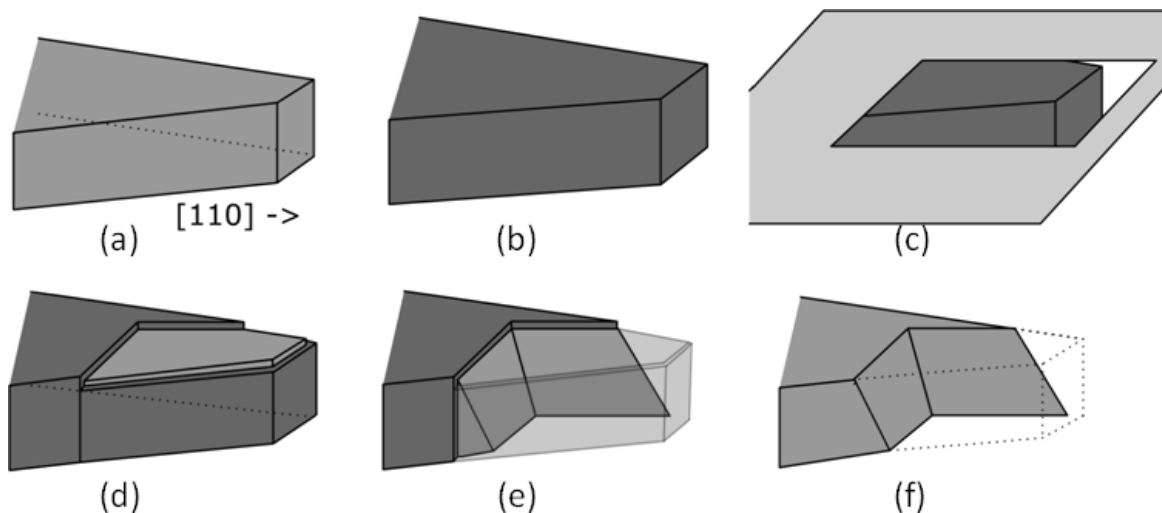


Figure II-17 Procédé technologique permettant la réalisation de pointes dans la plan du substrat. (a) Une poutre en silicium est gravée dans un substrat SOI. Cette poutre est désalignée d'un angle θ avec la direction cristalline [110]. (b) Dépôt de $1\ \mu\text{m}$ d'oxyde basse température (LTO). (c) Masque permettant l'ouverture d'une fenêtre dans l'oxyde. (d) Mise à jour du silicium par gravure plasma de l'oxyde. (e) Gravure chimique du silicium (TMAH) et formation de la pointe. (f) Gravure chimique de l'oxyde ayant servi de masque.

D'après les équations (II.29) et (II.30), les angles α et β sont d'autant plus faibles que θ est petit. Le rayon de courbure de la pointe sera donc minimum pour θ tendant vers 0. La longueur de la pointe variant inversement avec θ , un compromis est nécessaire. Pour explorer les possibilités données par le degré de liberté sur θ , le masque utilisé lors de la gravure sèche présente une variation de cet angle de $11,3^\circ$ à 45° comme indiqué sur la Figure II-18.

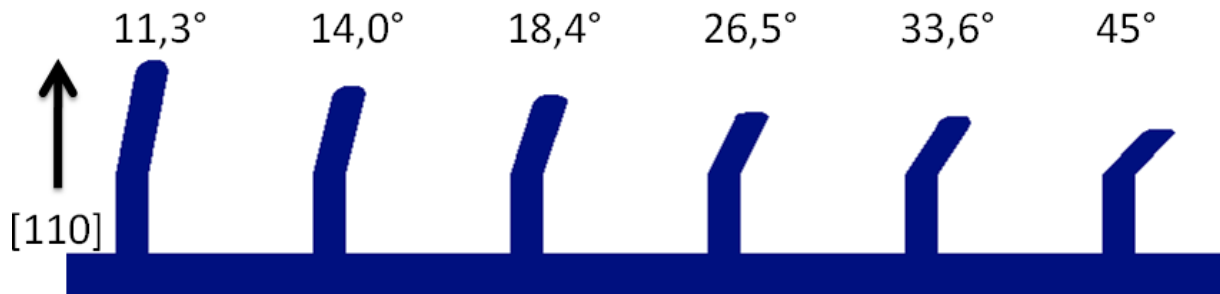


Figure II-18 Extrait du masque test servant à caractériser la fabrication de pointes dans le plan du substrat. La direction cristalline [110] est indiquée par la flèche tandis que l'angle entre la poutre et cette direction est indiquée pour chaque poutre.

Sur la Figure II-19, on peut voir un exemple de réalisation. On constate que le rayon de courbure le plus faible est obtenu pour la pointe la plus longue présentant l'angle θ le plus faible.

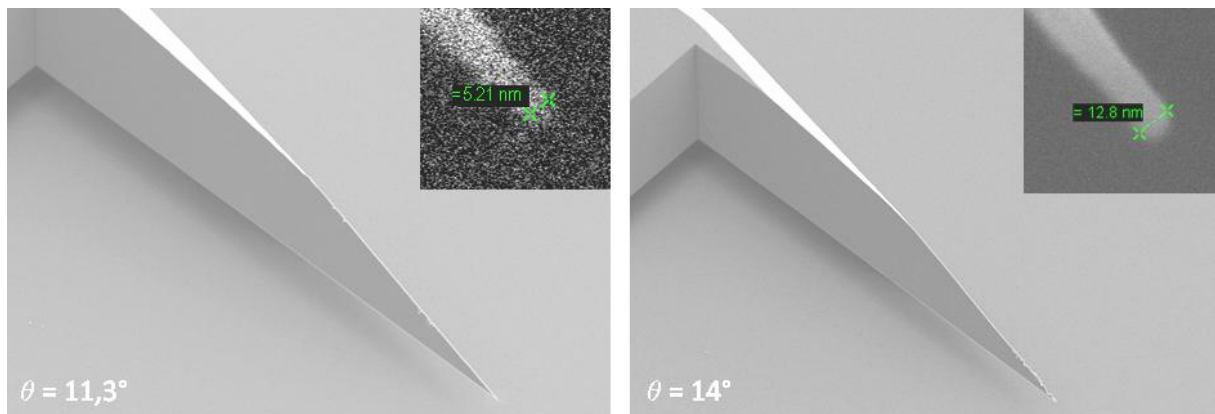


Figure II-19 Image MEB de réalisation de pointe sur un substrat SOI de $5\mu\text{m}$. L'angle entre la poutre servant à fabriquer la pointe et la direction cristalline [110] est indiqué. En insert dans les deux cas, le zoom sur l'apex de la pointe.

Dans le cas de l'angle θ le plus faible testé, on obtient un rayon de courbure de quelques nanomètres proche de celui des pointes AFM commerciales ; à savoir un rayon de courbure d'environ 10 nm. La longueur de la pointe nécessaire à l'obtention d'un tel rayon de courbure pour un SOI présentant une couche de silicium cristallin de $5\mu\text{m}$ est de $17\mu\text{m}$.

L'intégration de ce procédé de fabrication à celui des sondes demande une adaptation. Au cours des essais préliminaires, il est apparu par exemple qu'un dépôt d'oxyde LTO de $1\mu\text{m}$ n'était pas suffisant pour protéger le silicium polycristallin des électrodes. De plus, on ne peut

libérer les pointes avant la toute fin du procédé au risque de les endommager au cours des étapes technologiques restantes comme on repousse la fabrication des pointes en dernière étape puisqu'il faut un substrat sans métal avant le dépôt d'oxyde LTO. La solution adaptée retenue fait partie intégrante du procédé final et est présentée dans le chapitre 3 de ce manuscrit.

VI. Spécifications de la sonde AFM

VI.1. Simulation par éléments finis

Le calcul de la fréquence de résonance des anneaux suivant le mode elliptique à l'aide de la formule (II.1) est une bonne approximation, cependant en vue de déterminer avec précision l'influence des ancrages ou celle de la présence d'une pointe sur le ventre du mode de vibration, nous avons réalisé un ensemble de simulations par éléments finis à l'aide du logiciel ANSYSTM. Les scripts utilisés sont présentés en annexe (Annexe III). Ces simulations ont été conduites en plusieurs temps : tout d'abord afin de valider la formule de calcul de la fréquence de résonance, des anneaux libres ont été simulés. Puis, afin d'observer l'influence de la présence d'ancrages sur les nœuds de vibration du mode elliptique, un ensemble de géométrie est simulé. Enfin, pour améliorer la précision de la prédiction de la fréquence de résonance des structures conçues pour l'AFM, des anneaux ancrés possédant une ou deux pointes sur un ventre de vibration ont également été simulés. Suite à la fabrication des résonateurs et à leur caractérisation, d'autres simulations par éléments finis ont été réalisées avec pour objectif la confirmation des modes mesurés.

VI.1.1 Simulation par éléments finis d'un anneau libre

On simule à l'aide d'ANSYSTM un anneau libre en silicium. On fixe l'épaisseur à 5 μ m tandis que l'on fait varier le rapport rayon interne sur rayon externe pour trois valeurs de rayon externe : 100 μ m, 50 μ m et 10 μ m. On place sur la Figure II-20 à l'aide de symboles les résultats des simulations par éléments finis tandis que l'on trace la courbe obtenue par la formule (II.1). En insert sur la figure (b) on peut voir le déplacement total obtenu. En rouge on observe les ventres de vibration du mode elliptique tandis qu'en bleu on peut voir les nœuds du mode. On constate le bon accord entre les valeurs obtenues par simulation et celles obtenues par calcul analytique puisque l'écart maximal constaté est de 2,7%.

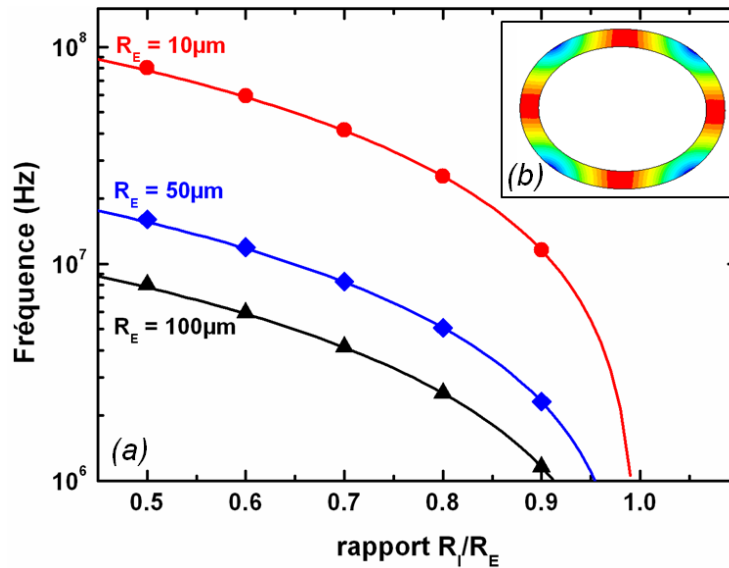


Figure II-20 a) Fréquences de résonance d'un anneau libre calculées avec l'équation (II.1) (courbes) et obtenues par simulation par éléments finis (symboles) en fonction du rapport entre rayon interne et rayon externe pour un rayon externe de $10\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$, $100\mu\text{m}$. b) Résultat de l'analyse modale d'un anneau pour le mode elliptique. En rouge les ventres de vibration, en bleu les nœuds du mode.

Cette étape permet la validation du modèle analytique proposé comme approximation de la fréquence de résonance d'un anneau libre. Cependant, comme énoncé ci-dessus, il faut prendre en compte la présence d'ancrages lors de la recherche de la fréquence de résonance.

VI.1.2 Simulation par éléments finis d'un anneau ancré.

Un ensemble de simulations sur différentes géométries d'anneaux sont exécutées. On fixe le rayon externe à $30\mu\text{m}$ et on simule pour trois valeurs de rayon interne – $15\mu\text{m}$, $20\mu\text{m}$ et $25\mu\text{m}$ – un anneau avec des ancres de longueur l et de largeur w reliés à une masse fixe comme indiqué sur la Figure II-21.

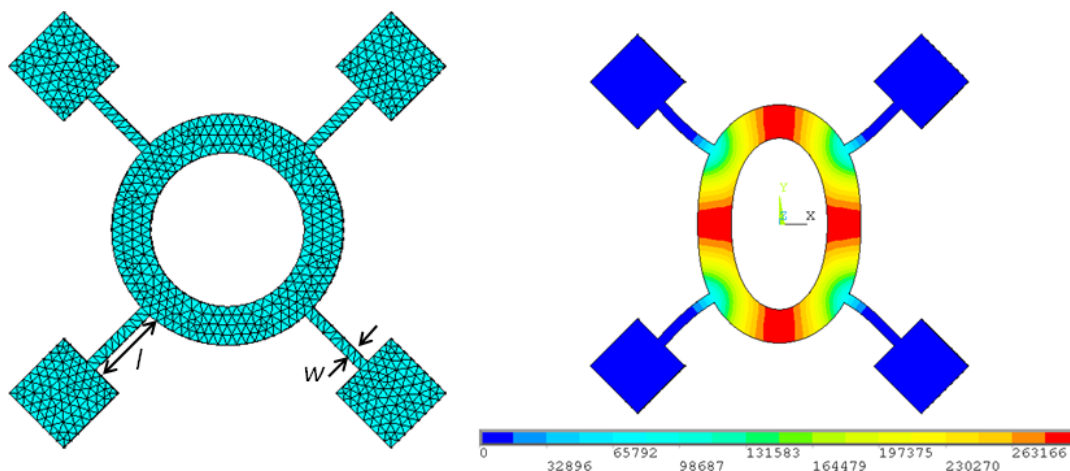


Figure II-21 A gauche, structure simulée par éléments finis : un anneau ancré à l'aide de poutres encastées sur une masse fixe. L'étape de maillage a été réalisée. A droite, résultat de l'analyse modale pour le mode elliptique : en rouge les ventres de vibration, en bleu les masses fixes reliant l'anneau au niveau des nœuds du mode.

On trace sur la Figure II-22 la variation relative de la fréquence de résonance par rapport à la fréquence d'un anneau libre de mêmes dimensions en fonction de la longueur de l'ancrage l pour différentes valeurs de largeur d'ancrage w pour les trois géométries choisies.

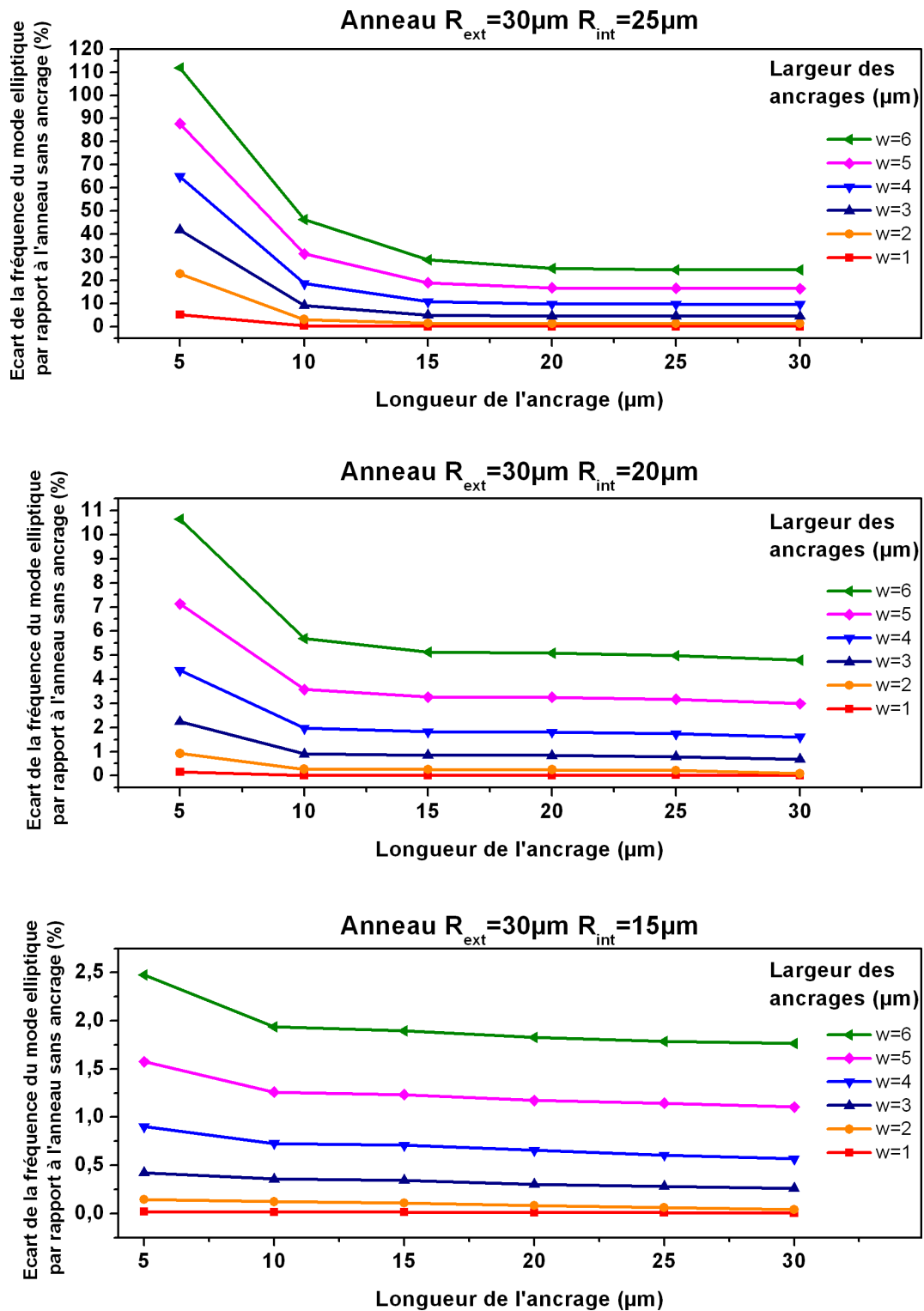


Figure II-22 Ecart en pourcentage entre la fréquence de résonance d'un anneau libre et d'un anneau ancré pour différentes largeurs d'ancrage (1, 2, 3, 4, 5 et 6 μm) en fonction

de la longueur de l'ancrage. L'étude est réalisée sur trois géométries d'anneau : un rayon externe de 30 μ m et un rayon interne de 25, 20 et 15 μ m

On peut constater que pour un résonateur assez rigide, typiquement présentant un rapport de rayon interne sur rayon externe de 1/2, l'influence de la géométrie de l'ancrage sur la fréquence de résonance est négligeable, avec dans le pire des cas un décalage de 2,5% par rapport à la fréquence de l'anneau libre de mêmes dimensions. En revanche pour des structures résonantes plus fines, donc moins rigides, et résonant à plus basse fréquence, l'influence des ancrages se fait sentir de quelques pourcents à plusieurs dizaines de pourcents.

Dans tous les cas, la tendance de l'influence de l'ancrage sur la fréquence de résonance est la suivante : plus l'ancrage est fin (w faible) et long (l grand), moins l'ancrage a d'impact sur la fréquence de résonance. On peut assimiler un ancrage long et fin à un ancrage ponctuel idéal ne rajoutant pas de raideur au résonateur. Au final, le choix des dimensions des ancrages dans le cas de nos structures en anneaux doit être un compromis entre un ancrage trop souple, fragile, risquant de présenter des modes de résonances parasites et un ancrage trop rigide, verrouillant le résonateur.

VI.1.3 Simulation par éléments finis de la sonde AFM complète

La sonde AFM n'est pas seulement constituée d'un résonateur, elle doit également posséder une pointe micro-fabriquée attachée à un ventre de vibration de la structure afin d'être entraînée avec le maximum d'amplitude et de vibrer orthogonalement à la surface de l'échantillon. Elle doit répondre à plusieurs impératifs de conception. Comme précisé dans la partie V.2, la longueur de la pointe dépend de l'épaisseur du résonateur et de l'angle entre la direction cristalline [110] et la poutre servant à la fabriquer. A cette longueur, il faut ajouter celle du bras qui porte la pointe qu'il faut dimensionner en fonction des tolérances d'alignement des masques optiques, cependant cette dimension est libre d'être augmentée au besoin. La structure résonante étant ancrée aux quatre nœuds du mode elliptique, la pointe doit en effet être assez grande pour dépasser du support portant le résonateur et pour être utilisable comme sonde locale sans qu'une autre partie du composant entre en contact avec l'échantillon. La Figure II-23 schématise le résonateur et son support à proximité d'un échantillon. La longueur de la pointe (L_{pointe}) cumulée avec la longueur du bras liant la pointe au résonateur (L_{bras}) doit permettre que seule la pointe soit la partie de la sonde la plus proche de l'échantillon à imager. Il faut prévoir une marge sur la longueur totale $L_{pointe} + L_{bras}$ en cas de mauvais alignement vertical. Cette situation est présentée sur la partie droite de la Figure II-23, en cas de désalignement d'un angle ψ , la pointe est toujours proéminente.

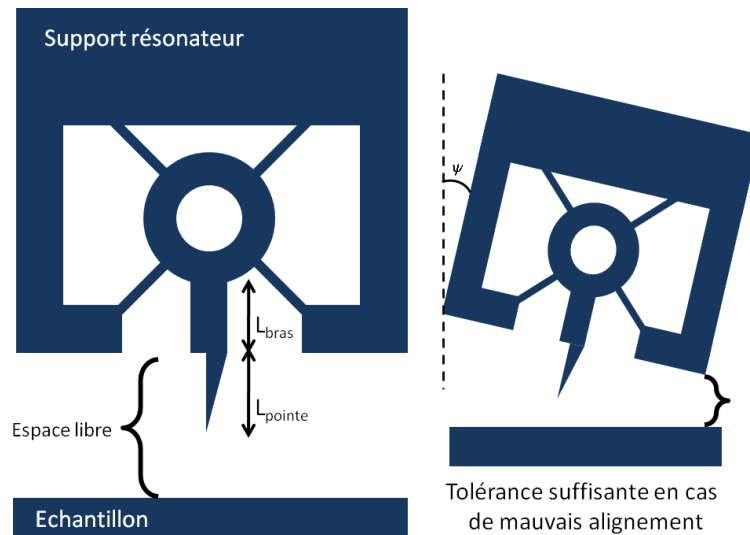


Figure II-23 A gauche, schéma de l’anneau ancré sur son support approchant à la normale de l’échantillon. La pointe (de longueur L_{pointe}) est portée par un bras (de longueur L_{bras}) la reliant à l’anneau. La longueur cumulée $L_{pointe} + L_{bras}$ permet une tolérance suffisante en cas de mauvais alignement (à droite). La pointe est toujours la partie la plus proéminente de la sonde.

A ce stade de la conception, deux types de sondes ont été imaginés à partir des travaux précédemment réalisés au sein du groupe : une sonde « symétrique » et une sonde « asymétrique ». Derrière ces appellations on retrouve d’une part une sonde possédant une pointe de part et d’autre de l’anneau, équilibrant ainsi au maximum le mode de résonance elliptique (Figure II-24a) et d’autre part une sonde possédant une seule pointe attachée à un ventre de vibration du mode. Cette dernière configuration permet d’exploiter jusqu’à trois électrodes situées en face de trois ventres de vibrations (Figure II-24b).

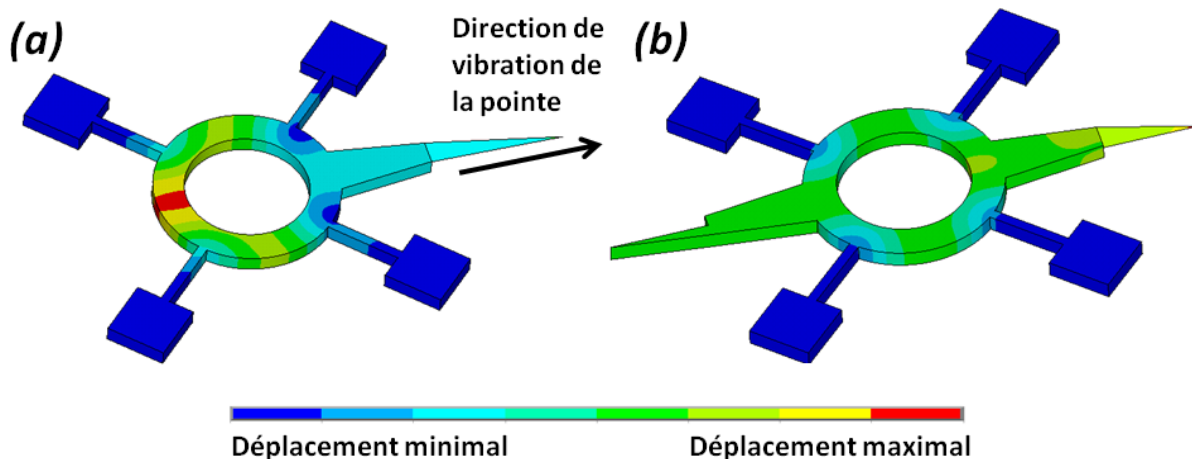


Figure II-24 Simulation par éléments finis des deux configurations de sonde. (a) Sonde asymétrique : une seule pointe est présente sur un ventre de vibration laissant trois ventres de vibration pour la transduction capacitive. (b) Sonde symétrique une pointe est placée de part et d’autre du résonateur. Seule la pointe de droite est nanométrique. La pointe de gauche sert de « contrepoids » et équilibre le mode de résonance. Il reste alors deux ventres de vibration disponibles à la transduction.

Cependant l'ajout d'une ou deux pointes modifie non seulement la fréquence de résonance mais également la position exacte des nœuds du mode de vibration. L'étude qui suit a été réalisée *a posteriori*, les composants réalisés et caractérisés pour ces travaux ont leurs ancrages placés sur le nœud du mode « idéal », à 45° par rapport à la pointe. Afin de rechercher la position des nœuds, les structures symétrique et asymétrique sont simulées sans ancrages. Une recherche du minimum de déplacement donne la position des nœuds réels du mode et on peut alors calculer l'angle optimisé pour le placement des ancrages (Figure II-25a). La Table II-5 résume les fréquences de résonance et les angles optimisés trouvés pour les structures. Afin de confirmer le positionnement optimisé des ancrages, on réalise une simulation harmonique de la structure ancrée à 45° et de la structure ancrée de façon optimisée. Les conditions de simulations sont les mêmes et les résultats sont reportés sur la Figure II-25b. On constate un gain significatif d'amplitude de vibration allant de 5% à 49% selon les géométries étudiées.

Géométrie de l'anneau (R_E-R_I) (μm)	30-25	30-20	30-15
Fréquence de résonance avec ancrage à 45° (MHz)	5,79	14,96	24,43
Angle optimal (côté pointe) (°)	39,9	42,2	41,9
Angle optimal (côté opposé) (°)	50,3	49,7	49,7
Fréquence de résonance avec ancrages aux angles optimaux (MHz)	6,42	14,40	24,29
Gain en amplitude de vibration (simulation harmonique) avec les ancrages optimaux	+37%	+49%	+5%

Table II-5 Optimisation de la place des ancrages pour les sondes asymétriques.

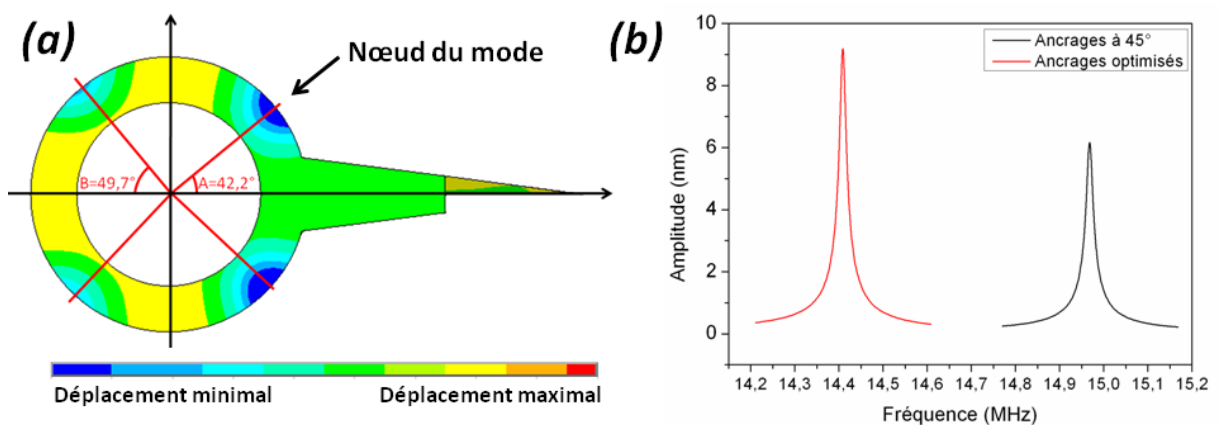


Figure II-25 Optimisation du placement des ancrages aux nœuds de vibration à l'aide de la simulation par éléments finis : exemple de la sonde asymétrique ($R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=20\mu\text{m}$). (a) Résultat de l'analyse modale : les minimums de vibration du mode elliptique sont repérés et les angles optimisés permettant le placement des ancrages sont calculés. (b) Résultat de l'analyse harmonique : pour la sonde asymétrique ancrée suivant un angle de 45° (noir) et suivant les angles optimisés (rouge)

La version « symétrique » de la sonde présente également un décalage des nœuds de vibration dû à l'asymétrie entre les deux ventres de vibration équipés de pointes et les deux ventres laissés libres. L'effet reste cependant bien plus faible que pour la sonde « asymétrique ». La même étude est menée pour cette sonde symétrique et le décalage des nœuds est simulé mais le gain obtenu sur l'amplitude de vibration est négligeable.

La prise en compte de ces résultats permettra lors de la réalisation du prochain jeu de masques, de diminuer les pertes aux ancrages et d'augmenter l'amplitude de vibration. Ce type d'étude sera particulièrement important pour la conception des sondes de générations supérieures, plus petites et résonant à plus haute fréquence. Le travail sur les ancrages est déjà au cœur des travaux sur les résonateurs en mode de volume [106]. L'utilisation d'ancrage de longueur égale au quart de la longueur d'onde permet par exemple de s'affranchir de la dissipation par les ancrages. Dans notre cas, l'asymétrie du mode à cause de la pointe devra être également considérée.

VI.2. Caractéristiques des sondes à fabriquer

Suite à cette étude préliminaire, la conception des masques servant à la réalisation des structures peut être abordée. Les contraintes géométriques sur les sondes sont connues et permettent de définir toutes les dimensions des résonateurs avec leurs ancrages et les pointes attenantes.

Fréquence de résonance (MHz)	6,4	14,8	24,6	49,3
Rayon externe (μm)	30	30	30	15
Rayon interne (μm)	25	20	15	7,5
Epaisseur (μm)	5	5	5	5
Longueur d'ancrage (μm)	25,7	25,7	25,7	25,7
Largeur d'ancrage (μm)	4,2	4,2	4,2	4,2
Longueur de pointe (μm)	37	37	37	37
Angle θ avec la direction $\langle 111 \rangle$ ($^\circ$)	4,7	4,7	4,7	4,7
Entrefer (nm)	100	100	100	100
Angle θ_e couvert par l'électrode ($^\circ$)	45	45	45	45
Raideur effective ($\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$)	$1,5 \cdot 10^4$	$1,2 \cdot 10^5$	$4,3 \cdot 10^5$	$6,1 \cdot 10^5$
Résistance motionnelle ($Q=1000$, $V_{\text{DC}}=10\text{V}$) (Ω)	$2,9 \cdot 10^5$	$1,2 \cdot 10^6$	$2,6 \cdot 10^6$	$5,5 \cdot 10^6$

Table II-6 Résumé des dimensions et des paramètres pour la conception des résonateurs.

VI.3. Spécifications des structures additionnelles

VI.3.1 Variation de structure résonante

Avec les anneaux résonants suivant le mode elliptique, le facteur de mérite attendu est bien placé par rapport à l'état de l'art des sondes AFM commerciales à base de levier. Cependant, il serait intéressant d'avoir la possibilité durant le même procédé de fabrication, d'avoir accès à d'autres types de résonateurs souvent présents dans la littérature afin de vérifier leurs avantages et inconvénients en tant que sonde AFM. Ces structures d'intérêt présentées dans l'état de l'art sont les résonateurs en mode de volume suivant le mode de Lamé et une poutre libre. Ces résonateurs présentent des fréquences plus élevées pour le même encombrement que l'anneau ou sont moins raides, permettant d'explorer une plus grande plage de couples (f_0, k). Leur intégration devant se faire sans modification du procédé de fabrication dédié aux anneaux, les variations sur ces résonateurs seront limitées à quatre cas exposés ci-dessous.

VI.3.2 Structure résonant suivant le mode de Lamé

Le mode de Lamé est caractéristique des résonateurs en mode de volume ayant un carré pour forme de base. Les nœuds du mode sont situés aux quatre coins du carré tandis que les ventres sont aux centres des côtés. La Figure II-26a illustre le mode de Lamé d'un carré de côté égal à $60\mu\text{m}$ équipé de deux pointes réparties de part et d'autre. Le côté étant égal au diamètre des anneaux les plus grands permet d'intégrer ces résonateurs au procédé de fabrication des anneaux de façon assez simple. Le dessin est modifié pour obtenir des électrodes parallèles au côté du carré, les ancrages et la technologie de fabrication de la pointe restant inchangés. La fréquence de résonance de ce type de structure pour le mode de Lamé dépend uniquement de la longueur L du côté du carré et du matériau (module de Young : E , masse volumique : ρ et coefficient de poisson : ν):

$$f_{Lamé} = \frac{1}{\sqrt{2}L} \cdot \sqrt{\frac{E}{2\rho(1 + \nu)}} \quad (\text{II. 32})$$

Ce qui donne pour un carré de $60\mu\text{m}$ de côté une fréquence de résonance de 64MHz . La fréquence de résonance obtenue par simulation de la structure complète est de $75,6\text{MHz}$ du fait de l'ajout des pointes et des ancrages. Ce type de structure est par contre très raide. Avec une raideur effective de 4MN.m^{-1} , cette structure présente un faible rapport f_0/k . La littérature donne en revanche de très hauts facteurs de qualité[114]. On peut donc espérer obtenir un facteur de mérite satisfaisant avec ces structures fonctionnant à haute fréquence.

Afin de pallier cette raideur handicapante, une variation sur le résonateur carré en mode de Lamé est proposée : il s'agit d'appliquer la même stratégie que dans le cas de l'anneau pour le disque. Un carré est évidé afin de diminuer sa raideur et est calibré afin de préserver une fréquence de résonance élevée. La formule du calcul de la fréquence n'est plus valable ici et par souci de simplicité, seule une étude à l'aide de simulations par éléments finis est utilisée.

Un carré évidé de 60µm de côté pour une largeur de couronne de 15µm est simulé avec ses ancrages et deux pointes réparties symétriquement (Figure II-26b). La fréquence de résonance simulée est de 21,8 MHz. Cette structure s'intègre également dans le procédé de fabrication sans aménagement particulier. La masse est diminuée d'un quart par rapport au carré plein tandis que la fréquence de résonance est divisée par trois, le gain en raideur résultant permet de gagner environ un facteur quatre sur le facteur de mérite.

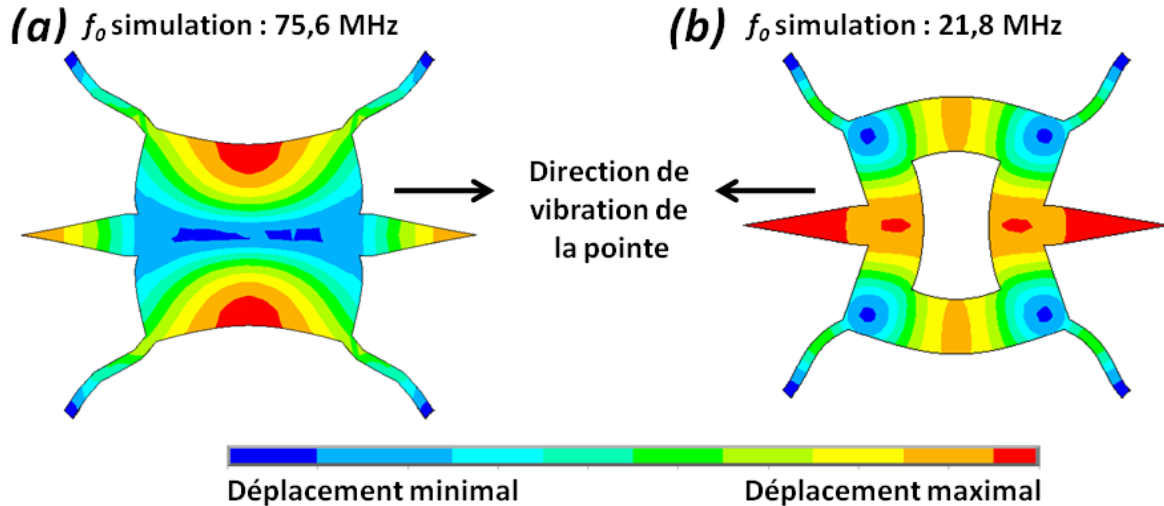


Figure II-26 Simulation par éléments finis de résonateur à mode de Lamé. (a) Carré de 60µm de côté ancré à ses quatre coins. Deux pointes sont attachées de part et d'autre de la structure au niveau de ventre de vibration. (b) Carré évidé formant une couronne de 15µm de large avec ancrages et pointes identiques à la configuration (a).

VI.3.3 Poutre libre résonant dans le plan suivant le troisième mode

Les leviers AFM traditionnels présentent une faible raideur mais restent limités en fréquence. L'utilisation d'un mode de résonance plus élevé est cependant possible. Afin d'obtenir à la fois une faible raideur et une fréquence de résonance satisfaisante, une structure intermédiaire entre les résonateurs en mode de volume et les leviers AFM est conçue : une poutre excitée suivant son troisième mode de vibration. Pour rester compatible avec le procédé technologique, la poutre doit vibrer dans le plan du substrat et utiliser des électrodes en vis-à-vis de ses ventres de vibrations réalisées conjointement avec celle des anneaux. Enfin, une pointe est placée sur le ventre central du mode présenté sur la Figure II-27a. La fréquence de résonance de la poutre libre est donnée par l'équation (II.2). Elle est rappelée ici pour le mode d'ordre $n=3$:

$$f_{poutre_3} = \frac{5,55}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} w \quad (\text{II. 33})$$

avec L la longueur de la poutre et w sa largeur. Afin de conserver un rapport d'aspect favorisant le déplacement dans le plan, la poutre doit être moins large que haute soit $w < 5\mu\text{m}$. Pour être compatible avec le procédé technologique, une poutre d'une largeur de 2µm pour

une longueur de $110\mu\text{m}$ est ajoutée au masque. La fréquence de résonance calculée est de 7.8MHz pour une poutre sans pointe. Les fréquences de résonances exactes pour les sondes complètes peuvent être obtenues par simulation par éléments finis.

Deux modèles de cette poutre sont déclinés : une poutre avec un ancrage par nœud, soit quatre ancrages au total et une poutre avec seulement deux ancrages. Cette seconde poutre sera plus proche de la poutre libre. Les ancrages n'étant pas ponctuels, les pertes aux ancrages ne sont pas négligeables. Les simulations par éléments finis de ces deux modèles de sonde sont présentées sur la Figure II-27. La présence de ce type de poutre, cette fois-ci sans pointe, est également prévue sur le masque afin de servir d'étalon.

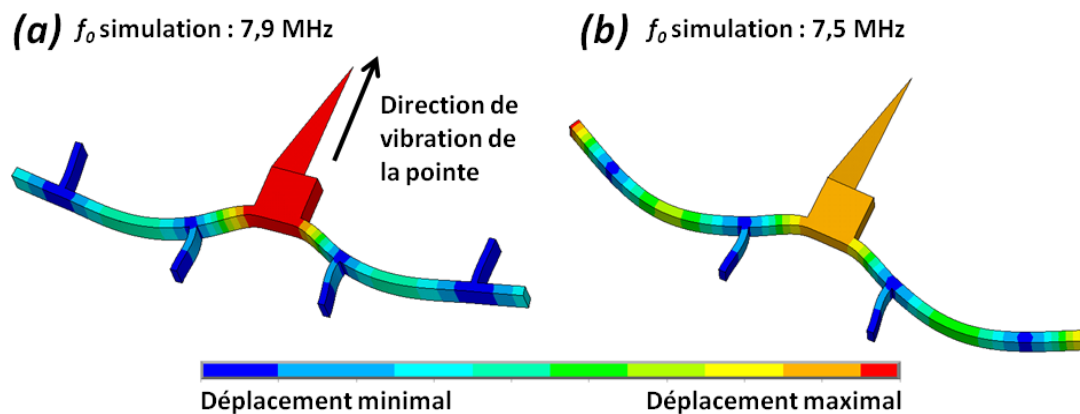


Figure II-27 Simulation par éléments finis d'une poutre résonant suivant son troisième mode dans le plan du substrat. Une pointe est placée sur le ventre central de vibration. (a) Les quatre nœuds sont ancrés. (b) Seuls les deux nœuds centraux sont ancrés. La fréquence de résonance obtenue par simulation dans les deux cas est indiquée et est proche de la fréquence calculée pour une poutre libre de même dimension : $7,8\text{MHz}$.

VI.4. Projections et performances ultimes

Les objectifs de ce chapitre étaient de décrire tous les aspects de la conception de sonde AFM fonctionnant à haute fréquence, se basant sur les résonateurs à mode de volume et plus particulièrement des anneaux résonant suivant le mode elliptique. Pour ces travaux de thèse, les dimensions et les fréquences ont été choisies pour atteindre une gamme de fréquences supérieures aux sondes AFM standard, sans toutefois atteindre l'état de l'art des résonateurs à mode de volume. Il fallait en effet se placer dans le contexte de l'utilisation de ces résonateurs pour l'AFM pour la première fois avec le lot de contraintes explicitées durant ce chapitre. Cela fait, le potentiel de résonateur à mode de volume étant connu, on peut projeter les contraintes inhérentes à la réalisation d'une sonde AFM fonctionnant à 1GHz . Cet objectif est fixé par le projet européen finançant en partie ces travaux de 2008 à 2013.

Pour obtenir un résonateur fonctionnant à 1GHz , il faut faire varier le rayon externe et le rayon interne de l'anneau, mais également conserver un rapport d'aspect de la structure en

diminuant l'épaisseur. En prenant en compte ces paramètres, voici les dimensions de l'anneau, ancrages mis à part, permettant d'obtenir une sonde fonctionnant à 1GHz :

Rayon externe	Rayon interne	Epaisseur	Fréquence de résonance
700 nm	350 nm	200 nm	1,055 GHz

Table II-7 Dimensions de l'anneau résonant à 1GHz

De plus pour conserver une force d'actionnement suffisante, l'entrefer doit être réduit en conséquence, la surface d'électrode diminuant avec la taille de l'anneau et avec son épaisseur. Pour être au même niveau de signal que l'anneau de référence utilisé dans la figure de mérite au paragraphe III.2, l'entrefer devrait mesurer 24nm.

Hormis ces faibles dimensions représentant déjà une grande complexité technologique, il faut ajouter les ancrages qui devront être fins devant la taille de la structure et rajouter une pointe suffisamment longue pour être proéminente et pouvoir servir de sonde. Devant ces difficultés technologiques, il faut imaginer d'autres pistes pour continuer à monter en fréquence. Par exemple, en utilisant un disque plein plutôt qu'un anneau, le gigahertz est atteint pour un disque de 2µm de rayon.

Il faut préciser que le mode étudié ici est toujours le mode elliptique, tandis que l'état de l'art sur les résonateurs en mode de volume utilise des modes supérieurs. Une solution pour monter en fréquence serait donc de changer de mode de résonance pour conserver des dimensions de structures plus facile à mettre en œuvre. Il faut alors sélectionner les modes dans le plan ayant les mêmes avantages que le mode elliptique, à savoir des ventres de vibration disponibles pour l'actionnement, la détection et le placement d'une pointe avec la possibilité d'être ancré. Enfin, la raideur effective sera plus importante pour ces modes de rang supérieur. Il est difficile de trouver un mode aussi intéressant que le mode elliptique. La Figure II-28 montre un mode dans le plan d'un anneau possédant six nœuds et six ventres de vibrations. Il est *a priori* possible de placer une pointe sur un ventre et d'ancrer l'anneau pour exciter ce mode mais le dimensionnement des ancrages et des électrodes devient critique. Le gigahertz est atteint pour ce mode pour un rayon externe de 2µm et un rayon interne de 1µm.

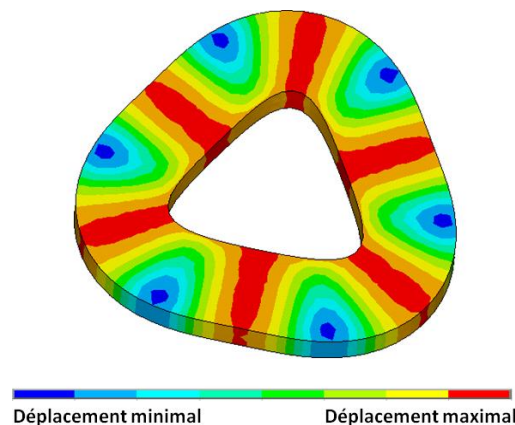


Figure II-28 Simulation par éléments finis : exemple de mode dans le plan d'un anneau d'ordre supérieur au mode elliptique. Ce mode possède 6 nœuds et 6 ventres de vibration ($R_E=30\mu\text{m}$ $R_I=15\mu\text{m}$ $f_0=64\text{MHz}$).

Quant aux structures additionnelles déjà décrites plus haut, à savoir la poutre fonctionnant suivant le troisième mode de la poutre libre (Table II-8) et le résonateur en mode de Lamé (Table II-9), la projection à 1GHz donne les dimensions suivantes :

Longueur	Largeur	Epaisseur	Fréquence de résonance
9,7 μm	2 μm	1 μm	1 GHz
6,8 μm	1 μm	0,5 μm	1 GHz
4,8 μm	0,5 μm	0,2 μm	1 GHz

Table II-8 Dimensions pour la poutre résonant suivant le troisième mode à 1GHz

Côté du carré	Epaisseur	Fréquence de résonance
3,8 μm	1 μm	1 GHz

Table II-9 Dimensions pour le résonateur en mode de Lamé à 1GHz

Si la fréquence est le seul objectif du cahier des charges, les solutions précédentes peuvent aboutir à la réalisation d'une sonde AFM haute fréquence. Cependant, nous avons vu que le facteur de mérite de ces sondes était gouverné par le rapport f_0/k , il faudrait donc, plutôt que de chercher à tout prix la fréquence la plus haute, tenter de maximiser ce rapport. Comme indiqué précédemment, dans le cas des anneaux, ce rapport est maximum pour les anneaux de plus faible rayon externe en même temps que le rapport R_I/R_E est proche de 1 (Figure II-7).

VII. Conclusion

Les différentes phases de la conception d'une sonde AFM fonctionnant à haute fréquence et utilisant un résonateur en mode de volumes ont été étudiées : du choix de la structure et de son mode de résonance à la transduction servant à actionner et mesurer le résonateur. A l'aide des outils de modélisation comme l'analogie électromécanique et la simulation par éléments finis, le comportement des résonateurs est connu et a permis de définir les géométries voulues. En traçant ces géométries à l'aide d'un logiciel de dessin dédié (ici CADENCETM), on est capable de transférer les structures sur des masques optiques servant aux étapes de photolithographie du procédé technologique. La réalisation technologique fait l'objet du chapitre 3. On y détaillera les étapes les plus critiques et leurs optimisations permettant d'atteindre les objectifs suivants : des résonateurs présentant un entrefer capacitif de 100nm et une pointe dans le plan de faible rayon de courbure (<10nm) se basant sur le procédé présenté en V.2.

Chapitre 3 : Procédé technologique

Ce chapitre expose la fabrication des sondes AFM présentées précédemment. Dans un premier temps, nous aborderons le procédé de façon générale, puis nous nous intéresserons aux briques technologiques qui ont été développées pour parvenir à cette réalisation, notamment l'obtention d'un entrefer de dimension inférieure à 100nm et la réalisation collective dans le plan du substrat de pointes de rayon de courbure du même ordre que celui des pointes AFM commerciales. Une étude sur la gravure initiale du silicium sera également présentée et tous les détails du procédé seront développés en annexe.

I. Présentation du procédé technologique mis en œuvre

Afin d'avoir une vue d'ensemble du procédé technologique et avant d'aborder les problématiques inhérentes à chaque phase de fabrication, voici une description sommaire des grandes étapes du procédé.

Comme détaillé dans le chapitre précédent (V.1), le procédé technologique est réalisé sur des substrats de type SOI (Silicon On Insulator) commerciaux dont les caractéristiques sont présentées en annexe. Ces substrats sont composés d'une couche de silicium monocristallin de 5 μ m d'épaisseur sur une couche d'oxyde de silicium, dite couche d'oxyde enterré, de 2 μ m d'épaisseur ; le tout reposant sur un substrat de silicium monocristallin faisant office de base.

La fabrication des composants peut se décomposer comme suit :

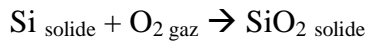
- Gravure initiale du silicium définissant le résonateur, les ancrages et les accès électriques. Lors de cette étape, une poutre termine le résonateur, elle permettra la fabrication de la pointe conformément au procédé décrit précédemment (chapitre 2 V.2).
- Réalisation d'un entrefer en oxyde de silicium de 100nm de large sur toute la hauteur de la couche de silicium gravée (5 μ m) et formation des électrodes par dépôt de silicium polycristallin.
- Fabrication de la pointe dans la poutre attachée au résonateur.
- Métallisation des lignes d'accès et des plots de contact.
- Gravure de la face arrière du substrat permettant le détournement de chaque composant.
- Libération : gravure de l'oxyde formant l'entrefer et de l'oxyde enterré laissant le résonateur libre de ses mouvements.

Au cours de ce procédé, des étapes de photolithographie, consistant à transférer des motifs d'un masque physique dans une résine, vont permettre la fabrication collective des composants. L'utilisation d'une lumière UV pour insoler la résine limite la résolution des motifs transférable à environ 1 μ m. Les dimensions critiques du composant, entrefer et rayon de courbure de la pointe, sont obtenues indirectement, c'est-à-dire par des procédés

indépendants de l'alignement et de la résolution du masque. L'entrefer fait intervenir l'oxydation du silicium, contrôlable au nanomètre près, tandis que l'apex de la pointe est réalisé par gravure chimique anisotrope utilisant les plans cristallins du silicium comme couche d'arrêt. Les détails de chaque étape du procédé sont décrits ci-dessous.

II. Gravure du silicium

La première étape est la gravure de la couche superficielle de silicium afin de constituer le résonateur et « la charpente » des électrodes. Comme décrit précédemment, un aspect critique de la fabrication est la création d'un entrefer en oxyde sacrificiel, cet oxyde thermique est réalisé dans un four LPCVD (Low-Pressure Chemical Vapor Deposition). Le processus d'oxydation thermique utilisé est dit sec, c'est-à-dire sans vapeur d'eau, la réaction en œuvre étant la suivante :



En présence d'oxygène et à haute température, le silicium s'oxyde, consommant au passage une certaine quantité de silicium. Par exemple, pour une couche de 100nm d'oxyde, 46nm de silicium sont consommés [115]. Ainsi, à la différence d'un dépôt qui va épouser une couche, l'oxydation thermique croît depuis la surface. Cela signifie qu'un défaut présent sur la surface de silicium initiale sera en partie reporté sur la couche d'oxyde. Il faudra donc avoir la surface de rugosité la plus faible possible avant de réaliser l'entrefer en oxyde. De plus, il faut avoir des flancs droits pour éviter toute variation de dimension de l'entrefer mais aussi plus simplement pour respecter la géométrie du résonateur choisi et son mode de résonance.

La gravure du silicium sur plusieurs micromètres rentre dans la catégorie « gravure profonde ». A l'aide d'un masque en résine photosensible et d'une étape de photolithographie, on définit les motifs à graver. Le bâti de gravure STS propose un procédé de gravure breveté par *Bosch* [116; 117] consistant en un alternance de deux étapes : une première étape de gravure isotrope à l'aide d'un plasma $\text{SF}_6 + \text{O}_2$ grave le silicium sur une centaine de nanomètres, puis une étape de passivation à l'aide d'un plasma de C_4F_8 passive les flancs gravés lors l'étape de gravure suivante. En alternant ces deux étapes, on parvient à conserver un angle de gravure proche des 90° avec une résolution de l'ordre du micromètre sur plusieurs micromètres d'épaisseur. Ce procédé, standard et bien connu, ne sera pas décrit ici plus amplement. Les recettes utilisées sont précisées en annexe.

Si le procédé « Bosch » répond à nos attentes en termes de directivité et de résolution, il n'en va pas de même en ce qui concerne la rugosité des flancs de gravure. En effet, on constate un phénomène de « scalloping » dû au procédé qui vient de l'alternance des étapes de gravure et de passivation. Le profil typique d'une gravure suivant le procédé « Bosch » est illustré sur la Figure III-1.

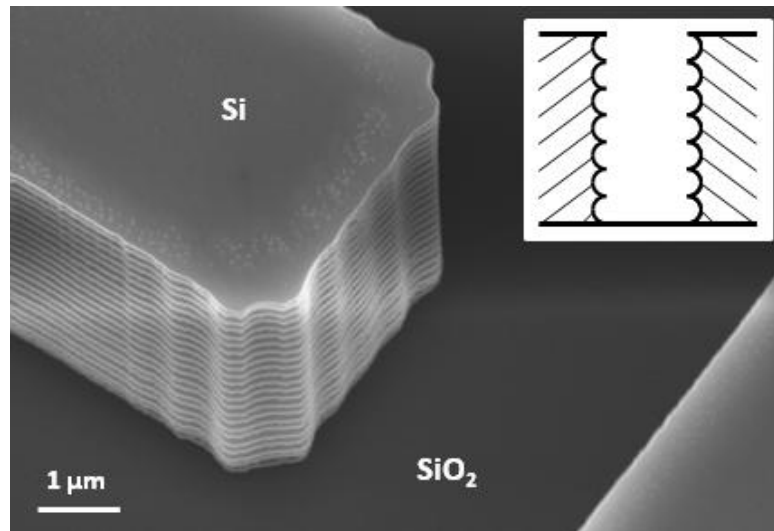


Figure III-1 Image MEB (Microscope Electronique à Balayage) après gravure d'un motif en silicium suivant le procédé «Bosch» sur une épaisseur de 5µm. On constate la présence de « scalloping » typique de ce type de gravure. En insert, le profil de gravure schématisé.

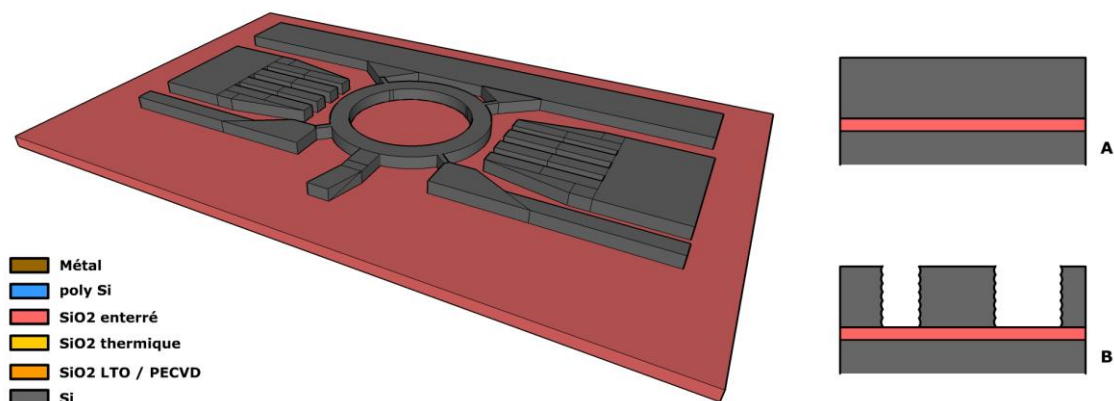


Figure III-2 Procédé - étape 1 : gravure plasma du silicium à l'aide du procédé « Bosch » A :substrat SOI de départ. B : gravure du silicium. On observe le « scalloping » sur le flanc de gravure.

III. Diminution de la rugosité des flancs et définition de l'entrefer

Dans un premier temps, afin d'avoir un flanc de silicium apparent et non pas une couche de passivation, la plaque est exposée à un plasma O_2 micro-onde qui va graver sélectivement cette couche de passivation et laisser uniquement du silicium. Cette étape permet également de graver la résine ayant servi de masque de gravure.

Nous cherchons à avoir le flanc le moins rugueux possible afin de pouvoir contrôler au mieux l'épaisseur de l'entrefer. On peut réduire la rugosité du profil de gravure à l'aide d'une oxydation thermique suivi d'une désoxydation chimique. En effet, l'oxydation thermique consommant une partie du silicium en surface, le profil rugueux est transféré dans l'oxyde de

silicium que l'on va pouvoir graver sélectivement par la suite, laissant un profil en silicium bien plus lisse. Afin de calibrer cette étape technologique, plusieurs épaisseurs d'oxydation thermique ont été testées : 50nm, 100nm et 200nm sur des profils de gravure présentant un « scalloping » de 70nm. La Figure III-3 résume cette opération.

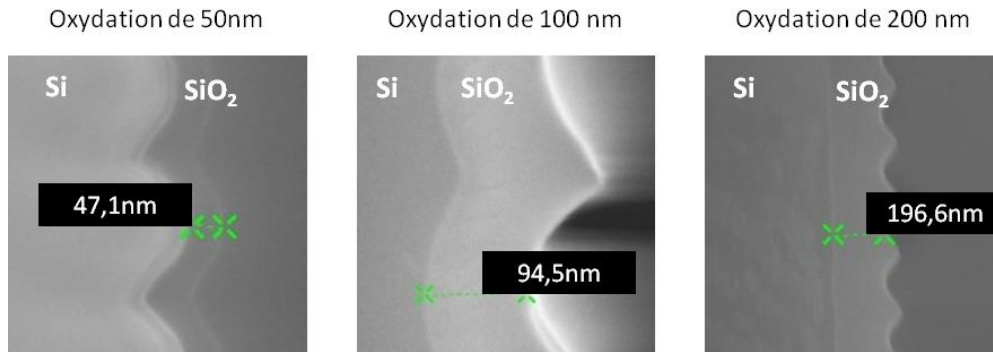


Figure III-3 Vue en coupe au MEB des flancs de gravure du silicium après oxydation thermique de 50nm, 100nm et 200nm.

On constate que dans tous les cas l'oxyde, le profil dû au « scalloping » est transféré dans l'oxyde, mais qu'en fonction de l'épaisseur d'oxyde que l'on fait croître, le profil de silicium sous l'oxyde est de plus en plus lissé.

Afin de s'assurer du profil du flanc de gravure post oxydation, on désoxyde chimiquement à l'aide d'une solution d'acide fluorhydrique tamponnée (BOE : Buffered Oxide Etch). La Figure III-4 montre le résultat pour 50, 100 et 200nm d'oxyde thermique désoxydé.

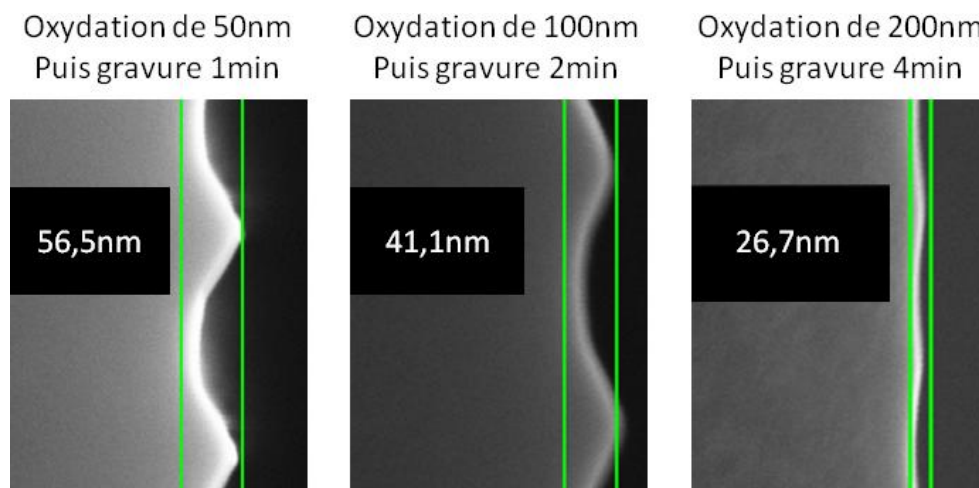


Figure III-4 Images MEB des flancs de gravure du silicium après une oxydation thermique de 50, 100 ou 200 nm puis une gravure humide à l'aide d'une solution d'acide fluorhydrique tamponnée. Le temps indiqué en minute est la durée de cette gravure humide.

Pour une oxydation thermique de 200nm et une gravure humide de 4 minutes dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée, on constate que la rugosité est divisée par trois et que le flanc présente ainsi une rugosité inférieure à 25nm. Afin de vérifier la qualité

potentielle de l'entrefer, on oxyde à nouveau le flanc de silicium de 100nm, à savoir la dimension de l'entrefer visée au cours du procédé technologique (Figure III-5).

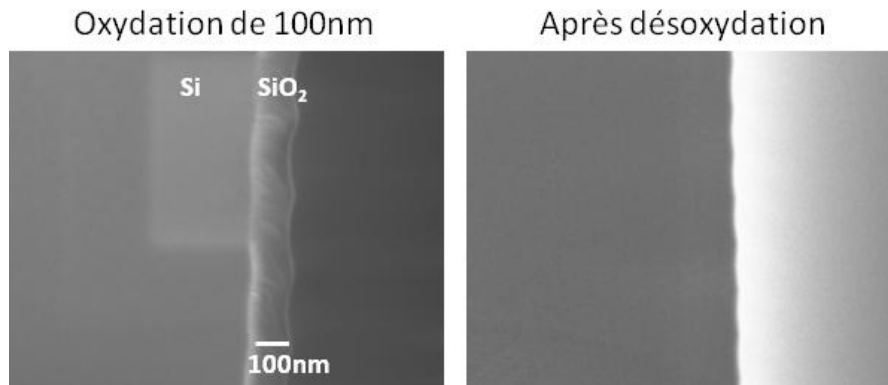


Figure III-5 Image MEB après une oxydation thermique de 100nm sur un flanc de gravure ayant déjà subi un cycle d'oxydation thermique de 200nm et de désoxydation. Le flanc résultant après désoxydation présente une rugosité de quelques nanomètres.

Ces tests nous permettent de préciser la première partie du procédé technologique de fabrication. Après la gravure du silicium à l'aide d'un procédé « Bosch » et un passage au plasma O₂ micro-onde, une première oxydation thermique de 200nm et une gravure humide en solution d'acide fluorhydrique tamponnée permet de réduire le « scalloping » avant l'oxydation qui définira l'entrefer proprement dit.

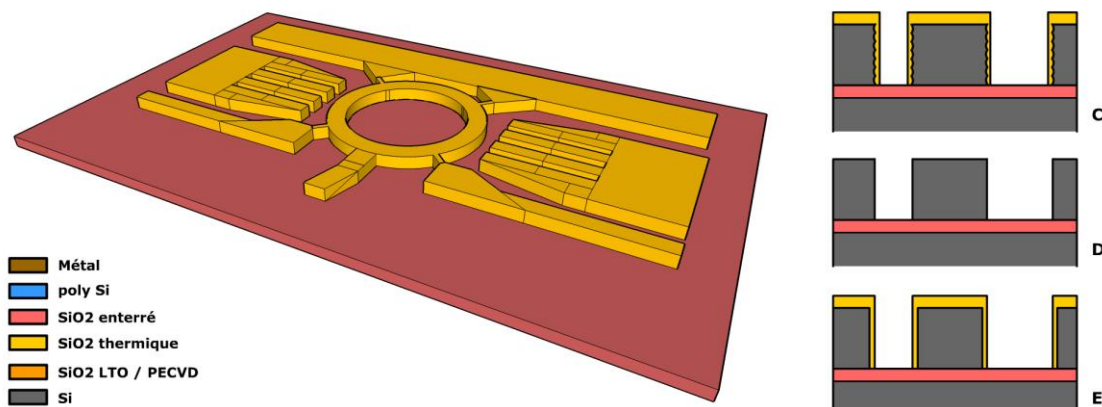


Figure III-6 Procédé - étape 2 : Réduction de la rugosité des flancs et oxydation de l'entrefer. C : une première étape d'oxydation permet de lisser le « scalloping ». D : on désoxyde à l'acide fluorhydrique tamponné. E : La seconde oxydation thermique permet de définir l'entrefer des transducteurs capacitifs.

IV. Remplissage des tranchées

Pour achever la fabrication de l'entrefer, il est nécessaire de combler la tranchée [118]. Pour ce faire, 2µm de silicium polycristallin sont déposés à l'aide d'un four LPCVD. Ce silicium étant dopé, la conductivité électrique des électrodes est assurée. Cependant, afin de préparer le dépôt, une zone des tranchées doit être désoxydée afin de permettre une bonne adhérence du silicium polycristallin sur le silicium cristallin de la structure. Cela permet également de se

prémunir contre le risque de délamination de la couche de silicium polycristallin lors de la libération des structures, par gravure de l'oxyde de silicium.

Un masque en résine vient protéger tout le substrat à l'exception d'une zone des tranchées en amont de l'entrefer. A l'aide d'une gravure chimique à l'acide fluorhydrique tamponné, la zone est désoxydée. On peut ensuite retirer la résine avec un plasma d'oxygène micro-onde et passer au dépôt de silicium polycristallin LPCVD. Ce dépôt étant conforme, les tranchées seront remplies, et la couche en surface fera également 2 μ m (Figure III-8).

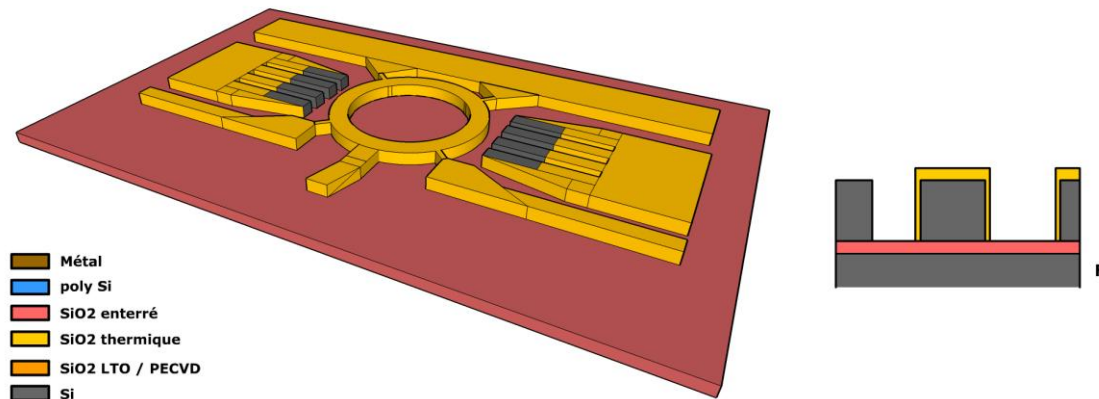


Figure III-7 Procédé - étape 3 : désoxydation avant dépôt de silicium polycristallin.

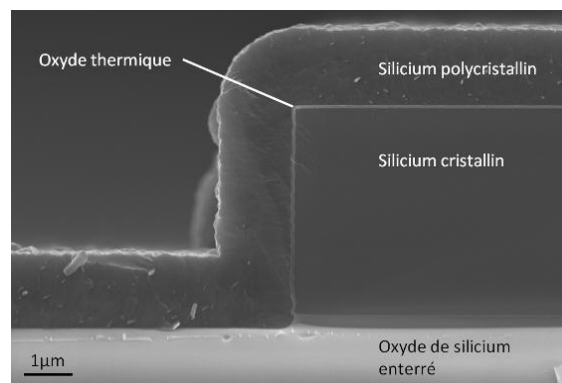
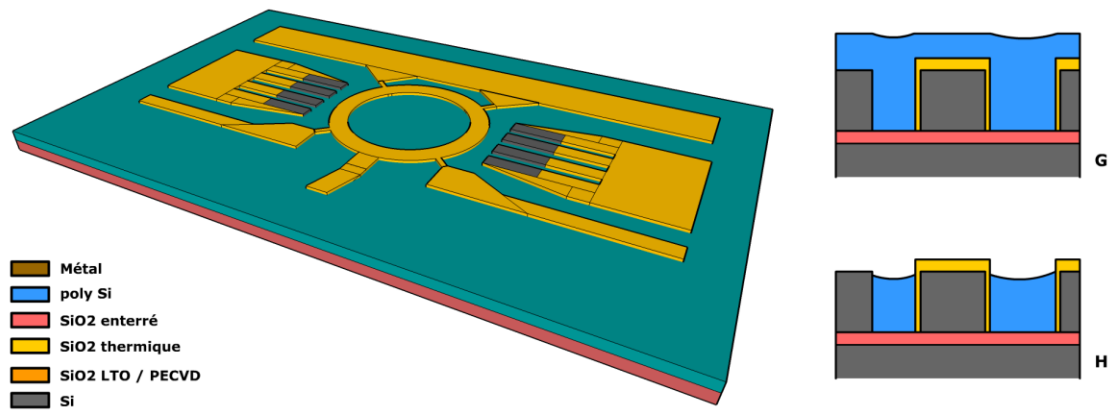


Figure III-8 Image MEB d'un dépôt conforme de silicium polycristallin sur une marche de silicium cristallin oxydé.

Il faut ensuite graver le silicium polycristallin en surface tout en conservant celui présent dans les tranchées. En utilisant une attaque sèche par plasma, le silicium polycristallin est gravé de manière anisotrope. La couche en surface disparaît tandis que le remplissage des tranchées est conservé. Cette étape ne nécessite pas de masque mais doit être contrôlée afin de s'arrêter dès la fin de la gravure de la couche de silicium en surface. Le bâti de gravure STS ne possédant pas de détection de fin d'attaque, il faut utiliser des substrats tests ayant reçu le même dépôt afin d'étalonner le temps de gravure.



**Figure III-9 Procédé - étape 4 : Abaissement du silicium polycristallin pleine plaque.
G : avant gravure. H : après gravure.**

Une fois le silicium polycristallin superficiel gravé, il reste à graver les résidus présents sur les bords des structures. Une fois les tranchées remplies protégées à l'aide d'un masque en résine et un nouveau calibrage du temps de gravure, la même recette de plasma est utilisée. Après avoir retiré la résine à l'aide d'un plasma d'oxygène, on obtient un entrefer d'oxyde de silicium entre le silicium cristallin de la structure résonante et le silicium polycristallin de l'électrode. Lors de la libération l'entrefer d'oxyde sera gravé pour laisser place à un entrefer d'air.

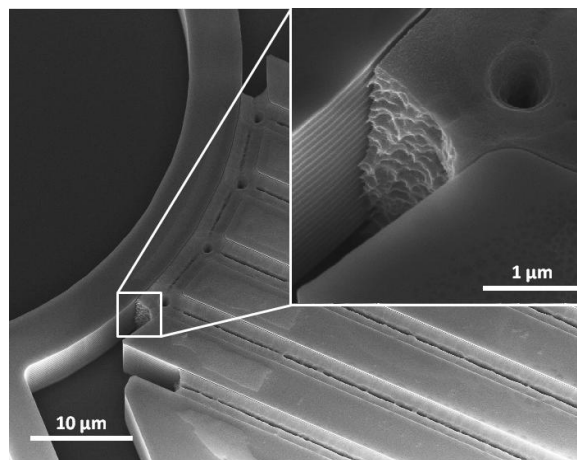


Figure III-10 Image MEB d'une électrode en silicium polycristallin réalisée en remplissant des tranchées faites dans le silicium cristallin du SOI, vue rapprochée sur l'interface avec le résonateur en insert.

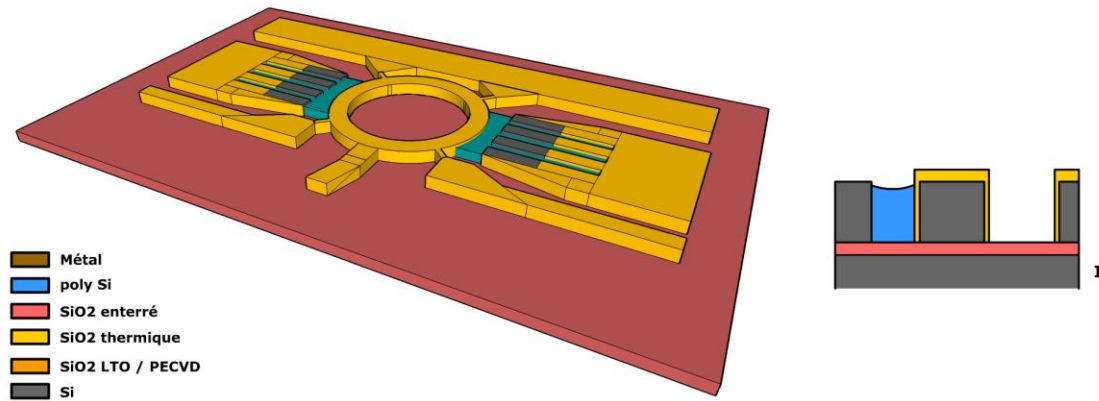


Figure III-11 Procédé - étape 5 : gravure du silicium polycristallin après protection des zones d'électrode.

V. Réalisation de la pointe

L'autre enjeu de la réalisation technologique après la fabrication d'un résonateur avec un entrefer capacitif de faible dimension est la fabrication collective dans le plan du substrat de pointes de rayon de courbure équivalent à celui des pointes des leviers commerciaux, soit de l'ordre de 10nm. L'étude préalable présentée au chapitre 2 (V.2) en a démontré la faisabilité. Il faut cependant adapter le procédé de réalisation de pointes dans le plan à la réalisation de la sonde.

Dans un premier temps, à l'aide d'un dépôt d'oxyde de silicium basse température (LTO) déposé dans les fours LPCVD, le résonateur et la poutre le prolongeant sont encapsulés. Cette poutre est désorientée d'un angle θ par rapport à la direction cristalline [110]. Il faut également assurer la protection du silicium polycristallin servant d'électrode. Après des essais de dépôt de couche de LTO de 1 μm identique à l'étude préliminaire, le silicium polycristallin était en grande partie attaqué lors l'étape de réalisation des pointes, une fois le masque de LTO gravé. A l'aide d'une coupe réalisée au FIB (Focus Ion Beam) après la gravure TMAH (Tetramethylammonium hydroxide), présentée en Figure III-12, il apparaît que le silicium polycristallin est déjà gravé dans les tranchées, alors qu'avec une simple observation au microscope optique laissait penser qu'il était toujours présent sous le masque d'oxyde LTO. C'est donc au moment de la gravure TMAH que ce dernier est attaqué, le masque en LTO ne couvrant pas tout les accès au silicium polycristallin. L'augmentation de l'épaisseur d'oxyde LTO déposé à 2 μm a permis de résoudre ce problème efficacement, le TMAH ne trouvant plus d'accès vers le silicium polycristallin.

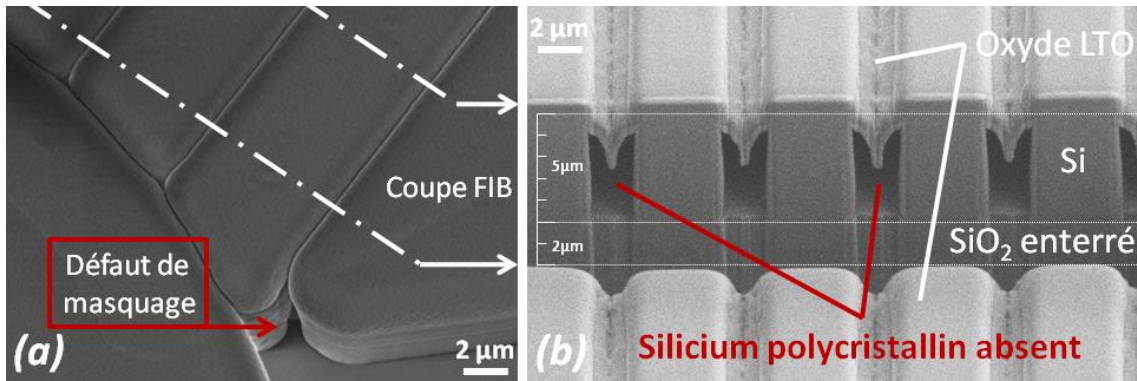


Figure III-12 (a) Image MEB du composant avant coupe. L'oxyde LTO recouvre tout le composant mais un défaut de masquage est présent sur le bord de l'électrode. (b) Image MEB après coupe au FIB réalisée sur les tranchées de silicium formant les électrodes après l'étape de gravure TMAH servant à la formation des pointes. Le masque d'oxyde LTO est toujours visible alors que le silicium polycristallin a été gravé par la solution. L'augmentation de l'épaisseur de LTO résout le problème.

A l'aide d'un masque en résine et d'une gravure plasma, on vient ouvrir une fenêtre dans l'oxyde de silicium au-dessus de la poutre prolongeant le résonateur. La gravure plasma étant anisotrope, un mur d'oxyde reste le long du flanc du prolongement. Ainsi, seule la face supérieure de la poutre est mise à nue.

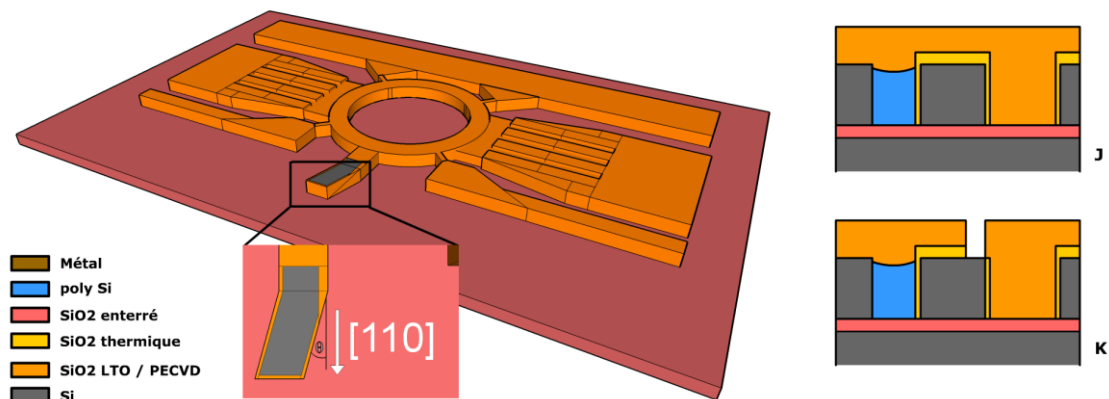


Figure III-13 Procédé - étape 6 : la poutre prolongeant le résonateur est désorientée par rapport à la direction cristalline [110] d'un angle θ (zoom). J : dépôt d'oxyde LTO. K : ouverture d'une fenêtre dans l'oxyde au niveau de la poutre.

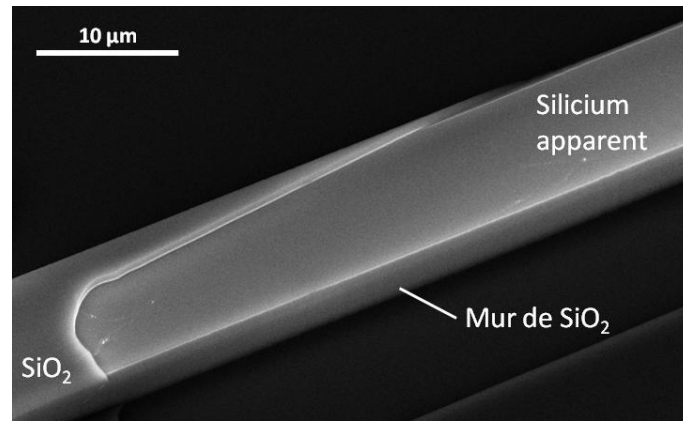


Figure III-14 Image MEB de la fenêtre ouverte dans l'oxyde sur la poutre de silicium.

Le substrat est alors immergé dans une solution de TMAH (25%*m*) chauffé à 80°C [112; 113]. Cette base a la propriété de graver le silicium de manière anisotrope en fonction des plans cristallins, le plan (111), plus dense en atomes de silicium, est gravé moins vite que les autres plans. La sélectivité est telle qu'il reste une pointe après une trentaine de minutes de gravure formée par l'intersection du plan (111), du plan formé par le mur d'oxyde le long de la poutre et par le plan inférieur à l'interface entre le silicium et l'oxyde enterré.

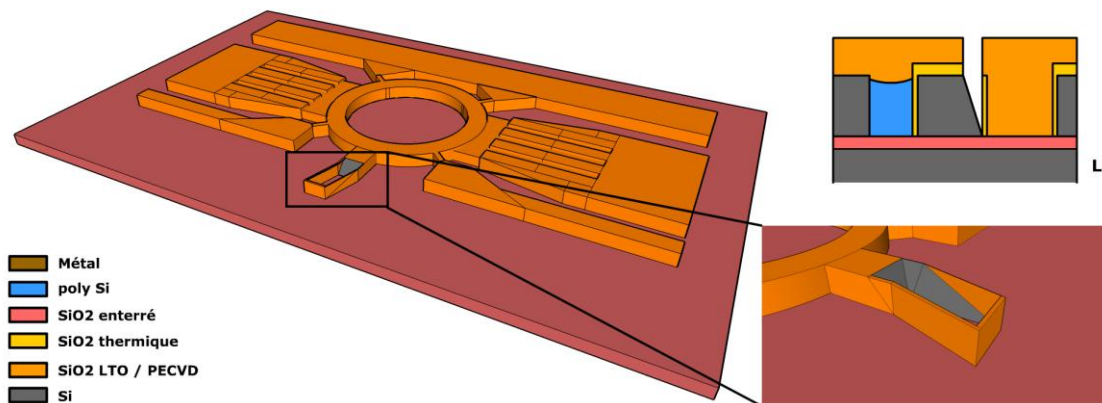


Figure III-15 Procédé - étape 7 : le substrat est plongé dans une solution de TMAH, seule la partie découverte du silicium est gravée. Le zoom montre l'apparition des plans cristallins stoppant la gravure. Une pointe est ainsi formée.

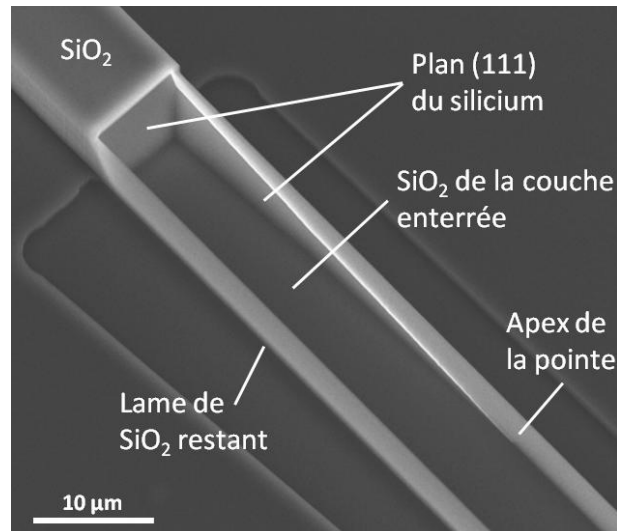


Figure III-16 Image MEB de la pointe de silicium formée après gravure dans le TMAH.

La technologie mise en œuvre permet ainsi d'obtenir des pointes de rayon de courbure équivalent aux pointes d'AFM commerciales, dans le plan du substrat, réalisées collectivement au niveau du ventre de vibration de chaque résonateur. L'angle θ et l'épaisseur de la couche structurale du SOI déterminent à eux seuls la géométrie de la pointe. Plus l'angle sera faible, plus la pointe sera effilée et la longueur nécessaire pour la fabriquer sera grande. De par la symétrie cristalline, une pointe « duale » est fabriquée à l'opposé de la poutre prolongeant le résonateur. C'est pourquoi il est important de prévoir une longueur de poutre suffisante pour deux pointes et d'attacher la pointe inutile à une grosse structure pour ne pas la voir se détacher du substrat lors de libération, au risque d'endommager les résonateurs. D'ailleurs, une étape de vérification de la fin de gravure TMAH est conseillée car lors la réalisation de pointe présentant un faible angle θ , un simple contrôle au microscope optique ne permet pas de déterminer si la pointe est gravée complètement ou s'il reste un fil de silicium prolongeant la pointe comme illustré sur la Figure III-17. Dans ce dernier cas, il convient de poursuivre la gravure TMAH.

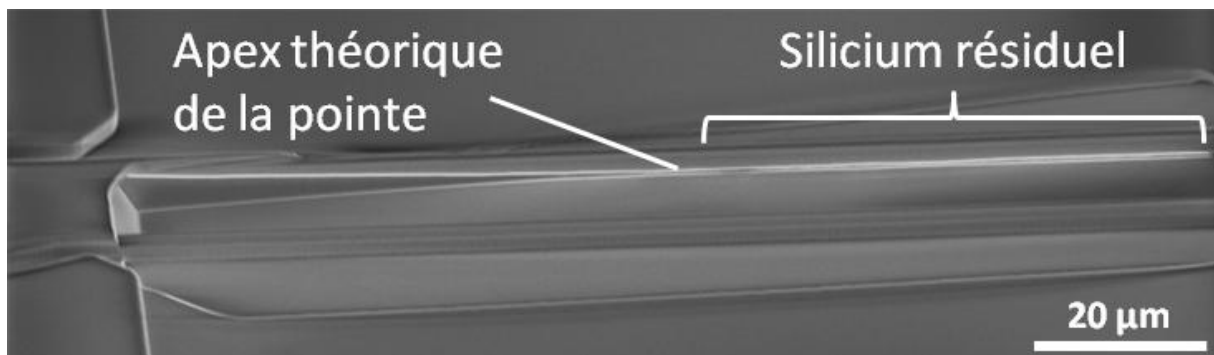


Figure III-17 Image MEB de l'étape de fabrication des pointes dans le cas d'une gravure TMAH inachevée. Un fil de silicium prolonge la pointe.

Afin de protéger la pointe en vue des étapes technologiques suivantes, un dépôt d'oxyde de silicium par PECVD est effectué puis à l'aide d'un masque en résine et d'une gravure chimique dans une solution d'acide fluorhydrique tamponné, les oxydes PECVD et LTO sont gravés, excepté au niveau de la pointe. Ainsi, le résonateur et les électrodes sont à nouveau apparents, tandis que la pointe est encapsulée. La pointe ayant un rayon de courbure de l'ordre de la dizaine de nanomètres, elle est très sensible à l'environnement, et lors des révélations des photolithographies des étapes technologiques suivantes, elle serait, sans la gaine d'oxyde, exposée aux révélateurs basiques des résines et risquerait ainsi d'être attaquée. Sur la Figure III-19, les deux cas de figures suivants sont illustrés : en (a) la pointe a été protégée jusqu'à la libération tandis qu'en (b), il n'y a pas de dépôt d'oxyde supplémentaire et pas de protection de la pointe. Dans ce dernier cas, la corrosion de la pointe est bien visible et affecte le rayon de courbure. On prévient donc toute action physique ou chimique jusqu'à la libération à l'aide de ce dépôt.

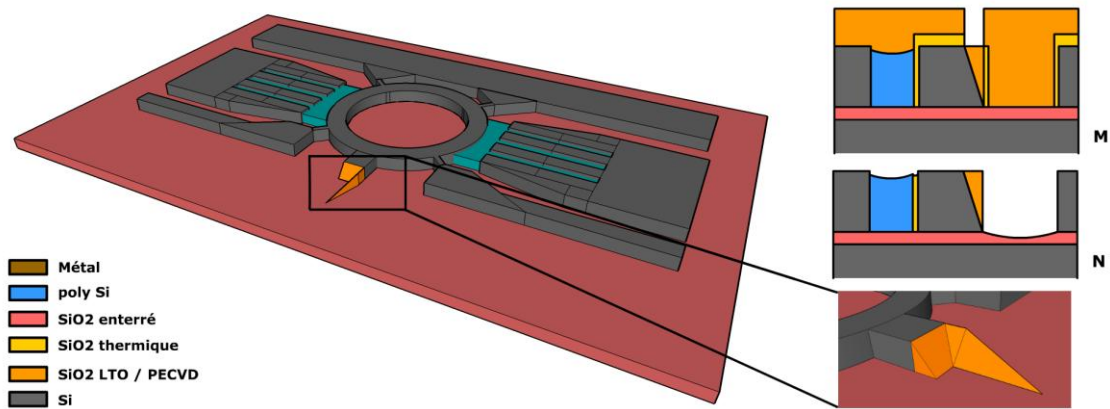


Figure III-18 Procédé - étape 8 : M : protection de la pointe par un dépôt PECVD d'oxyde de silicium. N : gravure du LTO ailleurs. Le zoom montre la géométrie de la pointe et la zone protégée.

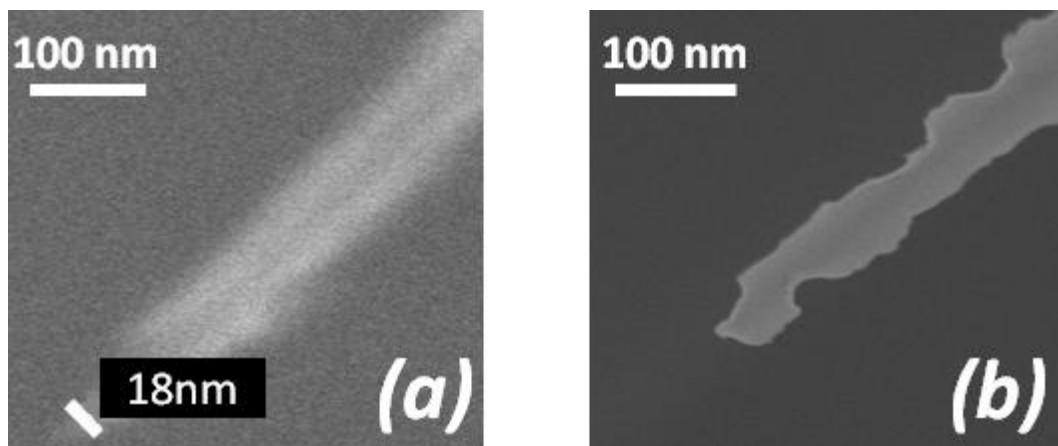


Figure III-19 Image MEB de pointes dans le plan du substrat à la fin du procédé technologique. (a) La pointe a été protégée à l'aide d'une couche d'oxyde de silicium PECVD. (b) La pointe, non protégée, a été exposée aux révélateurs basiques des résines des dernières étapes de photolithographie du procédé.

VI. Implantation et métallisation

Une fois la pointe protégée par une épaisseur d'oxyde suffisante, le substrat est implanté sans masque supplémentaire afin d'augmenter la conductivité électrique du silicium, des électrodes comme de l'anneau. Cette phase d'implantation a un double rôle :

- L'augmentation du nombre de charges disponibles dans l'anneau et les ancrages, facilitant la transduction capacitive et l'apparition du courant motionnel.
- L'obtention de contacts ohmiques lors de la reprise des contacts électriques à l'aide de lignes métalliques

L'étape suivante est justement la métallisation. Cette étape a pour but de reprendre les contacts des électrodes en silicium polycristallin et de les connecter à des plots de contacts. Ces plots serviront à la fois à la caractérisation sous pointes du composant et à la soudure des connexions entre l'échantillon et sa carte support. Cette dernière étape suggère d'avoir comme couche superficielle de l'or, matériau idéal pour la micro-soudure. Pour faire adhérer l'or sur le silicium, une couche d'accroche est nécessaire. 15nm de chrome sont déposés avant l'or. Le chrome est ici préféré au titane, couramment utilisé pour sa bonne adhérence sur le silicium, car il est connu pour résister à l'acide fluorhydrique servant à la libération [119]. Sur cette couche de chrome, 400nm d'or sont évaporés. Ces dépôts se font sur de la résine permettant de procéder à un « lift-off ». Or cette méthode est très directive et les métaux vont être déposés de manière non conforme. Le contact entre le silicium polycristallin de forte rugosité et le silicium cristallin parfaitement lisse risque alors d'être problématique. Pour pallier cela, l'évaporation est réalisée en appliquant au porte-substrat un angle de 20° et une rotation autour de son axe. Cette méthode donne un dépôt plus conforme et contacte les différentes zones séparées par une forte rugosité ou par une marche.

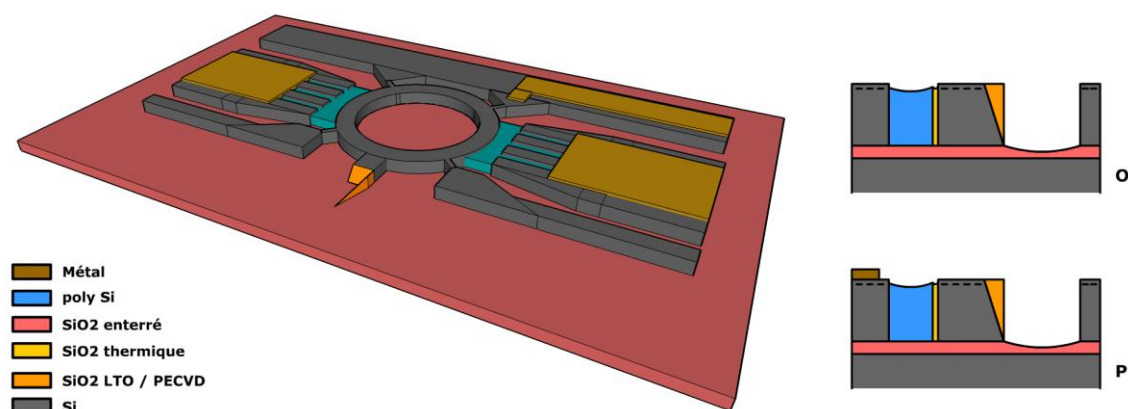


Figure III-20 Procédé - étape 9 : métallisation des électrodes et reprise de contact. O : le substrat est d'abord implanté pleine plaque, la pointe étant protégée par sa gaine d'oxyde. P : dépôt de métal pour reprendre le contact des électrodes.

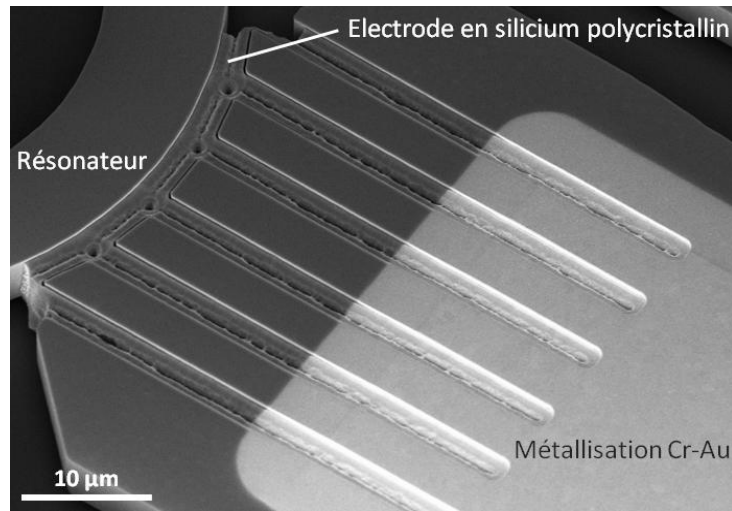


Figure III-21 Image MEB de la reprise de contact à l'aide de la couche de métallisation sur l'électrode en silicium polycristallin.

VII. Gravure face arrière et libération

Le résonateur et sa pointe sont fabriqués et les électrodes sont contactées à l'aide de lignes métalliques. Il reste à libérer le résonateur pour le rendre libre de se mouvoir. Afin de pouvoir détacher chaque échantillon du substrat, la face arrière de ce dernier est gravée autour de la sonde à l'exception de deux poutres supportant le composant (Figure III-24b). Pour ce faire, un masque en résine est utilisé et le procédé « Bosch » de gravure profonde par plasma est à nouveau utilisé. La sélectivité avec l'oxyde de silicium est telle que l'on peut arrêter la gravure sur la couche d'oxyde enterré. Une autre résine est utilisée pour protéger la face avant portant les résonateurs lors de cette gravure. Après la gravure, les résines en face avant et en face arrière sont gravées dans un bain de « remover ». Suite à un rinçage à l'alcool puis à l'eau, la plaque est plongée sans séchage dans une solution l'acide fluorhydrique. Une fois l'oxyde de silicium retenant les résonateurs gravés, le substrat est rincé dans l'eau à l'aide d'un bac à débordement puis séché à l'aide d'un sécheur au CO₂ supercritique qui permet d'éviter les problèmes de « stiction » courant dans le domaine des MEMS [120; 121]. Ce séchage est également n'implique une action physique (comme lors d'un séchage à l'azote) risquant d'endommager des structures fragiles comme les pointes suspendues au bout des résonateurs.

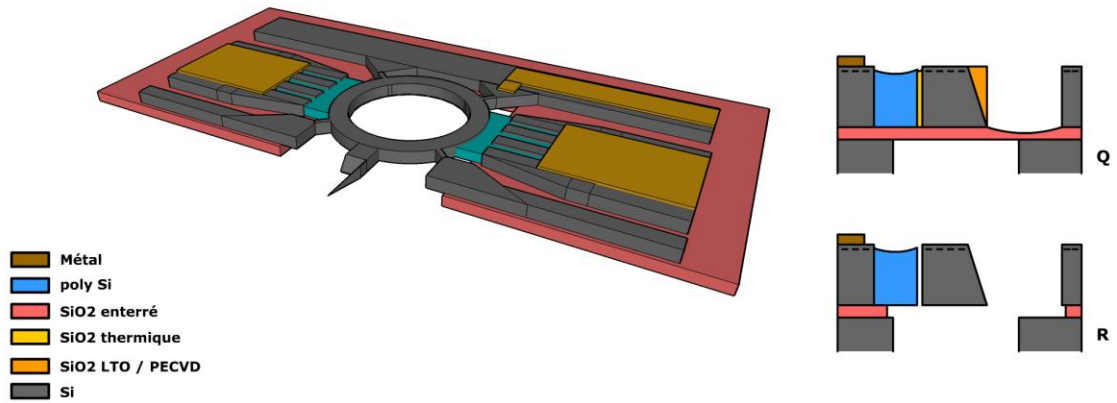


Figure III- 22 Procédé - étape 10 : la structure résonante anneau + pointe est libérée après la gravure face arrière du substrat. Q : gravure face arrière par plasma s'arrêtant sur la couche d'oxyde enterré. R : libération de la structure par gravure chimique de l'oxyde.

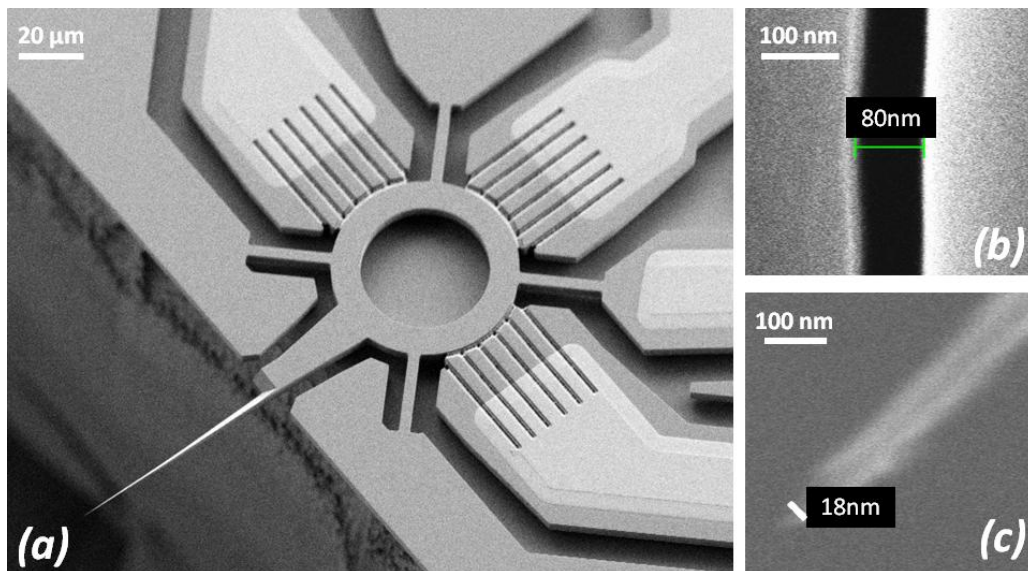


Figure III-23 Images MEB d'un composant libéré. (a) Vue globale. (b) Zoom sur l'entrefer obtenu : 80nm de large. (c) Zoom sur la pointe et mesure de son rayon de courbure inférieur à 10nm.

Les opérations technologiques sur le substrat sont terminées. Grâce à la gravure face arrière, les sondes sont maintenues au substrat par deux ancres Figure III-24(b)). Chaque composant peut être détaché du substrat pour être monté sur un circuit « support » permettant son intégration dans l'AFM (Figure III-24(c)).

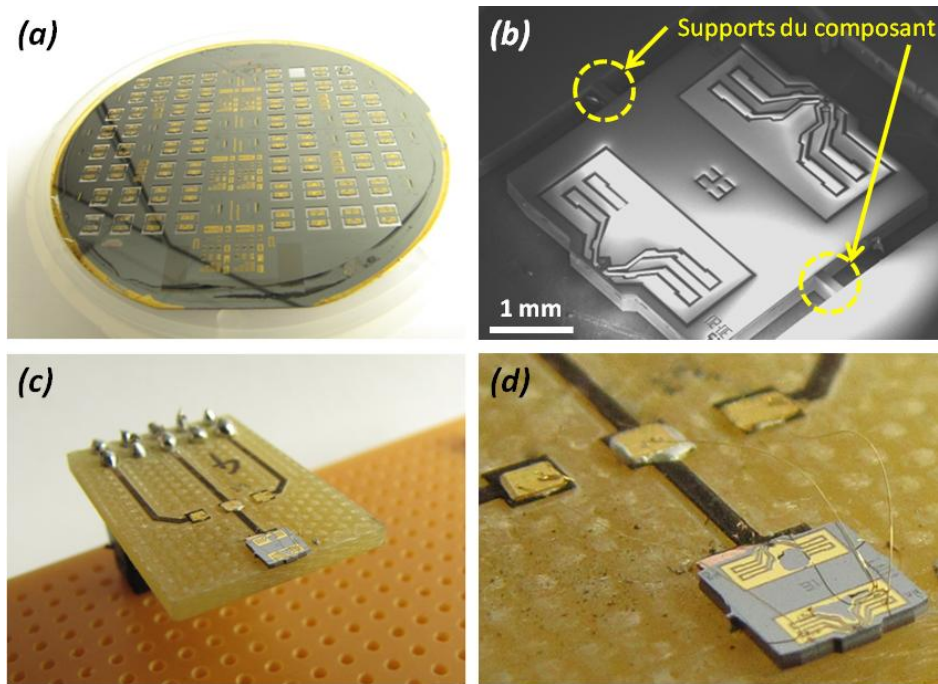


Figure III-24 (a) Photographie du substrat à la fin du procédé technologique. Chaque composant peut être caractérisé sous pointes. (b) Image MEB d'un composant attaché par ses supports au substrat. (c) Photographie d'un composant monté sur un circuit permettant l'intégration de la sonde dans un AFM. (d) Zoom sur le composant et les fils d'or permettant la reprise de contact entre les pistes du composant et le circuit support.

VIII. Résultats sur les structures additionnelles

Les structures résonant suivant le mode de Lamé et les poutres résonant sur le troisième mode ont été réalisées au cours du même procédé technologique comme précisé dans la partie conception. La Figure III-25 présente les réalisations et montre la versatilité du procédé en termes d'usinabilité de structures.

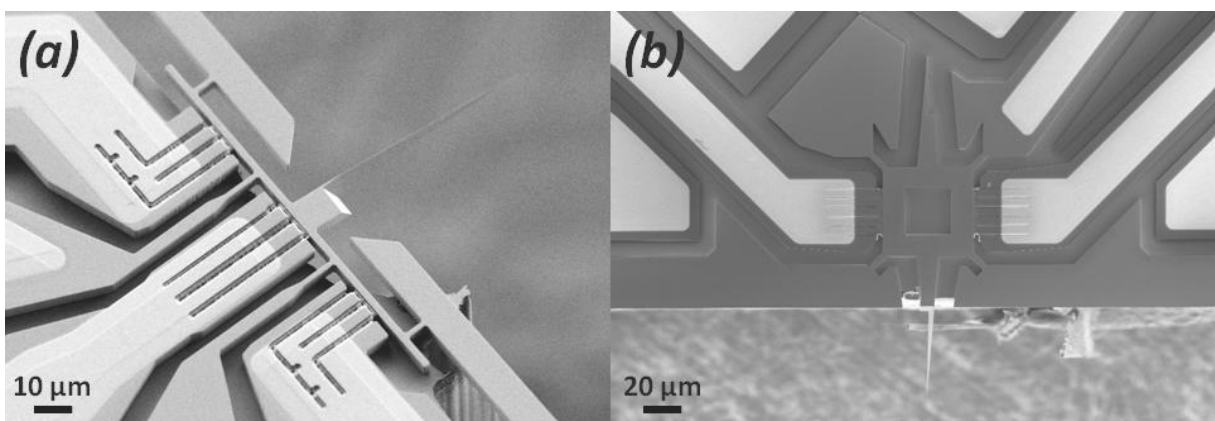


Figure III-25 (a) Image MEB d'une poutre « libre » ancrée aux quatre nœuds de vibration du troisième mode. Une pointe est placée sur le ventre central de vibration et trois électrodes sont en face des trois ventres de vibration. (b) Image MEB d'un résonateur carré ouvert « symétrique » équipé de deux pointes et de deux électrodes.

IX. Bilan de la technologie de fabrication

Le procédé proposé permet la fabrication collective de micro-résonateurs équipés d'une pointe présentant un rayon de courbure inférieur à 10nm à l'apex et un entrefer de largeur inférieure à 100nm. Ces dimensions remplissent les conditions fixées au chapitre 2 et sont réalisées à l'aide de photolithographie optique (UV). La versatilité du procédé permet d'obtenir plusieurs géométries sur un même substrat sans ajustement. La gravure finale de la face arrière permet la récupération et le montage de chacune des sondes du substrat.

Une piste permettant de simplifier le procédé et de réduire les coûts serait le passage à une gravure directe de l'entrefer lors de la première étape du procédé. Ce faisant, il ne serait plus nécessaire d'oxyder deux fois les flancs de gravures (moins de « scalloping ») et de déposer du silicium polycristallin (impliquant deux gravures sèches et une étape de photolithographie). Un bâti de gravure cryogénique semble capable de réaliser ce type de gravure[122; 123]. Cela impliquerait par contre une étape de lithographie électronique afin d'écrire l'entrefer dans la résine. Afin de gagner en temps d'écriture, cette étape ne devrait qu'insoler la zone définissant l'entrefer tandis que les grandes structures seraient encore réalisées par photolithographie optique. Le gain final d'une telle gravure reste donc à démontrer.

Le rendement du procédé actuel, c'est-à-dire le nombre de sondes fonctionnelles par substrat, sera traité dans le chapitre suivant. Ce dernier chapitre résume l'ensemble des caractérisations électriques et optiques utilisés pour étudier les composants réalisés. Il fini par la mise en pratique d'expériences d'imagerie AFM à l'aide des résonateurs fabriqués.

Chapitre 4 : Caractérisation des sondes et imagerie AFM

I. Introduction

Avant de pouvoir utiliser les sondes fabriquées pour faire de l'imagerie AFM, plusieurs étapes de caractérisation sur substrat sont nécessaires. Ce premier retour servira à améliorer la robustesse du procédé de fabrication et donnera les pistes pour le procédé des sondes de génération suivante. Les résonateurs sur substrat peuvent être caractérisés à l'aide de pointes coplanaires. Ce système permet de connecter électriquement le résonateur avec les appareils de mesure sans soudure ni étape de montage préalable. Tous les composants présents sur le substrat peuvent ainsi être mesurés. La cartographie du substrat permettant à terme de choisir les sondes présentant les meilleures performances. Cette caractérisation est faite en deux temps avec tout d'abord une caractérisation poussée de résonateurs modèles, sans pointe susceptible de perturber le mode de vibration. A travers des mesures électriques et optiques, les modes adressables seront ainsi identifiés. Cette étape permet également de valider les modèles décrits au chapitre 2. Dans un second temps, les sondes seront à leur tour caractérisées sur substrat avant d'être montée sur un « circuit-support » autorisant leur intégration dans une tête d'AFM dédiée et conçue à cet effet. Finalement les premières expériences de microscopie à force atomique réalisées avec les sondes haute fréquence basées sur des résonateurs à mode de volume seront présentées.

II. Caractérisations de composants témoins

Un ensemble de composants réservés à l'étude des modes de résonance a été fabriqué conjointement avec les sondes AFM. Ces résonateurs sont basés sur les mêmes structures que les sondes mais sont dépourvus de pointes. Les anneaux sont simplement ancrés et munis d'électrodes d'actionnement et de détection capacitives. A ces structures s'ajoutent des poutres vibrant dans le plan du substrat suivant leur « troisième mode ». Cet ensemble de résonateurs est utile pour étalonner les mesures avec des résonateurs « idéaux » dont le mode n'est pas perturbé par la présence d'une pointe. La Figure IV-1 illustre la géométrie de ces résonateurs.

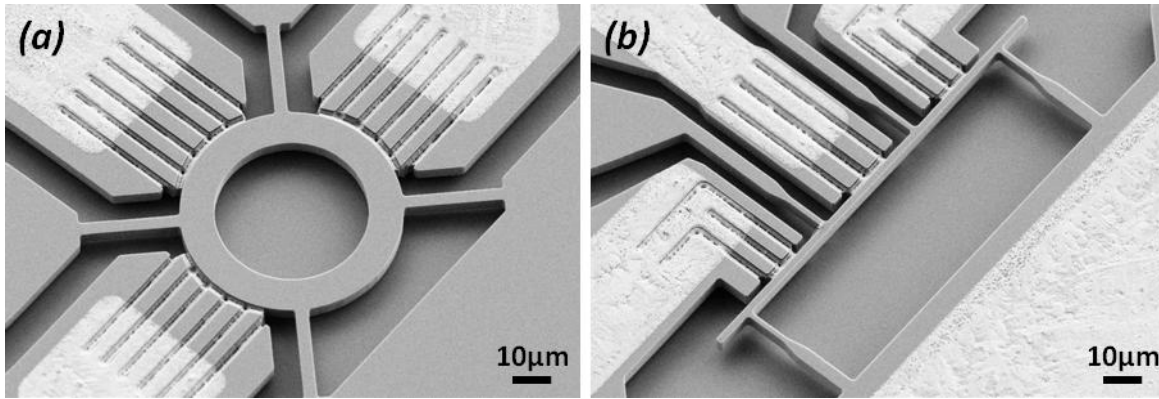


Figure IV-1 Image MEB de structures de test : (a) anneau ancré $R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=20\mu\text{m}$ possédant trois électrodes, (b) poutre résonnant suivant leur troisième mode dans le plan ($L=110\mu\text{m}$, $w=2,5\mu\text{m}$).

II.1. Caractérisations électriques

II.1.1 Mesure en transmission

Le premier type de mesure possible sur les résonateurs est celle du coefficient de transmission entre le port d'excitation et le port de détection. Hors résonance, la transmission est au niveau le plus bas entre les deux ports. Le signal n'ayant aucun moyen de se propager si ce n'est par des capacités de couplage parasites. Quand la fréquence du signal d'excitation approche la valeur de la fréquence de résonance de la structure, cette dernière se met en vibration, provoquant alors au niveau du port de sortie une variation de capacité décrite au chapitre 2.III.3. Il y a alors apparition d'un courant alternatif sur le port de sortie. La proportion de signal transmis augmente et atteint son maximum à la fréquence de résonance. Le pic de résonance caractérise également la structure au travers du facteur de qualité.

La mesure du coefficient de transmission est réalisée à l'aide d'un analyseur de réseau. Cet appareil gère à la fois la source d'excitation et la mesure au port de sortie, affichant le paramètre S_{21} (i.e. le coefficient de transmission) en fonction de la fréquence. A l'aide de tés de polarisation, un potentiel continu est appliqué sur les électrodes permettant d'une part l'apparition de la force électrostatique actionnant l'anneau (éq. (II.15)) et d'autre part de mesurer la vitesse de la vibration sur le signal de sortie (éq. (II.21)) tandis que l'anneau est relié à la masse comme schématisé sur la Figure IV-2(a).

II.1.2 Mesure active

La mesure en transmission décrite ci-dessus se heurte à deux principaux écueils, notamment lorsque la fréquence du dispositif augmente. D'une part, le transducteur capacitif présente une impédance élevée (comprise entre $300\text{k}\Omega$ et $5\text{M}\Omega$), très grande devant l'impédance d'entrée typique des appareils de mesure (50Ω) et d'autre part, il existe toujours une capacité de couplage parasite entre l'entrée et la sortie du dispositif. En conséquence, les signaux mesurés sont faibles et sont superposés à un signal parasite de couplage pouvant

même masquer le signal utile. Au final le rapport signal-sur-bruit d'une telle mesure est fortement dégradé.

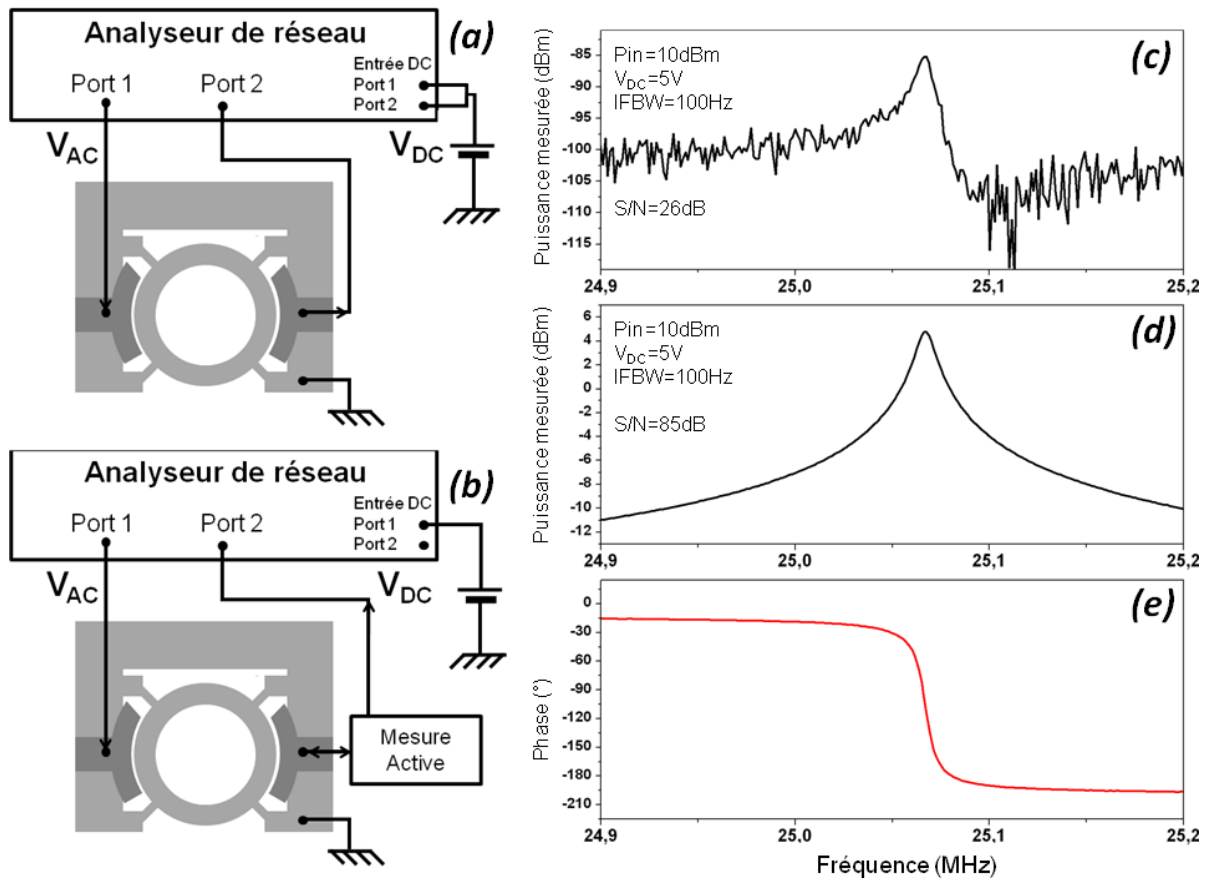


Figure IV-2 - Mesure en transmission : (a) Schéma de la mesure du coefficient de transmission à l'aide d'un analyseur de réseau. L'anneau est mis à la masse tandis que le potentiel de polarisation est appliqué sur chaque électrode. L'actionnement est réalisé depuis le port 1, le port 2 mesurant la réponse du résonateur. (c) L'amplitude du coefficient de transmission est tracé en fonction de la fréquence. Les paramètres d'excitation sont indiqués en insert de même que la bande passante de mesure (IFBW). Le rapport signal sur bruit (S/N) de cette mesure est de 26dB (anneau $R_E=30\ \mu\text{m}$, $R_I=15\ \mu\text{m}$). (e) : phase du signal en transmission.

- Mesure active : (b) Schéma de la mesure : l'anneau est mis à la masse le potentiel de polarisation est appliqué sur l'électrode d'actionnement. Le port 1 permet d'excitation du résonateur. La mesure active mesure la capacité variable entre l'électrode et le résonateur. La puissance mesurée au port 2 est à la même fréquence que l'excitation et augmente à la résonance car la variation de capacité augmente du fait du mouvement du résonateur. (d) : Le même dispositif qu'en (b) est caractérisé avec la mesure active. Un rapport signal sur bruit (S/N) de 85dB est obtenu dans les mêmes conditions d'excitation.

Pour la suite de ce manuscrit la mesure en transmission est remplacée par une mesure dite « active ». Dans ce cas, l'excitation du résonateur est toujours réalisée sur une électrode tandis que la variation de capacité est mesurée sur l'autre électrode de manière indépendante. Une onde hyperfréquence est envoyée sur l'électrode. L'onde réfléchiée est modulée par la

variation de capacité. Après démodulation, le signal résultant est une onde de puissance, mesurée à la fréquence d'excitation, permettant d'utiliser l'analyseur de réseau précédemment détaillé pour faire l'acquisition. Ce principe de mesure étant l'objet de d'une extension d'un brevet détenu par Agilent [124] suite à une collaboration avec le groupe de recherche toujours en cours de rédaction, il sera pas plus amplement détaillé.

Afin de comparer cette mesure « active » avec la mesure en transmission, le même composant est caractérisé avec les deux méthodes et le rapport signal sur bruit est calculé. Le rapport signal sur bruit pour la mesure directe du coefficient de transmission est estimé à 26dB (Figure IV-2b) tandis que ce même rapport signal sur bruit passe à 85dB (Figure IV-2d) avec la mesure « active » pour des conditions d'excitation identiques.

Pour l'ensemble des caractérisations électriques, c'est la mesure « active » qui sera utilisée pour la suite de cette partie. Les quatre familles de résonateurs en anneaux ont été caractérisées avec cette méthode de même que la poutre résonant dans le plan. Les résonateurs fonctionnant à 50MHz ne fournissent pas assez de signal à l'air mais donnent des résultats sous vide, exposés dans le paragraphe suivant. La poutre vibrant dans le plan sera quant à elle détaillée au paragraphe II.4. La Figure IV-3 présente les résultats sur les résonateurs sans pointe ($R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=25\mu\text{m}$ (a) et $20\mu\text{m}$ (b)).

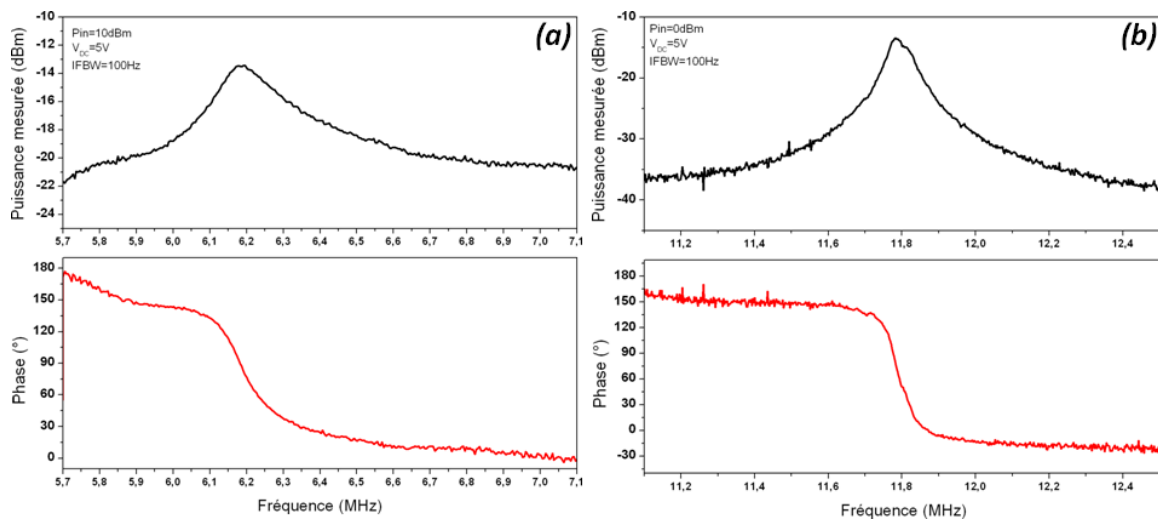


Figure IV-3 (a) (b) : Courbes de résonance obtenue à l'aide de la mesure « active » des anneaux de rayon externe $R_E=30\mu\text{m}$ et de rayon interne respectivement $R_I=25\mu\text{m}$ et $R_I=20\mu\text{m}$.

II.1.3 Mesures sous vide

Un substrat est placé dans une enceinte sous vide possédant des accès électriques et des pointes coplanaires. Le résonateur peut ainsi être caractérisé de la même manière que précédemment dans des conditions de vide primaire ($4 \cdot 10^{-2}\text{T}$). La diminution de la pression entraîne une diminution des pertes dues au comportement visqueux de l'air ainsi que des pertes par compression à l'intérieur de l'entrefer [125]. Le facteur de qualité mesuré est donc

plus élevé dans le vide que dans l'air. La Figure IV-4a représente la puissance mesurée en fonction de la fréquence sous vide pour le résonateur fonctionnant à 25MHz. Le facteur de qualité mesuré est de 2500 alors que le facteur de qualité à l'air était de 1500. La Figure IV-4b montre le pic de résonance observé sous vide d'un résonateur de rayon externe de 15 μ m fonctionnant à 50MHz.

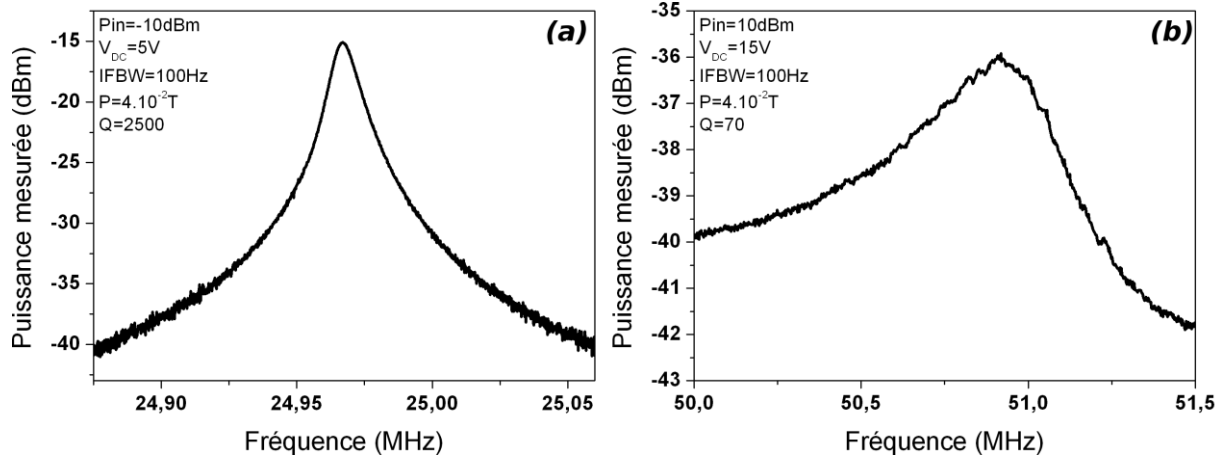


Figure IV-4 Mesures sous vide. (a) Le résonateur, testé précédemment à l'air, présente un facteur de qualité de 2500 sous vide contre 1500 à l'air. (b) Courbe de résonance d'un résonateur ($R_E=15\mu\text{m}$, $R_I=7,5\mu\text{m}$) fonctionnant à 50MHz

II.1.4 Influence de la tension de polarisation continue et dimension de l'entrefer

Comme démontré au chapitre 2 (III.2), l'efficacité de transduction de l'excitation capacitive varie de manière quadratique inverse avec la longueur de l'entrefer. Cette non-linéarité se traduit par une dépendance en V_{DC} de la fréquence de résonance de la structure [126]. Le phénomène est connu sous le nom de « frequency pulling » et résulte de l'apparition d'un terme équivalent à une raideur négative s'ajoutant à la raideur effective. Cette raideur « électrostatique » dépend uniquement des paramètres du transducteur, soit la capacité statique, l'entrefer et la tension de polarisation et se note :

$$k_{elec} = -V_{DC}^2 \frac{\epsilon_0 t R_E \sin(\theta_e)}{d^3} \quad (IV.1)$$

La nouvelle fréquence de résonance se calcule alors ainsi :

$$f_0' = \sqrt{\frac{k_e + k_{elec}}{m_e}} = f_0 \sqrt{1 - \frac{V_{DC}^2 \epsilon_0 t R_E \sin(\theta_e)}{k_e d^3}} \quad (IV.2)$$

Cette fréquence de résonance modifiée prend en compte la transduction électrostatique et dépend de la fréquence propre du résonateur f_0 .

Après une approximation au premier ordre, la fréquence de résonance f_0' s'écrit :

$$f_0' = f_0 \left(1 - \frac{1}{2} \frac{V_{DC}^2}{k_e} \frac{\varepsilon_0 t R_E \sin(\theta_e)}{d^3} \right) \quad (IV.3)$$

En connaissant avec précision les dimensions géométriques des électrodes après les avoir mesurées au microscope électronique, il est possible d'évaluer la valeur de l'entrefer en traçant la fréquence de résonance mesurée en fonction du carré de la tension de polarisation. La droite obtenue a pour ordonnée à l'origine la fréquence de résonance mécanique naturelle tandis que la pente contient la valeur de l'entrefer. La Figure IV-5 résume cette opération sur le résonateur test fonctionnant à 25MHz pour une tension de polarisation allant de 6 à 14V. La valeur de l'entrefer obtenue est de 77nm. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle mesurée au microscope électronique. Cette valeur est dite « effective » car c'est l'entrefer « vu » par le résonateur, incluant les effets de bords (électrode finie) et les effets de surfaces (rugosité due à la gravure par le procédé « Bosch ») (chapitre 3.II)

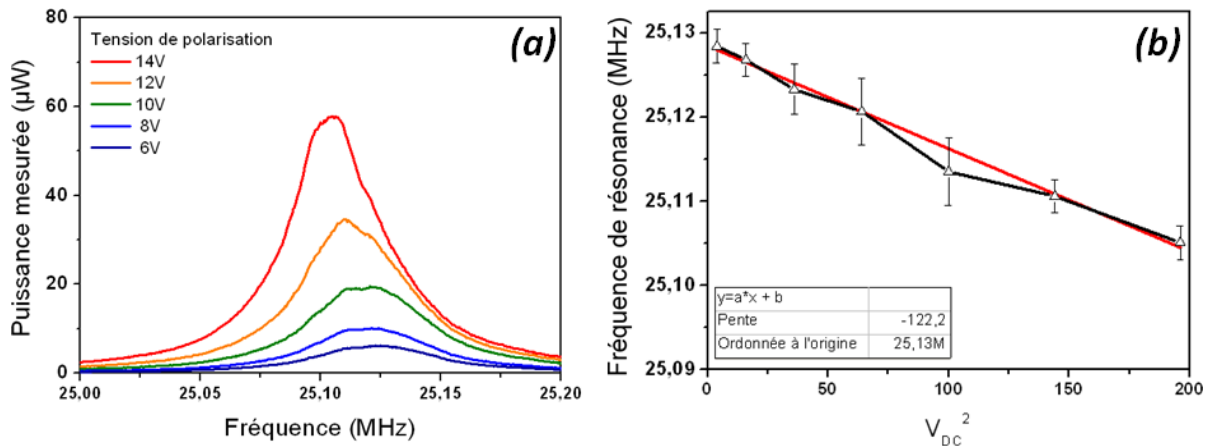


Figure IV-5 (a) Puissance mesurée en fonction de la fréquence pour différentes tensions de polarisation pour un anneau résonant autour de 25MHz ($R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=15\mu\text{m}$). (b) Pour chaque valeur de la tension de polarisation, la fréquence de résonance est tracée en fonction du carré de cette tension. L'ordonnée à l'origine de la droite obtenue donne la fréquence propre de l'anneau et la pente contient une information sur la dimension de l'entrefer.

II.1.5 Influence de la largeur des ancrages sur la fréquence de résonance

D'après les simulations réalisées au chapitre 2 (VI.1.2), la largeur de l'ancrage pour l'anneau le plus fin de la série produite ($R_e=30\mu\text{m}$, $R_i=25\mu\text{m}$) a une grande influence sur la fréquence de résonance. Lors de la réalisation des composants témoins, une variation de la largeur des ancrages pour ce même type d'anneau a été réalisée afin de confirmer la tendance donnée par les simulations : un ancrage plus large décale la fréquence de résonance du mode elliptique vers les hautes fréquences. La Figure IV-6 résume les résultats obtenus. On observe un décalage en fréquence allant jusqu'à 40% pour l'ancrage le plus large. C'est donc la raideur effective de la structure qui augmente avec celle des ancrages.

Par ailleurs, un effet sur le coefficient de qualité est également observé. L'augmentation du facteur de qualité pour les deux ancrages les plus larges est difficile à interpréter au premier ordre avec seulement quatre largeurs d'ancrage. Les pertes au niveau des ancrages par radiation acoustique peuvent être diminuées d'après la littérature par l'adaptation de « l'impédance mécanique » des ancrages [127]. Cela consiste à concevoir les ancrages de telle sorte qu'ils résonnent de concert avec la structure.

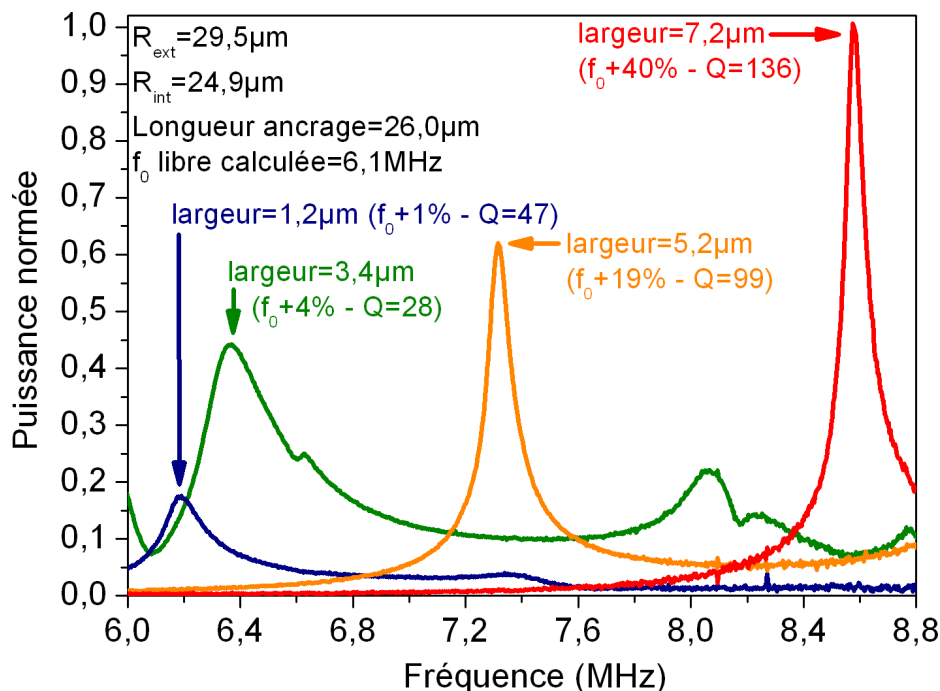


Figure IV-6 Courbe de résonance pour des anneaux identiques et dont seule la largeur d'ancrage varie. La puissance mesurée est normée par celle mesurée pour l'ancrage le plus large (7,2µm). Le décalage de la fréquence de résonance du mode elliptique par rapport à la fréquence d'un anneau libre est indiqué pour chaque géométrie.

L'importance, dans la conception des sondes, de la géométrie des ancrages est donc loin d'être négligeable. Des travaux permettant une meilleure compréhension de ces phénomènes sont en cours dans le cadre de la thèse de Zhuang Xiong au moment de la rédaction de ce manuscrit. Ils mettent en œuvre des simulations par éléments finis très fines et des réalisations technologiques.

II.1.6 Dépendance en température

Le résonateur est placé dans la même chambre que pour les mesures sous vide et à l'aide d'un système de chauffage, la température de la chambre est augmentée par palier de 5°C entre 30°C à 50°C. A chaque palier, l'acquisition du signal du résonateur en fonction de la fréquence permet d'observer la variation de la fréquence de résonance en fonction de la température. En divisant cette variation par la fréquence de résonance à la température ambiante, le coefficient de dépendance fréquentielle en température (TCf) est obtenu et vaut -21,6ppm/°C.

Cette dépendance linéaire résulte de plusieurs effets [128]:

- La dépendance en température du module de Young du silicium
- Le coefficient de dilatation thermique du silicium modifiant les dimensions du résonateur
- La différence de coefficient de dilatation thermique entre le silicium et l'oxyde de silicium du substrat SOI
- La variation de la taille de l'entrefer qui a une influence sur la raideur effective

La littérature montre que pour des résonateurs de ces dimensions, c'est la dépendance en température du module de Young qui prédomine. Cette étude donne un ordre de grandeur de la stabilité en fréquence du résonateur. La dépendance mesurée est conforme à ce qu'on peut attendre d'un résonateur en silicium cristallin. Pour une application AFM, ce type de dépendance est à prendre en compte. Cependant, les leviers conventionnels présentent le même type de dérive (de -10 à -30ppm/°C) [129] et des solutions telles que des enceintes fermées permettant une meilleure stabilité en température existent.

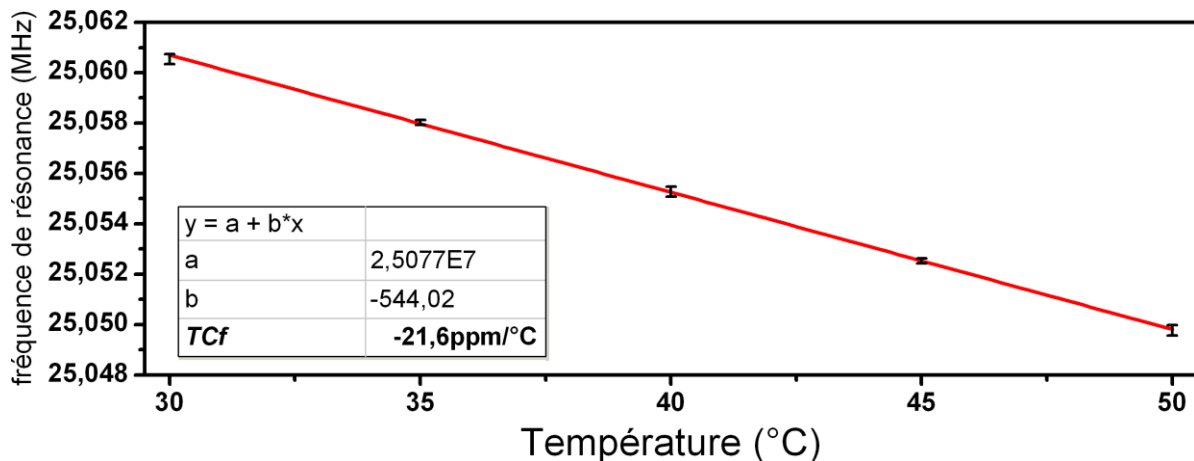


Figure IV-7 Fréquence de résonance d'un résonateur vibrant au voisinage de 25MHz en fonction de la température. Chaque point est obtenu après stabilisation de la température dans la chambre à l'aide d'une contre-réaction. Le coefficient de dépendance en température de la fréquence de résonance (*TCf*) vaut -21,6ppm/°C.

II.2. Caractérisations optiques

Pour compléter les mesures électriques sous pointes, une étude par vibrométrie laser est menée. Le Polytec Scanning Vibrometer est un équipement dédié à l'étude des MEMS et permet de mesurer précisément l'amplitude de vibration de structure à l'aide d'un interféromètre laser à effet Doppler. Comme pour les caractérisations électriques, une sonde coplanaire amène le signal permettant de polariser et d'exciter l'anneau ou la poutre. Les structures étant toujours solidaires du substrat, seule la composante hors-plan de l'amplitude est accessible. La Figure IV-8 schématise l'expérience. La plage de fréquence mesurable est de 0 à 20MHz. Après un repérage de la structure, un maillage est dessiné et le laser balaye la

structure dans son ensemble. Il en résulte un ensemble de spectres d'amplitude et de phase. Le logiciel de traitement permet de se placer sur chaque fréquence du spectre pour observer la déformation de la structure. La Figure IV-9 présente les trois premiers modes hors-plan d'un anneau ($R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=20\mu\text{m}$).

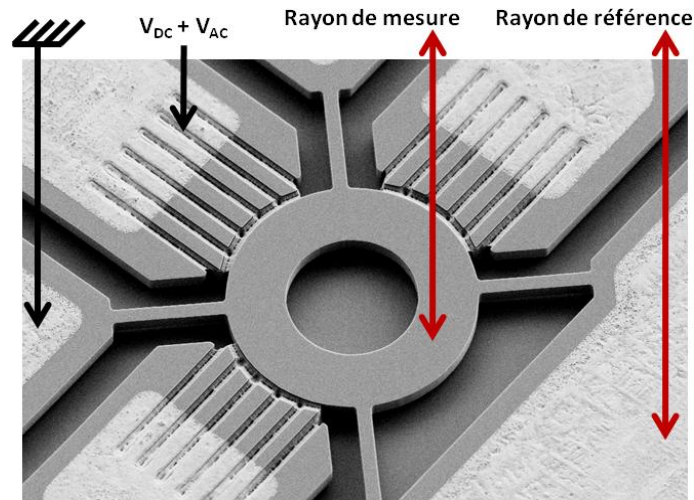


Figure IV-8 Principe de la mesure de vibrométrie laser : le résonateur est polarisé et excité à l'aide d'une électrode capacitive. Un rayon de référence est focalisé sur une surface fixe tandis qu'un rayon de mesure balaye la surface du résonateur. La mesure d'amplitude de vibration est obtenue par interférométrie.

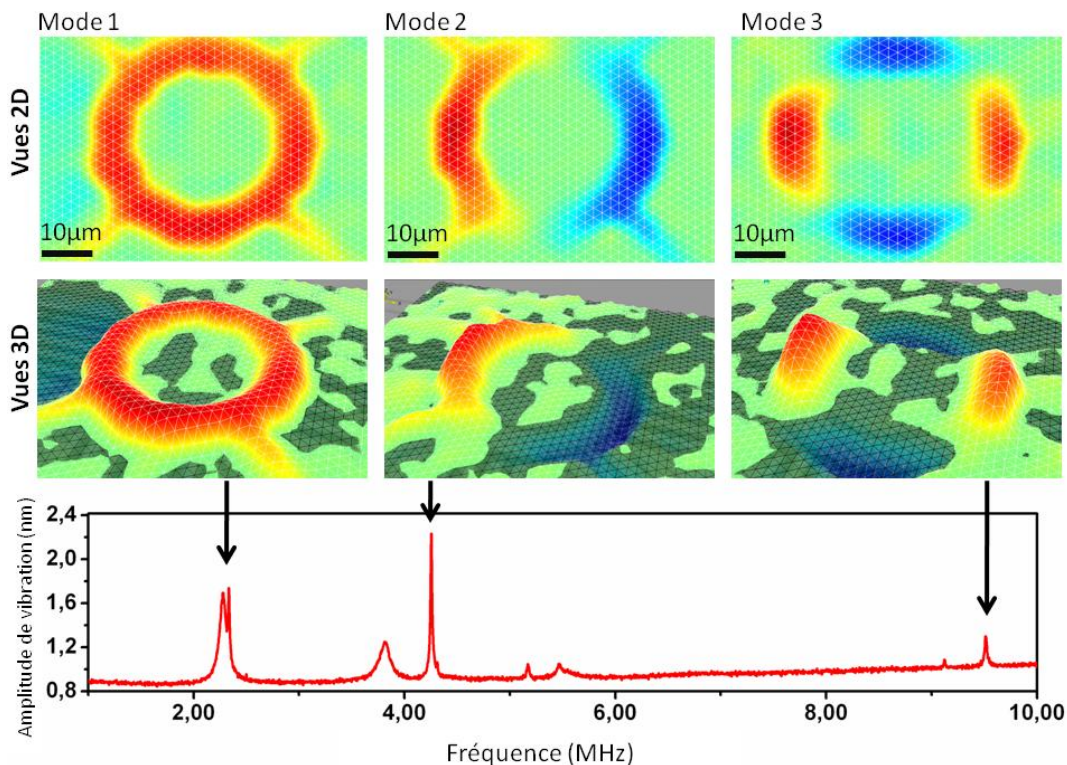
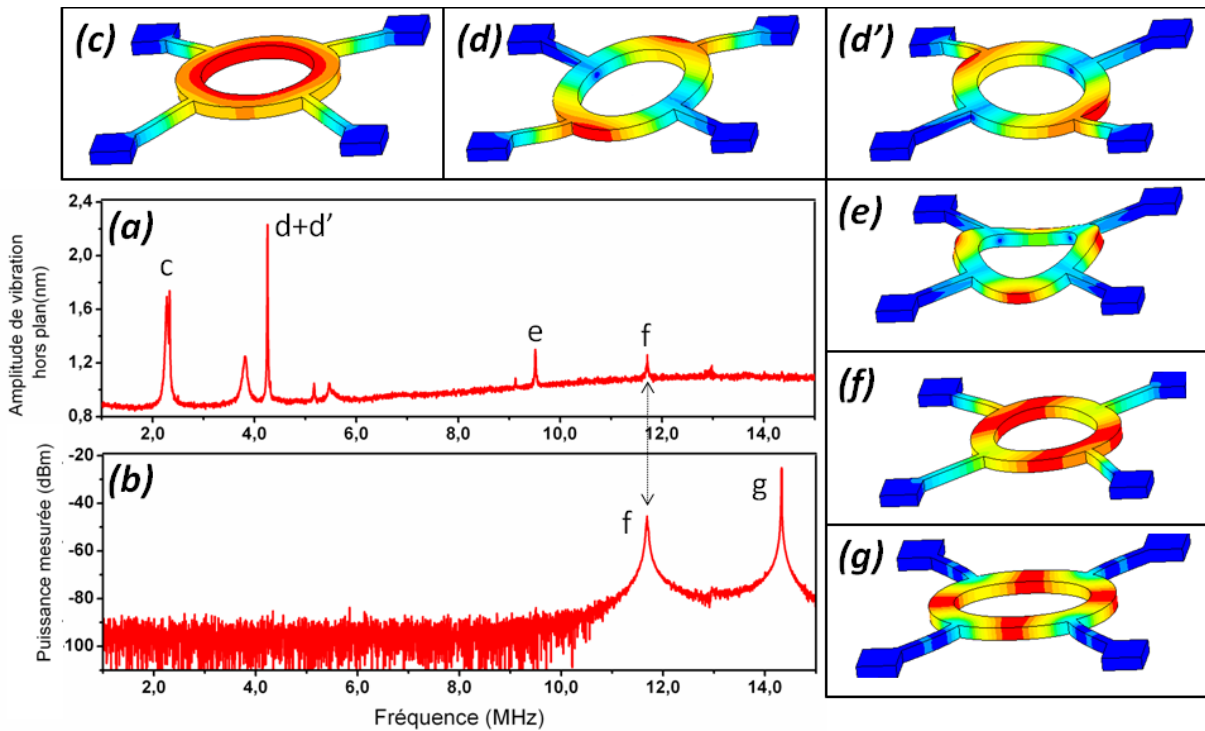


Figure IV-9 Mesure par vibrométrie laser des modes de vibration d'un anneau sans pointe ($R_E=30\mu\text{m}$, $R_I=20\mu\text{m}$) entre 0 et 10 MHz avec $V_{DC}=10\text{V}$. Les trois premiers modes hors plan sont visibles dans cette gamme de fréquence.

II.3. Identification des modes par simulation

Le comportement vibratoire du résonateur est simulé par éléments finis sur la même plage de fréquence que celle utilisée pour les caractérisations électriques et optiques. L'analyse modale nous donne la forme des modes dans le plan et hors plan et leurs fréquences de résonance. Ces modes sont identifiés aux pics de résonance des courbes de caractérisation optique, favorisant la détection des modes hors plan, et électrique, favorisant les modes dans le plan, sur la Figure IV-10. Ainsi le second mode hors plan visualisé par vibrométrie sur la Figure IV-9 est, d'après la simulation, la somme de deux modes dégénérés. D'autre part, le mode elliptique (Figure IV-10.f), purement dans le plan et invisible par la mesure optique utilisée, devient la principale source de signal de la mesure électrique. Cela confirme que la conception des électrodes est à même de favoriser ce mode. Est également présent sur les deux courbes (a) et (b) de la Figure IV-10 un mode principalement dans le plan présenté en (f) et consistant au déplacement de l'anneau suivant ses deux axes, dont le mouvement résultant est une rotation autour de l'axe central. La composante hors-plan mesurée sur la courbe (a) apparaît comme le soulèvement des ancrages de l'anneau lors de sa rotation.



II.4. Etude de la poutre dans le plan

L'étude de la poutre vibrante suit le même plan que celle de l'anneau : la caractérisation électrique, utilisant la méthode « active » et la caractérisation optique sont utilisées pour étudier les modes de résonance de la poutre. Les pics de résonance obtenus sont finalement mis en regard avec la simulation par éléments finis de la structure.

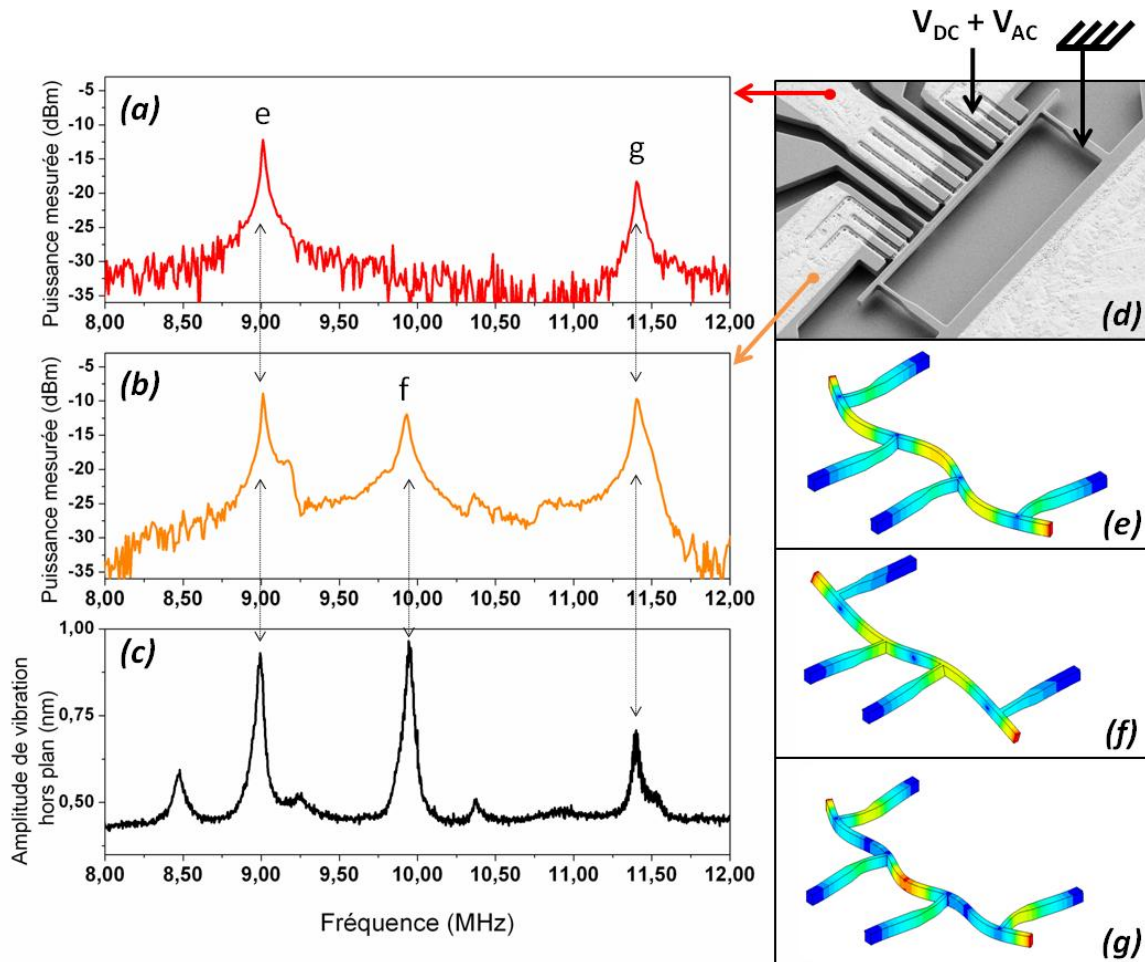


Figure IV-11 Etude de la poutre vibrante dans le plan. La structure étudiée est représentée en (d) par son image MEB. Les accès électriques permettant son actionnement y sont schématisés : la poutre est mise à la masse tandis qu'une électrode permet l'actionnement de la structure par superposition de la tension d'actionnement et de la tension de polarisation. (a) Courbe de résonance obtenue en effectuant la mesure active sur l'électrode centrale. (b) Courbe de résonance obtenue en effectuant la mesure active sur l'électrode extérieure. (c) Courbe du déplacement moyen mesuré sur toute la structure par vibrométrie laser en fonction de la fréquence. (e), (f) et (g) Modes de résonance simulés par éléments finis. Le mode (f) présentant un nœud au centre de la structure n'apparaît pas sur la courbe (a). Le mode (e) est le mode dans le plan recherché dans cette étude.

Dans le cas de la poutre, une information supplémentaire vient de l'asymétrie de la structure. Le mode *f* (Figure IV-11) présente un nœud de vibration au centre de la poutre, ce dernier n'est donc pas détectable électriquement lors de la mesure sur l'électrode centrale. En

revanche, il apparaît nettement lors de la mesure sur une électrode extérieure. La courbe issue de la mesure optique (c) est une moyenne des déplacements hors plan mesurés sur toute la structure. Le mode dans le plan (e) y est visible alors qu'il est supposé dans le plan. Cela peut s'expliquer par la faible raideur de la structure associé à la présence d'ancrages non ponctuels au niveau des nœuds de vibration du mode. Une composante hors-plan est ainsi mesurable.

II.5. Conclusion sur les caractérisations de composants témoins.

En mettant en regard les caractérisations électriques et optiques avec la simulation par éléments finis des composants témoins, nous sommes capables d'associer les pics de résonances observés avec un mode de vibration. L'identification du mode elliptique, vibrant uniquement dans le plan, est réalisée électriquement. Nous verrons dans la suite de ce manuscrit comment accéder à l'amplitude de vibration mécanique dans le plan des sondes résonnant suivant ce mode.

Les études en température, en pression, et sur la largeur des ancrages ont confirmé la présence de nombreux paramètres influant sur la valeur de coefficient de qualité. Des travaux de simulation ayant pour but sa meilleure prédiction sont toujours à l'œuvre.

Ces composants ont également servi à la mise en place et à la compréhension de la mesure « active ». Le montage est actuellement transféré sur carte électronique pour avec pour finalité l'obtention d'un boîtier pour la mesure de MEMS qui pourra servir à d'autres projets.

L'expérience acquise sur les composants témoins est mise à profit sur l'étude des sondes proprement dites. Le paragraphe suivant traite des mécanismes de défaillance des sondes et du rendement associé au procédé de fabrication. Il définit les tests aboutissant au choix des sondes pour les premières expériences d'AFM misent en œuvre durant ces travaux.

III. Sélection des sondes et mécanismes de défaillance

L'étude du rendement de la technologie de fabrication des sondes sur substrat est une étape préliminaire et nécessaire à la mise en place des expériences d'AFM. Au-delà d'une étude statistique permettant de conclure quant à la robustesse du procédé, l'étude systématique de chaque composant permet de choisir ceux qui seront plus à même de donner des résultats en AFM. Les sondes de type MEMS sont principalement soumises à deux sources de défaillances : mécanique et électrique.

- La défaillance mécanique est due à l'existence d'un défaut dans la structure du résonateur, dont le plus couramment rencontré est la pointe brisée à divers endroits de sa longueur. La détection de ce problème est purement visuelle, aussi un contrôle de chaque structure au microscope électronique, permet de présélectionner les sondes.
- La défaillance électrique ne s'observe que lors de l'étude de la résonance et se caractérise principalement par un court-circuit entre une électrode et le résonateur.

L'étude des sondes est donc réalisée en deux étapes : une cartographie au microscope électronique afin d'identifier les sondes susceptibles de fonctionner, puis la caractérisation électrique de ces composants uniquement. La Figure IV-12 donne un aperçu des différentes géométries en leur associant leur courbe de résonance. Le rendement final est calculé en toute fin et chaque sonde fonctionnelle est identifiée et peut être utilisée pour des expériences d'AFM.

Sur le substrat le plus abouti, après passage au microscope, on dénombre 50% de structures susceptibles d'être utilisées. Le rendement total, toutes géométries confondues, après mesure électrique est de 19%. Il faut relativiser ce rendement en prenant en considération la présence de structures moins robustes telles que les poutres dans le plan ou les résonateurs en anneau de plus faible rayon externe ($15\mu\text{m}$) pour lesquels la technologie n'a pas été optimisée. Aussi, en calculant le rendement sur uniquement le type « anneau $30\mu\text{m}$ de rayon externe », géométrie optimale dans le cadre de ce procédé, ce dernier atteint 27%. Le démarrage d'un nouveau procédé ne mettant en jeu qu'un seul type de composant par substrat permettrait une étude plus fine du rendement de fabrication.

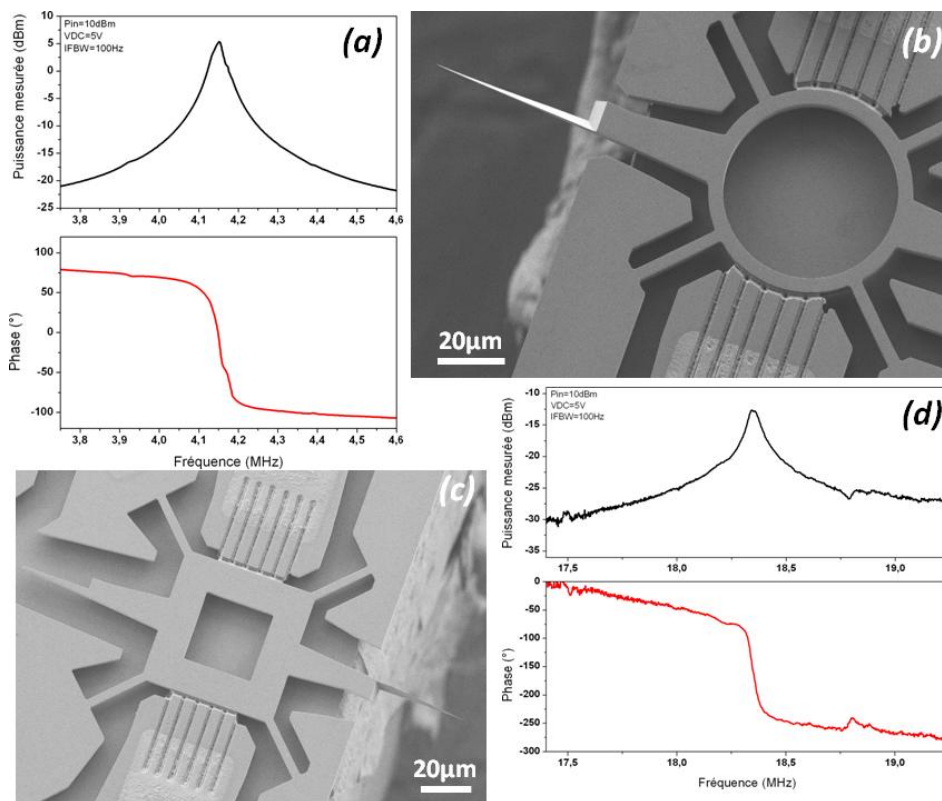


Figure IV-12 (a) Mesure active (module et phase) de la sonde illustrée en (b) résonant autour de 4MHz (mode elliptique d'un anneau $R_E=30\mu\text{m}$ et $R_I=25\mu\text{m}$). (d) Mesure active (module et phase) de la sonde illustrée en (c) résonant autour de 18MHz (mode de Lamé d'un carré évidé de $60\mu\text{m}$ de côté)

IV. Premières expériences d'AFM

IV.1. Mise en place de l'expérience

IV.1.1 Choix de la sonde

Un microscope AFM traditionnel inclut, en plus de l'élément sensible « levier+pointe » : un scanner permettant de déplacer précisément l'échantillon sous la pointe (ou l'inverse) afin de reconstituer une image et une électronique de contrôle. Le traitement du signal, permettant entre autre de réaliser les contre-réactions nécessaire au fonctionnement des modes AM et FM, est réalisé en partie à l'aide une détection synchrone fournissant le signal d'excitation à la sonde et mesurant le signal de retour. La Figure IV-13 rappelle le schéma d'une expérience d'AFM traditionnelle et met en regard notre montage équipée d'une sonde MEMS.

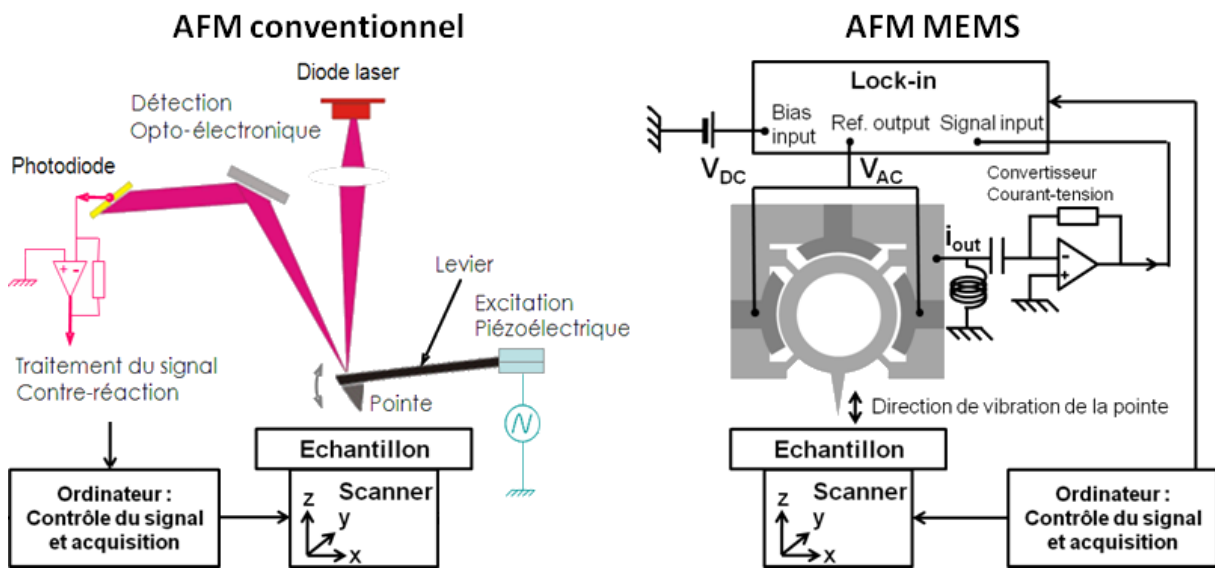


Figure IV-13 Comparaison entre l'AFM commercial et ce même AFM modifié pour utiliser des sondes MEMS. Dans le premier cas, un levier équipé d'une pointe est mis en vibration. Un système optique permet la mesure de la déflexion du levier. Un scanner de marque Veeco porte l'échantillon à imager et une électronique de marque Nanonis permet l'acquisition du signal, le contrôle de la vibration du levier et la commande du scanner.

Pour réaliser l'AFM à base de MEMS, le scanner et l'électronique de traitement sont conservés. La sonde est placée à la verticale de l'échantillon et une électronique proche permet l'interfaçage avec le système Nanonis.

Indépendamment de la méthode de transduction, il faut donc que le signal provenant de la sonde soit dans la bande passante de cette détection synchrone. L'électronique de marque Nanonis, acquise en même temps qu'un scanner de marque Veeco dans le cadre du projet, possède une bande passante de 5MHz. Cette limite permet de traiter directement les signaux des leviers, qu'ils soient commerciaux ou expérimentaux, car la fréquence de travail proche de la résonance est bien en dessous de 5MHz. Cependant, les sondes conçues dans le cadre de cette thèse couvrent un ensemble de fréquence de résonance entre 4 et 50MHz et ne peuvent

donc pas toutes être utilisées directement avec cette détection synchrone. Dans un premier temps, ce sont donc les sondes résonant à plus basses fréquences qui sont préparées pour la démonstration d'imagerie AFM. Nous verrons plus loin les solutions à appliquer dans le cas des résonateurs à haute fréquence.

Le résonateur utilisé ici, et présenté sur la Figure IV-14, est issu de la première génération de composant. La pointe présente un rayon de courbure important (environ 50nm) dont l'aspect provient de la non-protection des pointes jusqu'à la fin du procédé, comme décrit dans le chapitre précédent (Ch3.V).

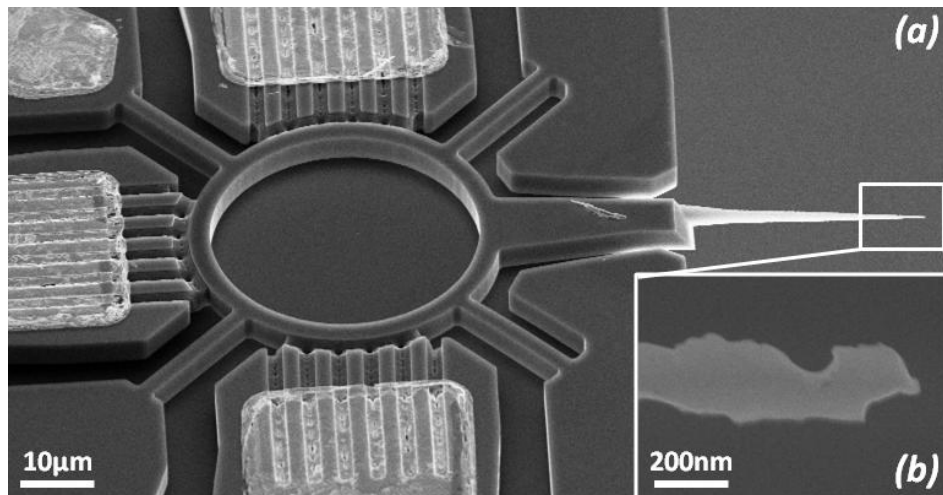


Figure IV-14 Image MEB du résonateur utilisé pour les premières expériences d'AFM. (a) Vue globale. (b) Zoom sur la pointe, l'absence de protection jusqu'à la fin du procédé engendre des dégradations de l'apex. Le rayon de courbure estimé est de 50nm.

Ce composant résonne suivant le mode elliptique autour de 4,4MHz. Cette fréquence de résonance se situe donc bien dans la bande passante de la détection synchrone Nanonis et permet son intégration sans ajouter de complexité dans le traitement du signal provenant du MEMS. La courbe sur la Figure IV-15 permet d'observer la résonance sur le paramètre S_{21} , la mesure « active » n'étant pas encore disponible à ce moment.

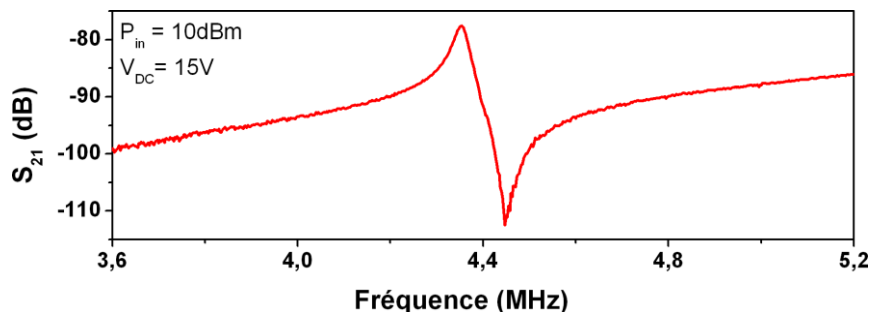


Figure IV-15 Courbe de résonance de la sonde mesurée en transmission (paramètre S_{21}). La fréquence du mode elliptique se situe autour de 4,4MHz.

La tête AFM est l'élément supportant le levier et permettant son remplacement aisé. Elle intègre l'actionneur piézoélectrique, le laser de mesure, les miroirs et la photodiode. Un connecteur permet enfin la reprise des signaux et la liaison avec la détection synchrone. Dans notre cas, la géométrie de nos composants est très éloignée des leviers conventionnels et le passage au « tout électrique » demande la conception d'une tête dédiée.

IV.1.2 Description de la tête AFM

La tête réalisée à l'IEMN pour les expériences d'AFM est composée de deux parties :

- Une pièce mécanique assurant la liaison avec la scanner Veeco
- Un circuit imprimé présentant un port pour connecter les résonateurs montés sur circuit ainsi qu'une électronique de proximité permettant d'annuler en partie la capacité de couplage direct apparaissant entre les électrodes d'entrée et de sortie.

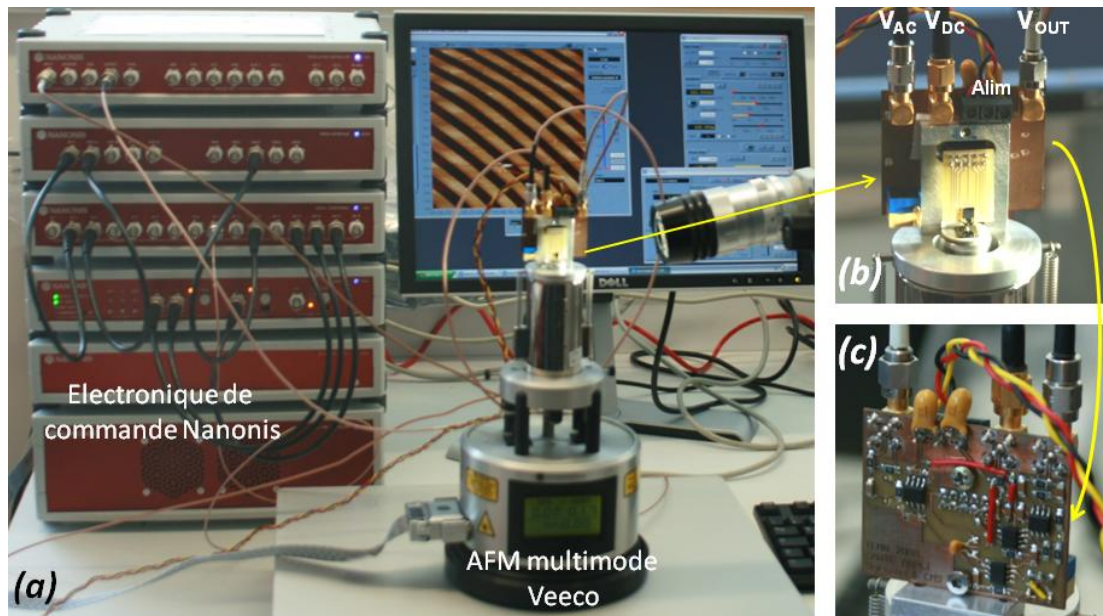


Figure IV-16 Photographies du premier montage AFM permettant l'utilisation des sondes MEMS. (a) Vue générale : l'électronique de commande Nanonis permet l'excitation du MEMS (V_{AC} et V_{DC}) et le traitement du signal de retour (V_{out}) à l'aide de la détection synchrone intégrée. Elle réalise également le contrôle du scanner multimode Veeco. (b) Zoom sur la carte portant le MEMS au-dessus d'un échantillon. (c) La face arrière du support contient l'électronique permettant l'annulation de la capacité de couplage.

Le schéma de principe de ce circuit est présenté sur la Figure IV-17. Un premier étage suiveur isole l'entrée du montage de la source d'excitation et inverse le signal. Puis le signal est partagé sur deux branches : une première, constituée d'un deuxième inverseur et d'un té de polarisation, permet l'excitation du résonateur tandis que la seconde branche est constituée d'un étage compensateur. Le rôle de cet étage est de générer un courant à l'aide d'une tension variable et d'une capacité qui va être en opposition de phase avec le courant de sortie du résonateur. La somme des courants de sorties de l'étage compensateur et du résonateur permet

d'annuler la contribution de la capacité fixe de couplage parasite. Le signal résultant, à savoir la part venant de la capacité variable du résonateur, est amplifié à l'aide d'un convertisseur courant-tension.

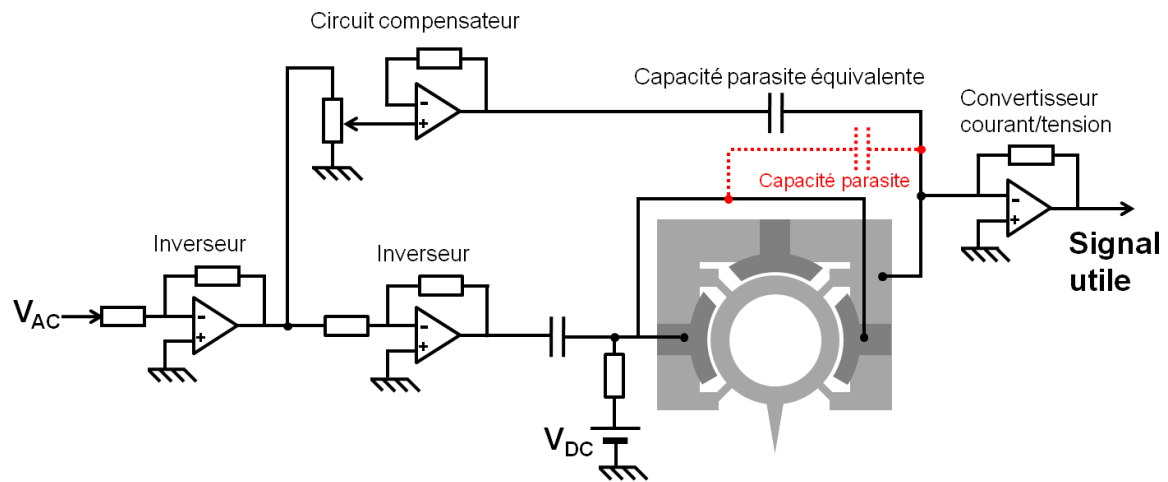


Figure IV-17 Schéma du circuit intégré à notre tête AFM permettant l'annulation de la capacité parasite et amplifiant le signal utile provenant du MEMS.

Ce dernier étage d'amplification est réalisé avec un amplificateur opérationnel OPA657U. Le gain est de 100kV/A sur la bande passante et le bruit en courant de l'amplificateur donné par le constructeur est de $1,2\text{fA/Hz}^{1/2}$, ce qui est bien en deçà du bruit thermique des composants de la contre-réaction.

IV.1.3 Courbe d'approche-retrait

Avant de réaliser l'image d'une surface, des « approches-retraits » sont réalisés. Ce type d'expérience, commune dans le domaine de l'AFM, permet d'observer les variations de l'amplitude de vibration lors du contact entre la pointe et la surface. Pour ce faire, une fois que l'approche de la sonde vers la surface a été réalisée et que le mode « tapping » est engagé, la boucle de contre-réaction est ouverte et le piézo Z (contrôlant la distance pointe-surface) recule d'une distance donnée (ici 10nm) pour ensuite approcher de la surface et se retirer. La boucle de contre-réaction est alors rétablie. Afin de minimiser les risques de destruction de la pointe, un paramètre de sécurité est réglé sur une valeur d'amplitude donnée, permettant ainsi de déclencher le retrait de la sonde avant l'extinction complète des oscillations.

La Figure IV-18 donne un exemple de courbe d'approche-retrait réalisée sur de la résine d'une épaisseur de 100nm. Ce matériau « mou », au regard des substrats de silicium ou de mica couramment employés en AFM, a été choisi dans le but de protéger la pointe de la sonde lors de cet expérience. En cas de forte variation de la distance pointe-surface, la boucle de contre-réaction étant ouverte, une approche-retrait réalisée sur une surface dure pourrait conduire à la destruction de la pointe. Cependant la physique résultante est plus difficile à appréhender. Le polymère présentant un comportement visco-élastique. Une analyse qualitative est toutefois envisageable :

- 1- A grande distance de l'échantillon, la pointe est dans un régime libre, oscillant suivant la consigne appliquée
- 2- Lors de l'approche (courbe noire) l'augmentation de l'amplitude est due aux forces attractives
- 3- Le premier contact est enregistré lorsque l'amplitude commence à décroître, la pointe est alors en contact intermittent avec la surface de l'échantillon
- 4- On distingue alors deux régimes d'amortissement. Dans un premier temps l'amortissement augmente constamment durant l'approche, puis change brusquement de pente. D'après une étude sur la dissipation en AFM [130], plusieurs phénomènes interviennent lors de l'approche sur des surfaces molles, et notamment une augmentation brusque de la dissipation lors de la progression de l'indentation, dont la cause correspond à des processus lents par rapport à la période d'oscillation.
- 5- Enfin les oscillations sont considérées comme nulles, le signal restant étant lié au couplage parasite.
- 6- Le chemin de retour (en rouge) subit les mêmes phénomènes en présentant une hystérésis.

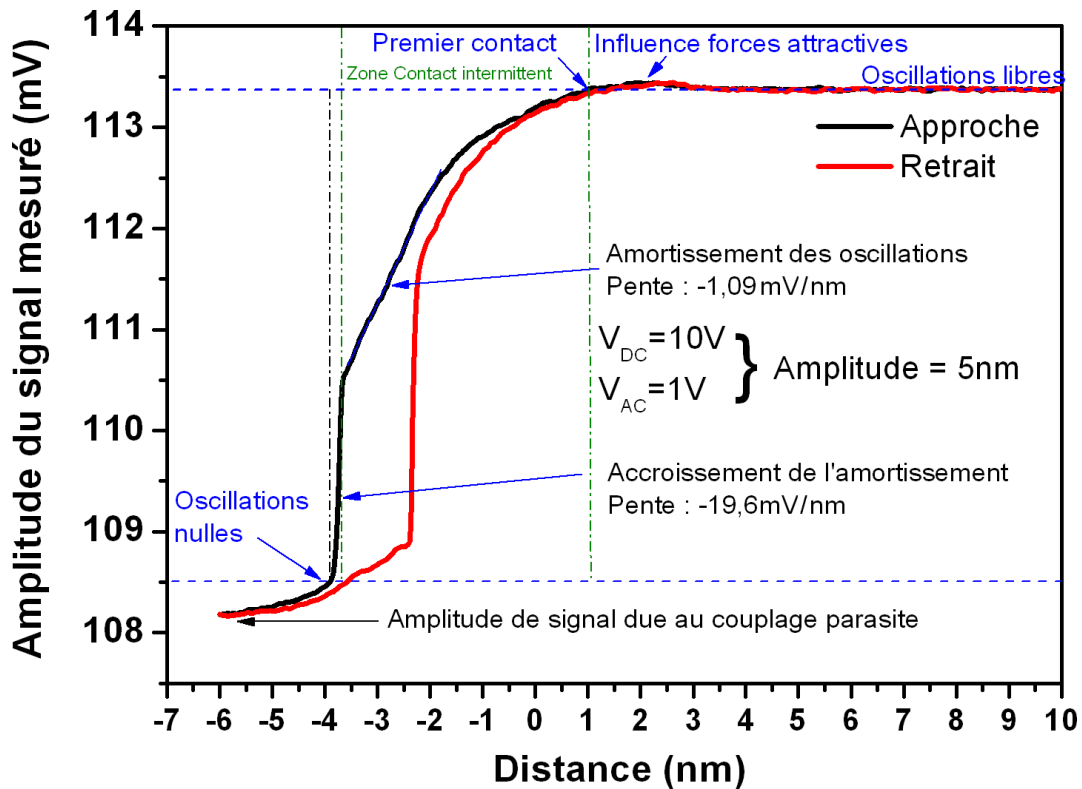


Figure IV-18 Courbe d'approche-retrait sur une surface de résine. La distance pour aller jusqu'à l'extinction du signal est de 5nm.

IV.1.4 Imagerie d'échantillons témoins à l'air

Des échantillons témoins sont réalisés en résine sur substrat de silicium. La résine, d'une épaisseur de 100nm, est écrite au masqueur électronique et des motifs d'une largeur de 100nm sont obtenus après développement. L'écriture électronique permet un bon contrôle de la résolution latérale des motifs donnant ainsi un bon moyen d'étalonner les images AFM. Une portion du masque utilisé est présentée sur la Figure IV-19. Les motifs varient entre de lignes de différentes largeurs et des « logos ».

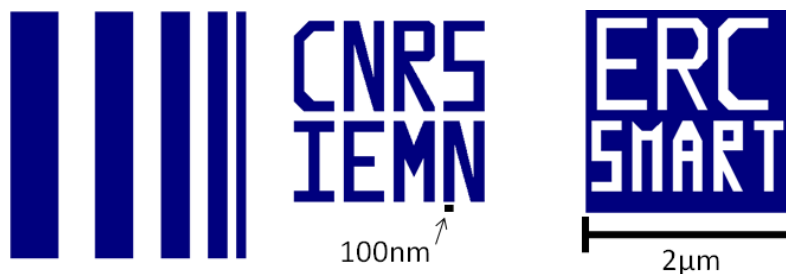


Figure IV-19 Portion du dessin écrit sur la résine électronique afin de servir d'échantillon témoin pour les premières expériences d'AFM. Les motifs les plus fins ont une largeur de 100nm.

Afin de faciliter les expériences d'AFM, la densité de motifs est suffisamment importante pour que lors d'une image basse résolution de $5\mu\text{m}$ par $5\mu\text{m}$, on puisse identifier la présence

d'un motif (faisant quant à eux $2 \times 2 \mu\text{m}$). En quelques minutes un motif est sélectionné, et une image de plus grande résolution peut être réalisée.

La Figure IV-20 présente les premières images obtenues en microscopie à force atomique grâce aux sondes basées sur les résonateurs en mode de volume fabriqués au cours de cette thèse. Ces images sont réalisées à une vitesse de balayage de $1 \mu\text{m/s}$ pour 512×512 lignes pour une surface de $2,5 \mu\text{m}$ par $2,5 \mu\text{m}$.

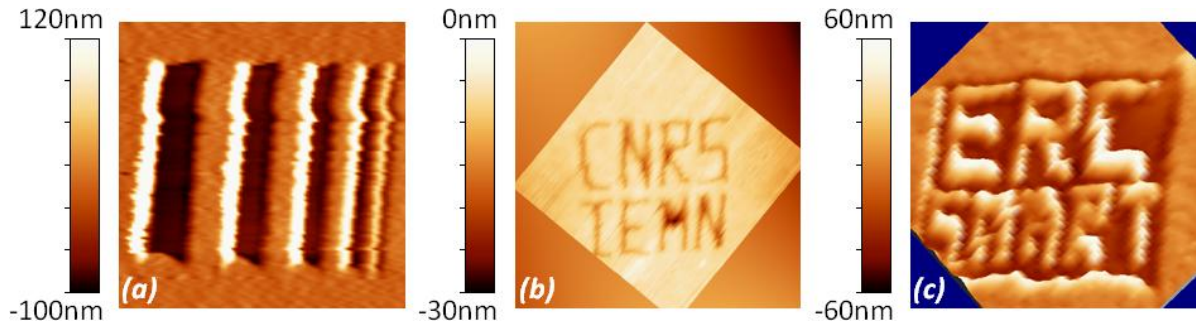


Figure IV-20 Premières images AFM réalisées lors de ces travaux sur des échantillons de résine sur silicium (épaisseur de résine : 100nm). Une sonde fonctionnant à $4,4\text{MHz}$ est utilisée. Les motifs les plus fins font 100nm de large. Image de 512 lignes (512 pixels par ligne) réalisée avec une vitesse de balayage de $1 \mu\text{m/s}$ sur une surface de $2,5 \mu\text{m}$ par $2,5 \mu\text{m}$. Les échelles d'altitudes sont associées à chaque image. Pour l'image centrale, le fond des motifs n'est pas atteint par la pointe.

La durée des acquisitions étant assez grande (environ 20min) les dérives de la tête maintenant le circuit et la sonde sont identifiables sur les images à travers les oscillations latérales qu'elles présentent. La rigidité mécanique du support est donc insuffisante pour de l'imagerie haute résolution ou des acquisitions rapides d'un même motif. D'autre part, la résolution est limitée par le rayon de courbure de la pointe, proche de la largeur des motifs les plus fins.

IV.1.5 Sensibilité en force

Au chapitre 1, la formulation générale de la sensibilité en force a été donnée (éq. (I.8)). Ce paragraphe donne l'approche expérimentale permettant de remonter à ce paramètre. La sensibilité en force ΔF s'exprime en $\text{N}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ est le produit de la raideur effective par la résolution en amplitude sur le facteur de qualité [11] :

$$\Delta F = \frac{k_e \cdot \Delta A}{Q} \quad (\text{IV.4})$$

L'amplitude de vibration peut être mesurée de deux manières déjà détaillées dans ce manuscrit : à l'aide d'une mesure optique de vibrométrie ou par des expériences d'approche-retrait vers une surface une fois le résonateur monté sur l'AFM. Une fois le rapport entre l'amplitude de vibration mécanique et l'amplitude du signal mesuré électriquement connu, la résolution de la mesure électrique donne la résolution en amplitude de vibration :

$$\Delta A = \frac{A(nm)}{A(V)} \cdot A_{\min}(V/\sqrt{Hz}) \quad (IV.5)$$

Dans le cas des premières images AFM obtenue, la sensibilité en force estimée est de $200\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$. La raideur et le facteur de qualité étant fixés par la géométrie de la structure et le mode de vibration employé, les efforts pour augmenter la sensibilité en force doivent se concentrer l'augmentation du rapport signal sur bruit de la mesure électrique. L'utilisation de la mesure « active » conjointement avec le montage AFM devrait aller dans ce sens.

V. Démonstration d'AFM haute fréquence sur des échantillons biologiques

V.1. Introduction à la mesure « active » pour l'AFM

L'utilisation de la mesure « active » faisant appel à un signal RF, le circuit supportant la sonde doit être modifié afin de permettre la transmission de ce signal. Ce principe de mesure découplant l'excitation de la détection, il n'y a plus besoin de compenser la capacité de couplage. Finalement, le circuit supportant le MEMS se résume à deux lignes micro-rubans faisant le lien entre le composant et des connecteurs SMA.

Dans la suite, un composant de type anneau, et résonant au voisinage de 11MHz est monté sur le circuit support. L'étude complète de cette sonde, notamment l'aide de mesure optique, et son intégration dans l'AFM concluront ce manuscrit.

V.2. Caractérisations optiques et électriques d'une sonde à 11MHz

Dans le but d'obtenir précisément l'amplitude de vibration dans le plan pour une excitation donnée, le montage expérimental présenté en Figure IV-21 et schématisé sur la Figure IV-22(a) est mis en place.

Il permet de mesurer conjointement, à l'aide d'un analyseur de réseau, la sortie de la mesure active et le signal provenant du vibromètre dont le coefficient de conversion est connu. Ainsi, l'amplitude de vibration mesurée peut être mise en rapport avec le signal électrique acquis lors d'une excitation pourvue par l'analyseur.

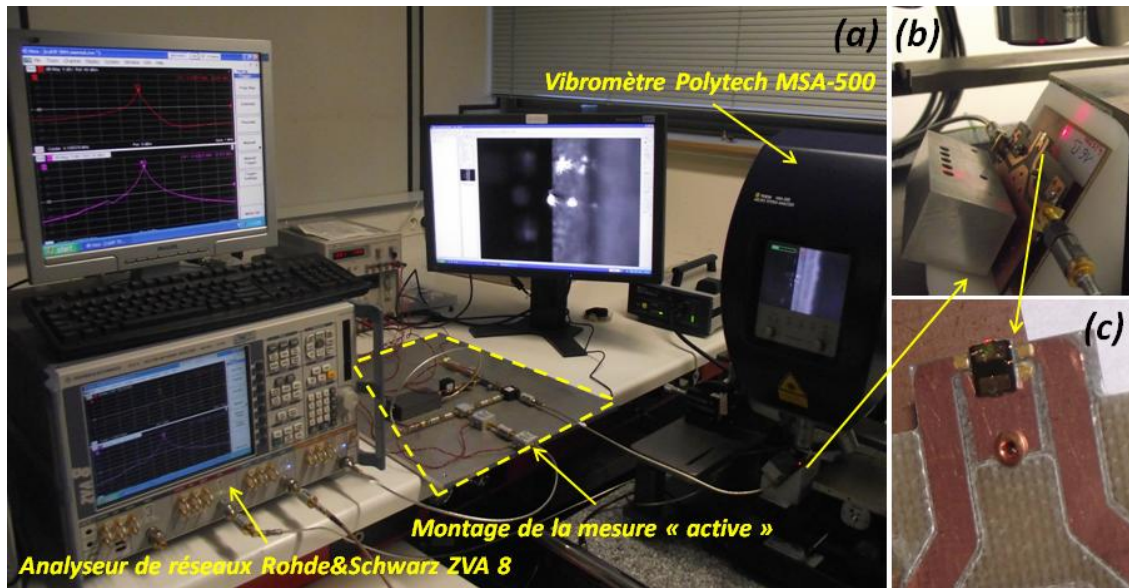


Figure IV-21 Photographies de la mesure optique de l'amplitude de vibration réalisée conjointement avec la mesure active. (a) Vue d'ensemble de l'expérience. (b) Le composant monté sur un support et placé à $54,7^\circ$ sous le laser de mesure. (c) Zoom sur la sonde, le laser de mesure pointe sur la zone réfléchissante du support de pointe.

Comme indiqué sur la Figure IV-22(b), la pointe présente une surface réfléchissante dans l'axe du mouvement. Cette zone permet de pratiquer une mesure par vibrométrie laser de l'amplitude de vibration. Cette surface apparaît suite à la gravure de la pointe lors de l'attaque chimique, le plan de silicium visible est donc le plan $\langle 111 \rangle$. Pour obtenir le maximum de réflexion du laser de mesure, la surface présentée au laser doit être normale au rayon incident. Pour cela, la sonde n'est pas placée verticalement, mais sur un support faisant un angle de $54,7^\circ$ avec le plan horizontal Figure IV-21(b). La valeur mesurée par vibrométrie laser sera ensuite divisée par un facteur de correction correspondant au sinus de cet angle, afin d'obtenir la composante de déplacement dans le plan du substrat.

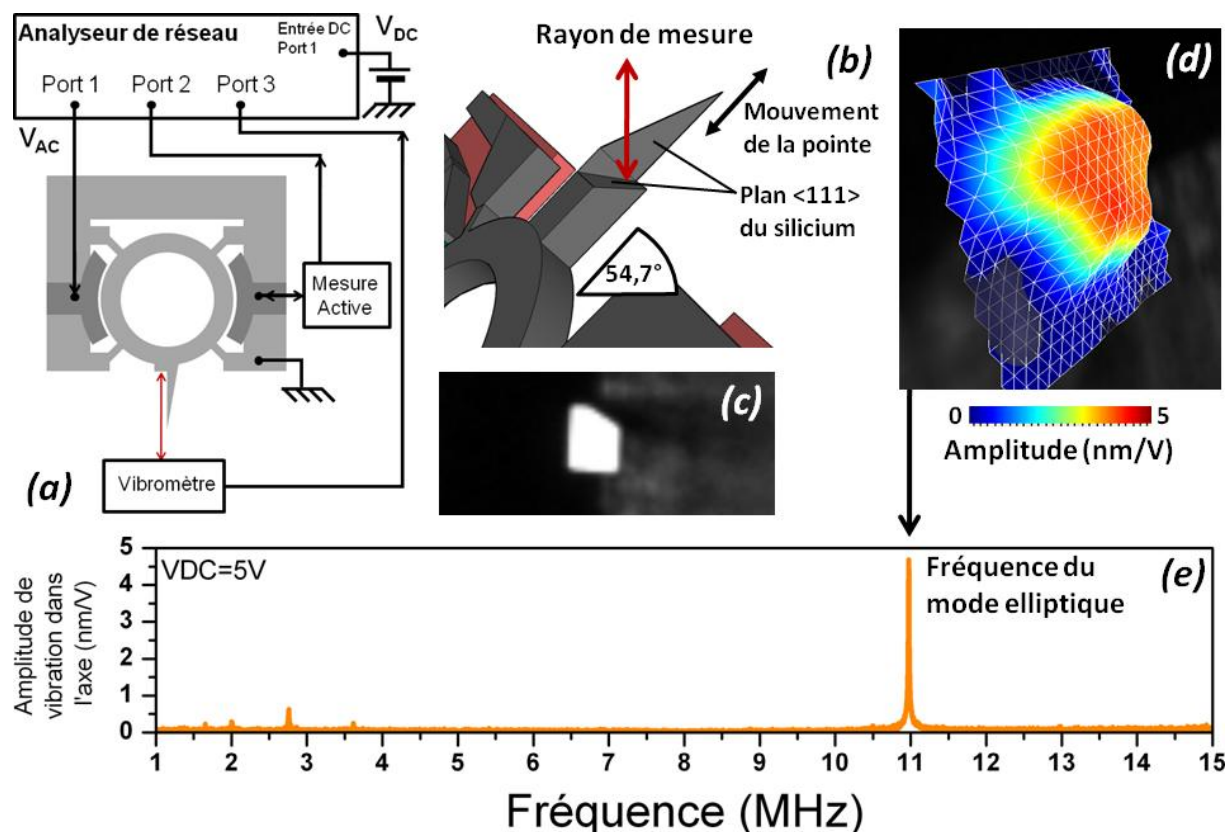


Figure IV-22 Mesure de l'amplitude de vibration dans l'axe de la pointe et dans le plan du substrat. (a) Schéma de la mesure optique de l'amplitude de vibration de la pointe. (b) Schéma de la mesure. La surface réfléchissante étant constituée du plan <111> du silicium, le composant est placé à $54,7^\circ$ afin de présenter une surface plane au laser. Un coefficient de correction est appliqué pour obtenir la composante dans le plan. (c) Image optique de la surface permettant de pointer le laser de mesure. (d) Image 3D obtenue par la mesure optique, la vibration est normale à la surface. (e) Spectre de l'amplitude de vibration dans l'axe de la pointe en nm par volt (RMS) d'excitation.

Le spectre mesuré sur la Figure IV-22(e) montre que c'est à la fréquence du mode elliptique que l'amplitude de vibration dans l'axe de la pointe est la plus grande. L'amplitude, après correction due à l'angle de mesure, vaut 5nm par volt (RMS) d'excitation pour une tension de polarisation de 5V.

Afin d'étudier le mouvement de la pointe dans l'espace, le même type de mesure optique est réalisé sur ses autres faces. L'échantillon placé à l'envers permet, du fait de la prééminence de la pointe, de placer le laser sur sa face arrière. Le spectre d'amplitude obtenu est normé par l'amplitude de vibration de la pointe dans l'axe à la fréquence du mode elliptique mesurée précédemment. Tout d'abord, il faut relever le fait qu'à la fréquence du mode elliptique, la pointe a également un mouvement hors-plan au moins aussi grand que son mouvement dans l'axe. Cela n'est pas en soi un problème pour l'imagerie AFM, l'amplitude d'oscillation hors-plan étant petite devant le rayon de courbure de la pointe.

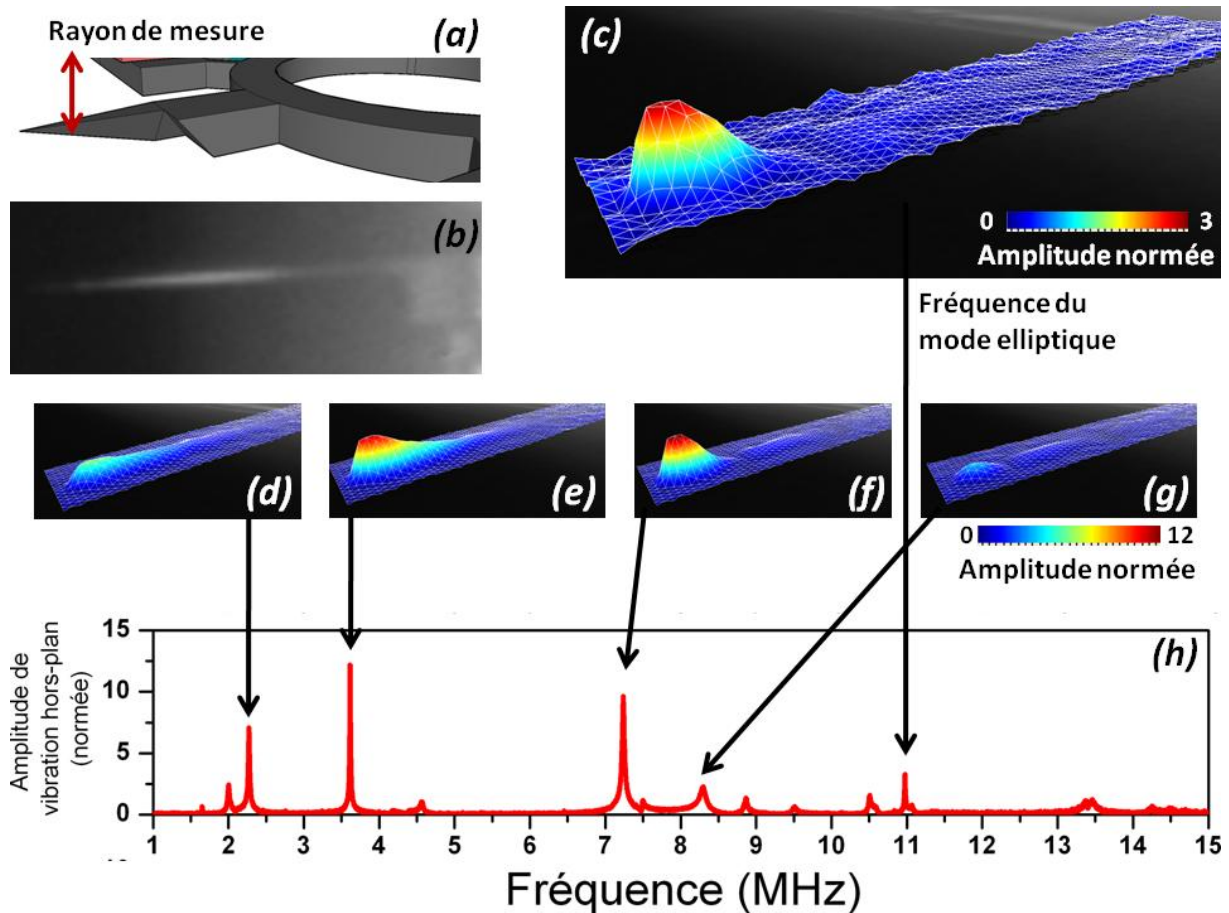


Figure IV-23 Mesure de l'amplitude de vibration hors-plan. (a) Schéma de la mesure : le composant est placée à l'envers avec son support. La pointe étant proéminente, il est possible d'effectuer une mesure optique sur l'ensemble de sa surface inférieure. (b) Image optique de la face arrière de la pointe. (c) Mode de vibration à la fréquence de résonance. L'amplitude est normée par l'amplitude de vibration dans l'axe pour la même tension de polarisation. La composante hors-plan est de l'ordre de 3 fois celle dans le plan à la fréquence du mode elliptique. (d) (e) (f) et (g) Autres modes de résonance hors-plan de la pointe. (h) Spectre de l'amplitude de vibration hors-plan de la pointe normée par l'amplitude de vibration dans l'axe à la fréquence du mode elliptique.

Pour finir, le support à $54,7^\circ$ est à nouveau utilisé pour présenter la face intérieure de la pointe au laser de mesure (Figure IV-24(a)). En appliquant le même facteur de correction que précédemment, l'amplitude de vibration latérale de la pointe est obtenue. Plusieurs modes de vibration sont observables. Sur la Figure IV-24 apparaissent des modes possédant : un ventre (c), deux ventres (d) et trois ventres (e) de vibration. A la fréquence du mode elliptique, la pointe ne résonne pas suivant un mode particulier dans cette direction. L'amplitude de vibration latérale est petite devant celle dans l'axe et celle hors-plan.

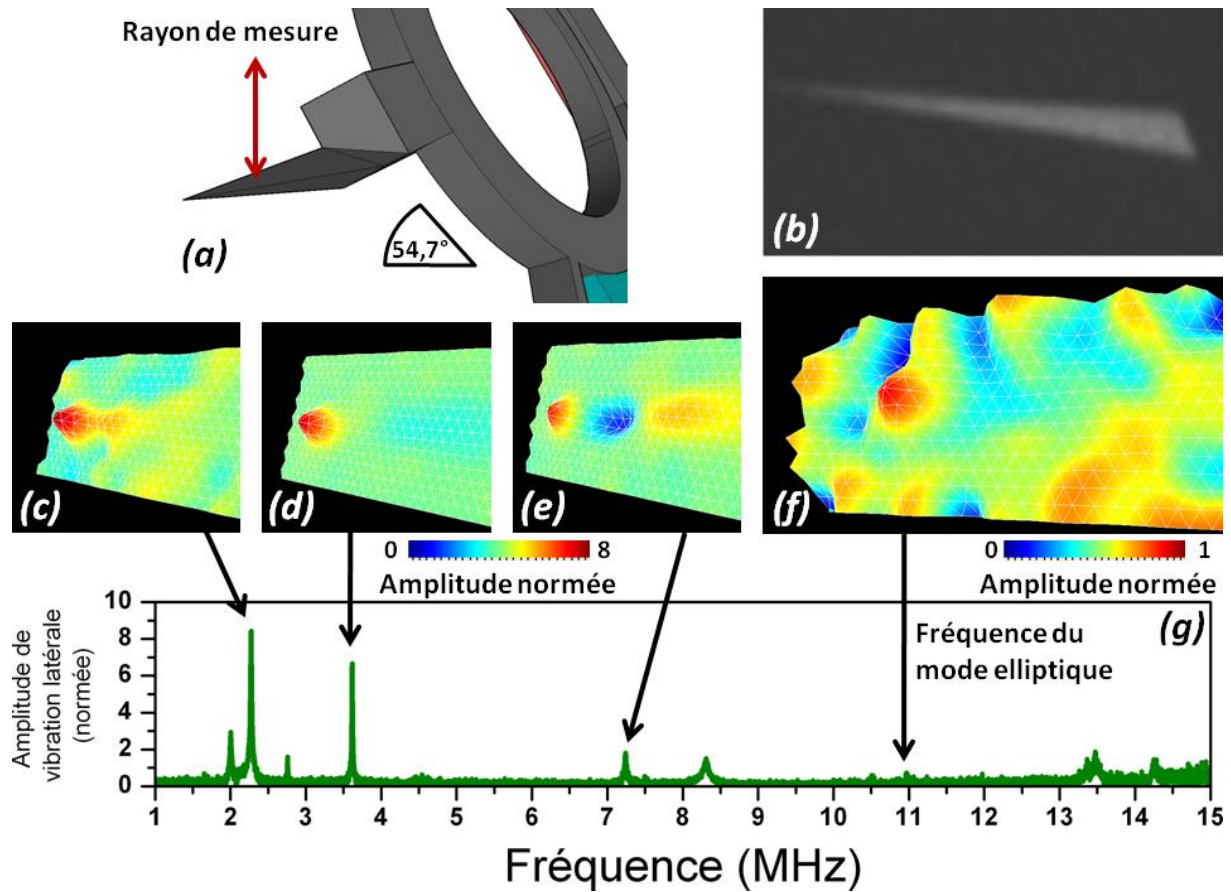


Figure IV-24 Mesure de l'amplitude de vibration latérale de la pointe. Le plan intérieur de la pointe est le plan $\langle 111 \rangle$ du silicium. En inclinant le composant sur le côté d'un angle de $54,7^\circ$, le plan est normal au laser de mesure. (b) Image optique du plan intérieur de la pointe. (c) (d) (e) Premier, second et troisième mode de résonance de la pointe dans la direction de mesure. (f) A la fréquence de résonance de la pointe, un maximum d'amplitude apparaît à l'extrémité. Cependant l'amplitude de vibration reste faible devant celle dans le plan (Figure IV-22c) et hors-plan (Figure IV-23c). (g) Spectre de l'amplitude de vibration latérale de la pointe.

La Figure IV-25 résume les résultats et fait apparaître le spectre obtenu par la mesure électrique. Le facteur de qualité mesuré est de 1300. Il existe des modes de vibration de la pointe qui n'apparaissent pas sur ce spectre. Ces modes propres de la pointe, notamment à basse fréquence, sont à prendre en compte dans le cas d'imagerie rapide. Il faudra éviter d'exciter des modes de la pointe lors du balayage. Lors d'une simulation par éléments finis de la structure, on remarque selon les géométries, la présence d'un mouvement latéral ou d'un mouvement hors-plan. La conception de la prochaine génération de sonde devra s'attacher à diminuer ce couplage de modes.

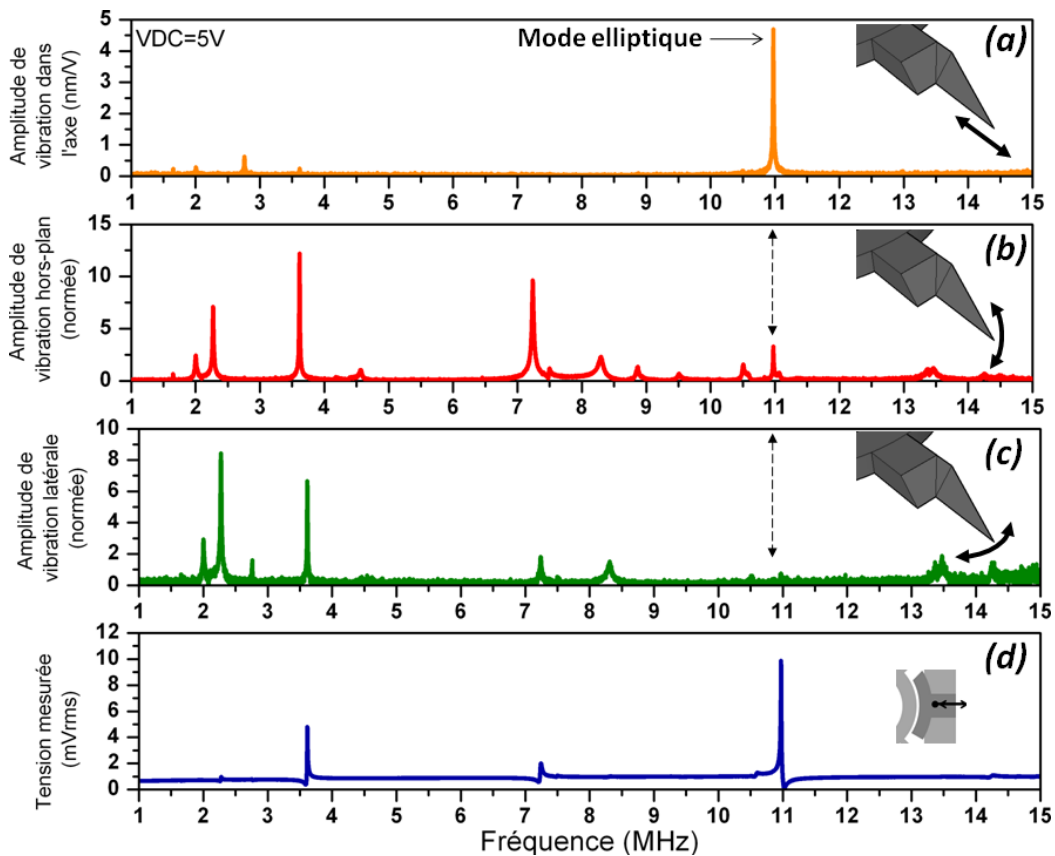


Figure IV-25 Synthèse des mesures optiques réalisées sur la pointe et confronté avec la mesure électrique (d). (a) Vibration dans l'axe de la pointe, (b) vibration hors-plan (c) vibration latérale. Les courbes (b) et (c) sont normées par l'amplitude de vibration de la pointe dans son axe, à la fréquence du mode elliptique.

Les caractérisations électriques et optiques des composants témoins ont mis en évidence les principales dérives du procédé de fabrication et donné des pistes pour son amélioration. Fort d'une première expérience d'AFM avec un composant issue de la première version du procédé technologique et ne bénéficiant pas de la mesure « active », il nous est possible de proposer une version plus aboutie d'expérience AFM mettant en jeu les sondes à base de MEMS. L'utilisation conjointe de sondes présentant un plus faible rayon de courbure au niveau de l'apex de la pointe et de la mesure « active » nous permet de pousser plus loin les expérimentations. Elles feront l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

V.3. Imagerie à 11MHz

V.3.1 Utilisation de la mesure active pour l'AFM

La mesure « active » utilisant un signal RF, il a été nécessaire de modifier le circuit servant de support à la sonde comme précisé ci-dessus (V.1). Cela nous conduit à modifier également la pièce mécanique assurant la liaison avec le scanner. La nouvelle pièce est plus rigide que la précédente. La première était trop sensible aux vibrations transmises par l'intermédiaire des câbles reliant la carte à l'électronique de traitement.

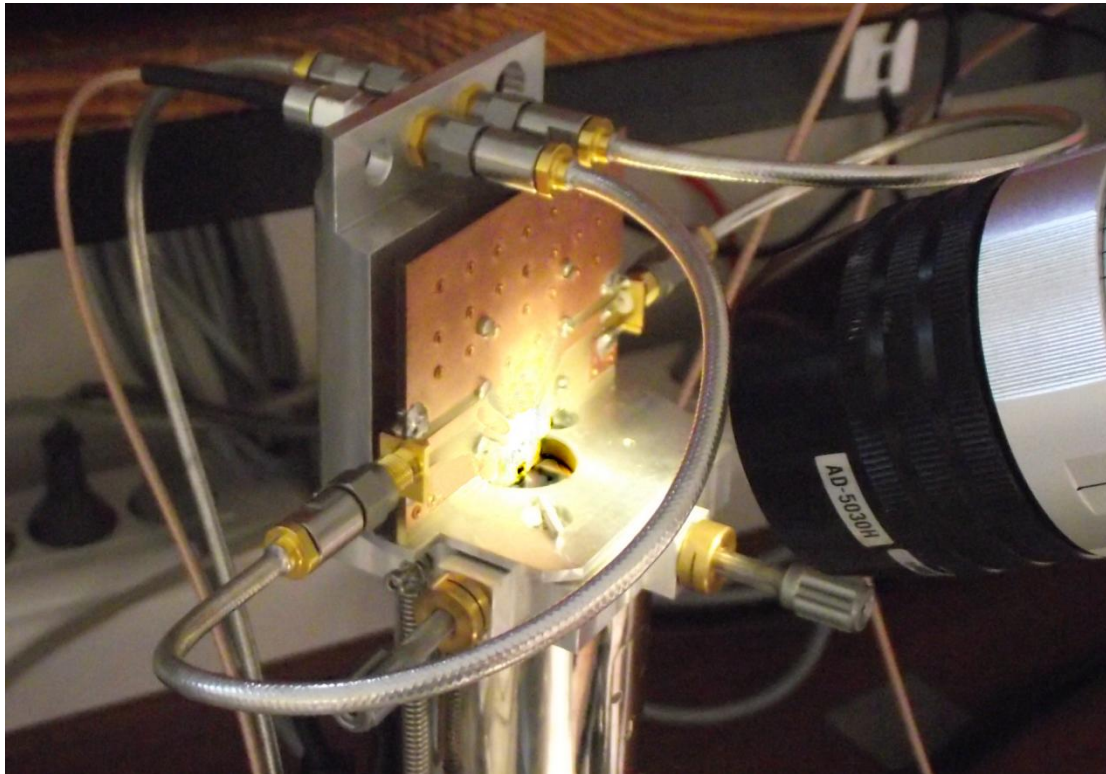


Figure IV-26 Photographie de la sonde montée sur carte. La carte est montée sur le support mécanique et le tout est assemblé au scanner du microscope (Veeco Multimode). Seuls deux accès électriques sont nécessaires : excitation (AC+DC) et détection RF, l'anneau étant mis à la masse par microsoudure.

V.3.2 Montage hétérodyne permettant l'utilisation de sonde haute fréquence

La fréquence de résonance maximale des sondes utilisables directement avec la détection synchrone Nanonis est toujours de 5MHz. Ce problème est contourné à l'aide d'un montage hétérodyne : le signal d'excitation à la fréquence de résonance du MEMS est généré en mixant la fréquence fixe d'un oscillateur local à 10MHz et une fréquence ajustable autour de 1MHz fournie par la détection synchrone Nanonis. Ceci permet de balayer en fréquence dans la bande passante de l'appareil et d'exciter le résonateur suivant différents points. L'opération inverse, à savoir la démodulation du signal venant du MEMS doit être également effectuée avant l'entrée de la détection synchrone. Le même oscillateur local est utilisé et le signal utile ramené autour de 1MHz. La Figure IV-27 donne un schéma du montage utilisé.

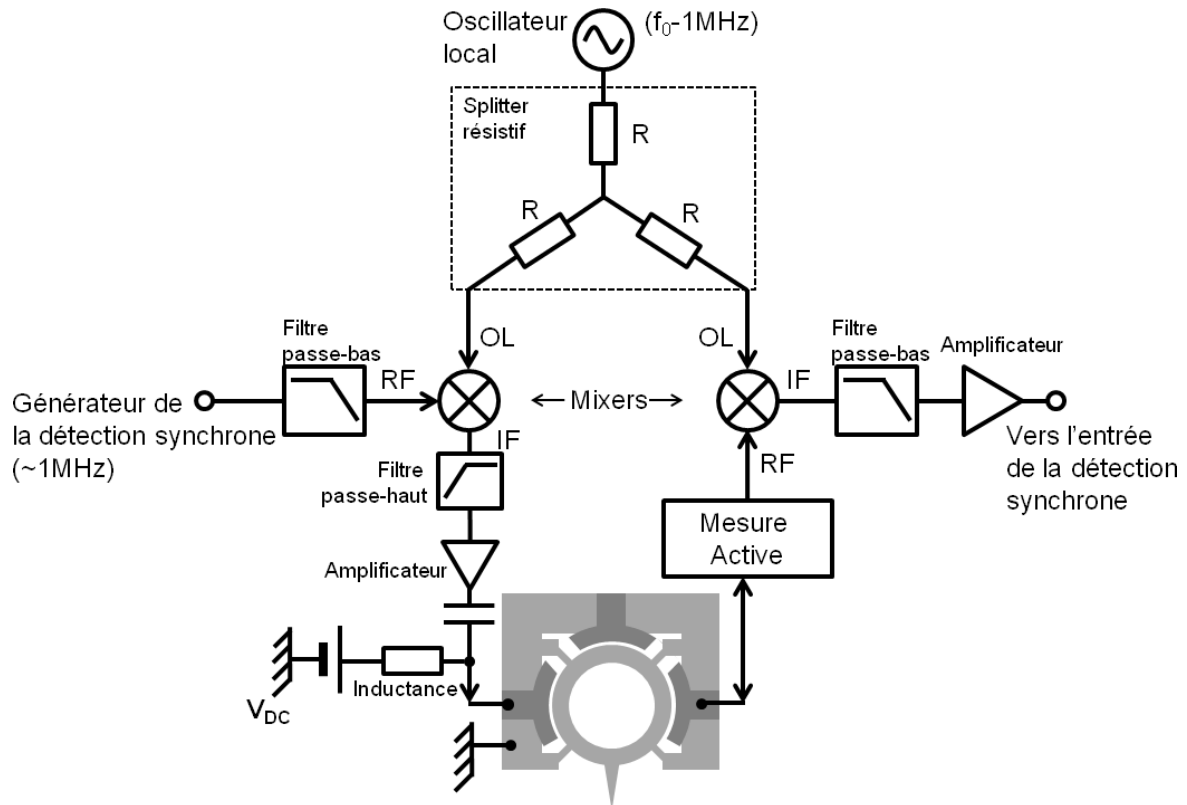


Figure IV-27 Schéma du montage hétérodyne permettant d'utiliser la détection synchrone Nanonis. Le signal fourni par ce dernier est mixé avec celui d'un oscillateur local (OL) et la fréquence de résonance du MEMS peut être atteinte. Le signal résultant est mixé avec le signal de l'oscillateur local et est réinjecté dans la détection synchrone. Afin d'avoir le même signal OL sur les deux mixers, un splitter sépare le signal. Des filtres passe-bas isolent la détection synchrone contre des signaux à plus hautes fréquences venant de l'OL. Enfin, des amplificateurs permettent d'ajuster les puissances des signaux en sortie des mixers. Comme auparavant, la sonde est polarisée par une tension continue amener travers un T de polarisation.

Avec ce montage, les expériences de microscopie AFM sont prêtes à être mener à bien. Les parties suivantes présentent les résultats obtenus avec cette sonde sur des échantillons témoins de résine et sur des échantillons biologiques.

V.3.3 *Echantillons témoins*

Le même échantillon qu'au paragraphe IV.1.4 de ce chapitre est utilisé. Pour rappel il est constitué de motif de 100nm de large pour 100nm de profondeur en résine déposée sur un substrat de silicium. La Figure IV-28 présente les résultats obtenus avec la sonde fonctionnant au voisinage de 11MHz sur des tranchées de résine. L'image topographique (*a*) et l'image du signal de phase (*b*) reproduites ici font chacune 128 lignes pour un scan de $2 \times 2 \mu\text{m}$. Ces images présentent moins de dérive mécanique que celles obtenues avec la sonde à 4,4MHz (IV.1.4). Cette amélioration est à mettre au crédit du support mécanique utilisé, beaucoup plus rigide que dans l'expérience précédente. Le contraste de phase (*b*) est difficile à interpréter. Il mesure la dissipation d'énergie lors du contact entre la pointe et l'échantillon et dépend donc

de nombreux facteurs : la viscoélasticité, l'adhésion, l'aire de contact [131]. Au premier ordre, le contraste de phase s'explique par une différence de matériaux. Aussi sur notre image, le silicium au fond des tranchées apparaît en clair tandis que la couche de résine est en foncé.

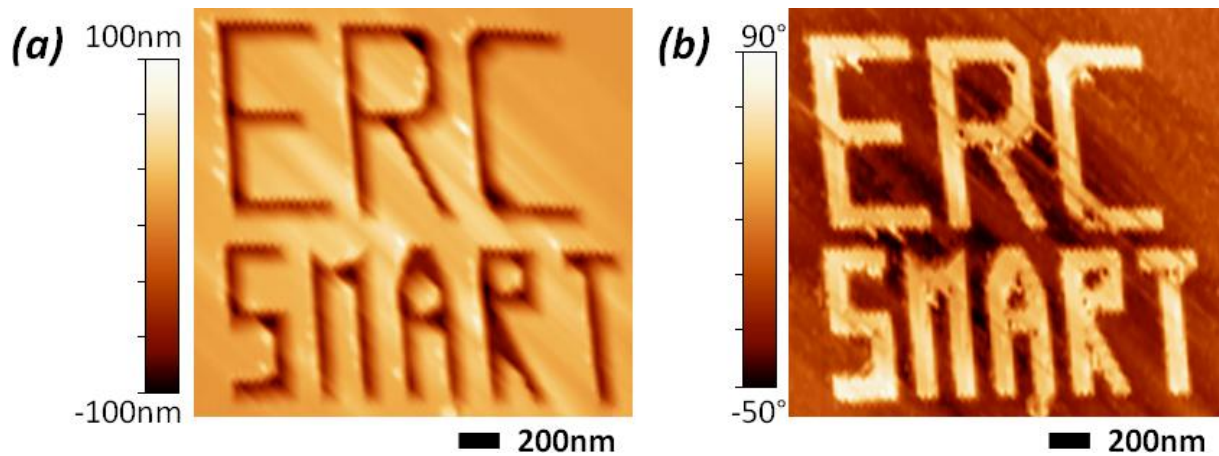


Figure IV-28 Image topographique (a) et image du signal de phase (b) obtenues avec une sonde fonctionnant au voisinage de 11MHz sur un échantillon de résine de 100nm d'épaisseur sur substrat de silicium. Les motifs font 100nm de large.

V.3.4 Résolution du capteur en force et en gradient de force

Les images réalisées sur les échantillons « témoins » montrent que le montage utilisant la mesure « active » associé à une tête rigide semble donner de meilleurs résultats que pour la version proposée au paragraphe IV. Pour comparer ces deux méthodes, la résolution en force de la sonde est calculée avec la même méthode qu'en IV.1.5. Pour cette sonde la résolution en force est de $5\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ contre $200\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ pour la première expérience d'AFM réalisée, soit un gain d'un facteur 40. Ce résultat est dans la même gamme que la plupart des AFM à levier traditionnel.

Dans le cas d'un fonctionnement suivant le mode FM-AFM, c'est la résolution en gradient de force qui prime [13]. Cette grandeur, qui s'exprime en $\text{N}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$, dépend directement de la résolution fréquentielle Δf , *i.e.* la plus petite variation de fréquence mesurable et s'écrit :

$$\Delta k = \frac{2k_e}{f_0} \Delta f \quad (\text{IV.6})$$

La résolution fréquentielle s'exprimant en $\text{Hz}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ peut être obtenue expérimentalement en mesurant d'une part, le bruit de phase du signal (en $^\circ/\text{Hz}^{1/2}$) et d'autre part, la pente de la phase à la résonance (en $^\circ/\text{Hz}$). Le rapport du bruit de phase sur la pente de la phase donne la résolution fréquentielle.

La mise en place d'une expérience en mode FM-AFM nécessite trois boucles de contre-réaction afin de faire osciller le système (chapitre 1.IV.1). Le calcul des paramètres de ces boucles est non trivial. Cette étape est simplifiée et prise en compte dans le logiciel d'imagerie lors de l'utilisation de levier standard. Le passage à un résonateur présentant une

fréquence de résonance, une raideur et un facteur de qualité en dehors des spécifications habituelles empêche l'utilisation du logiciel tel quel. A cette difficulté s'ajoute l'utilisation du montage hétérodyne : la fréquence de résonance réelle n'est pas la fréquence vue par la boucle à verrouillage de phase. Le mode FM-AFM a été mis de côté durant ces travaux de thèse au profit du mode AM-AFM. La résolution sur la mesure du gradient de force pour cette sonde fonctionnant à 11MHz est toutefois estimée à $10\text{mN}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$ pour une amplitude de vibration de 1nm.

Pour aller plus loin avec ces sondes, la partie suivante décrit la réalisation de microscopie à force atomique sur des objets biologiques.

V.3.5 Echantillons d'intérêt : origamis d'ADN

Grâce à nos partenaires du CBMN (Bordeaux), nous avons pu disposer d'échantillons biologiques : des origamis d'ADN. Ces structures auto-assemblées sont des brins d'ADN qui se replient suivant leur programmation pour former des formes géométriques bidimensionnelles [132] ou tridimensionnelles [133; 134]. La Figure IV-29 donne un aperçu des possibilités. Chaque figure géométrique est constituée d'un unique brin d'ADN d'une longueur de 7000 bases. Au-delà de la performance, l'usage que les auteurs dessinent à ces structures couvre des sujets allant de la livraison de « molécules médicaments » dans le corps humain à la conception d'algorithme dans des bio-ordinateurs.

L'ADN présente un module de Young très faible devant celui du silicium formant la pointe (moins de 1GPa contre 150GPa [135]). Aussi, cela en fait un échantillon d'intérêt démontrant la sensibilité de la sonde et sa capacité à imager de la matière « molle ». De plus, ces structures, du fait de leur matériel constituant : l'ADN, présente une grande stabilité dans le temps (supérieure à la semaine) au regard des temps caractéristiques nécessaires à la mise en place d'une expérience de microscopie.

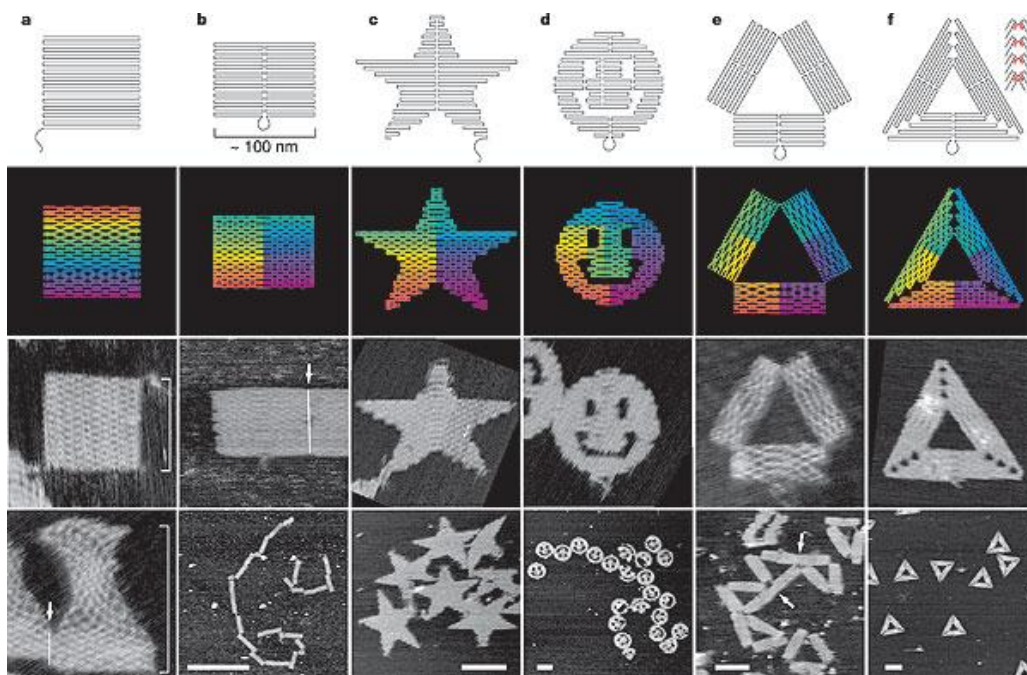


Figure IV-29 exemple d'origamis d'ADN (d'après [132]). Ligne 1 : chemin de repliement du brin d'ADN : a) carré, b) rectangle, c) étoile, d) « smiley », e) et f) triangles. Ligne 2 : Ordre des bases : de la première (rouge) à la 7000^{ème} (violet). Lignes 3 et 4 : Images AFM des origamis. Echelle ligne 3 et 4a) : image de 165nm x 165nm. Barre d'échelle de la ligne 4 : b) : 1µm, c-f) 100nm.

Des origamis d'ADN bidimensionnels sont déposés sur une surface de mica. Idéalement, ils prennent la forme de carrés d'environ de 100nm de côté pour une épaisseur de 2nm. Cependant, il arrive qu'ils se recouvrent, formant des empilements moins bien définis.

Le mode TappingTM est utilisé avec une amplitude de 0,2nm pour une fréquence de résonance de 10,9MHz. La Figure IV-30 donne un aperçu des résultats sur ces échantillons avec quatre images pour quatre niveaux de zoom. Le scan le plus large fait 4µm par 4µm et permet d'observer l'homogénéité de l'échantillon, la répartition des origamis sur la surface et les agglomérats. Ces mêmes accumulations d'origamis sont visibles sur les zooms suivant avec les scans de 2x2µm et 1x1µm. Une dernière image montre un origami unique dans un scan de 300x300nm. Sur la Figure IV-31, une image brute de ce même origami (a) et une coupe (b) permet de mesurer une hauteur de 2nm, conforme à la hauteur théorique d'un seul origami.

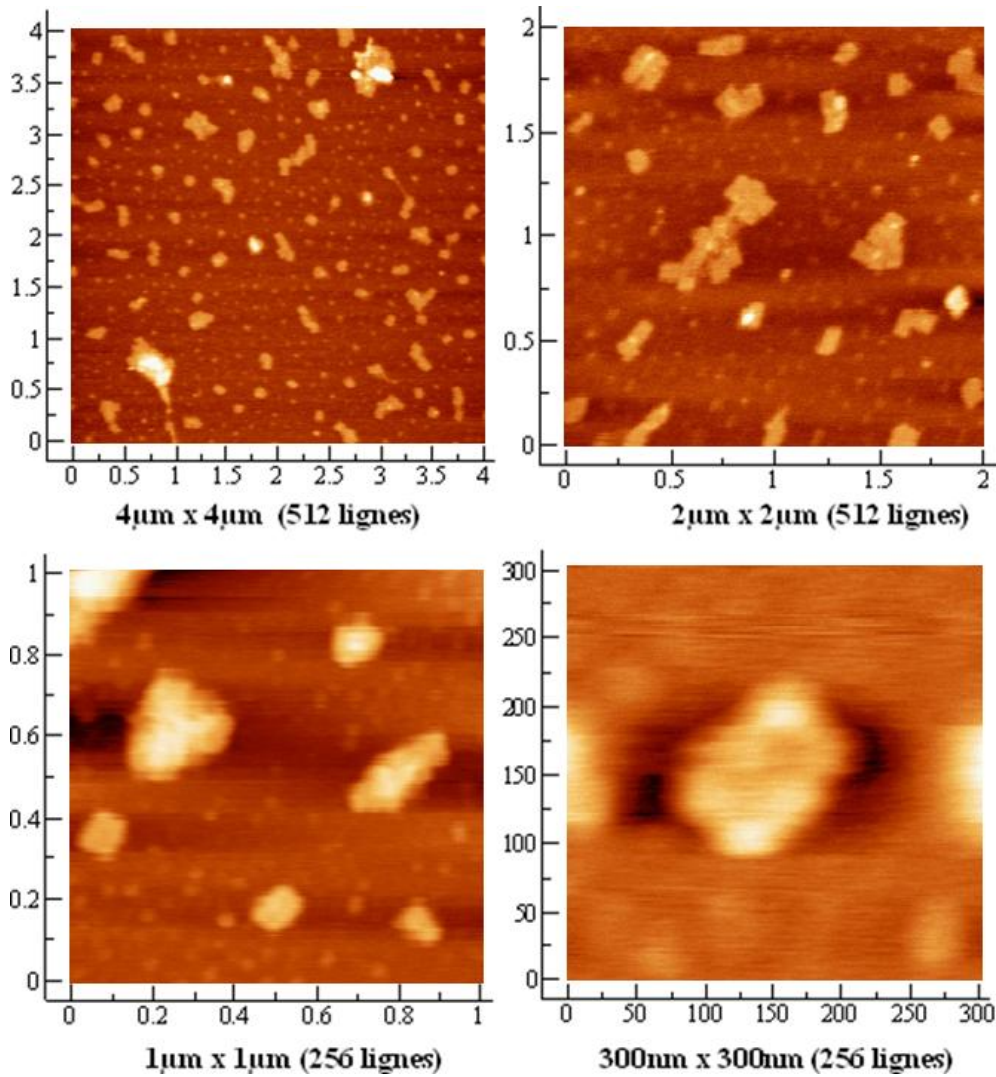


Figure IV-30 Origamis d'ADN sur une surface de mica. Sur l'image en bas à droite, on distingue la forme caractéristique de ces origamis. Les images ont été traitées afin de compenser la planéité de l'échantillon.

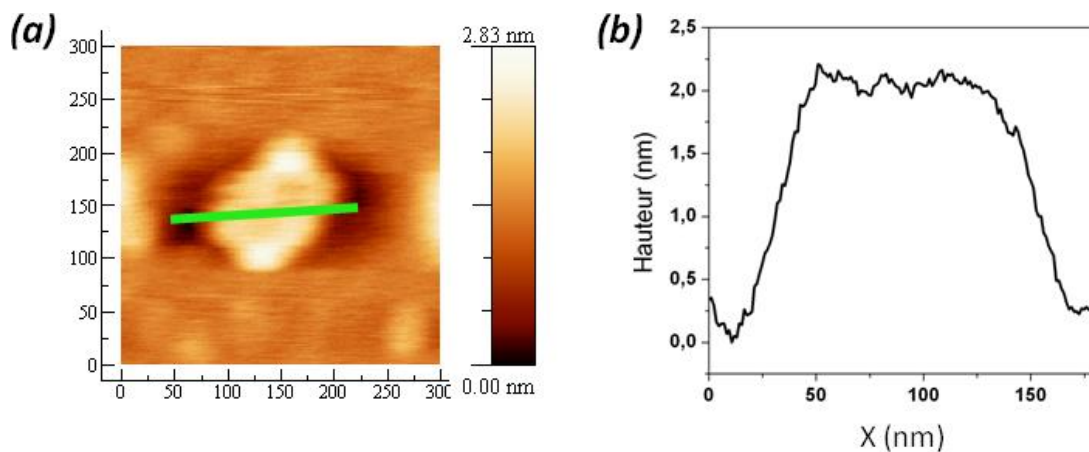


Figure IV-31 (a) image brute de l'origami de la figure précédente. En vert, la coupe dont la courbe de hauteur est présentée en (b). L'origami mesure 2nm de haut, soit l'épaisseur d'une monocouche d'ADN.

La faible rugosité de l'échantillon est idéale pour augmenter la vitesse de balayage sans risquer de détruire la pointe. La Figure IV-32 présente une séquence d'images réalisées à une vitesse linéaire de $24\mu\text{m/s}$ permettant d'atteindre une fréquence d'une image par seconde (avec 50 lignes par image).

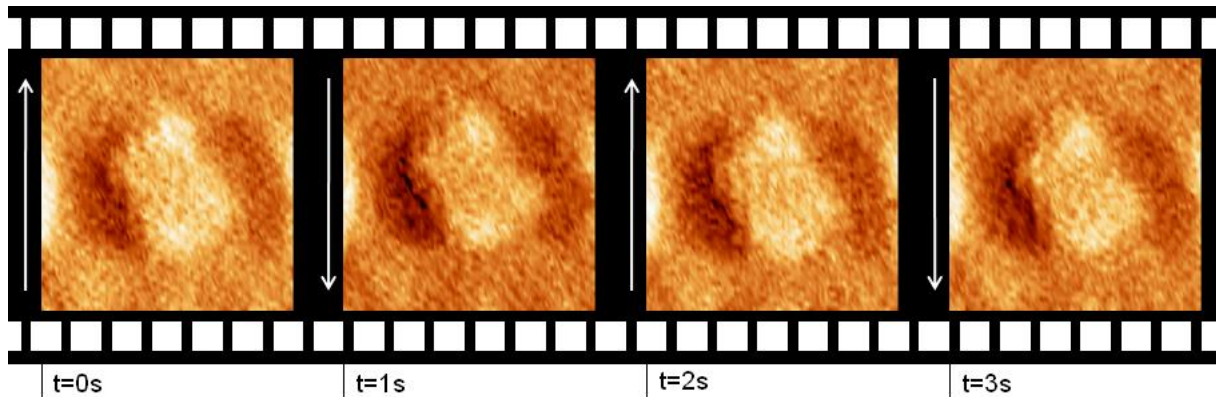


Figure IV-32 Séquence d'images prises successivement sur un origami d'ADN. Les images font 250nm par 250nm et sont constituées de 50 lignes. La flèche indique le sens de balayage. La fréquence atteinte est d'une image par seconde.

La résolution est dégradée au profit de la vitesse, mais on notera ici que suite à de plus de 200 passages successifs sur le même échantillon, aucun dommage n'est constaté.

La démonstration de microscopie à force atomique utilisant des résonateurs MEMS à haute fréquence sur de la matière biologique a été réalisée. La sensibilité de ces sondes est du même ordre de grandeur que les leviers commerciaux et offre une nouvelle gamme de fréquence de résonance. L'intégration de la détection permet de s'affranchir du laser et devrait permettre à terme de proposer une tête de microscope compacte, nécessitant uniquement des accès électriques RF.

VI. Conclusion

Les sondes fabriquées collectivement sur substrat SOI grâce aux moyens technologiques et humains de la salle blanche de l'IEMN ont également pu être caractérisées au laboratoire. L'IEMN disposant d'une section « MEMS » dans la salle de caractérisation, des mesures électriques, sous vide, en variation de température ou à l'air ont pu être réalisées. L'utilisation du vibromètre laser Polytec, acquis par le laboratoire durant ces travaux, a permis de compléter les mesures électriques par un ensemble de mesures optiques donnant accès à l'amplitude de résonance des dispositifs. La caractérisation de résonateurs « témoins » de différentes géométries permettant de roder la mesure « active » a été une première étape concluante pour passer aux mesures des sondes AFM. Après avoir éprouvé le montage AFM avec ces sondes dans une première approche au paragraphe IV, les dernières expériences ont démontré l'imagerie AFM haute fréquence sur des échantillons biologiques, décisif pour la suite de ces travaux. Un origami unique de 100nm de côté a été imagé plusieurs centaines de

fois, sans dégradation constatable, avec une fréquence d'une image par seconde à l'aide d'une sonde fonctionnant à 11MHz et présentant un facteur de qualité à l'air de 1300. La résolution en force atteinte en mode AM-AFM est de $5\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$, une performance égale au levier commerciaux. Avant d'arriver à la conclusion de ce manuscrit, la partie suivante replace le contexte de cette étude et donne les objectifs à atteindre à moyen terme.

Perspectives

I. Contexte des travaux

Les débuts de ces travaux ont été financés grâce à au projet ANR « IMPROVE-LM » et font suite au prototype de sonde réalisée par Marc Faucher en 2006 [103] lors de son arrivée dans le groupe. La thématique de sonde AFM haute fréquence était alors déjà présente dans le groupe, notamment à travers la thèse d'Anne-Sophie Rollier [136]. En septembre 2008, un an après le démarrage de cette thèse, le projet européen SMART, porté par Bernard Legrand, est venu en renfort, prenant la suite d'IMPROVE-LM. Le paragraphe suivant détaille le contexte actuel à la fin de ces travaux et les objectifs des projets en cours.

La continuité de ces travaux s'articule autour de deux projets de recherche :

- SMART, projet européen de 5 ans, en cours, auquel il reste deux ans de fonctionnement au moment d'écriture de ce manuscrit et dont l'objectif est la réalisation d'une sonde haute fréquence pour la microscopie en milieu liquide
- VIBBNANO, donnant lieu à la formation d'un consortium national autour de la microscopie à force atomique haute vitesse, basé sur ces mêmes sondes et mettant en jeu des acteurs travaillant sur l'AFM, la fluidique, l'étude des structure mettant en jeu des origamis d'ADN, l'optique ou encore les neurosciences, avec pour finalité des applications pertinentes en biologie. Ce projet d'une durée de quatre ans démarre en janvier 2012.

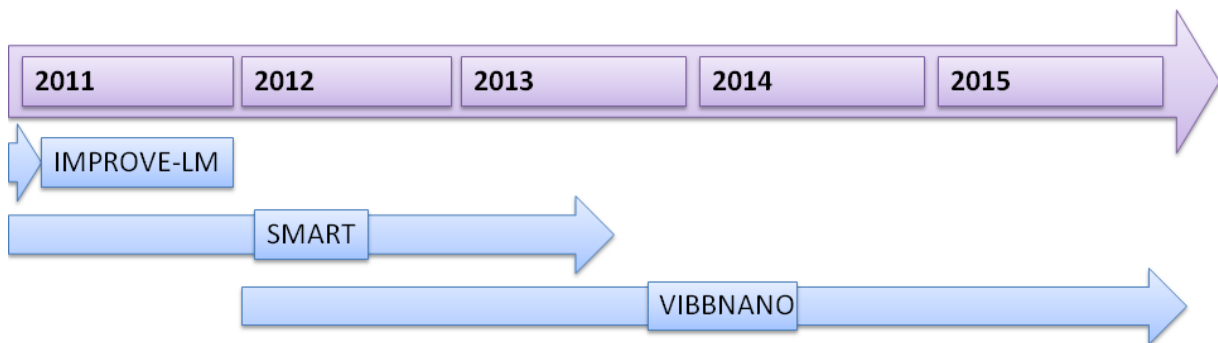


Figure P-1 Frise chronologique des projets en cours.

On citera également la thèse en cours depuis deux ans de Zhuang Xiong portant sur les sondes AFM MEMS haute fréquence basées sur un actionnement piézoélectrique et une détection piézoélectrique ou piézorésistive.

Les objectifs communs de ces projets sont la réalisation d'une sonde AFM haute fréquence et son utilisation en milieu liquide. La réalisation de microscopie en milieu liquide a également été un objectif de ces travaux de thèse, mais après plusieurs tentatives d'approches « simples » du problème, il n'a pas été possible d'en faire la démonstration dans le temps

imparti avant la rédaction de ce manuscrit. Dans le paragraphe suivant, les possibilités envisagées pour accomplir ces expériences sont décrites

II. Vers la démonstration d'AFM en milieu liquide

II.1. Utilisation d'un film de liquide sur un échantillon témoin

La première approche visant à démontrer la faisabilité de microscopie à force atomique utilisant ces sondes MEMS en milieu liquide a consisté à déposer un film de liquide sur un échantillon témoin. L'échantillon témoin utilisé jusqu'à présente était constitué de motifs de résine sur silicium. L'hydrophobicité de la résine n'est pas maîtrisée dans ce procédé. Pour en avoir en reprendre le contrôle, les motifs sont transférés de la résine au silicium par gravure ionique réactive, la résine étant ensuite retirée dans un solvant. Le silicium gravé est finalement oxydé thermiquement afin d'obtenir un échantillon complètement hydrophile et possédant un panel de motifs de différentes tailles. Enfin, plutôt que d'utiliser de l'eau, s'évaporant relativement vite devant le temps caractéristique d'une expérience d'AFM (de l'ordre de l'heure), c'est de l'éthylène glycol ($C_2H_6O_2$) qui est choisi comme liquide. Cette substance reste stable à l'air durant plusieurs heures après étalement d'un mince film sur l'échantillon. Les avantages d'un tel échantillon sont à la fois la stabilité dans le temps et la rapidité de sa préparation.

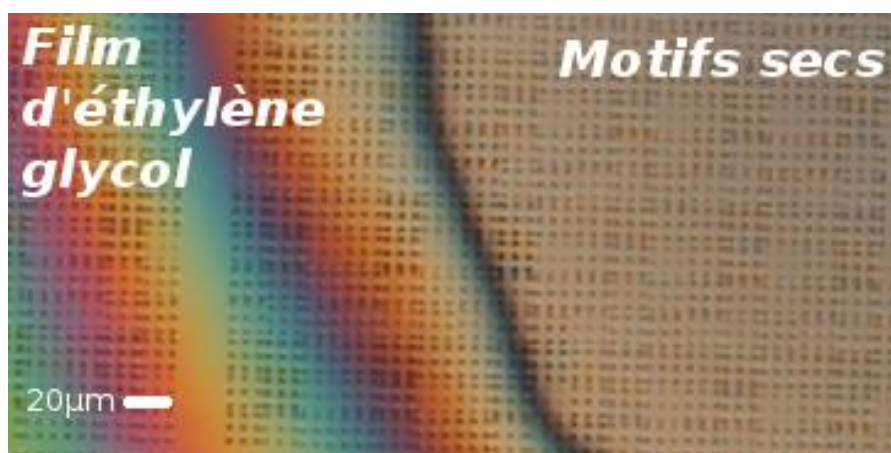


Figure P-2 Echantillon témoin pour l'AFM : motifs gravés dans le silicium et oxydés. Un film d'éthylène glycol est étalé sur la surface. Ce film reste stable plusieurs heures et permet le montage de l'expérience d'AFM.

Une fois l'échantillon placé sur le scanner de l'AFM, l'expérience n'a pas dépassé le stade de l'approche. Le contact entre le liquide et le support du MEMS provoque le remplissage de la zone entre le MEMS et le silicium du substrat alors que seule la pointe devait être immergée. Ce liquide provoque une brusque chute de signal et empêche l'expérience de se poursuivre. Après séchage (passif) de la structure, le signal revient à son niveau d'origine. Après plusieurs essais infructueux certaines structures ont été définitivement perdues. L'origine de cette défaillance peut être due à plusieurs facteurs se résumant au fait que la pointe n'est pas le

premier point de contact avec le film de liquide. Soit l'approche de la pointe ne se fait pas sur le sommet de la goutte (difficulté de l'alignement en X/Y lors de l'approche), soit le support portant le MEMS n'est pas vertical et présente un angle défavorable à l'approche. Le concours de ces deux causes est le plus vraisemblable.

II.2. Vers la conception d'un système micro-fluidique pour l'AFM

Une deuxième approche encore au stade d'étude au moment de l'écriture de ce manuscrit est la conception d'un système micro-fluidique simple. Cette idée s'inspire du système reporté en Figure P-3 [137 ;138] Il permet l'immersion d'une micro-pince dans un bassin, dont le remplissage en réactif est contrôlé par des valves, sans que le liquide rentre en contact avec les actionneurs du MEMS.

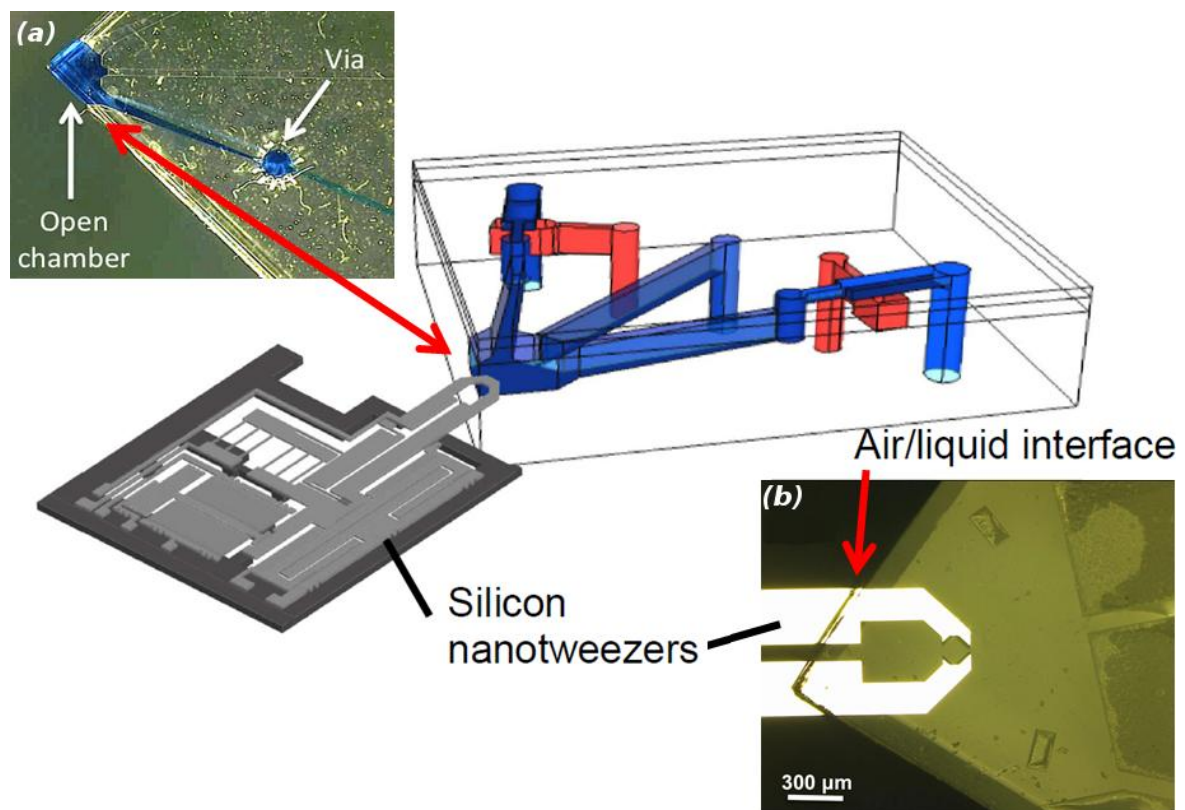


Figure P-3 Système micro-fluidique avec chambre ouverte sur l'extérieur permettant une interface MEMS-liquide contrôlée. (a) photographie de la chambre après remplissage. (b) photographie de l'insertion d'une micro-pince dans la chambre. L'interface air-liquide est maîtrisée (d'après [137 ;138]).

Dans notre cas, un réservoir ouvert en surface d'une dizaine de micromètre de profondeur permettrait d'immerger la pointe sans risquer un contact involontaire avec le support de MEMS. Il faut cependant pouvoir présenter la pointe au dessus de ce réservoir avec une précision suffisante et avoir un canal d'accès afin de l'alimenter pour conserver un niveau constant. Dans cette approche, la complexité de la solution est localisée sur l'échantillon et ajoute un travail de préparation conséquent. A l'inverse, il est également envisagé un niveau

d'encapsulation du microsystème laissant uniquement la pointe à l'extérieur. En interdisant l'entrée du liquide dans cette cavité par un traitement adéquate et/ou une géométrie étudiée, le résonateur serait protégé. Cette solution complique le procédé de fabrication mais laisse l'expérimentateur libre dans la préparation de ses échantillons.

III.Objectifs à moyen terme

Dans ces approches de l'AFM haute fréquence en milieu liquide mettant en jeu les sondes présentées dans ces travaux, le positionnement X/Y de la pointe sur l'échantillon devient critique, et même si la précision nécessaire n'est pas contraignante, le positionnement d'un système optique en complément de la tête AFM doit être pris en compte dans le futur. Cette tâche est à l'ordre du jour dans le projet VIBBNANO et fera partie des prérogatives d'un des partenaires avec la réalisation d'un microscope optique inversé (par-dessous l'échantillon). De plus un des objectifs du projet est de proposer un AFM haute vitesse / haute fréquence. La haute vitesse du scanner fera l'objet de la réalisation d'une tête de microscope intégrant la scanner et le porte-sonde. Un système fluide au niveau du porte échantillon est également à l'étude indépendamment des concepts décrits dans le paragraphe précédent.

Au niveau MEMS uniquement, l'objectif à moyen terme est la réalisation d'une sonde fonctionnant à 100MHz. Le chapitre 2 de cette thèse fournit tous les outils pour dimensionner ces sondes et le chapitre 3, auquel s'ajoute l'annexe I, détaille le procédé technologique utilisable pour atteindre cet objectif.

Conclusion

Ces travaux s'inscrivent à la fois dans une logique de projets, visant des objectifs à moyen terme, et dans un effort sur le long terme de la part du groupe de recherche NAM6 de l'IEMN.

La finalité de ces travaux est la microscopie à force atomique en milieu liquide sur des objets biologiques. Les verrous identifiés sont

- la limite de la fréquence de résonance inhérente au levier pour l'étude de phénomènes biologiques, au regard de leurs temps caractéristiques
- l'atténuation du facteur de qualité et de la fréquence de résonance lors du passage en milieu liquide, dégradant la sensibilité
- la détection optique externe apportant une complexité à la mise en place des expériences en milieu liquide

Ce manuscrit a commencé par faire l'état de l'art de la microscopie à force atomique, notamment lors de l'observation de processus biomoléculaire. Après avoir quantifié les verrous discutés ci-dessus, il a proposé l'étude d'une solution se basant sur les micro-résonateurs à mode de volume dont les performances décrites dans la bibliographie répondaient au cahier des charges fixé : un couple fréquence de résonance et facteur de qualité supérieur au levier pour un facteur de mérite de l'AFM suffisant et l'intégration de la détection au microsysteme.

Le chapitre 2 a donné lieu à la conception d'une sonde AFM fonctionnant à haute fréquence et utilisant un résonateur en mode de volumes. Après avoir défini la structure et le mode de transduction, une modélisation du comportement de ce capteur a été établie (annexe II). Des simulations par éléments finis ont affiné ce modèle (annexe III) conduisant à l'architecture finale de la sonde.

Le chapitre 3 détaille la technologie de fabrication. Le procédé 3D utilisant gravure physique et chimique et conduisant à la fabrication collective des sondes sur substrat SOI, y inclut la fabrication des pointes, est exposé. Les points critiques font l'objet d'un traitement privilégié tandis que les étapes couramment rencontrées en technologie MEMS sont simplement évoquées. Le paragraphe I de l'annexe de ce manuscrit reprend en détail tout le procédé.

Enfin le chapitre 4, rend compte des caractérisations électriques et optiques menées sur les résonateurs témoins et les sondes AFM. Ces mesures permettent à la fois de valider les modèles établis auparavant et de préparer la mise en place des expériences d'AFM, par exemple en calibrant l'amplitude de vibration des sondes. Dans un second temps deux versions de support de sonde et de méthode de mesure – en transmission et par mesure

« active » – sont mises en place. La sensibilité en force atteinte dans le second cas égale les microscopes commerciaux et donne finalement lieu à de l'imagerie d'échantillons biologiques, des origamis d'ADN, à l'air, avec une sonde résonant à 10,9MHz. Cette preuve de concept faite, la suite de ces travaux s'articulent autour de la démonstration d'AFM haute fréquence en milieu liquide. Des pistes ont été fournies à la fin de ce manuscrit et leurs développements, actuellement à l'étude, devraient conduire à des résultats dans les mois à venir.

Bibliographie

- [1] Binnig, G. and Rohrer, H. (1982) *Scanning tunneling microscopy* Helvetica Physica Acta 55, 726-735.
- [2] Binnig, G., Rohrer, H., Gerber, C. et al. (1983) *7x7 reconstruction si(111) resolved in real space* Physical Review Letters 50, 120-123.
- [3] Binnig, G., Quate, C. and Gerber, C. (1986) *Atomic force microscope* Physical Review Letters 56, 930-933.
- [4] Vorburger, T.V., Dagata, J.A., Wilkening, G., Iizuka, K., Thwaite, E.G., Lonardo, P. (1997) *Industrial uses of stm and afm* CIRP Annals - Manufacturing Technology 46, 597-620.
- [5] Jones, J. (1924) *On the determination of molecular fields. ii. from the equation of state of a gas* Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character 106, 463-477.
- [6] Thèse : Dianoux, R. (2004) *Injection et détection de charges dans des nanostructures semiconductrices par microscopie à force atomique*, Université Joseph Fourier - Grenoble 1.
- [7] Thèse : Celarie, F. (2004) *Dynamique de fissuration à basse vitesse des matériaux vitreux*, Université de Montpellier II.
- [8] Giessibl, F. and Binnig, G. (1992) *Investigation of the (001) cleavage plane of potassium-bromide with an atomic force microscope at 4.2k in ultra-high vacuum* Ultramicroscopy 42, 281-289.
- [9] Ohnesorge, F. and Binnig, G. (1993) *True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces* Science 260, 1451-1456.
- [10] Zhong, Q., Inness, D., Kjoller, K., Elings, V.B. (1993) *Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy* Surface Science 290, L688-L692.
- [11] Martin, Y., Williams, C.C., Wickramasinghe, H.K. (1987) *Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-ang scale* Journal of Applied Physics 61, 4723-4729.
- [12] Giessibl, F.J. (2003) *Advances in atomic force microscopy* Review of Modern Physics 75, 949-983.
- [13] Albrecht, T.R., Grütter, P., Horne, D., Rugar, D. (1991) *Frequency modulation detection using high-q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity* Journal of Applied Physics 69, 668-673.

- [14] Marti, O., Drake, B., Hansma, P.K. (1987) *Atomic force microscopy of liquid-covered surfaces: atomic resolution images* Applied Physics Letters 51, 484-486.
- [15] Binnig, G., Gerber, Ch., Stoll, E., Albrecht, T.R., Quate, C.F. (1987) *Atomic resolution with atomic force microscope* Europhysics Letters 3, 1281-1286.
- [16] Meyer, G., Amer, N.M. (1988) *Novel optical approach to atomic force microscopy* Applied Physics Letters 53, 1045-1047.
- [17] Marti, O., Elings, V., Haugan, M., Bracker, C.E., Schneir, J., Drake, B., Gould, S.A.C., Gurley, J., Hellemans, L., Shaw, K., Weisenhorn, A.L., Zasadzinski, J., Hansma, P.K. (1988) *Scanning probe microscopy of biological samples and other surfaces* Journal of Microscopy 152, 803-809.
- [18] Gould, S., Marti, O., Drake, B., Hellemans, L., Bracker, C.E., Hansma, P.K., Keder, N.L., Eddy, M.M., Stucky, G.D. (1988) *Molecular resolution images of amino acid crystals with the atomic force microscope* Nature 332, 332-334.
- [19] Friedbacher, G., Hansma, P.K., Ramli, E., Stucky, G.D. (1991) *Imaging powders with the atomic force microscope: from biominerals to commercial materials* Science 253, 1261-1263.
- [20] Lin, J.N., Drake, B., Lea, A.S., Hansma, P.K., Andrade, J.D. (1990) *Direct observation of immunoglobulin adsorption dynamics using the atomic force microscope* Langmuir : the ACS Journal of Surfaces and Colloids 6, 509-511.
- [21] Drake, B., Prater, C.B., Weisenhorn, A.L., Gould, S.A.C., Albrecht, T.R., Quate, C.F., Cannell, D.S., Hansma, H.G., Hansma, P.K. (1989) *Imaging crystals, polymers, and processes in water with the atomic force microscope* Science 243, 1586-1589.
- [22] Ohnesorge, F., Heckl, W.M., Haberle, W., Pum, D., Sara, M., Schindler, H., Schilcher, K., Kiener, A., Smith, D.P.E., Sleytr, U.B., Binnig, G. (1992) *Scanning force microscopy studies of the s-layers from bacillus coagulans e38-66, bacillus sphaericus ccm2177 and of an antibody binding process* Ultramicroscopy 42-44, 1236-1242.
- [23] Haberle, W., Horber, J.K.H., Ohnesorge, F., Smith, D.P.E., Binnig, G. (1992) *In situ investigations of single living cells infected by viruses* Ultramicroscopy 42-44, 1161-1167.
- [24] Hoh, J.H., Lal, R., John, S.A., Revel, J.-P., Arnsdorf, M.F. (1991) *Atomic force microscopy and dissection of gap junctions* Science 253, 1405-1408.
- [25] Schabert, F.A., Engel, A. (1994) *Reproducible acquisition of escherichia coli porin surface topographs by atomic force microscopy* Biophysical Journal 67, 2394-2403.

Bibliographie

- [26] Muller, D.J., Engel, A. (1999) *Voltage and pH-induced channel closure of porin ompf visualized by atomic force microscopy* Journal of Molecular Biology 285, 1347-1351.
- [27] Walz, T., Tittmann, P., Fuchs, K.H., Muller, D.J., Smith, B.L., Agre, P., Gross, H., Engel, A. (1996) *Surface topographies at subnanometer-resolution reveal asymmetry and sidedness of aquaporin-1* Journal of Molecular Biology 264, 907-918.
- [28] Muller, D.J., Buldt, G., Engel, A. (1995) *Force-induced conformational change of bacteriorhodopsin* Journal of Molecular Biology 249, 239-243.
- [29] Muller, D.J., Schabert, F.A., Buldt, G., Engel, A. (1995) *Imaging purple membranes in aqueous solutions at sub-nanometer resolution by atomic force microscopy* Biophysical Journal 68, 1681-1686.
- [30] Putman, C.A.J., Van der Werf, K.O., De Groot, B.G., Van Hulst, N.F., Greve, J. (1994) *Viscoelasticity of living cells allows high resolution imaging by tapping mode atomic force microscopy* Biophysical Journal 67, 1749-1753.
- [31] Lantz, M.A., O'Shea, S.J., Welland, M.E. (1994) *Force microscopy imaging in liquids using ac techniques* Applied Physics Letters 65, 409-411.
- [32] Bustamante, C., Erie, D.A., Keller, D. (1994) *Biochemical and structural applications of scanning force microscopy* Current Opinion in Structural Biology 4, 750-760.
- [33] Erie, D.A., Yang, G., Schultz, H.C., Bustamante, C. (1994) *Dna bending by cro protein in specific and nonspecific complexes: implications for protein site recognition and specificity* Science 266, 1562-1566.
- [34] Bezanilla, M., Drake, B., Nudler, E., Kashlev, M., Hansma, P.K., Hansma, H.G. (1994) *Motion and enzymatic degradation of dna in the atomic force microscope* Biophysical Journal 67, 2454-2459.
- [35] Guthold, M., Bezanilla, M., Erie, D.A., Jenkins, B., Hansma, H.G., Bustamante, C. (1994) *Following the assembly of rna polymerase-dna complexes in aqueous solutions with the scanning force microscope* Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 91, 12927-12931.
- [36] Kasas, S., Thomson, N.H., Smith, B.L., Hansma, H.G., Zhu, X., Guthold, M., Bustamante, C., Kool, E.T., Kashlev, M., Hansma, P.K. (1997) *Escherichia coli rna polymerase activity observed using atomic force microscopy* Biochemistry 36, 461-468.
- [37] Barrett, R.C., Quate, C.F. (1991) *High-speed, large-scale imaging with the atomic force microscope* Journal of Vacuum Science & Technology B 9, 302-306.

- [38] Minne, S.C., Manalis, S.R., Quate, C.F. (1995) *Parallel atomic force microscopy using cantilevers with integrated piezoresistive sensors and integrated piezoelectric actuators* Applied Physics Letters 67, 3918.
- [39] Manalis, S.R., Minne, S.C., Quate, C.F. (1996) *Atomic force microscopy for high speed imaging using cantilevers with an integrated actuator and sensor* Applied Physics Letters 68, 871-873.
- [40] Walters, D.A., Cleveland, J.P., Thomson, N.H., Hansma, P.K., Wendman, M.A., Gurley, G., Elings, V. (1996) *Short cantilevers for atomic force microscopy* Review of Scientific Instruments 67, 3583-3590.
- [41] Schaeffer, T.E., Cleveland, J.P., Ohnesorge, F., Walters, D.A., Hansma, P.K. (1996) *Studies of vibrating atomic force microscope cantilevers in liquid* Journal of Applied Physics 80, 3622-3627.
- [42] Viani, M.B., Schaeffer, T.E., Palocz, G.T., Pietrasanta, L.I., Smith, B.L., Thompson, J.B., Richter, M., Rief, M., Gaub, H.E., Plaxco, K.W., Cleland, A.N., Hansma, H.G., Hansma, P.K. (1999) *Fast imaging and fast force spectroscopy of single biopolymers with a new atomic force microscope designed for small cantilevers* Review of Scientific Instruments 70, 4300-4303.
- [43] Ando, T., Kodera, N., Maruyama, D., Takai, E., Saito, K., Toda, A. (2002) *A high-speed atomic force microscope for studying biological macromolecules in action* Japanese Journal of Applied Physics, Part 1: Regular Papers and Short Notes and Review Papers 41, 4851-4856.
- [44] Ando, T., Uchihashi, T. and Fukuma, T. (2008) *High-speed atomic force microscopy for nano-visualization of dynamic biomolecular processes* Progress in Surface Science 83, 337-437.
- [45] Kodera, N., Yamamoto, D., Ishikawa, R. et al. (2010) *Video imaging of walking myosin v by high-speed atomic force microscopy* Nature 468, 72-76.
- [46] Weisenhorn, A.L., Egger, M., Ohnesorge, F., Gould, S.A.C., Heyn, S.-P., Hansma, H.G., Sinsheimer, R.L., Gaub, H.E., Hansma, P.K. (1991) *Molecular-resolution images of langmuir-blodgett films and dna by atomic force microscopy* Langmuir : the ACS Journal of Surfaces and Colloids 7, 8-12.
- [47] Hansma, P.K., Cleveland, J.P., Radmacher, M., Walters, D.A., Hillner, P.E., Bezanilla, M., Fritz, M., Vie, D., Hansma, H.G., Prater, C.B., Massie, J., Fukunaga, L., Gurley, J.,

Bibliographie

Elings, V. (1994) *Tapping mode atomic force microscopy in liquids* Applied Physics Letters 64, 1738-1740.

[48] Putman, C.A.J., Van Der Werf, K.O., De Grooth, B.G., Van Hulst, N.F., Greve, J. (1994) *Tapping mode atomic force microscopy in liquid* Applied Physics Letters 64, 2454-2456.

[49] Giessibl, F. (2001) *A direct method to calculate tip-sample forces from frequency shifts in frequency-modulation atomic force microscopy* Applied Physics Letters 78, 123-125.

[50] Bruker AFM Probes (2011) *Catalogue sondes et accessoires*, <http://www.brukerafmprobes.com>

[51] Chen, G., Warmack, R., Thundat, T. et al. (1994) *Resonance response of scanning force microscopy cantilevers* Review of Scientific Instruments 65, 2532-2537.

[52] Ando, T., Uchihashi, T., Kodera, N. et al. (2008) *High-speed afm and nano-visualization of biomolecular processes* Pflugers Archiv European Journal of Physiology 456, 211-225.

[53] <http://www.asylumresearch.com/Products/Cypher/Cypher.shtml>

[54] Tortonese, M., Yamada, H., Barrett, RC. et al. (1991) *Atomic force microscopy using a piezoresistive cantilever* Transducers'91 solid-state sensors and actuators, 448-451

[55] Akamine, S., Albrecht, TR., Zdeblick, MJ. et al. (1989) *Microfabricated scanning tunneling microscope* Electron device letters 10, 490-492.

[56] Itoh, T. and Suga, T. (1995) *Self-excited force sensing microcantilevers with piezoelectric thin films for dynamic scanning force microscopy* Sensors and actuators a : physical, 477-481

[57] Brugger, J., Buser, RA. and De Rooij, NF. (1992) *Micromachined atomic force microprobe with integrated capacitive read-out* Journal of Micromechanics and Microengineering 2, 218-220.

[58] Dürig, U., Cross, G., Despont, M. et al. (2000) *"millipede" – an afm data storage system at the frontier of nanotribology* Tribology Letters 9, 25-32.

[59] DeVoe, D. (2001) *Piezoelectric thin film micromechanical beam resonators* Sensors and Actuators: A. Physical 88, 263-272.

[60] Watanabe, S., Fujii, T. (1996) *Micro-fabricated piezoelectric cantilever for atomic force microscopy* Review of Scientific Instruments 67, 3898-3903.

[61] Karrai, K. and Grober, RD. (1995) *Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes* Applied Physics Letters , 1842-1844.

- [62] Tortonese, M., Barrett, R. and Quate, C. (1993) *Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection* Applied Physics Letters 62, 834-836.
- [63] Aeschimann, L., Goericke, F., Polesel-Maris, J. et al. (2007) *Piezoresistive scanning probe arrays for operation in liquids* Journal of physics: conference series, 6-10
- [64] Jumpertz, R., Hart, A.V.D., Ohlsson, O., Saurenbach, F., Schelten, J. (1998) *Piezoresistive sensors on afm cantilevers with atomic resolution* Microelectronic Engineering 41-42, 441-444.
- [65] Giessibl, F.J. and Trafas, B.M. (1994) *Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunneling and scanning force microscope in ultrahigh vacuum* Review of Scientific Instruments 65, 1923-1929.
- [66] Goddenhenrich, T., Lemke, H., Hartmann, U. et al. (1990) *Force microscope with capacitive displacement detection* Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films 8, 383-387.
- [67] Goetz, W. (2010) *Phoenix on mars* American Scientist 98, 40-47.
- [68] Stephens, C. and Dennis, M. (2000) *Engineering time: inventing the electronic wristwatch* British Journal for the History of Science 33, 477-497.
- [69] Güthner, P., Fischer, U.C. and Dransfeld, K. (1989) *Scanning near-field acoustic microscopy* Applied Physics B: Lasers and Optics 48, 89-92.
- [70] Hembacher, S., Giessibl, F. and Mannhart, J. (2002) *Evaluation of a force sensor based on a quartz tuning fork for operation at low temperatures and ultrahigh vacuum* Applied Surface Science 188, 445-449.
- [71] Rychen, J., Ihn, T., Studerus, P. et al. (1999) *A low-temperature dynamic mode scanning force microscope operating in high magnetic fields* Review of Scientific Instruments 70, 2765-2768.
- [72] Edwards, H., Taylor, L., Duncan, W. et al. (1997) *Fast, high-resolution atomic force microscopy using a quartz tuning fork as actuator and sensor* Journal of Applied Physics 82, 980-984.
- [73] Ruiter, A.G.T., Veerman, J.A., Van Der Werf, K.O. et al. (1997) *Dynamic behavior of tuning fork shear-force feedback* Applied Physics Letters 71, 28-30.
- [74] Todorovic, M. and Schultz, S. (1998) *Magnetic force microscopy using nonoptical piezoelectric quartz tuning fork detection design with applications to magnetic recording studies* Journal of Applied Physics 83, 6229-6231.

Bibliographie

- [75] Tsai, DP. and Lu, YY. (1998) *Tapping-mode tuning fork force sensing for near-field scanning optical microscopy* Applied Physics Letters 73, 2724-2726.
- [76] Wang, L. (1998) *Analytical descriptions of the tapping-mode atomic force microscopy response* Applied Physics Letters 73, 3781-3783.
- [77] Rensen, WHJ., Van Hulst, NF., Ruiter, AGT. et al. (1999) *Atomic steps with tuning-fork-based noncontact atomic force microscopy* Applied Physics Letters 75, 1640-1642.
- [78] Giessibl, F., Herz, M. and Mannhart, J. (2002) *Friction traced to the single atom* Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America 99, 12006-12010.
- [79] Giessibl, F., Hembacher, S., Bielefeldt, H. et al. (2000) *Subatomic features on the silicon (111)-(7x7) surface observed by atomic force microscopy* Science 289, 422-425.
- [80] Akiyama, T., De Rooij, NF., Staufer, U. et al. (2010) *Implementation and characterization of a quartz tuning fork based probe consisted of discrete resonators for dynamic mode atomic force microscopy* Review of Scientific Instruments 81, 063706.
- [81] KolibriSensor Product Brochure (2010) [Http://www.specs.de](http://www.specs.de)
- [82] http://www.gsmworld.com/newsroom/market-data/market_data_summary.htm
- [83] Lakin, K., Wang, J., Kline, G. et al. (1999) *Thin film resonators and filters* Ultrasonics symposium, 895-906
- [84] Agilent (2004) *Agilent technologies introduces smaller fbar transmit filter for us pcs band mobile phones, data cards* Microelectronics International 21
- [85] Thèse : Koné, I. (2010) *Résonateurs à ondes acoustiques guidées sur miroir de bragg*, Université des Sciences et Technologies de Lille 1.
- [86] Nathanson, H., Newell, W., Wickstrom, R. et al. (1967) *The resonant gate transistor* IEEE Transactions on Electron Devices 14, 117-133.
- [87] Tang, WC., Nguyen, T-H. and Howe, RT. (1989) *Laterally driven polysilicon resonant microstructures* Sensors and Actuators 20, 25-32.
- [88] Nguyen, C. and Howe, R. (1999) *An integrated cmos micromechanical resonator high-q oscillator* IEEE Journal of Solid-State Circuits 34, 440-455.
- [89] Bannon, F., Clark, J. and Nguyen, C. (2000) *High-q hf microelectromechanical filters* IEEE Journal of Solid-State Circuits 35, 512-526.

- [90] Wang, K., Wong, A. and Nguyen, C. (2000) *Vhf free-free beam high-q micromechanical resonators* Journal of Microelectromechanical Systems 9, 347-360.
- [91] Clark, J., Hsu, W. and Nguyen, C. (2000) *High-q vhf micromechanical contour-mode disk resonators* International electron device meeting, 493-496
- [92] Kaajakari, V., Mattila, T., Oja, A. et al. (2003) *Square-extensional mode single-crystal silicon micromechanical rf-resonator* Transducers, solid-state sensors, actuators and microsystems, 951-954
- [93] Li, S., Lin, YW., Xie, Y. et al. (2004) *Micromechanical hollow-disk ring resonators* Proceeding of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 821-824.
- [94] Abdelmoneum, MA., Demirci, MU. and Nguyen, CT. (2003) *Stemless wine-glass-mode disk micromechanical resonators* Proceeding of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 698-701.
- [95] Nguyen, C. (2007) *Mems technology for timing and frequency control* IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control 54, 251-270.
- [96] Chandorkar, S., Agarwal, M., Melamud, R. et al. (2008) *Limits of quality factor in bulk-mode micromechanical resonators* IEEE 21st International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 74-77.
- [97] Wang, J., Butler, JE., Feygelson, T. et al. (2004) *1.51-GHz nanocrystalline diamond micromechanical disk resonator with material-mismatched isolating support* Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 641-644.
- [98] Algré, E., Legrand, B., Faucher, M., Walter, B., Buchailot, L. (2010) *Surface microscopy with laserless mems based afm probes* Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 292-295.
- [99] Thèse : Quevy, E. (2002) *Elaboration et caractérisation de technologies microsystèmes avancées : structures d'actionnement tridimensionnelles et résonateurs électromécaniques à entrefer lateral nanométrique.*, Université des Sciences et Technologies de lille 1.
- [100] Thèse : Agache, V. (2003) *Intégration et caractérisation physique de nanostructures pour les technologies de l'information et de la communication. application au filtrage électromécanique dans la gamme des radiofréquences*, Université des Sciences et Technologies de Lille 1.

Bibliographie

- [101] Sworowski, M., Neuilly, F., Legrand, B. et al. (2010) *Fabrication of 24-MHz-disk resonators with silicon passive integration technology* IEEE Electron Device Letters 31, 23-25.
- [102] Durand, C., Casset, F., Renaux, P. et al. (2008) *In-plane silicon-on-nothing nanometer-scale resonant suspended gate mosfet for in-ic integration perspectives* IEEE Electron Device Letters 29, 494-496.
- [103] Faucher, M., Walter, B., Rollier, A. et al. (2007) *Proposition of atomic force probes based on silicon ring-resonators* TRANSDUCERS'07 Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 1529-1532.
- [104] Kirkhope, J. (1977) *In-plane vibration of a thick circular ring* Journal of Sound and Vibration 50, 219-227.
- [105] Tilmans, HAC. (1996) *Equivalent circuit representation of electromechanical transducers: i. lumped-parameter systems* Journal of Micromechanics and Microengineering 6, 157-176.
- [106] Xie, Y., Li, S., Lin, Y. et al. (2008) *1.52-GHz micromechanical extensional wine-glass mode ring resonators* IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control 55, 890-907.
- [107] Phan, K., van Beek, J. and Koops, G. (2009) *Piezoresistive ring-shaped mems resonator* TRANSDUCERS'09 Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 1413-1416.
- [108] Woodson, H. and Melcher, J. (1968) *Electromechanical dynamics parts i-iii* Wiley, New York.
- [109] Wadell, B. (1991) *Transmission line design handbook*, Artech House Boston (Ma).
- [110] Algré, E., Legrand, B., Faucher, M., Walter, B., Buchaillet, L. (2009) *Tip-matter interaction measurements using mems ring resonators* TRANSDUCERS'09 - 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 1638-1641.
- [111] Ried, R., Mamin, H., Terris, B. et al. (1997) *6-MHz 2-n/m piezoresistive atomic-force-microscope cantilevers with incisive tips* Journal of microelectromechanical systems 6, 294-302.
- [112] Tabata, O. (1998) *Anisotropy and selectivity control of tmah* Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 229-233.

- [113] Sato, K., Shikida, M., Yamashiro, T. et al. (1999) *Anisotropic etching rates of single-crystal silicon for tmah water solution as a function of crystallographic orientation* Sensors and Actuators: A. Physical 73, 131-137.
- [114] Lee, J., Zhu, Y. and Seshia, A. (2008) *A bulk acoustic mode single-crystal silicon microresonator with a high-quality factor* Journal of Micromechanics and Microengineering 18, 064001.
- [115] Senturia, S. (2001) *Microsystem design*, Springer Netherlands.
- [116] Laermer, F. and Schilp, A. (1996) *Method for anisotropic plasma etching of substrates* United States Patent And Trademark Office Granted Patent
- [117] Laermer, F. and Schilp, A. (1996) *Method of anisotropically etching silicon* United States Patent And Trademark Office Granted Patent
- [118] Ayazi, F. and Najafi, K. (2000) *High aspect-ratio combined poly and single-crystal silicon (harps) mems technology* Journal of Microelectromechanical Systems 9, 288-294.
- [119] Steingoetter, I. and Fouckhardt, H. (2005) *Deep fused silica wet etching using an au-free and stress-reduced sputter-deposited cr hard mask* Journal of Micromechanics and Microengineering 15, 2130.
- [120] Mulern, G., Soane, D. and Howe, R. (1993) *Supercritical carbon dioxide drying for microstructures* TRANSDUCERS'93 Solid-state Sensors and Actuators, 296-299.
- [121] Moritz, H., Talbott, J., Chandra, M. et al. (2002) *Supercritical fluid drying system and method of use* United States Patent And Trademark Office Granted Patent
- [122] Tachi, S., Tsujimoto, K. and Okudaira, S. (1988) *Low-temperature reactive ion etching and microwave plasma etching of silicon* Applied Physics Letters 52, 616-618.
- [123] Pruessner, MW., Rabinovich, WS., Stievater, TH. et al. (2007) *Cryogenic etch process development for profile control of high aspect-ratio submicron silicon trenches* Journal of Vacuum Science and Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures 25, 21-28.
- [124] Tanbakuchi, H., Betts, L. and Blackham, D. (2007) *Impedance analyser* United States Patent And Trademark Office Granted Patent
- [125] Vinogradova, O., Butt, H., Yakubov, G. et al. (2001) *Dynamic effects on force measurements. i. viscous drag on the atomic force microscope cantilever* Review of Scientific Instruments 72, 2330.

Bibliographie

- [126] De Los Santos, H. (1999) *Introduction to microelectromechanical (mem) microwave systems* Artech House, Boston.
- [127] Hao, Z., Erbil, A. and Ayazi, F. (2003) *An analytical model for support loss in micromachined beam resonators with in-plane flexural vibrations* Sensors & Actuators: A. Physical 109, 156-164.
- [128] Wang, J., Ren, Z. and Nguyen, C. (2004) *1.156-GHz self-aligned vibrating micromechanical disk resonator* IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control 51, 1607-1628.
- [129] Shen, F., Lu, P., O'Shea, SJ. et al. (2001) *Thermal effects on coated resonant microcantilevers* Sensors and Actuators, A: Physical 95, 17-23.
- [130] Thèse : Dubourg, F. (2002) *Nanomécanique et dynamique des polymères par microscopie de force en contact intermittent*, Université Bordeaux I.
- [131] Eaton, P. and West, P. (2010) *Atomic force microscopy* OUP, New York.
- [132] Rothmund, PWK. (2006) *Folding dna to create nanoscale shapes and patterns* Nature 440, 297-302.
- [133] Douglas, SM., Dietz, H., Liedl, T. et al. (2009) *Self-assembly of dna into nanoscale three-dimensional shapes* Nature 459, 414-418.
- [134] Andersen, ES., Dong, M., Nielsen, MM. et al. (2009) *Self-assembly of a nanoscale dna box with a controllable lid* Nature 459, 73-76.
- [135] Gevorkian, S. and Khudaverdian, E. (1990) *Mechanical properties of dna films* Biopolymers 30, 279-285.
- [136] Thèse : Rollier, A. (2006) *Technologies microsystèmes avancées pour le fonctionnement de dispositifs en milieu liquide et les applications nanométriques*, Université des Sciences et Technologies de Lille I.
- [137] Kumemura, M., Collard, D., Tourvielle, R. et al. (2011) *Integrated mems platform with silicon nanotweezers and open microfluidic device for molecular and cellular biomechanical assays* Proceedings of the IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 67-70.
- [138] Lafitte, N., Kumemura, M., Nagai, M. et al. (2010) *A open microfluidic device with active valves for accurate trapping of dna by silicon nanotweezers* 14th International Conference on Miniaturized Systems for Chemistry and Life Sciences, MicroTAS2010, 1865-1867.

Annexes

I. Procédé technologique détaillé

Ce procédé utilise sept niveaux de masques optiques réalisés à l'IEMN. Chacun de ces niveaux est transféré sur le substrat à l'aide d'une résine photosensible lors d'une étape de photolithographie. Plusieurs procédés de photolithographie ont été utilisés selon les besoins de l'étape technologique en cours : attaque physique ou chimique, épaisseur de matériaux à graver ou encore sélectivité de l'attaque. Aussi, nous allons commencer par lister ces procédés en leur associant un numéro de « recette » qui sera simplement rappelé dans la description chronologique du procédé complet qui suivra.

I.1. Procédés de photolithographie

Le tableau ci-dessous reprend toutes ces étapes pour les différentes recettes utilisées au cours du procédé.

Nom du procédé	Recette 1	Recette 2	Recette 3
Résine	S1818	AZ4562	AZ9260
Déshydratation	5min à 200°C	5min à 200°C	10min à 200°C
Enduction de HMDS (promoteur d'adhérence)	Oui O {2000 1000 30s}	Non	Oui O {2000 1000 30s}
Enduction de la résine ¹	F {3000 1000 10s} O {1500 1000 10s}	O {2900 500 40s}	O {1800 1000 30s}
Détourage	Oui	Non	Oui
Recuit : température/temps	1min à 110°C	3min à 110°C	4min à 110°C
Epaisseur obtenue	1,44µm	7,2µm	10,9µm
Insolation à λ=365nm	45mJ/cm ²	180mJ/cm ²	400mJ/cm ²
Développement : temps / développeur	35s / MIF319	1min30 / AZ351B :EDI (1:3)	2min15 / AZ400K:EDI (1:3,5)

¹ Les paramètres pour l'enduction sont :
Position du capot (O ouvert, F fermé) {vitesse (tr.min⁻¹) accélération (tr.min⁻¹.s⁻¹) temps (s)}

Nom du procédé	Recette 4 (1 ^{ère} couche)	Recette 4 (2 nd couche)	Recette 5
Résine	LOR 30A	S1818	SPR 220-4.5
Déshydratation	10min à 200°C	5min à 200°C	5min à 200°C
Enduction de HMDS (promoteur d'adhérence)	Non	Non	Non
Enduction de la résine	F {1500 500 15s} O {1000 1000 10s}	O {2000 500 30s}	O {1500 500 20s}
Détourage	Oui	Oui	Oui
Recuit : température/temps	5min à 150°C	1min30 à 110°C	1min45 à 110°C
Epaisseur obtenue	5,45µm	2,8µm	5,5µm
Insolation à $\lambda=365\text{nm}$		100mJ/cm ²	300mJ/cm ²
Développement : temps / développeur		3min30 / MIF319	2min 40 / MF726

1.2. Procédé technologique détaillé

Numéro d'étape	Description du procédé																								
1	Nettoyage initial - Objectif : nettoyer les SOI avant le procédé - Recette : - 1min acide fluorhydrique (HF) à 50% : désoxyde la couche d'oxyde superficielle - 1min « mélange piranha » (H ₂ O ₂ + H ₂ SO ₄) : nettoyage des résidus organiques - 1min HF : désoxyde la couche d'oxyde superficielle régénérée par l'eau oxygénée																								
2	Photolithographie : niveau 1 - Objectif : définir le résonateur, les tranchées et les lignes de connexion - Recette 1																								
3	Gravure niveau 1 - Objectif : graver la couche de silicium cristallin - Bâti : STS - Recette : paramètres de la gravure alternée :																								
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Etape :</th> <th>Gravure</th> <th>Passivation</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Temps :</td> <td>2,5s</td> <td>2,0s</td> </tr> <tr> <td>Puissance ICP à 13,56MHz :</td> <td>2500W</td> <td>1000W</td> </tr> <tr> <td>Puissance RIE à 13,56MHz :</td> <td>40W</td> <td>0W</td> </tr> <tr> <td>Gaz / Débit :</td> <td>SF₆ / 450 sccm O₂ / 45 sccm</td> <td>C₄F₈ / 200 sccm</td> </tr> <tr> <td>Vanne de la pompe :</td> <td>70%</td> <td>85%</td> </tr> <tr> <td>Pression d'hélium / Température :</td> <td colspan="2">10 T / 10°C</td> </tr> <tr> <td>Temps total de gravure :</td> <td colspan="2">2min15</td> </tr> </tbody> </table>	Etape :	Gravure	Passivation	Temps :	2,5s	2,0s	Puissance ICP à 13,56MHz :	2500W	1000W	Puissance RIE à 13,56MHz :	40W	0W	Gaz / Débit :	SF ₆ / 450 sccm O ₂ / 45 sccm	C ₄ F ₈ / 200 sccm	Vanne de la pompe :	70%	85%	Pression d'hélium / Température :	10 T / 10°C		Temps total de gravure :	2min15	
Etape :	Gravure	Passivation																							
Temps :	2,5s	2,0s																							
Puissance ICP à 13,56MHz :	2500W	1000W																							
Puissance RIE à 13,56MHz :	40W	0W																							
Gaz / Débit :	SF ₆ / 450 sccm O ₂ / 45 sccm	C ₄ F ₈ / 200 sccm																							
Vanne de la pompe :	70%	85%																							
Pression d'hélium / Température :	10 T / 10°C																								
Temps total de gravure :	2min15																								
4	Délaquage de la résine du niveau 1																								

	<ul style="list-style-type: none"> - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Bâti : PVA Tepla 300 - Recette : O₂ 30sccm / 1000W / 10min 										
5	<p>Oxydation thermique 1</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : oxyder le flanc post-gravure STS afin de lisser les flancs - Bâti : four Tempress - Recette : croissance de 200 nm d'oxyde thermique <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="text-align: right;">Température :</td> <td>1100°C</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Gaz / débit :</td> <td>O₂ / 2,5l min⁻¹</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Temps :</td> <td>135min</td> </tr> </table>	Température :	1100°C	Gaz / débit :	O ₂ / 2,5l min ⁻¹	Temps :	135min				
Température :	1100°C										
Gaz / débit :	O ₂ / 2,5l min ⁻¹										
Temps :	135min										
6	<p>Désoxydation plein plaque</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : graver l'oxyde thermique ayant servi à lisser les flancs - Recette : acide fluorhydrique tamponné (HF :NH₄F – 1 :7) 3min30 + rinçage EDI 										
7	<p>Oxydation thermique 2</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : définir de l'entrefer par oxyde sacrificiel - Bâti : four Tempress - Recette : croissance de 100 nm d'oxyde thermique <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="text-align: right;">Température :</td> <td>1100°C</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Gaz / débit :</td> <td>O₂ / 2,5l.min⁻¹</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Temps :</td> <td>42min</td> </tr> </table>	Température :	1100°C	Gaz / débit :	O ₂ / 2,5l.min ⁻¹	Temps :	42min				
Température :	1100°C										
Gaz / débit :	O ₂ / 2,5l.min ⁻¹										
Temps :	42min										
8	<p>Photolithographie : niveau 2</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : protéger l'oxyde thermique définissant l'entrefer - Recette 2 										
9	<p>Désoxydation locale</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : désoxyder localement l'oxyde thermique dans les tranchées afin d'ancrer le silicium polycristallin formant les électrodes - Recette : acide fluorhydrique tamponné (1 :7) 1min30 + rinçage EDI 										
10	<p>Délaquage de la résine du niveau 2</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Bâti : PVA Tepla 300 - Recette : O₂ 30sccm / 1000W / 10min 										
11	<p>Dépôt de silicium polycristallin dopé N</p> <ul style="list-style-type: none"> - Objectif : remplir les tranchées autour du résonateur afin d'obtenir une électrode séparée par un entrefer en oxyde de silicium - Bâti : four Tempress - Recette : dépôt de 2µm de silicium polycristallin <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="text-align: right;">Pression :</td> <td>100mT</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Température :</td> <td>700°C</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Gaz 1 / débit :</td> <td>SiH₄ / 50sccm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Gaz 2 / débit :</td> <td>PH₃ / 10sccm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: right;">Temps :</td> <td>7h</td> </tr> </table>	Pression :	100mT	Température :	700°C	Gaz 1 / débit :	SiH ₄ / 50sccm	Gaz 2 / débit :	PH ₃ / 10sccm	Temps :	7h
Pression :	100mT										
Température :	700°C										
Gaz 1 / débit :	SiH ₄ / 50sccm										
Gaz 2 / débit :	PH ₃ / 10sccm										
Temps :	7h										

12	Gravure du silicium polycristallin 1 - Objectif : abaisser le silicium polycristallin jusqu'au niveau de la couche de silicium cristallin - Bâti : STS - Recette : paramètre de la gravure non alternée	
	Puissance ICP à 13,56MHz :	2000W
	Puissance RIE à 380kHz :	50W
	Gaz / Débit :	SF ₆ / 450sccm O ₂ / 45sccm
	Vanne de la pompe :	81,5%
	Pression d'hélium / Température :	10 T / 10°C
	Temps total de gravure :	25s
13	Photolithographie : niveau 3 - Objectif : protéger le silicium polycristallin dans les tranchées au niveau des électrodes - Recette 2	
14	Gravure du silicium polycristallin 2 - Objectif : graver le silicium polycristallin restant en dehors des électrodes - Recette : idem étape 12 avec un temps de gravure de 1min	
15	Délaquage de la résine du niveau 3 - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Bâti : PVA Tepla 300 - Recette : O ₂ 30sccm / 1000W / 10min	
16	Dépôt d'oxyde basse température - Objectif : obtenir un masque en oxyde permettant la gravure des pointes - Recette : dépôt de 2µm d'oxyde LTO	
	Température :	420°C
	Gaz 1 / débit :	SiH ₄ / 70sccm
	Gaz 2 / débit :	O ₂ / 150sccm
	Gaz 3 / débit :	N ₂ / 25 sccm
	Temps :	18 min
17	Photolithographie : niveau 4 - Objectif : graver le masque d'oxyde - Recette 2	
18	Gravure de l'oxyde - Objectif : ouvrir une fenêtre dans le masque en oxyde au-dessus de la zone où sera gravée la pointe - Bâti : OXFORD Plasmalab 80plus - Recette : paramètre de la gravure RIE	
	Temps total :	1h40
	Gaz 1 /débit :	CF ₄ / 40sccm
	Gaz 2 / débit :	CHF ₃ / 40sccm
	Puissance RIE :	120W

	Pression :	50mT
19	Délaquage de la résine du niveau 4 - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Bâti : PVA Tepla 300 - Recette : O ₂ 30sccm / 1000W / 10min	
20	Gravure des pointes - Objectif : graver chimiquement le silicium afin d'obtenir des pointes dans le plan du substrat - Recette : TMAH (25% <i>m</i>) à 80°C pendant 30min + rinçage EDI	
21	Vérification des pointes - Objectif : valider la fabrication des pointes, du fait des variations d'épaisseur de la couche de silicium et de la sensibilité de la gravure aux variations de température lors de la gravure - Recette : passage au microscope électronique à balayage Si les pointes ne sont pas entièrement gravées : retour à l'étape 19	
22	Dépôt d'oxyde PECVD - Objectif : une couche d'oxyde est déposée pour protéger les pointes nouvellement gravée. Du fait de leur fort rapport d'aspect, ces pointes de silicium sont très sensibles aux bases telles que celles utilisées dans les étapes de développement des photolithographies - Bâti : OXFORD Plasmalab 80plus - Recette : dépôt de 1µm d'oxyde PECVD	
	Température	300°C
	Pression	1T
	Gaz 1 / débit	SiH ₄ :N ₂ (1:20) / 150sccm
	Gaz 2 / débit	N ₂ O / 700sccm
	Puissance	20W
	Temps	14min09
23	Photolithographie : niveau 5 - Objectif : protéger la zone autour de la pointe - Recette 5	
24	Gravure de l'oxyde - Objectif : graver l'oxyde de masque partout, sauf au niveau de la pointe - Recette : acide fluorhydrique tamponné (7 :1) – 12min45 + rinçage EDI	
25	Nettoyage de la résine du niveau 5 - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Recette : EBR-PG – 10min + rinçage IPA	
26	Implantation - Objectifs : doper les lignes avant la reprise de contact et doper les résonateurs afin d'apporter des charges - Recette : Ion à implanter : BORE, Energie : 15 keV, Dose : 5,0x10 ¹⁵ at/cm ²	
27	Recuit rapide après implantation - Objectif : favoriser la diffusion et l'activation des dopants dans le silicium - Recette : 850°C pendant 1min	
28	Photolithographie : niveau 6 - Objectif : déposer un bi-couche permettant le dépôt de métal par procédé « lift-	

	off » - Recette 4		
29	Désoxydation avant métallisation - Objectif : graver l'oxyde natif avant le dépôt de métal - Recette : acide fluorhydrique tamponné (7 :1) – 30s + rinçage EDI		
30	Dépôt de métal par évaporation - Objectif : reprendre le contact des électrodes et permettre la microsoudure pour le montage des composants - Recette : 15nm de chrome / 300nm d'or par évaporation (le porte substrat est penché d'un angle de 20° et est mis en rotation afin de permettre le bon recouvrement des marches au niveau de l'électrode en silicium polycristallin		
31	« Lift-off » - Objectif : décoller la couche de résine portant le métal superficiel pour ne laisser que les lignes métalliques - Recette : deux bains de « remove 1165 » à 70°C de 3h + rinçage IPA		
32	Recuit - Objectif : réaliser un contact ohmique entre le métal et le silicium et libérer les contraintes de la couche métallique - Recette : recuit flash 1min à 300°C		
33	Résinage de la face avant - Objectif : protéger la face avant lors du résinage face arrière - Recette 3 avec rotation à 3000tr/min et insolation pleine plaque de 600mJ		
34	Photolithographie : niveau 7 de la face arrière - Objectif : définir les supports des résonateurs - Recette 3 Lors de la révélation la résine de protection de la face avant est gravée entièrement.		
35	Résinage de la face avant - Objectif : protéger la face avant lors de la gravure de la face arrière - Recette 5 + exposition post- procédé 1200mJ +2h de relaxation (prévient l'apparition du bulle dans la résine lors de la gravure face arrière)		
36	Gravure de la face arrière Objectif : graver la couche de silicium support jusqu'à la couche d'oxyde - Bâti : STS - Recette : paramètres de la gravure alternée		
	Etape :	Gravure	Passivation
	Temps :	8,5s	3,0s
	Puissance ICP à 13,56MHz :	2000W	2000W
	Puissance RIE à 380kHz :	50W	0W
	Gaz / Débit :	SF6 / 450 sccm	C4F8 / 300 sccm
	Vanne de la pompe :	81,5%	81,5%
	Pression d'hélium / Température :	10 T / 0°C	
Temps total de la gravure :	50min		
37	Nettoyage de la résine de protection face avant - Objectif : nettoyer sélectivement la résine ayant servi de masque à l'étape précédente - Recette : EBR-PG – 10min + bain 1165 à 70°C 3h + rinçage IPA Jusqu'au séchage final, la plaque reste en milieu liquide		

Annexes

38	<p>Libération</p> <ul style="list-style-type: none">- Objectif : graver la couche d'oxyde sacrificiel pour libérer mécaniquement les structures. L'oxyde protégeant la pointe est également gravé- Recette : acide fluorhydrique 50% – 8min + rinçage l'EDI
39	<p>Séchage</p> <ul style="list-style-type: none">- Objectifs : sécher les structures sans risque de destruction des parties fragiles et sans risque de stiction- Bâti : sécheur CO₂ supercritique SCFluids - CPD 1100- Recette : bain d'alcool isopropylique et séchage au CO₂ supercritique

II. Code MAPLE → APLAC

La fréquence de résonance des anneaux est calculée à l'aide de la formule (II.1) en utilisant le logiciel MAPLE. Ce dernier permet également de calculer les paramètres du modèle équivalent présenté au chapitre 2.IV en utilisant l'analogie électromécanique. Le logiciel APLAC peut ensuite être utilisé pour simuler le circuit électrique équivalent. Pour ce faire, un script est rédigé à l'aide des fonctions MAPLE permettant l'écriture dans un fichier. Ce fichier tampon est immédiatement exécuté par APLAC à l'aide de la commande finale du script MAPLE.

```

> # PARAMETRES MATERIAU
>epsilon[0] := 8.85*10^(-12);
>E := 150*10^9;
>s := 5/6;
>rho := 2300;
>sigma := .279;
>nu := .22;
>G := E/(2*(1+nu));
>epsilon[r] := 11.8;
>xi := -2.1865;
>k := 1.4082;
>h := k*sqrt(2/(1-nu));
>
> # PARAMETRES RESONATEUR
>rayon[ext] := 30*10^(-6);
>rayon[int] := 25*10^(-6);
>epaisseur := 5*10^(-6);
>gap := 100*10^(-9);
>n := 2;
>angle[electrode] := 45;
>q := 1000;
>V[p] := 10;
>Vin := 1;
>
> # CALCUL FREQUENCE DE RESONANCE
>omegacarre := proc (rayon, rapport)
    options operator, arrow;
    evalf((4/3)*E*rayon^2*(1-rapport)^2*n^2*(n^2-1)^2/
        (rho*rayon^4*(1+rapport)^4*(n^2+1)*(1+n^2*(1/3)*
        rayon^2*(1-rapport)^2*E/
        (s*G*rayon^2*(1+rapport)^2))))
    end proc;
>frequencen := evalf(sqrt(omegacarre(rayon[ext],
>rayon[int]/rayon[ext]))/(2*Pi));
>omega[0] := 2*Pi*frequencen;
>fdebut := frequencen-100*10^3;
>ffin := frequencen+100*10^3;
>
> # CALCUL DE LA MASSE EFFECTIVE ET DE LA RAIDEUR EFFECTIVE
>masse[anneau] := evalf(rho*epaisseur*Pi*(rayon[ext]^2-
    rayon[int]^2));

```

```

>masse[tot] := evalf((5/8)*masse[anneau]);
>eta :=
    evalf((`. `(V[p]*sin((1/180)*Pi*angle[electrode])*epsilon[0],
    rayon[ext]))*epaisseur/gap^2);
>raideur := evalf(masse[tot]*omega[0]^2);
>Rx := sqrt(raideur*masse[tot])/q;
>Lx := masse[tot];
>Cx := 1/raideur;
>
> # RESISTANCE, CAPACITE ET INDUCTANCE MOTIONNELLES
>Rmotio := sqrt(raideur*masse[tot])/(q*eta^2);
>Lreel := Lx/eta^2;
>Creel := Cx*eta^2;
>
> # CAPACITÉS DE COUPLAGE DU MODÈLE
> Capa[couplage] := 10^(-13);
> Capais := 1.0*10^(-13);
> Capaos := 1.0*10^(-13);
>
> # COEFFICIENTS DE CORRECTION POUR APLAC
>coef := trunc(abs(log10(Rx))-4);
>Raplac := Rx*10^coef;
>Laplac := Lx*10^coef;
>Caplac := Cx/10^coef;
>etal := 1/(10^((1/2)*coef)*eta);
>eta2 := -10^((1/2)*coef)*eta;
>
> # GENERATION DU SCRIPT POUR APLAC
>fd := fopen("maple_aplac.i", WRITE, TEXT);
>fprintf(fd, "Cap Ccouplage Port10 Port20 \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Capa[couplage]);
>fprintf(fd, "Res Rm node1 node2 \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Raplac);
>fprintf(fd, "Cap Cm node2 node3 \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Caplac);
>fprintf(fd, "Ind Lm node3 node4 \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Laplac);
>fprintf(fd, "IdealTransformer T1 Port10 GND node1 node5 \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", etal);
>fprintf(fd, "IdealTransformer T2 node4 node5 Port20 GND \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", eta2);
>fprintf(fd, "Cap Cis Port10 GND \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Capais);
>fprintf(fd, "Cap Cos Port20 GND \n+");
>fprintf(fd, "%g \n", Capaos);
>fprintf(fd, "DefNPort nport 2 \n+ Port10 GND 50\n+ Port20 GND
    50\n");
>fprintf(fd, "Sweep \"Parametres S\" \n");
>fprintf(fd, "+ LOOP = 5000 \n+ FREQ\n + LIN ");
>fprintf(fd, "%g %g \n", fdebut, ffin);
>fprintf(fd, "+ WINDOW 0 \n+ Y \"module\" \"dB\" -100 0 AUTOSCALE
    \n+ Y2 \"phase\" \"°\" -180 180 AUTOSCALE \n ");

```



```

>fprintf(fd, "SHOW WINDOW 0 db s(2,1)\n PRINT
        APPENDFILE=\"simu_output.txt\" db s(2,1) LF\n EndSweep");
>fclose(fd);
>
> # EXECUTION DU SCRIPT APLAC
>with(process);
>launch("aplac.exe", "maple_aplac.i");

```

III. Scripts ANSYS

La simulation par éléments finis à l'aide du logiciel ANSYS a servi à l'étude des modes de résonance des structures étudiées au chapitre 2. En commençant par simuler un anneau seul, puis en ajoutant les ancrages et la pointe, tous les composants mécaniques de la sonde sont pris en compte. Une analyse modale permet d'obtenir la forme des différents modes ainsi que la fréquence de résonance correspondante. Une analyse harmonique autour de cette fréquence de résonance permet de simuler l'amplitude de vibration en un point particulier du résonateur. Afin de faciliter le travail de conception, des scripts écrits suivant les règles propres à ANSYS sont utilisés. Etant entièrement paramétrés, ils permettent de ne rentrer que les dimensions géométriques en début de fichier avant de lancer la simulation. Ce type de fonctionnement donne également la possibilité de travailler par lot, le logiciel lançant successivement les simulations prévues et synthétisant les résultats dans des fichiers de sortie pré-formatés. Cette annexe présente les fichiers typiquement utilisés durant ces travaux de thèse.

- Un fichier de dessin de la structure anneau + ancrages + pointes
- Un fichier permettant de lancer une simulation modale à partir de la structure dessinée
- Un fichier permettant d'identifier le mode elliptique parmi les modes de résonance : une image du mode est capturée et la fréquence de résonance est notée dans un fichier
- Un fichier permettant de lancer une simulation harmonique à partir de la structure dessinée et de la fréquence du mode de résonance

En combinant ces différents fichiers en fonction des besoins, on est capable de réaliser un script global permettant pour une structure donnée d'identifier un mode particulier, d'obtenir sa fréquence de résonance et de lancer l'analyse harmonique de ce mode.

III.1. Dessin du résonateur avec ses ancrages et deux pointes symétriques (une pointe étant nanométrique)

```

finish
/CLEAR, start
/PREP7
/TITLE, MEMS - 2 pointes - ancré
/UNITS, SI
!!! parametres geometriques en µm !!!!!
    rayon=30
    larg_anno=5
    epaisseur=5

```

Annexes

```

long_ancrage=25
larg_ancrage=3
long_pointe=30
larg_pointe=16
angleA=45          !angle des ancrages côté pointe
angleB=45          !angle des ancrages autre côté
!!!!!!!!!! parametres analyse  !!!!!!!!!!!!!!!
!!!!!!!!!! Analyse Modale !!!!!!!!!!!!!!!
      freqmin=3E6          !plage de fréquence de la simulation
      freqmax=10E6
!!!!!!!!!! Analyse Harmonique !!!!!!!!!!!!!!!
      freqres=5545000      !fréquence centrale de simulation
      freqshift=200000    !(delta f)/2
      freqinter=200        !nombre de points de simulation
      driveforce=0.5E-6    !force d'excitation appliquée
      dmpr,0.0005          !Q=1000 dmpr=1/2/1000=0.005 : amortissement
      drivekp=39           !keypoint d'application de la force
      sensekp=87           !keypoint où l'amplitude est mesurée
!!!!!!!!!! parametres simulation !!!!!!!!!!!!!!!
      ET,1,95              !type d'element
      MP,DENS,1,2330E-18    !masse volumique Si
      MP,EX,1,169E3         !module de young
      MP,NUXY,1,0.22        !coefficient de poisson
!!!!!!!!!! definition de l'anneau !!!!!!!!!!!!!!!
      CSYS,1                !repere cylindrique
      k,1,0,0,0             !centre de l'anneau
      k,2,rayon-larg_anno,0,0 !rayon interne
      k,3,rayon,0,0         !rayon externe
      k,4,0,0,epaisseur    !epaisseur du systeme
      k,5,0,0,epaisseur/2  !epaisseur du systeme/2
!!!!!!!!!! definition des pointes !!!!!!!!!!!!!!!
!!!!!!!!!! Pointe nanométrique !!!!!!!!!!!!!!!
      *AFUN,deg
      k,21,rayon,-ASIN(larg_pointe/(2*rayon)),0
      k,22,rayon,ASIN(larg_pointe/(2*rayon)),0
      k,23,(larg_pointe/(4*SIN(ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))))))
,-ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))),0
      k,24,(larg_pointe/(4*SIN(ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))))))
,ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))),0
      k,25,rayon+long_pointe,0,0
      k,26,rayon+2*long_pointe,0,0
      k,27,(larg_pointe/(4*SIN(ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))))))
,ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))),epaisseur
!!!!!!!!!! Pointe massive !!!!!!!!!!!!!!!
      k,121,rayon,180-ASIN(larg_pointe/(2*rayon)),0
      k,122,rayon,180+ASIN(larg_pointe/(2*rayon)),0
      k,123,(larg_pointe/(4*SIN(ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))))))
),180-ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))),0
      k,124,(larg_pointe/(4*SIN(ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))))))
),180+ATAN(larg_pointe/(4*(rayon+long_pointe))),0
      k,125,(rayon+long_pointe),180,0
      k,126,(rayon+2*long_pointe),180,0
!!!!!!!!!! definition des ancrages !!!!!!!!!!!!!!!
LOCAL,11,0,0,0,0,angleA,0,0,1.0,1.0
      k,31,rayon-0.5,-0.5*larg_ancrage,0
      k,33,rayon-0.5,0.5*larg_ancrage,0
      k,32,rayon+long_ancrage,-0.5*larg_ancrage,0
      k,34,rayon+long_ancrage,0.5*larg_ancrage,0

```

```

k, 35, rayon+long_ancrage, -10, 0
k, 36, rayon+long_ancrage+20, -10, 0
k, 37, rayon+long_ancrage+20, 10, 0
k, 38, rayon+long_ancrage, 10, 0
LOCAL, 11, 0, 0, 0, 0, 180-angleB, 0, 0, 1.0, 1.0
k, 41, rayon-0.5, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 43, rayon-0.5, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 42, rayon+long_ancrage, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 44, rayon+long_ancrage, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 45, rayon+long_ancrage, -10, 0
k, 46, rayon+long_ancrage+20, -10, 0
k, 47, rayon+long_ancrage+20, 10, 0
k, 48, rayon+long_ancrage, 10, 0
LOCAL, 11, 0, 0, 0, 0, 180+angleB, 0, 0, 1.0, 1.0
k, 51, rayon-0.5, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 53, rayon-0.5, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 52, rayon+long_ancrage, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 54, rayon+long_ancrage, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 55, rayon+long_ancrage, -10, 0
k, 56, rayon+long_ancrage+20, -10, 0
k, 57, rayon+long_ancrage+20, 10, 0
k, 58, rayon+long_ancrage, 10, 0
LOCAL, 11, 0, 0, 0, 0, -angleA, 0, 0, 1.0, 1.0
k, 61, rayon-0.5, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 63, rayon-0.5, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 62, rayon+long_ancrage, -0.5*larg_ancrage, 0
k, 64, rayon+long_ancrage, 0.5*larg_ancrage, 0
k, 65, rayon+long_ancrage, -10, 0
k, 66, rayon+long_ancrage+20, -10, 0
k, 67, rayon+long_ancrage+20, 10, 0
k, 68, rayon+long_ancrage, 10, 0
!!! Ligne generatrice anneau et volume!!!
lesize, 1, , , 20
L, 2, 3
L, 1, 5
L, 5, 4
!!! generation du disque par rotation !!!
!!! autour de la ligne definie entre !!!
!!! le point 1 et le point 4 !!!
arotat, 1, , , , , 1, 4, 360, 4
!!!!!!!!!!!! aires des ancrages !!!!!!!!!!!!!
a, 31, 32, 35, 36, 37, 38, 34, 33
a, 41, 42, 45, 46, 47, 48, 44, 43
a, 51, 52, 55, 56, 57, 58, 54, 53
a, 61, 62, 65, 66, 67, 68, 64, 63
!!!!!!!!!!!! aires des pointes !!!!!!!!!!!!!
a, 21, 23, 25, 24, 22
a, 121, 123, 125, 126, 124, 122
!!!!!!!!!!!! fusion des aires !!!!!!!!!!!!!
asel, all
aadd, all
!!!!!!!!!!!! generation volume !!!!!!!!!!!!!
!!!!!!!!!!!! et maillage !!!!!!!!!!!!!
vdrag, all, , , , , 2, 3 !volume anneau+ancrage
v, 24, 25, 26, 27 !volume pointe nanométrique
nummrg, kp, 1e-7
vsel, all
mshkey, 0

```

```

mshape,1,3D
esize,epaisseur/2      !taille des éléments
asel,s,area,,3        !selectionne les aires à fixer (ancrages)
asel,a,area,,4
asel,a,area,,5
asel,a,area,,13
asel,a,area,,14
asel,a,area,,15
asel,a,area,,27
asel,a,area,,28
asel,a,area,,29
asel,a,area,,36
asel,a,area,,37
asel,a,area,,38
asel,a,area,,56
asel,a,area,,54
asel,a,area,,55
asel,a,area,,65
asel,a,area,,63
asel,a,area,,64
asel,a,area,,77
asel,a,area,,78
asel,a,area,,79
asel,a,area,,88
asel,a,area,,87
asel,a,area,,86
da,all,UX,0            !fixe les aires sélectionnées
da,all,UY,0
da,all,UZ,0
VMESH,all              !maille le volume
FINISH

```

III.2. Analyse modale

```

!!!!!! Analyse modale : recherche les modes      !!!!!!
!!!!!! de résonance sur une plage de fréquences !!!!!!
/SOLU
antype,modal          !analyse modale
modopt,lanb,100,freqmin,freqmax,off,off        !plage de fréquences
mxpand,100,,,YES      !nombre de mode max
solve
FINISH

```

III.3. Recherche du mode elliptique

```

!!!! génération de rapport d'analyse modale !!!!
/POST1
~eui,'package require ansys'
~eui,'::ansys::report::sizeGraphics up'
*GET,nombredemode,ACTIVE,0,SET,NSET !récupère le nombre de modes
*DO,boucle,1,nombredemode,1        !boucle sur tous les modes
    SET,,,,,,,,boucle
    !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!
    !!!!! vérification si le mode est le mode elliptique !!!!!!!
    !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!
    !!! regle 1 le z max sur tous les noeuds < 8000
    !!! regle 2 le x au ventre de vibration est > 200000
    !!! regle 3 le Y du ventre de vibration est <1000
    !!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!

```

```

NSEL, ALL
PLNSOL, U, Z, 0, 1
*GET, deplacementZ, PLNSOL, 0, MAX      !à comparer <8000
KSEL, S, KP, , 78                      !keypoint au ventre de vibration
NSLK, S                                !noeud correspondant
*GET, nodex, NODE, 0, NUM, MAX
*GET, dumb, NODE, nodex, U, SUM
*GET, domb, NODE, nodex, U, Y
deplacementX=NINT (ABS (dumb))          !à comparer >200000
deplacementY=NINT (ABS (domb))          !à comparer <1000
*IF, deplacementX, GT, 200000, AND, deplacementZ, LT, 8000, THEN
    *IF, deplacementY, LT, 1000, THEN
*GET, frequencedumode, MODE, boucle, FREQ
/TITLE, %titre% Frequence : %frequencedumode%
PLNSOL, U, SUM
/REPLOTT, RESIZE
~eui, 'ansys::report::imagecapture {file Image 1} ' !capture l'image
*ENDIF
*ENDIF
*ENDDO
~eui, '::ansys::report::finished'
FINISH

!!!!!!!!!!!! Recuperation de la fréquence dans un fichier !!!!!!!!!!!!!!!
/POST26
!!!!!!!!!!!!!!Redirection vers un fichier !!!!!!!!!!!!!!!
/OUTPUT, %titre%, 'csv', 'Mes documents/Simu ansys'
*VWRITE, 'Rext', 'Rint', 'Epaisseur', 'Long_ancrage', 'Larg_ancrage', 'Frequence'
%C; %C; %C; %C; %C; %C
*VWRITE, rayon, rayon-
larg_anno, epaisseur, long_ancrage, larg_ancrage, frequencedumode
%G; %G; %G; %G; %G; %G
/OUTPUT, TERM
FINISH

```

III.4. Analyse harmonique

```

/SOLU
ANTYPE, HARMIC                        ! Analyse harmonique
HROPT, FULL                           ! Réponse complète
HROUT, OFF                             ! résultat en amplitude /phase
OUTPR, BASIC, 1
NSUBST, freqinter                      ! nombre de point de simulation
HARFRQ, freqres-freqshift, freqres+freqshift !Plage de fréquence
KBC, 1
KSEL, S, KP, , drivekp                !selection du keypoint d'application de la force
NSLK, S                                !selection du noeud attaché au keypoint
F, ALL, FX, driveforce                !force appliquée suivant X sur le ventre de vibration
NSEL, ALL
SOLVE

!!!!!!!!!!!!Redirection vers un fichier de la courbe de simu !!!!!!!!!!!!!!!
KSEL, S, KP, , sensekp                !selection du keypoint à observer
NSLK, S                                !selection du noeud attaché au keypoint
*GET, sensenode, NODE, 0, NUM, MAX    !stockage du noeud dans une variable
FINISH

/POST26

```

Annexes

```
numvar,200
NSOL,2,sensenode,U,X,UX_4 !stock dans la variable 2 la solution au noeud
STORE,MERGE
ABS,3,2 !stock dans la variable 3 le module de la solution
*DEL,_P26_EXPORT
*DIM,_P26_EXPORT,TABLE,freqinter,1
!supprime puis créé un tableau à 2 colonnes et autant de lignes
!que de step dans l'analyse harmonique
VGET,_P26_EXPORT(1,0),1 !met les frequences dans la premiere colonne
VGET,_P26_EXPORT(1,1),3,,0 !met l'amplitude du mouvement dans la seconde
!!!!!!!!!!!!Redirection vers un fichier de la courbe obtenue !!!!!!!!!!!!!
/OUTPUT,'ana_harmo_B','csv','Mes documents/Simu ansys'
*VWRITE,'Freq','Amplitude' !écrit la première ligne du tableau
%C; %C
*VWRITE,_P26_EXPORT(1,0),_P26_EXPORT(1,1) !remplit les colonnes
%G; %G
/OUTPUT,TERM
```

Résumé

La Microscopie à Force Atomique (AFM) rapide et ses applications potentielles en nanobiotechnologie nécessite l'augmentation de la fréquence de résonance des sondes, constituées de levier résonant à quelques mégahertz. De plus, lors du passage en liquide, la fréquence de résonance ainsi que le facteur de qualité sont dégradés tandis que le système optique de mesure gagne en complexité.

Les travaux présentés dans ce manuscrit proposent de remplacer le levier standard de l'AFM par un microsystème résonant à haute fréquence, présentant un facteur de qualité élevé et dont l'actionnement comme la détection seront intégrés.

Après un état de l'art de l'AFM et de l'apport potentiel des microsystèmes pour la discipline, les détails de la conception d'une sonde basée sur un anneau en silicium vibrant suivant un mode elliptique munie d'une pointe sont présentés. Le procédé technologique 3D de fabrication collective sur substrats des sondes est détaillé. La pointe, dont l'apex présente un rayon de courbure nanométrique, est fabriquée par gravure chimique. L'actionnement électrostatique et la détection capacitive mettent en jeu un entrefer de 80nm auto-aligné.

Un ensemble de caractérisations électriques et optiques permettent de mesurer et de calibrer les sondes avant leur montage sur un scanner AFM commercial. L'imagerie sur des échantillons biologiques, des origamis d'ADN, à l'aide d'une sonde fonctionnant à 11MHz et présentant un facteur de qualité à l'air de 1300 conclue ce manuscrit. La résolution en force obtenue est de $5\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$.

Abstract

High speed Atomic Force Microscopy (AFM) and its potential applications in nanobiotechnology need to increase the resonance frequency of the probes limited in the case of the usual cantilever to a few megahertz.

The first chapter describes the state of the art of the AFM and focus on the potential of MEMS in this area. The second chapter treats of the conception of a sensor taking advantage of the high resonance frequency of a silicon bulk mode resonator integrating a nanotip fabricated in batch process.

We describe in the next chapter the realization of MEMS-based AFM Nanoprobes with integrated in-plane nanotip and 80nm self-aligned capacitive transduction gaps. The probes are fabricated using a photolithographic process and deep reactive ion etching. Small gaps being critical to maximize the capacitive transduction, the self-aligned 80nm capacitive gaps are obtained by thermal oxidation of the resonator side walls and polysilicon refilling. A chemical wet etching defines the in-plane nanotip thanks to the selectivity between the silicon planes. The radius of the tip apex obtained is about 10-20nm.

One probe, working at 11MHz and showing a Q factor of 1300 is optically and electrically fully characterized. The probe holder of a Multimode Veeco microscope is replaced by a dedicated circuit board supporting the MEMS probe. The sample is constituted by DNA origami which is bimolecular self-assembled structure programmed to form various geometric shapes. In this case, 50nm side and 2nm height squares of DNA deposited on mica surface are used. For this probe, the minimal detectable force is estimated at $5\text{pN}\cdot\text{Hz}^{-1/2}$.