

n° d'ordre :3891

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE
UFR D'ELECTRONIQUE

en vue de l'obtention du

GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE

Spécialité : Microondes et Microtechnologies

TECHNOLOGIES MICROSYSTEMES AVANCEES POUR LE
FONCTIONNEMENT DE DISPOSITIFS EN MILIEU LIQUIDE ET
LES APPLICATIONS NANOMETRIQUES

par

Anne-Sophie ROLLIER

Ingénieur ISEN

Soutenue le 14 décembre 2006 devant la commission d'Examen :

Président

T. LASRI Professeur, IEMN, Villeneuve d'Ascq

Rapporteurs

C. BERGAUD Chargé de recherche au CNRS, HDR, LAAS, Toulouse

B. CRETIN Professeur, FEMTO-ST, Besançon

Examineurs

A-M.BONNOT Directeur de recherche au CNRS, LEPES, Grenoble

J P. AIME Directeur de recherche au CNRS, CPMOH, Talence

X. GRISON Ingénieur, DGA, Paris

Directeur de la thèse
Co-directeur de la thèse

D. COLLARD Directeur de recherche au CNRS, IEMN, Villeneuve d'Ascq

L.BUCHAILLOT Directeur de recherche au CNRS, IEMN, Villeneuve d'Ascq

REMERCIEMENTS

Ce travail à été réalisé à l'Institut d'Electronique, de Micro-électronique et de Nanotechnologie, dirigé par Alain CAPPY, plus particulièrement au sein du département ISEN dirigé par Monsieur Didier STIEVENARD. Je remercie tout particulièrement la Délégation Générale pour l'Armement pour le financement de ce travail.

Je remercie Monsieur Tuami LASRI qui a accepté de présider le jury de cette thèse.

Je remercie vivement Messieurs Christian BERGAUD et Bernard CRETIN d'avoir accepté le rôle de rapporteur de cette thèse.

J'exprime toute ma gratitude à Madame Anne-Marie BONNOT et Messieurs Jean-Pierre AIME et Xavier GRISON qui me font l'honneur de participer à ce jury en tant qu'examineurs.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Dominique COLLARD pour la confiance et le soutien qu'il m'a témoigné en tant que directeur de thèse.

Je remercie vivement Lionel BUCHAILLOT, responsable du groupe Microsystèmes Silicium, pour m'avoir communiqué ses connaissances en mécanique et microtechnologies. Sa rigueur, son objectivité et son charisme furent très appréciables en tant que doctorant.

Merci à Bernard LEGRAND, chargé de recherche au CNRS, membre de l'équipe microsystème Silicium, pour son contact très enrichissant au niveau scientifique et humain.

Je tiens à remercier très chaleureusement l'ensemble des équipes de technologie et de caractérisation de l'IEMN, qui mettent quotidiennement à disposition des chercheurs les outils nécessaires à leur travail. Je remercie en particulier Denis REMIENS et Elhadj DOGHECHE pour les dépôts et les caractérisations du PZT.

Je tiens à remercier Anne-Marie BONNOT du LEPES à Grenoble pour la croissance des nanotubes de carbone et l'étude statistique très fastidieuse sur les champs de pointe et surtout pour sa motivation. Je remercie aussi Charlotte BERNARD, Sophie MARSAUDON et Jean-Pierre AIME pour m'avoir accueillie au CPMOH à Bordeaux pour caractériser les leviers à pointe-nanotube en AFM. Cette collaboration a été très enrichissante, un grand merci !

N'oublions pas mes collègues étudiants qui ont contribué grandement à l'ambiance active et détendue de notre groupe de recherche, en particulier les doctorants : Huong DUONG (qui a en plus subie mes changements d'humeur en collocation), Matthieu GAUDET et Jean-Baptiste BUREAU avec qui j'ai eu la chance (sisi !!) de partager mon bureau pendant cette thèse ! A Matthieu LAGOUGE qui a souvent débuggé mon pc, à Cédric DESCATOIRE et Damien DEBUISSON. A Tristan PICHONAT avec qui je partage le même plaisir de la recherche. A Elodie PAILLART, assistante de l'équipe, qui a obtenu avec beaucoup de savoir faire tous mes remboursements ! Ainsi qu'à Steve ARSCOT pour la correction de mes articles en anglais.

Je témoigne toute ma gratitude à toute ma famille et en particulier à mes parents, mes grand-parents, ma sœur Stéphanie et mon frère Alexandre, mes amis, ainsi que l'homme de ma vie Rémi DUSSAILLANT de m'avoir soutenue pendant toute ma thèse et surtout pendant la rédaction !

Je remercie aussi Olivier MILLET, Karim SEGUENI, Alexandre KANCIURZEWSKI, Renaud ROBIN, Loïc LE GARREC et Salim TOUATI mes nouveaux collègues de DELFMEMS !

TABLES DES MATIERES

Remerciements	3
Table des Matières	5
Introduction générale.....	7
1 ^{er} Chapitre : La microscopie à force atomique en milieu liquide	11
I Problématique et positionnement	13
I.1 Principe de fonctionnement du Microsciope à Force Atomique	13
I.2 Problématique du milieu liquide	17
II Etat de l'art.....	21
II.1 1994 les premières images en milieu liquide en mode non-contact	22
II.2 Diminution des dimensions du levier.....	23
II.3 Augmentation de la surface imageable en milieu liquide	32
II.4 Augmentation du facteur de qualité	34
II.5 Intégration de l'actionnement	37
II.6 Positionnement de cette étude.....	53
2 nd Chapitre : Etude fréquentielle en environnement liquide d'une poutre de section rectangulaire	62
I Etude dynamique en environnement liquide	63
I.1 Equation du mouvement d'une poutre encastree-libre	63
I.2 Paramètres de vibration du levier	83
I.3 Dimensionnement des leviers	95
I.4 Résolution de l'équation du mouvement	100
II Conclusion	114
3 ^{ème} Chapitre : Fabrication et caractérisations de leviers intégrant un actionnement pour des applications en milieu liquide.....	120
I Intégration de l'actionnement sur le levier	122
I.1 Problématique de l'actionnement en milieu liquide	122
I.2 Actionnement piézoélectrique	130
I.3 Actionnement électrostatique.....	157
I.4 Comparaison entre l'actionnement électrostatique et piézoélectrique.....	190
II Conclusion	192

4 ^{ème} Chapitre : Fabrication et caractérisations de leviers actifs intégrant une pointe effilée pour l'imagerie AFM en milieu liquide	204
I Conception de pointes effilée par un nanotube de carbone	205
I.1 Croissance de nanotube de carbone	205
I.2 Caractérisation mécanique du nanotube de carbone	217
II Imagerie AFM	225
II.1 Courbes de résonance en AFM	227
II.2 Imagerie AFM	230
II.3 Actionnement en milieu liquide	234
III Conclusion	239
Conclusion et perspectives	244
Annexes	296
Liste des publications	296

INTRODUCTION

- "Pourquoi ne pourrions-nous pas écrire l'intégralité des 24 volumes de l'encyclopédie Britannica sur la tête d'une épingle ?"

- "Les principes de la physique, pour autant que nous puissions en juger, ne s'opposent pas à la possibilité de manipuler des choses atome par atome".

Richard Feynman, 29 décembre 1959

Les travaux de Feynman (prix Nobel de physique en 1965) sont à l'origine des technologies de l'infiniment petit : "les nanotechnologies". Le préfixe nano faisant référence au milliardième de mètre ce qui est approximativement égal à la taille d'un cheveu après une division de celui-ci par 100 000. Dans ce sens, les nanotechnologies regroupent l'ensemble des théories, techniques, mécanismes ou réalisations visant à produire et manipuler des "objets" de taille comparable à celles des molécules et des atomes. Aujourd'hui les frontières de l'infiniment petit, inaccessibles il y a quelques années, paraissent disparaître avec les nouveaux outils mis à notre disposition. Le nombre de secteurs visé par les nanotechnologies est sans cesse grandissant. L'observation de l'infiniment petit (comme de l'infiniment grand) passionne les hommes depuis toujours. La quête de ces mondes invisibles ne s'est pas faite en un jour mais le 20ème siècle fut le plus riche en découvertes. En 1933, l'invention du microscope électronique a permis l'observation d'objets de taille micrométrique. En 1985, l'invention du microscope à force atomique permet pour la première fois d'observer les atomes et les molécules à l'unité. Un peu plus tard il permettra de déplacer les atomes, on ne se contente plus de les observer mais on peut les manipuler : les nanotechnologies sont nées.

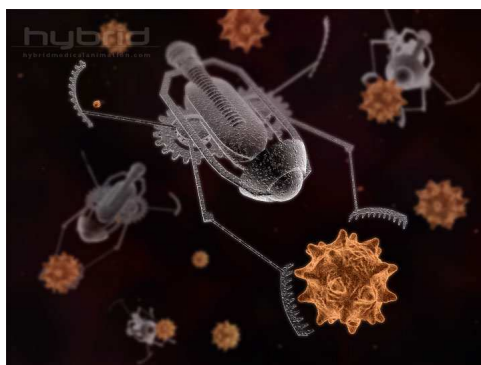


Figure 1 : Vue schématique d'un nanorobot pour le traitement cellulaire.

Cette miniaturisation ultime va nous permettre de mettre en œuvre des nanosystèmes biocompatibles, voir Figure 1, qui vont être capables, par exemple, de se déplacer dans le corps humain pour sélectionner, analyser et traiter directement des cellules malades. Ces nanorobots devront être capables de se propulser pour se déplacer dans notre organisme. Il faut donc concevoir des nanomoteurs capables de créer un mouvement en environnement liquide. Pour cela, nous pouvons nous inspirer du fonctionnement du corps humain où l'énergie permettant de contracter nos muscles résulte de l'hydrolyse de l'ATP. L'ATP synthase (schématisée à la Figure 2) est une enzyme universelle, dont la fonction est de fabriquer l'ATP des organismes vivants à partir d'ADP et de phosphate inorganique (Pi). Pour ce faire, cette enzyme utilise l'énergie fournie par le gradient de protons développé de part et d'autre de la membrane sur laquelle elle est fixée. L'équation bilan de son hydrolyse se met sous la forme :



Cette enzyme se comporte comme un véritable moteur rotatif pouvant tourner dans les deux sens (réversibilité de l'équation d'hydrolyse). En effet, lorsque de l'ATP est présent dans le milieu, l'enzyme est capable d'hydrolyser l'ATP (en ADP et Pi), pour reconstituer le gradient de pH de la cellule.

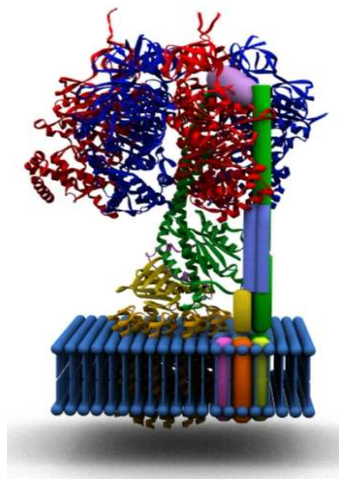


Figure 2 : Représentation schématique de l'ATP synthase.

Pour pouvoir copier ce nanomoteur naturel en vue de l'intégrer dans un nanosystème il convient de précisément l'étudier pour assimiler son fonctionnement, sa géométrie et ses propriétés mécaniques.

De nombreuses études ont permis de mettre en évidence les propriétés de l'enzyme, tel que son diamètre de l'ordre de 8nm, sa vitesse de changement de conformation de l'ordre de $100\text{tr}\cdot\text{s}^{-1}$ et le rendement de ce nanomoteur de plus de 80%.

Cependant ces techniques de caractérisation de l'ATP synthase, par méthode cryogénique, Figure 3-(a), par attachement d'un filament fluorescent, Figure 3-(b) et (c) ou encore par fixation d'une bille métallique, Figure 3-(d) nécessitent une modification de l'objet pour pouvoir l'étudier.

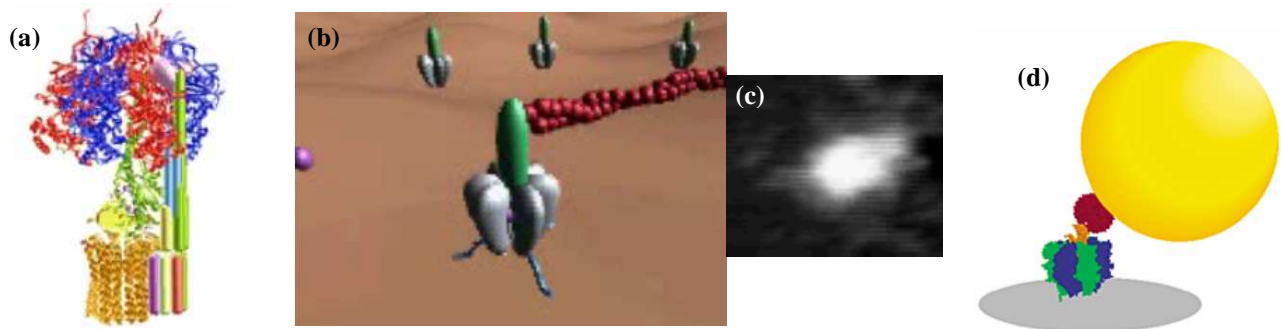


Figure 3 : (a) Modélisation de l'ATP synthase (Equipe J. Velours IBG Talence). (b) et (c) Fixation d'un filament fluorescent (Yoshida et Hisabori Lab., Institute of Technology, Tokyo). (d) Fixation d'une bille métallique (R. Yasuda, Nature, 2001).

Nous proposons ici d'étudier cette enzyme pour évaluer ces propriétés d'intégration dans un nanosystème en utilisant une méthode non destructive d'imagerie en milieu liquide.

Manipuler des cellules nécessite l'utilisation d'outils adaptés. Ces outils doivent être capables de faire le lien entre le monde micro voir nano-scopique et le monde macroscopique. Les outils adaptés naturellement à cette tâche sont les microsystèmes, ce sont des dispositifs mécaniques de taille micrométrique (quelques millièmes de millimètre) intégrant une électronique et possédant une partie mobile permettant de les mettre en mouvement ou de les déformer. Ils sont des outils idéaux pour saisir des objets, sonder leur surface et les analyser. Les microsystèmes sont déjà utilisés en Microscopie à Force Atomique (AFM) pour des applications sous vide ou dans l'air. Cependant le principal enjeu est de pouvoir les utiliser en environnement liquide pour sonder des objets biologiques telles que l'enzyme ATP synthase. Pour cela nous devons tenir compte de la contrainte environnementale qui est le milieu physiologique et de contraintes physiques telles qu'une bande passante élevée ($>\text{MHz}$, pour imager à une vitesse supérieure aux mouvements de l'enzyme), ainsi qu'une très bonne résolution en force ($<\text{pN}$) et spatiale (de l'ordre du nm pour accéder à la géométrie complexe de l'enzyme). Il convient donc d'optimiser les performances de l'AFM en mode dynamique et en milieu liquide. Ce document va permettre de mettre en évidence la problématique

qu'est l'utilisation des sondes microsystemes dans un environnement liquide. Peut-on utiliser les mêmes principes d'actionnement en milieu liquide que sous vide ou dans l'air ? Quels vont être les performances et comment les améliorer ? Nous allons tâcher de répondre à ces questions en étudiant un dispositif simple, dont le comportement est bien connu sous vide et dans l'air : la poutre encastree-libre dite poutre cantilever.

Dans un premier chapitre nous allons nous intéresser à l'étude bibliographique de la microscopie à force atomique en milieu liquide. Cette étude va nous permettre de nous positionner par rapport à l'état de l'art et de mettre en évidence la problématique de l'imagerie en milieu liquide pour extraire les paramètres du levier régissant la sensibilité du capteur intégré à l'AFM.

Le second chapitre va être consacré à l'étude dynamique de leviers évoluant en milieu liquide en vue d'intégrer directement ces dispositifs dans un microscope à force atomique. Une modélisation analytique va être présentée pour dimensionner avec les meilleures performances en milieu liquide cette nouvelle sonde AFM. Cette sonde va être active, c'est-à-dire qu'un actionnement va être directement intégré sur le levier.

Le troisième chapitre va décrire la fabrication et les caractérisations expérimentales dans l'air et en environnement liquide des deux principes d'actionnement du levier sélectionnés grâce à l'étude bibliographiques : l'actionnement piézoélectrique et électrostatique. Nous verrons, de plus, comment éviter les phénomènes d'électrolyse lorsqu'une différence de potentiel est appliquée dans la solution.

Dans le but d'accéder à une résolution latérale de l'ordre du nanomètre et ainsi de pouvoir analyser de très petits objets biologiques, une pointe en silicium va être intégrée à l'extrémité des leviers. Deux voies technologiques seront discutées dans ce quatrième chapitre pour effiler l'apex de la pointe. La première consistera à réaliser des cycles d'oxydation-désoxydation de la pointe en silicium et la seconde tirera partie du greffage de nanotube de carbone à l'apex de la pointe.

Les conclusions et les perspectives seront ensuite présentées.

LA MICROSCOPIE À FORCE ATMIQUE EN MILIEU LIQUIDE :

ETUDE DU LEVIER

1.	PROBLEMATIQUE ET POSITIONNEMENT.....	13
1.1.	PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU MICROSCOPE A FORCE ATOMIQUE.....	13
1.1.1	<i>Le mode contact.....</i>	<i>14</i>
1.1.2	<i>Le mode oscillant.....</i>	<i>15</i>
1.2.	PROBLEMATIQUE DU MILIEU LIQUIDE.....	17
1.2.1	<i>Sensibilité.....</i>	<i>17</i>
1.2.2	<i>Vitesse d'imagerie.....</i>	<i>19</i>
2.	ETAT DE L'ART.....	21
2.1	1994 LES PREMIERES IMAGES EN MILIEU LIQUIDE EN MODE NON-CONTACT.....	22
2.2	DIMINUTION DES DIMENSIONS DU LEVIER.....	23
2.2.1	<i>Les débuts de l'imagerie rapide.....</i>	<i>23</i>
2.2.2	<i>Travail sur le levier et l'instrumentation.....</i>	<i>25</i>
2.2.3	<i>Optimisation de la taille du spot laser.....</i>	<i>26</i>
2.2.4	<i>Vitesse maximale atteinte.....</i>	<i>28</i>
2.2.5	<i>Les leviers de nouvelle génération.....</i>	<i>30</i>
2.2.5.1	Nouvelle architecture.....	30
2.2.5.2	Levier taillé au FIB.....	30
2.3	AUGMENTATION DE LA SURFACE IMAGEABLE EN MILIEU LIQUIDE.....	32
2.4	AUGMENTATION DU FACTEUR DE QUALITE.....	34
2.4.1	<i>Boîte Q commercial.....</i>	<i>34</i>
2.4.2	<i>Augmentation du gain.....</i>	<i>36</i>
2.5	INTEGRATION DE L'ACTIONNEMENT.....	37
2.5.1	<i>Actionnement piézoélectrique.....</i>	<i>37</i>
2.5.1.1	Levier en ZnO.....	38
2.5.1.1.1	<i>Actionnement piézoélectrique et imagerie en milieu liquide.....</i>	<i>38</i>
2.5.1.1.2	<i>Détection piézoélectrique.....</i>	<i>40</i>
2.5.1.1.3	<i>Augmentation de la bande passante de l'imagerie.....</i>	<i>41</i>
2.5.1.2	Levier en PZT.....	42
2.5.1.3	Levier en Quartz cristallin massif.....	45
2.5.2	<i>Actionnement magnétique.....</i>	<i>47</i>
2.5.3	<i>Actionnement électrostatique.....</i>	<i>49</i>

2.5.3.1	Application à la nanolithographie	49
2.5.3.2	Actionnement en mode intermittent.....	51
2.6	POSITIONNEMENT DE CETTE ETUDE.....	53

1. Problématique et positionnement

L'objectif est de pouvoir imager en milieu liquide des objets de taille nanométrique avec une détection de force de l'ordre du pN. L'outil le plus adapté est le Microscope à Force Atomique (AFM *Atomic Force Microscopy*) dynamique. Cependant l'AFM est traditionnellement utilisé sous vide ou dans l'air, son utilisation en milieu liquide implique de concevoir un dispositif vibrant dont les dimensions sont optimisées pour permettre un fonctionnement en environnement liquide. Dans un premier temps, le principe de fonctionnement de l'AFM va être détaillé puis la problématique de l'imagerie en milieu liquide sera présentée pour extraire les paramètres du levier régissant la sensibilité du capteur intégré à l'AFM.

1.1. Principe de fonctionnement du microscope à force atomique

L'AFM a été inventé en 1986 par Binnig *et al.* [1]. Le principe consiste à sonder mécaniquement la surface d'un échantillon par balayages successifs d'une pointe très fine fixée à l'extrémité d'un levier. Le choix de la configuration (géométrie, matériau) de l'ensemble levier-pointe découle directement du mode dans lequel sera utilisé le microscope ainsi que le type d'échantillon à analyser. Ce choix va se traduire par une valeur de constante de raideur mécanique et de fréquence de résonance du levier. Un scanner, constitué de céramiques piézoélectriques pilotées par un ordinateur, va permettre le déplacement de l'échantillon dans les trois directions de l'espace. La pointe va alors balayer la surface de l'échantillon. La déflexion du levier, résultant des interactions entre la pointe, aussi appelée sonde, et la surface, est détectée par un faisceau laser qui se réfléchit à l'extrémité du levier. Le faisceau réfléchi, dont la déviation dépend de la position du levier, est ensuite réfléchi par des miroirs et détecté par une photodiode 4 quadrants. Le signal électrique recueilli en sortie du photodétecteur est utilisé dans une boucle d'asservissement, qui va permettre de corriger la position verticale de la surface par rapport à la pointe. A partir de cette opération d'asservissement, on va extraire les données topographiques de la surface. La Figure 1 est un schéma descriptif du principe de fonctionnement de l'AFM.

Il existe deux modes opératoires pour l'AFM : le mode statique (appelé mode contact), et le mode oscillant. Le mode oscillant recouvre deux régimes de fonctionnement : le mode non-contact, et un mode de contact-intermittent ou TappingModeTM [2] [3].

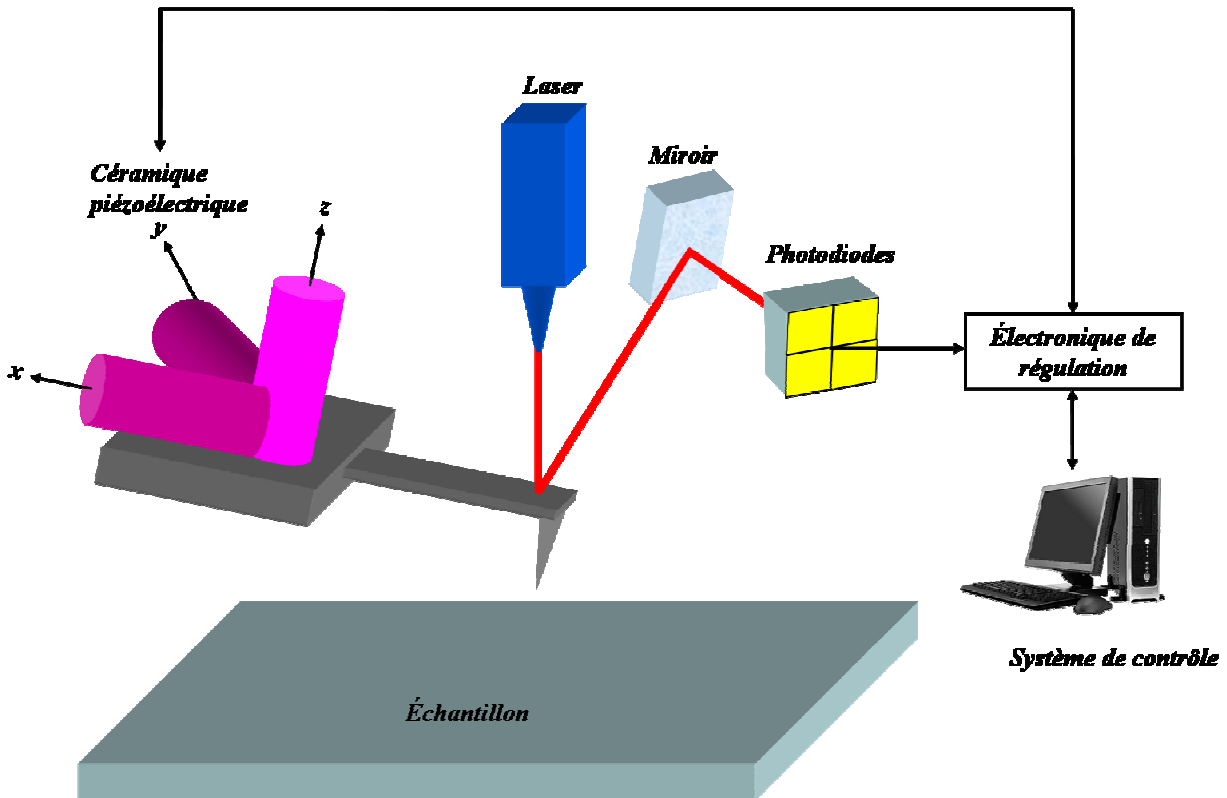


Figure 1 : Principe de fonctionnement du microscope à force atomique.

1.1.1 Le mode contact

En mode contact, la pointe est en contact physique permanent avec la surface de l'échantillon, les forces d'interactions mesurées entre la pointe et l'échantillon sont de courtes portées ($\sim \text{\AA}$) comme le montre le schéma de la Figure 2, et sont de types répulsives¹.

La position verticale de la pointe au dessus de la surface est asservie pour maintenir une force d'interaction constante entre la pointe et la surface.

Ainsi la position verticale du levier, déterminée par la déflexion du faisceau laser sur le photodétecteur permet de reconstruire l'image isoforce de la surface de l'échantillon (la loi de Hooke permet de relier la force d'interaction avec le déplacement vertical du levier). La Figure 3-(a) est une représentation schématique du mode contact régulé en déflexion.

¹ Force de répulsion : en rapprochant la pointe de la surface à quelques angströms, les nuages électroniques des ions vont s'interpénétrer et créer une force répulsive qui augmente rapidement si l'on continue à rapprocher la pointe de la surface. Cette force de répulsion est de courte portée ($\sim \text{\AA}$) et peut-être décrite par une loi du type $F \propto 1/r^n$ où n est supérieure à 8 ou par une fonction exponentielle [4].

1.1.2 Le mode oscillant

Nous avons vu précédemment qu'en mode contact l'interaction entre la pointe et l'échantillon est dominée par les forces interatomiques répulsives à courte portée. En éloignant la pointe de l'échantillon jusqu'à une distance de 10 à 100nm, seules les forces de plus longue portée, telles que les forces magnétiques, électrostatiques et attractives de Van Der Walls peuvent être mesurées. Ces forces d'interaction étant beaucoup faibles que les forces répulsives, cf. le schéma de la Figure 2, une méthode de détection différente est utilisée.

Le mode oscillant se caractérise par une excitation mécanique externe du support du levier grâce à un actionnement piézoélectrique, à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. L'existence d'une force d'interaction entre la pointe et la surface, ou plus précisément d'un gradient de force, modifie la constante de raideur effective du levier avec comme conséquence la réduction de la fréquence de résonance du levier.

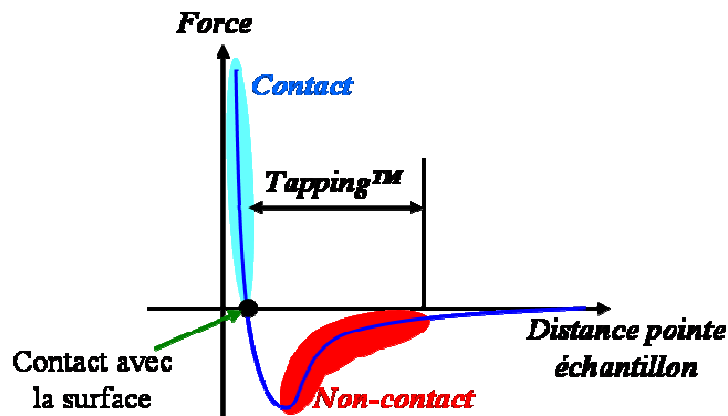


Figure 2 : Schéma représentant la nature des forces d'interaction entre la pointe et la surface en fonction de la distance entre la pointe et l'échantillon.

Deux méthodes sont généralement utilisées pour détecter ce changement de fréquence : la mesure de la variation d'amplitude (ou de phase) du signal à fréquence fixe², ou la variation de la fréquence de résonance elle-même³.

² Dans la méthode de détection de la variation d'amplitude, le piézoélectrique sur lequel est fixé le levier vibre à une fréquence proche sa fréquence de résonance de telle manière que l'amplitude de vibration de la pointe soit de l'ordre de la dizaine de nm. C'est le changement d'amplitude à la fréquence de résonance qui traduit l'effet du gradient de force.

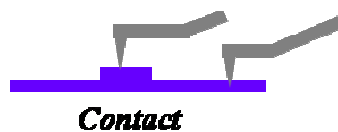
³ Dans la méthode de détection de la variation de fréquence les changements de fréquence sont directement mesurés avec un compteur de fréquence ou un discriminateur à modulation de fréquence [5].

Le mode oscillant peut être utilisé de deux manières différentes, soit en mode oscillant pur, soit en mode contact-intermittent.

Dans le premier cas, la pointe ne touche pas la surface de l'échantillon afin d'éviter toute détérioration de la surface de l'échantillon par la pointe et inversement, Figure 3(b). C'est un mode oscillant sans contact. La pointe se trouve alors à proximité de la surface à une distance de consigne. Dans ce cas la modulation de l'amplitude de vibration du levier va être induite par les interactions à distance liées aux forces attractives à longue portée entre la pointe et l'échantillon. Le résolution d'un tel mode est médiocre puisque la pointe oscille loin de la surface (typiquement entre 10 et 100nm) avec une amplitude d'environ 10nm.

Le mode contact intermittent ou TappingModeTM est un compromis entre le mode statique et le mode oscillant sans contact, cf. Figure 3. Il est lui aussi caractérisé par une oscillation de la pointe. A chaque période d'oscillation, la pointe vient toucher la surface de l'échantillon. La force moyenne exercée est environ 1000 fois plus faible qu'en mode contact (de l'ordre de 10pN). Ce mode est très intéressant car il est très simple à mettre en œuvre et permet d'analyser des échantillons fragiles pour un résultat d'imagerie excellent sous vide ou dans l'air. Sans pour autant prétendre à une résolution atomique (du fait notamment des chocs répétés à l'apex de la pointe), on peut atteindre raisonnablement une résolution latérale de quelques nm.

(a) **Mode Force : régulation sur la déflexion**



(b) **Mode Vibrant : régulation sur l'amplitude (phase)**



Figure 3 : Représentation schématique des modes d'imagerie en l'AFM. (a) cas du mode contact.
(b) cas du mode oscillant.

Pour imager un système biologique en environnement liquide l'AFM sera utilisé en mode contact intermittent ou TappingModeTM en raison des faibles forces de contact entre la pointe et l'échantillon à imager et de sa précision latérale nanométrique.

1.2. Problématique du milieu liquide

Pour pouvoir imager en milieu liquide, des objets biologiques, il est nécessaire d'avoir une sensibilité suffisante pour détecter la topographie de ces systèmes. De plus l'objectif est de pouvoir les imager dans leur environnement physiologique. Ainsi certains systèmes biologiques, comme l'ATP-synthase, change de conformation très rapidement (lors de l'ajout d'enzyme dans leur environnement). Ainsi pour pouvoir observer ces changements de conformation, la vitesse d'imagerie doit être plus rapide que les modifications topographiques de l'objet biologique. Dans cette partie nous allons détailler les paramètres du levier qui entrent en jeu dans la sensibilité et la vitesse d'imagerie de la pointe AFM. L'objectif étant d'atteindre des vitesses d'imagerie de l'ordre du MHz et des sensibilités de l'ordre de 10^{-14} N/ $\sqrt{\text{Hz}}$ tout en ayant des forces de contact entre la pointe et l'objet biologique inférieures au pN pour ne pas l'endommager.

1.2.1 Sensibilité

En mode contact intermittent, il est difficile de déterminer analytiquement l'expression exacte de la sensibilité S du capteur AFM. Cependant, il est possible d'approximer cette sensibilité comme étant le rapport entre la force d'oscillation du levier F_{osc} sur l'amplitude libre A associée :

$$S = \frac{A}{F_{osc}} \quad \text{Eq1}$$

Cette force, F_{osc} , nécessaire à mettre le levier en vibration à sa fréquence de résonance est donnée par [6] :

$$F_{osc} = A \times \frac{k}{Q} \quad \text{Eq2}$$

Où k et Q son respectivement la raideur et le facteur de qualité du levier. Par analogie avec l'actionnement statique le rapport k/Q représente la raideur équivalente du levier (noté k_{eq}).

La sensibilité d'un levier est donc le rapport entre son coefficient de qualité et sa raideur [6] :

$$S = \frac{Q}{k} = \frac{1}{k_{eq}} \quad \text{Eq3}$$

Ainsi, pour augmenter la sensibilité du capteur il faut diminuer la raideur équivalente du levier. Ce qui conduit à avoir un facteur de qualité le plus important possible. Par exemple un levier TappingTM commercial a une raideur de 30N.m^{-1} et un coefficient de qualité de 300 dans l'air. Ce qui conduit à une raideur équivalente de $0,3\text{N.m}^{-1}$. Ceci permet d'envisager l'utilisation de leviers, même s'ils ont une raideur importante, pour imager des objets biologiques fragiles. En effet, la force de contact équivalente entre la pointe et l'échantillon sera diminuée d'un facteur Q .

Cependant en milieu liquide, le fluide exerce sur le levier une force hydrodynamique qui agit comme une charge. Les amplitudes de vibration du levier sont alors amorties dégradant le facteur de qualité.

Dans l'eau, le coefficient de qualité des leviers commerciaux est de l'ordre de l'unité. Ainsi pour des amplitudes de vibration de 5nm et une raideur de levier de 30N.m^{-1} , la force appliquée à l'échantillon sera d'environ 150nN. Dans ce cas la pointe interagit très fortement avec le système biologique au risque de l'endommager.

De plus, les mouvements du fluide vont perturber la réflexion du laser sur le levier entraînant une dégradation du signal reçu par les photodiodes. En effet, dans les cellules liquides actuelles l'actionnement du levier se fait par des ondes mécanico-acoustiques externes qui entraînent en vibration non seulement le levier mais aussi la totalité du liquide contenu dans la cellule. Pour minimiser les mouvements du liquide, et ainsi permettre d'obtenir un signal non bruité (par les mouvements du fluide) sur les photodiodes, l'actionnement du levier devra être intégré directement sur le levier [7].

Un autre moyen permettant d'évaluer la sensibilité du levier est de considérer la force de bruit blanc du levier, δF_{th} , induite par son énergie thermique [8] :

$$\delta F_{th} = \sqrt{\frac{2k_B TB}{\pi}} \times \sqrt{\frac{k}{f_0 Q}} \quad \text{Eq4}$$

Où k_B est la constante de Boltzmann, T la température, B la bande passante et f_0 la fréquence de résonance du levier. En mode TappingModeTM, la force minimale que le levier va pouvoir détectée sera δF_{th} . Ainsi pour avoir un rapport signal sur bruit suffisant il faut diminuer la force de bruit blanc du levier ce qui revient à augmenter le produit $Q \times f_0$ tout en diminuant k .

Ainsi, la sensibilité du capteur AFM est régie par le coefficient de qualité, la fréquence de résonance et la raideur du levier. Ces trois paramètres de vibration du levier sont les paramètres cruciaux de la sonde AFM sur lesquels nous allons nous concentrer pour accéder à l'imagerie AFM haute sensibilité en milieu liquide.

1.2.2 Vitesse d'imagerie

L'imagerie d'objets vivants dans leur environnement physiologique implique une acquisition des données en temps réel. Il faut donc augmenter la vitesse d'imagerie v_{image} , encore appelé vitesse de balayage, de la pointe sur l'échantillon. La Figure 4 est un schéma descriptif de l'imagerie en mode contact intermittent. Le levier oscille à sa fréquence de résonance f_0 et à une amplitude constante A_0 sur la surface de l'échantillon. La boucle d'asservissement permet au levier de suivre la topographie de la surface de l'échantillon. En d'autres termes, la période d'oscillation T_0 du levier doit être inférieure au temps nécessaire pour imager la plus petite rugosité de l'échantillon. Dans le cas de la Figure 4 ce temps correspond à une rugosité de longueur d et à un temps $t_{AA'}$:

$$t_{AA'} = \frac{d}{v_{image}} \gg T_0 \Leftrightarrow f_0 \gg \frac{v_{image}}{d} \quad \text{Eq5}$$

La Figure 4-(a) représente le cas où la vitesse de balayage de la pointe est bien adaptée à la surface de l'échantillon. La période d'oscillation du levier permet d'accéder précisément à la topographie de la surface de l'échantillon. Par contre dans le cas de la Figure 4-(b) la fréquence de résonance du levier n'est pas assez grande comparée à la vitesse de l'imagerie, le levier ne suit pas la topographie de la surface.

Le levier doit donc vibrer à une fréquence supérieure à la fréquence de l'imagerie $f_{imagerie}$ définie comme étant [9] :

$$f_{imagerie} = \frac{v_{imagerie}}{d} \quad \text{Eq6}$$

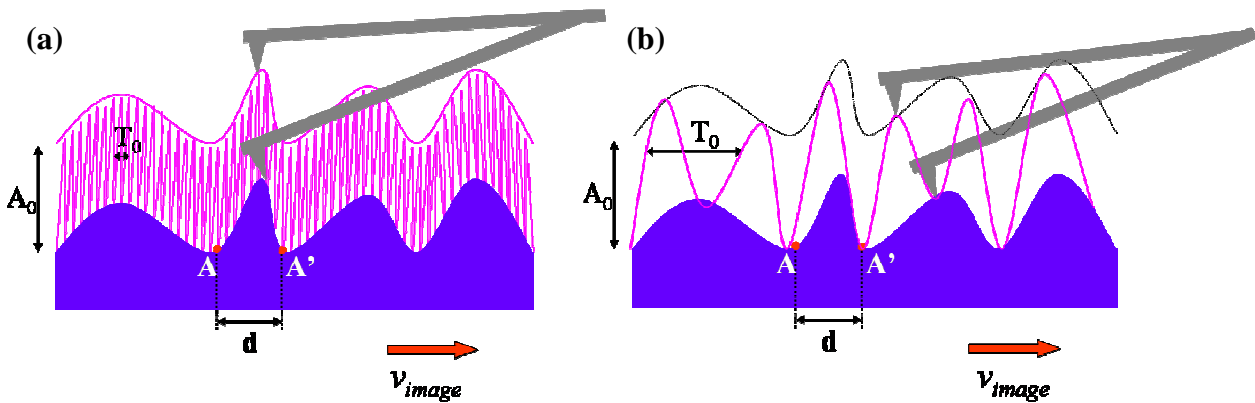


Figure 4 : Schéma descriptif de l'imagerie AFM en mode contact intermittent. (a) cas où la fréquence de résonance du levier est adaptée à la vitesse d'imagerie. (b) cas où la vitesse d'imagerie est trop rapide, le mouvement du levier ne suit pas correctement la surface de l'échantillon.

Dans notre cas nous voulons observer en temps réel l'ATP-synthase (diamètre d'environ 8nm) dont la vitesse de rotation est de l'ordre de 100tr/s, ce qui conduit à une vitesse d'imagerie de l'ordre de 6400 μ m/s. La fréquence de résonance du levier AFM doit être donc supérieure au MHz. De plus, l'instrumentation de l'AFM doit pouvoir traiter des fréquences d'actionnement aussi importantes.

La problématique est donc de concevoir un capteur AFM permettant l'imagerie, haute sensibilité et haute vitesse, d'objets biologiques nanométriques. Pour cela la sonde devra posséder un grand facteur de qualité (>10), une faible raideur ($< 5\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$), une grande fréquence résonance ($>1\text{MHz}$), un actionnement intégré (pour diminuer les mouvements du liquide) et une pointe à apex nanométrique (pour garantir la résolution latérale).

La suite de ce chapitre va présenter l'état de l'art actuel de l'imagerie AFM en environnement liquide, ou plus généralement des capteurs AFM de type levier ayant de grands facteurs de qualité et d'importantes vitesses d'imagerie.

2. Etat de l'art

Le mode contact intermittent permet de diminuer les forces de friction entre la pointe et l'échantillon par rapport à un mode contact pur ou à un mode contact-modulé. Le levier est actionné à (plus exactement proche de) sa fréquence de résonance mécanique et l'amplitude de vibration du levier est maintenue constante par une boucle de contre réaction. La Figure 5 présente le schéma de fonctionnement de l'AFM en mode contact intermittent. Ainsi lorsque la pointe balaye la surface de l'échantillon, les forces d'interaction entre la pointe et la surface varient traduisant la topographie de l'échantillon. Ceci se traduit par une modification des amplitudes de vibration du levier. Le signal d'erreur entre la consigne d'amplitude et l'amplitude réelle du levier, est injecté dans un circuit de contre-réaction à gain Proportionnel Différentiel Intégral (PDI). Le signal ainsi traité est amplifié pour commander la céramique piézoélectrique z (ceci est répété jusqu'à avoir une erreur nulle).

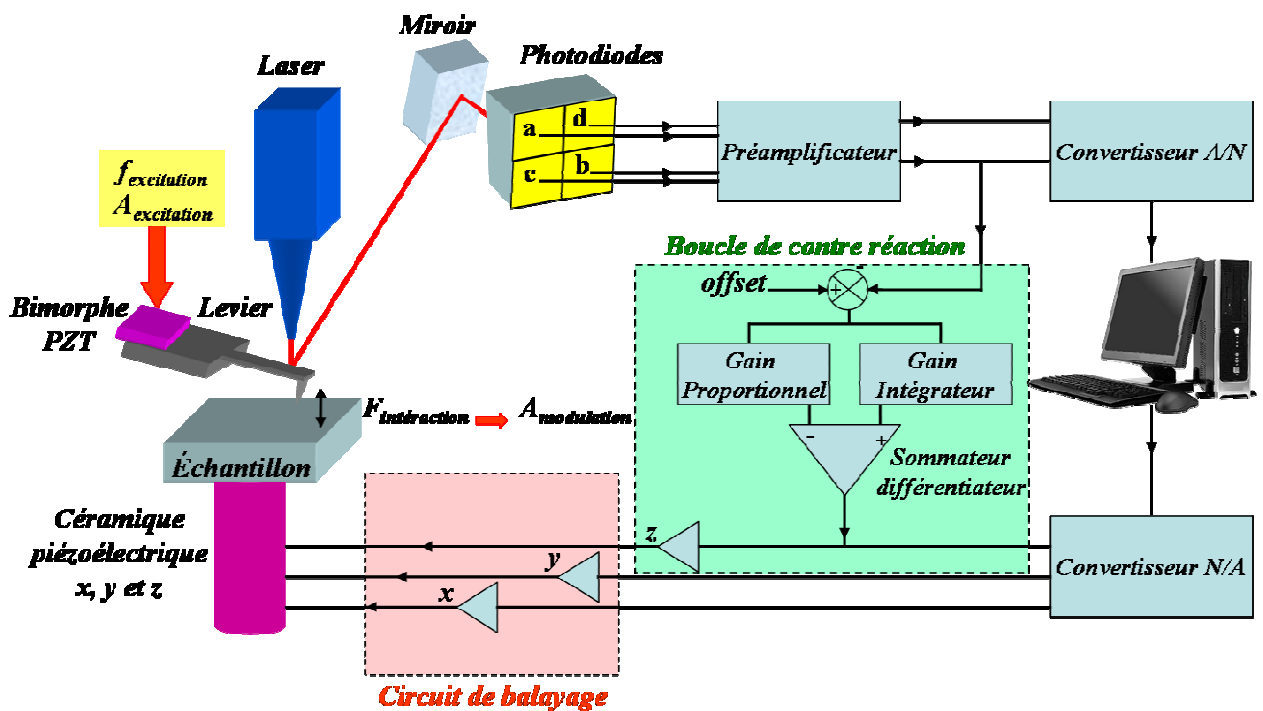


Figure 5 : Schéma de fonctionnement de l'AFM. Pour imager des systèmes biologiques en milieu liquide et en temps réel il est nécessaire d'augmenter la bande passante totale de l'AFM. Il faut donc travailler à la fois sur le levier, la boucle de contre-réaction et le circuit de balayage

Pour que le levier suive parfaitement la topographie de la surface, la bande passante de la boucle

de contre réaction doit être du même ordre de grandeur (voire supérieure) à la fréquence d'imagerie de l'échantillon dans la direction x nécessaire à imager la plus petite rugosité de la surface.

Pour augmenter la bande passante totale de l'AFM, tous les éléments de la boucle de contre-réaction doivent être optimisés. Le premier élément de la boucle est le levier. Dans un premier temps nous allons donc nous intéresser à l'état de l'art concernant la réduction des dimensions pour accéder aux hautes fréquences, mais aussi aux problèmes liés à la raideur du levier qui conduisent à avoir de fortes forces de contact entre la pointe et la surface.

Au point de vue instrumentation, chaque élément de la boucle de contre-réaction doit avoir une bande passante de l'ordre du MHz.

Quant au dernier élément de cette contre-réaction, la céramique piézoélectrique z doit pouvoir vibrer sans pics parasites à haute fréquence pour diminuer le temps de réponse. Ceci est facilement obtenu en intégrant un bimorphe piézoélectrique supplémentaire à la céramique z .

[2.1 1994 les premières images en milieu liquide en mode non-contact](#)

Etant donné la faible valeur du coefficient de qualité dans l'eau des leviers TappingTM commerciaux ($Q = 1$) il est très difficile d'exciter le levier à sa fréquence de résonance. Les auteurs présentent ici une méthode de mesure basée sur la simple modulation de la distance entre la pointe et la surface par la céramique piézoélectrique z de l'AFM. Le levier quant à lui est fixe et sa déflexion est mesurée. Une consigne de force appliquée au levier est maintenue constante par la boucle de contre réaction [10]. Les auteurs ont comparés ce mode d'imagerie, que nous allons appeler mode contact-modulé, avec le mode contact traditionnel pour imager des brins d'ADN dans une solution d'eau.

Pour l'actionnement en mode contact-modulé, et en mode contact pur le levier commercial utilisé est fabriqué par Digital Instruments, sa longueur est de $120\mu\text{m}$ pour une largeur de $15\mu\text{m}$. La raideur et la fréquence de résonance sont respectivement de $0,1\text{N.m}^{-1}$ et de 17kHz .

La Figure 6 représente les images AFM obtenues avec le levier précédent. Pour l'imagerie en mode contact-modulé, la tension alternative appliquée à 17kHz sur la céramique piézoélectrique z est de $0,5\text{Vpp}$, ce qui conduit à une amplitude d'oscillation du levier de 4nm . La mesure en hauteur en contact-modulé est calibrée sur celle du mode contact (par la tension appliquée par l'amplificateur de contre réaction sur l'électrode en z pour garder un signal de déflexion constant).

Les caractérisations AFM de la Figure 6 ont permis de déterminer la largeur des brins d'ADN, dans le cas du mode contact-modulé les brins ont une largeur de 5nm contre 18nm en mode contact. Ainsi le mode contact-modulé a une meilleure résolution que le mode contact pur. Une des explications fournies par les auteurs est que dans le cas du mode contact, l'apex de la pointe touche en permanence la surface, ainsi des molécules peuvent s'y accrocher entraînant une diminution de la résolution de l'image [10]. De plus, les forces utilisées en mode contact sont importantes (de l'ordre de 10^{-10} N) ce qui conduit à la dégradation des systèmes biologiques imagés.

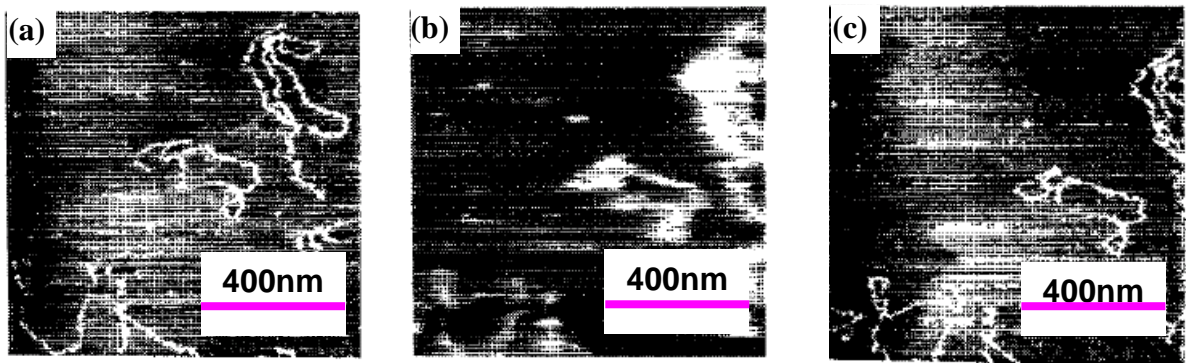


Figure 6 : Images AFM de brin d'ADN sur une surface de mica dans de l'eau. Image en mode contact modulé avant (a) et après (c) une imagerie en mode contact pur (b). Le temps d'acquisition de chaque image est de 56s [10].

Ce mode d'imagerie contact-modulé a permis de s'affranchir du problème du coefficient de qualité très bas en environnement liquide en travaillant en modulation de force.

Cependant le mode contact-intermittent reste le mode de mesure le mieux adapté à l'environnement liquide, en effet si des dispositifs à facteur de qualité raisonnable (au minimum de 10) sont réalisés alors il sera possible à la fois de tirer parti de l'aspect de détection synchrone du mode contact-modulé et de la résonance mécanique du levier.

[2.2 Diminution des dimensions du levier](#)

[2.2.1 Les débuts de l'imagerie rapide](#)

Le travail de Walters *et al.* en 1998 est une des premières études relative à la réduction des dimensions des leviers AFM en vue d'augmenter la vitesse d'imagerie [13].

Dix leviers intégrant une pointe pyramidale ont été fabriqués avec des tailles différentes. La longueur des leviers varie entre $203\mu\text{m}$ pour les plus longs à $23\mu\text{m}$ pour les plus courts. La largeur quant à elle varie de $20\mu\text{m}$ à $12\mu\text{m}$ pour une épaisseur identique d'environ 450nm . La Figure 7(a) est une image MEB de cinq des dix leviers fabriqués par gravure humide [13].

Les fréquences de résonance de ces leviers varient donc entre 10kHz et 1MHz dans l'air pour un coefficient de qualité associé de 10 à 100.

Seuls les leviers vibrant à des fréquences inférieures à 200kHz ont été caractérisés dans l'air et dans l'eau avec l'instrumentation contact-intermittent de l'AFM. En effet, les fréquences supérieures nécessitent un travail non trivial sur l'électronique des boucles de contre réaction du microscope.

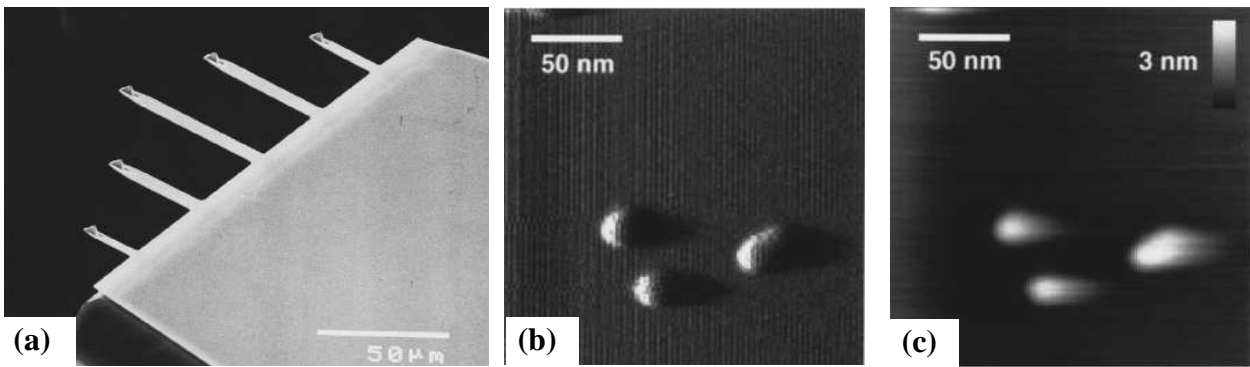


Figure 7 : (a) Image MEB des leviers fabriqués par Walters [13]. Chaque levier a une pointe pyramidale à son extrémité. (b) et (c) Images en mode contact-intermittent à la vitesse de 65 lignes/s ($26\mu\text{m/s}$) d'anticorps IgG sur une surface de mica dans une solution tamponnée de $\text{pH}=5$. (b) Image en amplitude (signal d'erreur). (c) Image en hauteur [13]

Le levier ayant une longueur de $30\mu\text{m}$ et une largeur de $16\mu\text{m}$ est actionné en mode contact-intermittent à 141kHz (proche de sa fréquence de résonance). Il est intéressant de noter que bien que la raideur de ce levier soit assez importante, de l'ordre de $1,3\text{N.m}^{-1}$, les anticorps imagés n'ont pas été déplacés durant les passages successifs de la pointe. En effet, la Figure 7 représente des images AFM en mode contact-intermittent d'anticorps sur une surface de mica. La vitesse d'acquisition est de 65lignes/s soit $26\mu\text{m/s}$ [13]. Le signal d'erreur en amplitude est présenté à la Figure 7(b). Les stries sur l'image correspondent au bruit du gain intégral de contre-réaction qui

créé des oscillations spontanées. La Figure 7(c) est l'image en hauteur, elle apparaît floue car la bande passante de l'instrumentation de l'AFM est limitée.

Walters et al. ont pu imager en environnement liquide en mode contact-intermittent des systèmes biologiques à une vitesse de $26\mu\text{m/s}$ en réduisant les dimensions du levier. Cette étude marque le début de l'imagerie rapide. Pour augmenter cette vitesse, l'instrumentation de l'AFM doit être modifiée notamment pour augmenter la bande passante de la boucle de contre réaction.

2.2.2 Travail sur le levier et l'instrumentation

Un an plus tard, Palocz *et al.* réalisent des leviers de longueurs comprises entre 5 et $40\mu\text{m}$ [9]. La Figure 8(e) présente une image MEB des leviers ainsi que la réponse thermique en fonction de la fréquence d'un levier de $26\mu\text{m}$ de long, $13\mu\text{m}$ de large et 300nm d'épaisseur actionné dans l'air. La fréquence de résonance est de 303kHz dans l'air et chute à 100kHz dans l'eau pour une raideur de levier de $0,66\text{N.m}^{-1}$. Ce levier a permis d'imager l'évolution de la croissance de la calcite, imagé en mode contact-intermittent avec le levier précédent piloté à $100,22\text{kHz}$. L'actionnement a eu lieu dans une solution saturée en CaCO_3 . La Figure 8 représente 4 images consécutives de la croissance de calcite à une vitesse de $52\mu\text{m/s}$ [9].

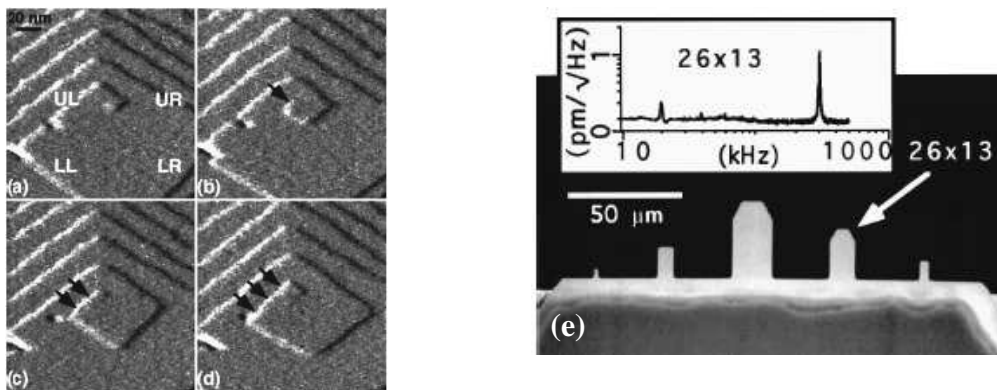


Figure 8 : 4 images consécutives, en mode contact-intermittent, de la croissance de calcite dans une solution de CaCO_3 à la vitesse de $52\mu\text{m.s}^{-1}$. (a) la longueur du segment UL est nulle. (b) UL se crée mais sa longueur est inférieure à sa longueur critique. (c) UL est proche de sa taille critique. (d) le segment UR se forme ce qui indique que UL a dépassé sa taille critique [9]. (e) Image MEB des leviers fabriqués par Palocz *et al.* L'encart montre la courbe de réponse thermique dans l'air d'un levier de $26\mu\text{m}$ de long et de $13\mu\text{m}$ de large [9].

Une telle vitesse d'acquisition a été rendue possible par le travail de Paloczi *et al.* sur l'instrumentation de l'AFM. Ils utilisent l'électronique Nanoscope IIIa de Digital Instruments pour piloter la céramique piézoélectrique z, le déplacement en x et y et la saisie des données. Etant donné la rapidité du processus de croissance de calcite, les auteurs ont augmenté la bande passante du signal d'amplitude du levier. Le signal des photodiodes est donc amplifié et traité par un convertisseur ayant une bande passante de sortie ajustable entre 4,6 et 50kHz. Le signal est ensuite filtré et comparé à la consigne. Le signal d'erreur résultant arrive à la boucle de contre-réaction du contrôleur AFM [9].

La réduction des dimensions du levier et le travail sur l'instrumentation ont permis à Paloczi *et al.* d'observer la longueur critique d'un cristal en atteignant la vitesse d'imagerie de 52 μ m/s.

2.2.3 Optimisation de la taille du spot laser

Utiliser de petits leviers pour l'imagerie AFM rend difficile la focalisation du laser sur l'extrémité du levier. Viani *et al.* ont travaillé sur l'optique de focalisation du laser sur le levier en intégrant des lentilles pour diminuer la taille du spot laser [14]. La Figure 9 est le schéma du montage optique de la nouvelle tête AFM permettant la focalisation du faisceau avec un diamètre de 3,4 μ m.

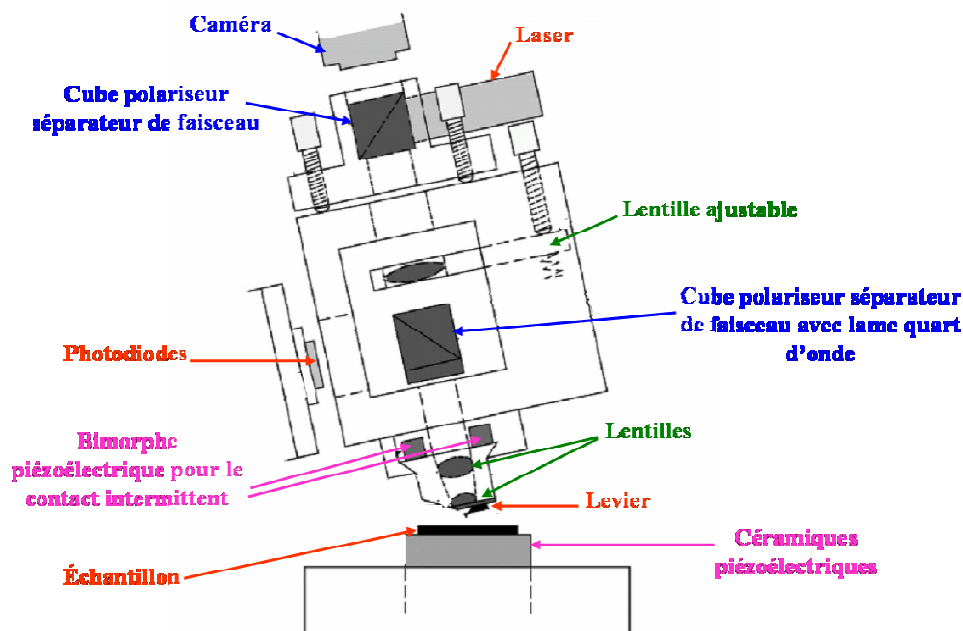


Figure 9 : Schéma de principe de l'AFM conçu par Viani pour les leviers à petites dimensions. La taille du spot laser sur le levier est réduite à 3,4 μ m grâce à cette nouvelle tête AFM.

Ce microscope utilise une détection optique pour visualiser les mouvements du levier. L'optique a été conçue pour avoir une ouverture numérique de 0,3. Ce qui correspond à une tache laser sur le levier de $3,4\mu\text{m}$ de diamètre dans l'air. L'avantage d'un tel système est sa flexibilité. En effet, des lentilles ajustables permettent d'optimiser la focalisation du spot laser lors du changement de milieu d'imagerie (par exemple lors de l'introduction du fluide, le laser peut se décaler du levier). De plus, l'instrumentation de l'AFM a été modifiée pour augmenter la vitesse d'imagerie. Ainsi le signal de déflexion est filtré en passe bande autour de la fréquence de résonance du levier pour augmenter la bande passante de l'image. Le signal est ensuite converti pour entrer dans la boucle de contre réaction de l'AFM [14].

Des leviers vibrants entre 100 et 200kHz ont été conçus par les auteurs pour imager en milieu liquide et en mode contact-intermittent des brins d'ADN sur une surface de mica, cf. Figure 10(a) et (b). La Figure 10(c) est une image MEB de trois des leviers en nitrure de silicium fabriqués par micro-usinage de surface, la pointe quant à elle a été obtenue par croissance en utilisant la technique de déposition par faisceau d'électrons [15].

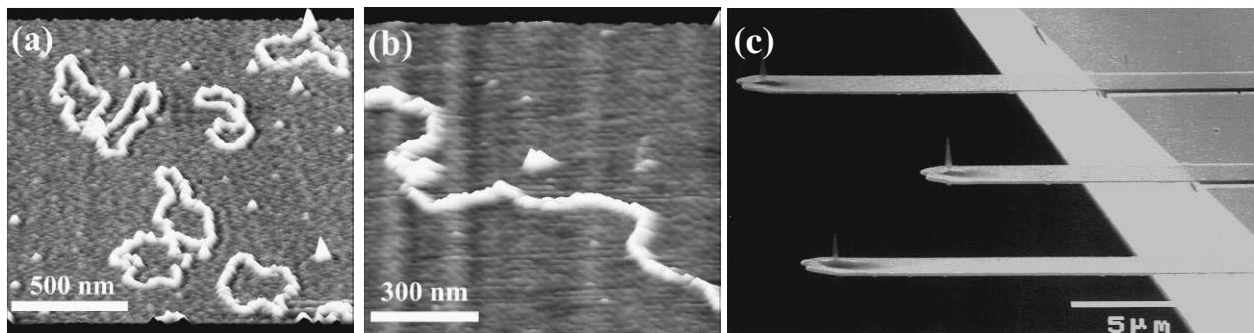


Figure 10 : (a) et (b) Images en mode contact-intermittent de brins d'ADN sur une surface de mica dans une solution tamponnée. (a) La vitesse d'imagerie est de 30,5lignes/s et la fréquence d'actionnement du levier est de 130kHz. (b) La vitesse d'imagerie est de 73,5lignes/s et la fréquence d'actionnement du levier de 191kHz. (c) Image MEB des leviers fabriqués par Viani et al. L'épaisseur et la largeur sont respectivement de 100nm et de $5\mu\text{m}$, la longueur quant à elle varie entre 14 et $24\mu\text{m}$ [14].

Les images AFM de la Figure 10(a) et (b), ont été réalisées avec deux leviers différents actionnés en mode contact-intermittent et en environnement liquide. Pour l'image (a) le levier a une fréquence de résonance de 130kHz ce qui permet d'accéder à une vitesse d'imagerie de l'ordre de 30lignes/s. Dans le cas de la Figure 10(b), la fréquence du levier est de 191kHz, l'imagerie peut

donc être plus rapide, la vitesse d'acquisition est de 73,5lignes/s. Dans les deux cas le coefficient de qualité est de l'ordre de l'unité.

Ces images permettent de mesurer la largeur des brins d'ADN, ici elle apparaît comme étant entre 30 et 50nm. Cette disparité et notamment les grandes largeurs sont en partie dues à la qualité de l'apex de la pointe qui se dégrade au cours de l'acquisition (la raideur des leviers est de l'ordre de $0,2\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$).

Ainsi, l'amélioration de l'instrumentation et la diminution des dimensions du levier ont permis à Viani *et al.* d'accéder à des vitesses d'imagerie en milieu liquide de l'ordre de $95\mu\text{m/s}$.

2.2.4 Vitesse maximale atteinte

Les travaux de Ando *et al.* combinent à la fois un levier de petites dimensions (grande fréquence de résonance et faible raideur équivalente) et une instrumentation rapide intégrant le même principe de focalisation du spot laser que celle décrite par Viani *et al.* [14].

L'AFM utilisé a été totalement conçu par les auteurs pour optimiser l'ensemble de l'instrumentation [17].

La platine de déplacement en x et en y est constituée par des céramiques piézoélectrique ayant une résonance libre à 260kHz pour un déplacement maximal de $4,5\mu\text{m}$ (typique aux AFM commerciaux). L'électronique d'instrumentation a été complètement optimisée pour permettre une imagerie rapide. Les amplificateurs de commande de la céramique piézoélectriques z ont été conçus pour avoir une bande passante de 1MHz. Ces amplificateurs commandent de plus le bimorphe piézoélectrique servant à actionner le levier en mode intermittent. Les P&I ont été conçus pour avoir une bande passante de 300kHz et les convertisseurs analogiques numériques peuvent traiter les signaux jusqu'à 1MHz et ne nécessitent qu'une seule interaction entre la pointe et la surface pour générer le signal d'amplitude (pour les AFM commerciaux un moyennage est effectué sur 5 interactions).

Les signaux de commande de la platine x et y sont réalisés à partir d'un processeur numérique intégrant des convertisseurs analogique-numériques et numérique-analogiques. Ce qui permet un contrôle flexible de l'imagerie AFM. Cependant ce processeur est limité en vitesse. L'échantillonnage des données est quant à lui réalisé par un circuit externe qui génère des signaux analogiques pour le déplacement en x et y et des impulsions pour l'acquisition des données (ici le convertisseur analogique-numérique est plus rapide, l'horloge peut aller jusqu'au MHz) [17].

La bande passante de toute cette boucle de contre-réaction a été évaluée à 60kHz par les auteurs (contre 5 à 15kHz pour des AFM commerciaux).

Les auteurs ont réalisé par technique de micro-usinage de surface, des leviers en nitrure de silicium ayant une longueur variant entre 9 et 11 μm , une épaisseur de 140nm et une largeur de 2 μm . Ces leviers vibrent entre 1,3 et 1,8MHz dans l'air et de 450 à 650kHz dans l'eau et ont des raideurs entre 150 et 280pN.m⁻¹. La pointe est réalisée par technique de croissance par faisceau d'électrons [15].

Grâce à leur instrumentation, Ando *et al.* ont pu imager à une vitesse de 600 $\mu\text{m/s}$ de la myosine V en solution sur une surface de mica. La Figure 11 représente des images AFM successives réalisées en mode intermittent de myosine V reposant sur une surface de mica avec un levier vibrant à 620kHz en milieu liquide.

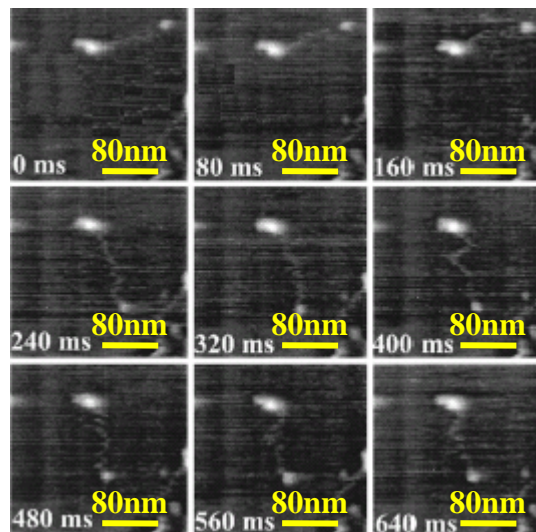


Figure 11 : Images successives en mode intermittent de myosine V en solution sur une surface de mica. Chaque image à une taille de 240 \times 240nm², la vitesse d'acquisition est de 600 $\mu\text{m/s}$ [17].

C'est la plus grande vitesse d'imagerie enregistrée en mode contact-intermittent et en milieu liquide.

A titre de comparaison, les vitesses d'imagerie en mode contact et en milieu liquide peuvent aller jusqu'à 5mm/s en utilisant des leviers actifs [18]. Cette vitesse en mode contact a été récemment augmentée à 22,4cm/s dans l'air en utilisant un système de balayage comprenant un dispositif à base de quartz [19].

2.2.5 Les leviers de nouvelle génération

2.2.5.1 Nouvelle architecture

La société Novascan propose une nouvelle architecture de levier AFM en mode contact-intermittent pour des applications en milieu liquide [11].

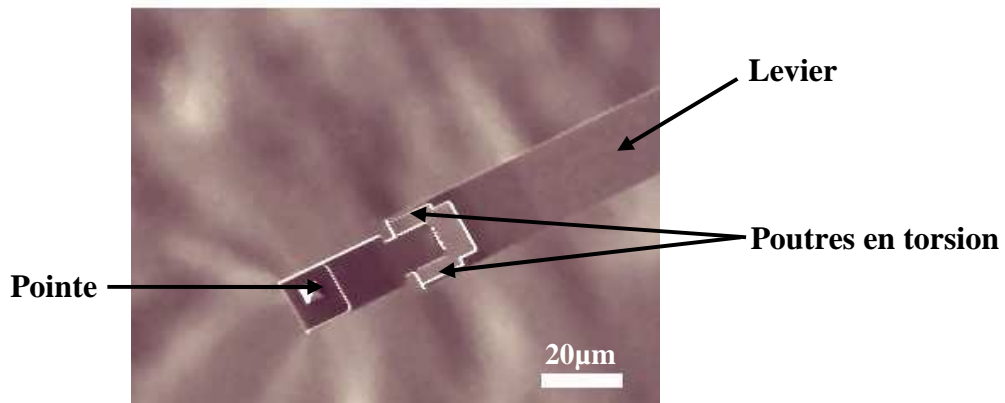


Figure 12 : Image MEB du prototype de levier fabriqué par Novascan pour des applications AFM en milieu liquide [11].

Ce prototype de levier présenté à la Figure 12, est en cours de développement par la société Novascan, et a été réalisé au Minnesota par le laboratoire Nanofabrication Center.

Le principal avantage d'une architecture avec un découplage mécanique entre la pointe et le levier est de réduire la raideur effective lors de son contact avec l'échantillon. Cependant ce type de dispositif entraîne une diminution de la fréquence de résonance au niveau de la pointe.

2.2.5.2 Levier taillé au FIB

Maali *et al.* ont usiné des leviers commerciaux en nitrure de silicium par technique de Faisceau d'ions focalisés (FIB *Focus Ion Beam*) pour diminuer les dimensions du levier et ainsi diminuer l'amortissement hydrodynamique [12]. La Figure 13(a) et (b) présentent les images MEB des leviers retaillés par FIB et la Figure 13(c) est un gros plan sur la pointe pyramidale haute de 3µm. Seule la largeur des leviers commerciaux de chez Olympus a été usinée par FIB. Ils ont donc une longueur et une épaisseur commune de respectivement 100µm et 800nm. Dans le cas du levier (a) la largeur a été réduite à 4µm sur toute la longueur du levier. La largeur du levier (b) quant à elle a été réduite à 2µm sauf sur l'extrémité du levier où une palette de 8,4µm de large et de 9,4µm de

long a été usinée pour permettre de focaliser plus aisément le faisceau laser lors des caractérisations par AFM.

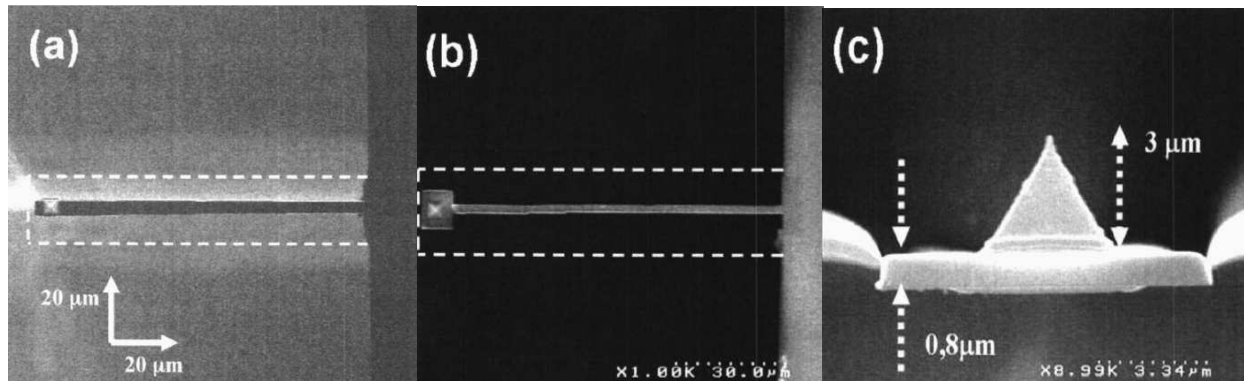


Figure 13 : Images MEB de leviers en nitrure de silicium retillés par gravure FIB. (a) Levier de 100µm de long, 4µm de largeur et ayant une épaisseur de 800nm. (b) Levier en “ T ” de 2µm de large, la palette qui supporte la pointe à une taille de 8,4x9,4µm², pour une épaisseur de 800nm. (c) Gros plan sur la pointe pyramidale de 3µm de haut [12].

Ces leviers ont permis à Maali *et al.* de comparer par AFM l’amortissement hydrodynamique dans l’air et dans l’eau dans le cas du levier commercial non modifié et des deux architectures obtenues par FIB. La Figure 14 présente les données expérimentales pour les trois leviers.

Ainsi les auteurs ont mis en évidence que jusqu’à une distance de 10µm de la surface l’amortissement hydrodynamique est constant ce qui signifie que l’effet de proximité de la surface n’intervient que pour des distances inférieures à 10µm. Pour une distance entre le levier et la surface à imager inférieure à 10µm l’amortissement est dominé par les effets de pincement du liquide entre la surface et le levier.

De plus cette étude met en évidence que la réduction de la largeur du levier permet de diminuer l’amortissement hydrodynamique aussi bien pour un actionnement dans l’air que dans l’eau. En effet dans le cas de l’amortissement hydrodynamique pur (sans effet de proximité de la surface) la réduction de la largeur permet de diviser par 2 les effets hydrodynamiques aussi bien dans l’air que dans l’eau. Par contre lorsque le levier est proche de la surface, la diminution de la largeur du levier permet de réduire l’amortissement hydrodynamique d’un facteur 10 dans l’air et d’un facteur 7 dans le cas de l’eau.

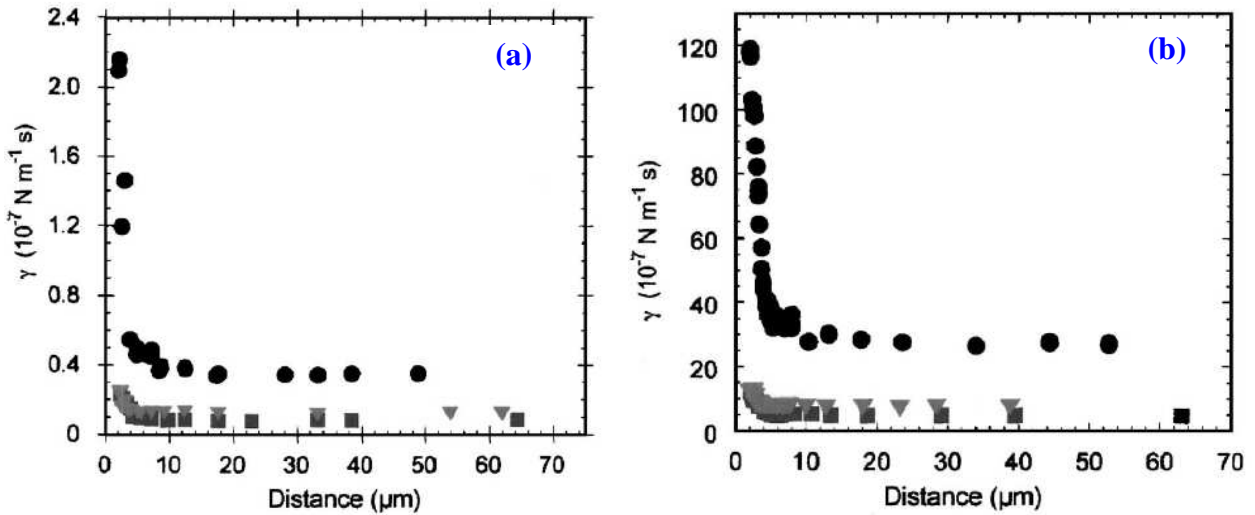


Figure 14 : Coefficient d'amortissement expérimental du levier en fonction de la distance entre le levier et la surface (a) cas de l'air et (b) cas de l'eau pour un levier commercial (cercles) pour le levier de $4 \mu\text{m}$ de large taillé au FIB (triangles) et pour le levier en "T" (carrés) [12].

Cependant, l'utilisation du FIB pour réduire les dimensions d'un levier AFM est une technique très demandeuse en temps de réalisation et ne peut pas être utilisée pour concevoir un grand nombre de dispositifs.

2.3 Augmentation de la surface imageable en milieu liquide

La plupart des caractérisations AFM en milieu liquide sont réalisées en utilisant des modules pouvant contenir une petite quantité de liquide et ainsi la surface possible à imager se trouve réduite à quelques mm^2 . Les modules liquides contiennent en effet bien sûr le liquide, mais aussi le levier et l'échantillon, comme le montre la Figure 15(a).

Zhang *et al.* ont fabriqué un nouveau dispositif expérimental permettant l'imagerie d'échantillon plus grand, *cf.* Figure 15(b) dans le but d'observer l'oxydation anodique de l'aluminium dans de l'acide oxalique [16]. En effet, l'imagerie de cette oxydation nécessite l'utilisation d'un grand réservoir pour contenir les électrodes de l'électrolyse.

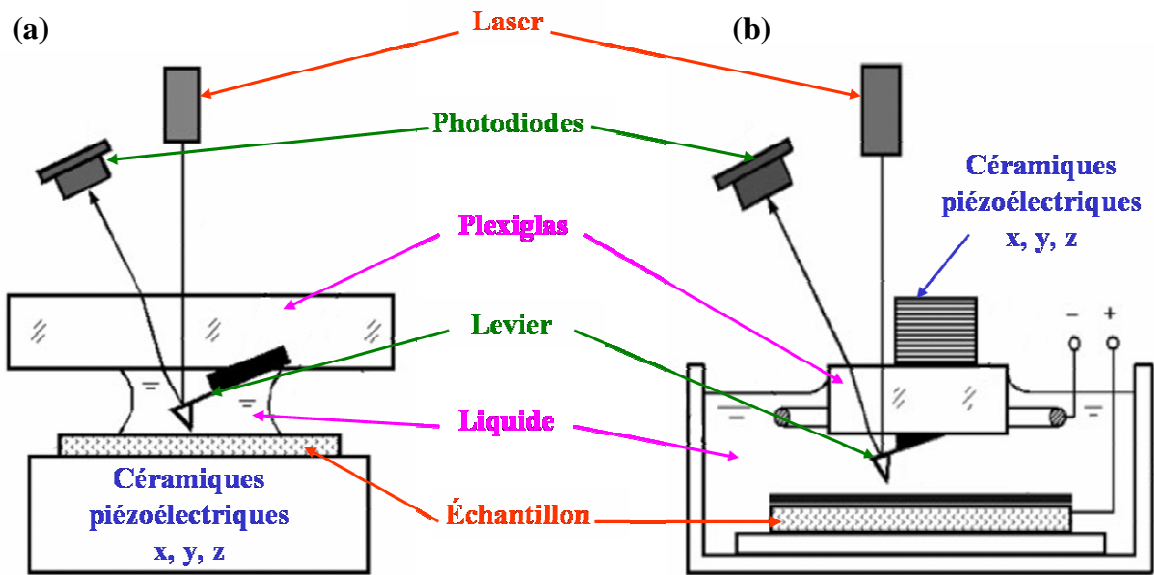


Figure 15 : (a) et (b) Schéma de principe de l'AFM en milieu liquide. (a) Description du module liquide traditionnel. (b) Le module liquide comprend un réservoir pour le liquide et une paroi en verre qui permet la stabilisation de l'interface air-liquide [16].

Cette technique a permis à Zhang *et al.* d'imager avec des leviers commerciaux (de type NP-S) de longueur de $200\mu\text{m}$ l'oxydation de l'aluminium dans une solution acide. La Figure 16 est une succession de 6 images AFM en mode contact acquises à une vitesse de $90\mu\text{m/s}$ [16].

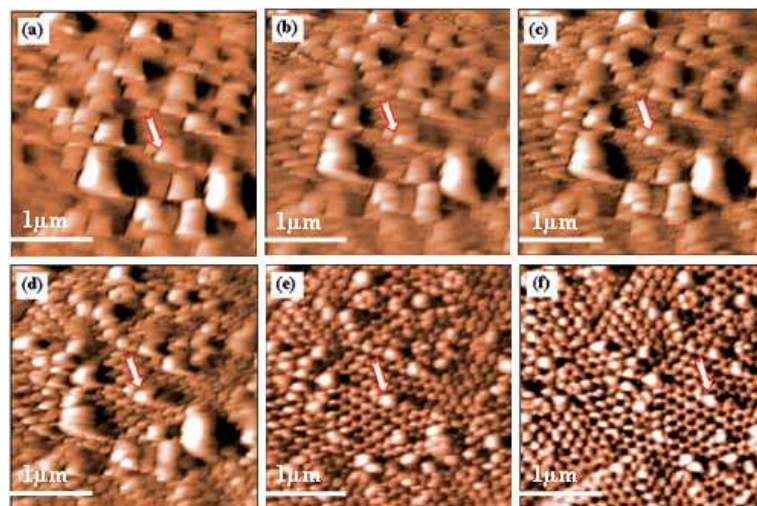


Figure 16 : Images AFM consécutives de l'anodisation de l'aluminium en milieu liquide à $90\mu\text{m/s}$. Les images sont obtenues à (a) 1min, (b) 5min, (c) 10min, (d) 30min, (e) 1h et (f) 2h [16].

Le principal avantage de ce dispositif de caractérisation AFM en milieu liquide est d'être compatible avec l'imagerie de grands échantillons.

2.4 Augmentation du facteur de qualité

La réduction des dimensions du levier permet d'augmenter le facteur de qualité du levier. En effet même en milieu liquide, la masse de fluide ajoutée est réduite si le levier a de petites dimensions. Cependant à l'heure actuelle, il est difficile technologiquement d'intégrer l'actionnement sur de petites dimensions. Certains chercheurs ont donc contourné ce problème en augmentant électroniquement le facteur de qualité du levier. Le principe est de compenser électroniquement les pertes hydrodynamiques (qui créent une dépendance sur la vitesse) en créant un amortissement négatif par l'ajout d'une force d'excitation déphasée [20] [21] [22] [23] [24].

2.4.1 Boîte Q commercial

Cette boîte *Q-control* développée par NanoAnalytics permet d'augmenter électroniquement le coefficient de qualité du levier et ainsi de diminuer la force appliquée à l'échantillon tout en augmentant le rapport signal sur bruit [25].

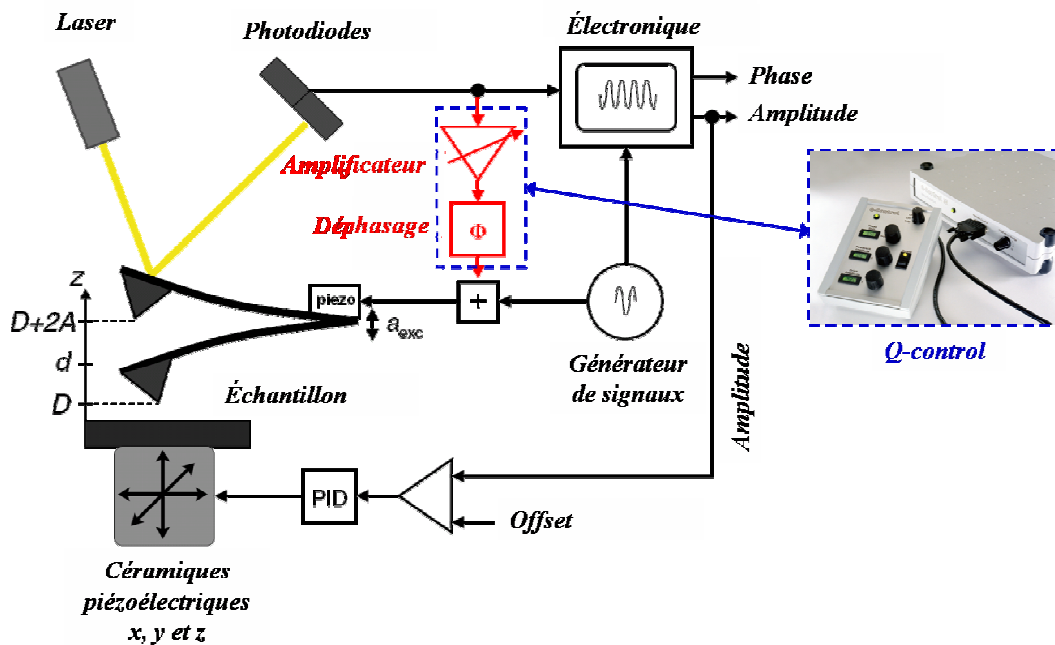


Figure 17 : Schéma de fonctionnement du dispositif expérimental, une boucle de contre-réaction supplémentaire est constituée par le dispositif de *Q-control* développé par NanoAnalytics [26].

La Figure 17 est le schéma de principe de l'AFM avec la boîte de Q -control. Cette boîte est mise en contre-réaction à partir du signal détecté par les photodiodes. Ce dispositif de Q -control est constitué principalement d'un déphaseur et d'un amplificateur de gain pour ensuite piloter le bimorphe piézoélectrique permettant l'actionnement du levier. Ce dispositif expérimental a été utilisé par Ebeling *et al.* pour caractériser l'actionnement dans l'eau d'un levier commercial Tap-Multi75 de BudgetSensors vibrant à 31,7kHz dans l'eau et ayant une raideur de 3N.m^{-1} [26].

La Figure 18 est le spectre en fréquence obtenu dans l'eau avec et sans le boîtier de Q -control. L'actionnement en milieu liquide se fait par le biais d'une cellule liquide à actionnement acoustique. Ainsi les courbes de résonance obtenues sont une combinaison entre le spectre de bruit thermique du levier et les résonances complexes du module liquide [26]. En effet, le spectre en bruit thermique du levier seul conduit à un coefficient de qualité de 5 contre 34 avec la cellule liquide pour un actionnement dans de l'eau.

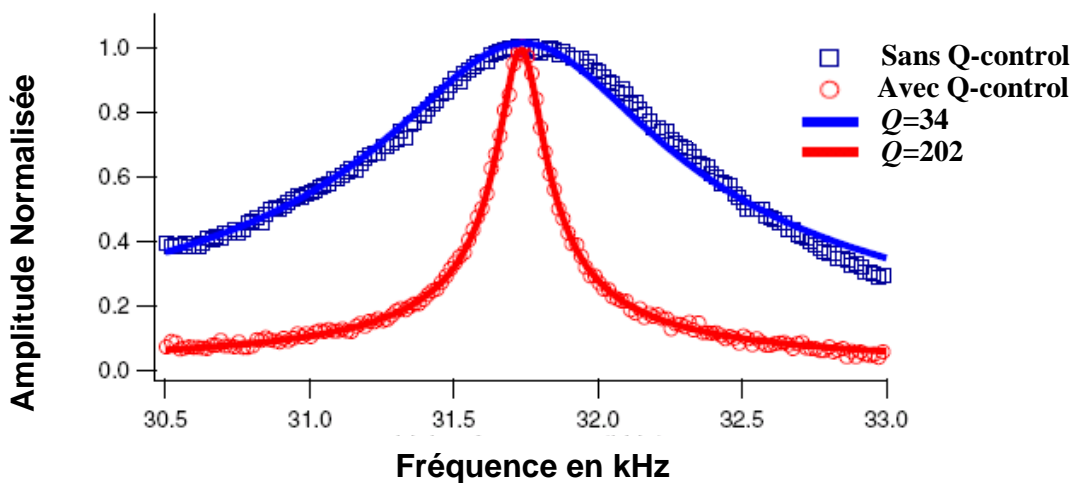


Figure 18 : Courbe de résonance dans l'eau avec et sans la contre-réaction Q -control. Le levier est un levier commercial Tap-Multi75 de BudgetSensors vibrant à 31,7kHz dans l'eau pour une raideur de 3N.m^{-1} [26].

Cependant cette boîte Q -control commerciale ne fonctionne en milieu liquide que pour des fréquences d'excitation du levier comprises entre 5 et 50kHz. Ainsi cette limitation ne permet pas d'envisager des applications nécessitant de grandes vitesses d'acquisition. Pour cette raison les recherches s'orientent vers une augmentation de cette bande passante.

De plus, cette boîte Q -control ne fait pas l'unanimité dans le domaine de l'imagerie en milieu liquide. En effet, le lien entre l'augmentation du facteur de qualité par l'électronique et la qualité de l'imagerie n'est pas évident pour certains auteurs [27] tandis que d'autres constatent une nette amélioration [6] [28]. En effet, les opposants à la boîte Q estiment que la même qualité d'imagerie peut être obtenue en travaillant sur les paramètres de balayage de l'échantillon [29] [30].

2.4.2 Augmentation du gain

Les travaux de Vidic *et al.* ont permis de développer des leviers actionnés électrostatiquement et magnétiquement ayant des facteurs de qualité de 290 000 dans l'air et de 1300 en environnement liquide par compensation électronique des pertes hydrodynamique [31].

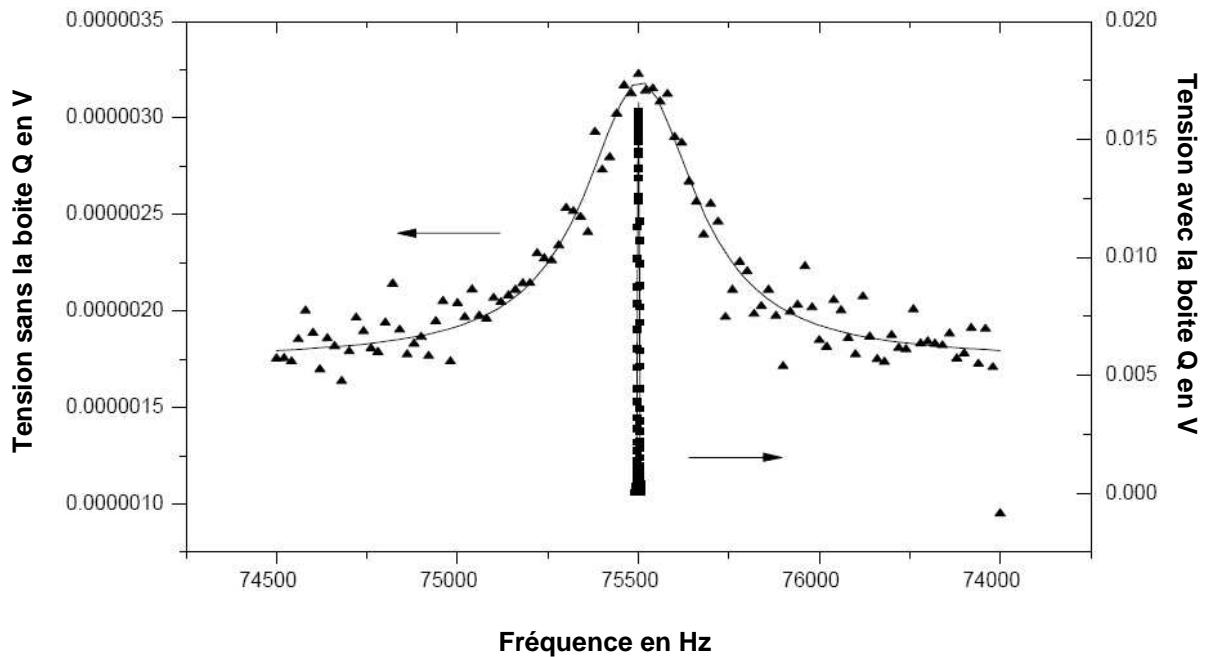


Figure 19 : Spectre en fréquence de l'activité thermique du levier vibrant à 75kHz dans l'air avec et sans l'électronique de compensation du facteur de qualité [31].

La Figure 19 est le spectre en fréquence d'un levier vibrant à 75kHz dans l'air avec et sans l'électronique de compensation du facteur de qualité. Le facteur de qualité sans la boîte Q est de 200 et passe à 25 000 avec l'électronique de compensation (mesuré à l'impédancemètre, la mesure à l'oscilloscope numérique a permis aux auteurs de mesurer un coefficient de qualité de 290 000).

Le levier a été actionné en environnement liquide, et la boîte Q a permis de passer d'un coefficient de 5 à 1300. Les auteurs ont pu grâce à cette boîte Q mesurer des variations de masse jusqu'à 0,4fg [31]. Cependant, l'électronique de compensation n'est pas adaptée à un travail à haute fréquence.

2.5 Intégration de l'actionnement

Etant donné que l'électronique de compensation utilisée dans les boîtes Q a des limitations en fréquences, il est primordial pour pouvoir imager en milieu liquide d'intégrer l'actionnement sur le levier. Ainsi seul le levier sera excité proche de sa fréquence de résonance et non plus tout le fluide comme c'est le cas dans les modules liquides. En effet, traditionnellement c'est le bimorphe piézoélectrique (qui se situe lui-même sur la céramique piézoélectrique z) qui par ses ondes mécano-acoustiques excite le levier mais aussi tout le module contenant le liquide et l'échantillon. En excitant uniquement le levier par un actionnement intégré, la résolution de détection va être augmentée. En effet, le signal de déflexion du faisceau laser sur le levier mesuré par les photodiodes sera moins bruité ce qui va permettre de reconstituer précisément une image topographique de la surface.

Dans cette partie nous allons nous intéresser aux leviers possédant un actionnement intégré. Différents principes d'actionnement sont déjà utilisés dans la littérature, comme l'actionnement piézoélectrique, magnétique, et électrostatique.

De plus l'utilisation de levier avec un actionnement intégré va permettre d'augmenter la surface de l'image (en mettant en série plusieurs leviers) et la rapidité d'acquisition (en diminuant la taille des leviers donc en augmentant la fréquence de résonance).

2.5.1 Actionnement piézoélectrique

L'actionnement piézoélectrique est le principe d'actionnement le plus utilisé en AFM. C'est le seul actionnement commercialisé par les fabricants de pointes actives. En effet, les matériaux piézoélectriques peuvent à la fois servir pour l'actionnement mais aussi pour la détection du fait de l'effet piézoélectrique inverse. De plus, comme l'actionnement piézoélectrique est intégré sur le levier, il peut se substituer à la céramique piézoélectrique z de l'AFM générant les déplacements verticaux du levier.

2.5.1.1 Levier en ZnO

2.5.1.1.1 Actionnement piézoélectrique et imagerie en milieu liquide

Rogers *et al.* ont utilisé le levier actif commercialisé par Veeco Instruments [32] conçu pour fonctionner en mode intermittent pour imager en environnement liquide des bactéries *E coli* [33]. La Figure 20(a) est une image MEB du levier actif en ZnO. L'actionnement piézoélectrique nécessite de prendre en sandwich la couche de ZnO entre ses deux électrodes (généralement des alliages à base de platine ou d'or) pour permettre le mouvement du levier. La pointe quant à elle se situe sur l'extrémité plus fine du levier (125 μm de long, 51 μm de large et de 4 μm d'épaisseur). Sa hauteur est de 20 μm et son apex est d'environ 10nm. Ce levier a été caractérisé par Zhang *et al.*, le sensibilité du levier a été évalué à 20nm.V⁻¹ [34]. Pour permettre un actionnement en environnement liquide, il est donc nécessaire d'isoler électriquement le levier car les tensions nécessaires au fonctionnement vont être supérieures à la tension d'électrolyse de la solution.

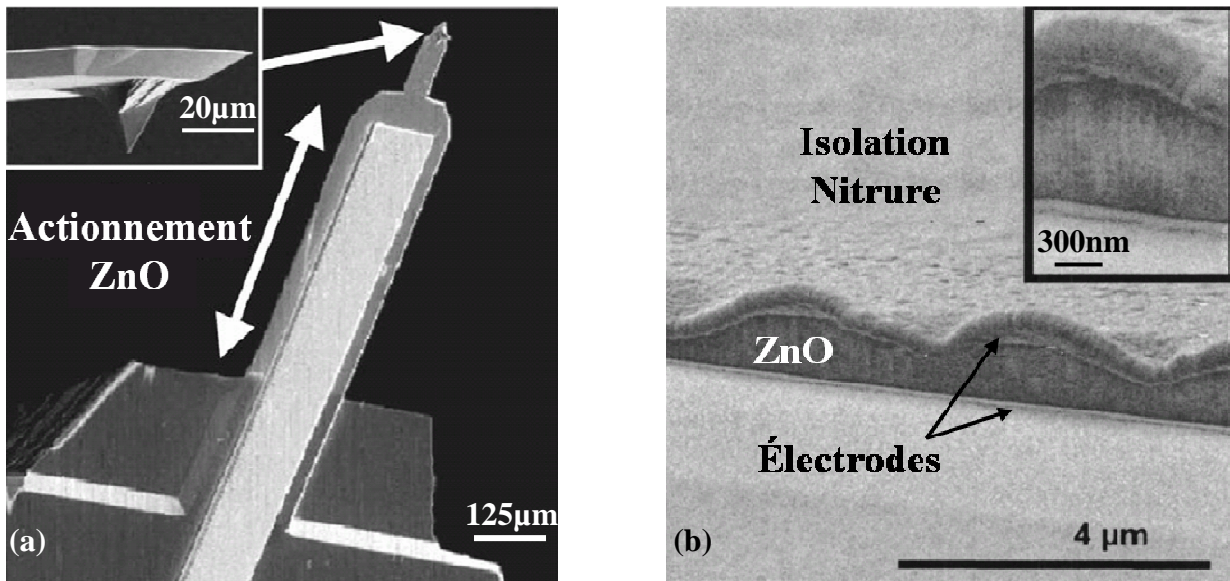


Figure 20 : (a) Image MEB du levier en ZnO commercialisé par Veeco. L'actionnement ZnO est sur un levier de 375 μm de long, 250 μm de large et 7,5 μm d'épaisseur. La pointe de 20 μm de haut est sur une partie plus fine du levier de 125 μm de long, 51 μm de large et 4 μm d'épaisseur [33]. (b) Image MEB des différentes couches de l'actionnement. Entre 400 et 750nm de ZnO sont pris en sandwich entre deux électrodes de 80nm d'épaisseur. L'isolation électrique est réalisée à l'aide de 300nm de nitrure de silicium, l'encart est un gros plan de l'empilement des couches [7].

Rogers *et al.* ont donc testé l'isolation de l'actionnement avec différents matériaux biocompatibles comme le FluoroPel [35], le parylène [36] et le nitrure de silicium. Les auteurs se sont placés dans des conditions expérimentales extrêmes en appliquant une tension continue (entre 10 et 20V) sur le film piézoélectrique durant son actionnement dans une solution saline à 0,9% de NaCl (milieu physiologique des bactérie *E coli*).

Ainsi ils ont mis en évidence, que le FluoroPel était un très bon isolant mais le procédé de dépôt qui consiste à le pulvériser en spray sur les parties conductrices n'est pas correctement reproductible. Le parylène n'a pas non plus été retenu par Rogers *et al.* en raison de la faible adhérence de la colle époxy utilisée pour isoler les soudures des fils de connections électriques au niveau des plots de contact. Cependant ces propriétés isolantes ne sont pas en causes. Leur choix se porte donc sur une isolation à base de nitrure de silicium déposé par PECVD sur l'électrode supérieure. La Figure 20(b) est une image MEB du sandwich ZnO isolé par une couche d'environ 300nm de nitrure de silicium. L'épaisseur de ZnO varie entre 400 et 750nm et les électrodes ont une épaisseur de l'ordre de 80nm. Les 300nm de nitrure de silicium ont permis de valider l'isolation de l'actionnement pour une tension continue de 12V appliquée pendant 4heures dans une solution saline à 0,9% de NaCl.

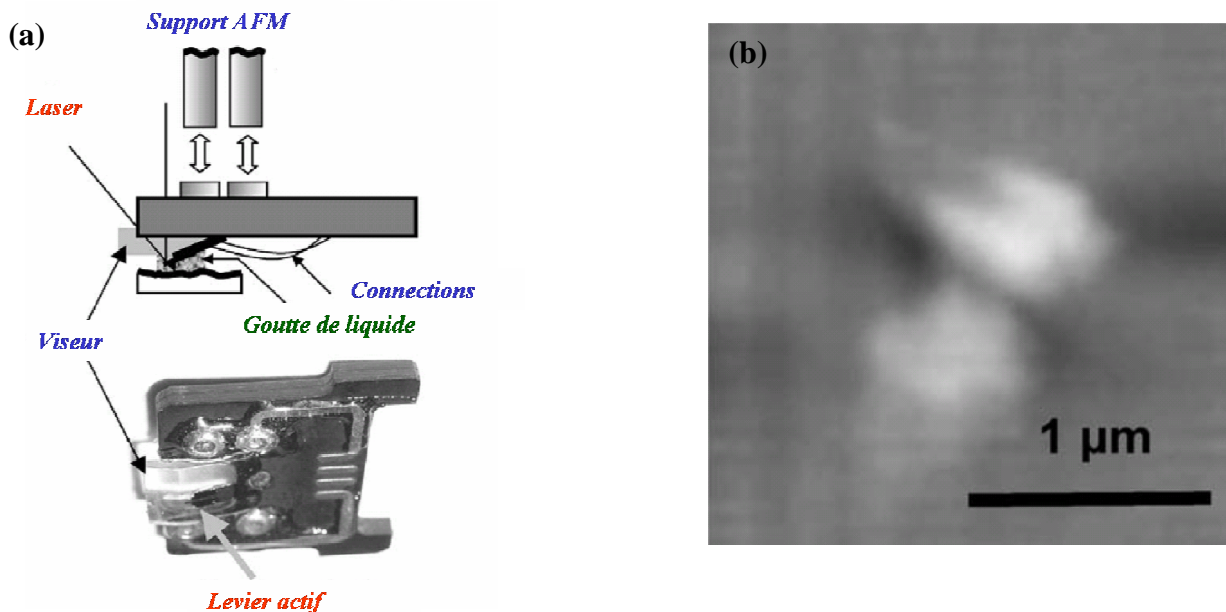


Figure 21 : (a) dispositif de test expérimental comprenant un module contenant le liquide, l'échantillon à imager et le levier actif. (b) Image en mode intermittent à $75,5\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, dans une solution saline, de 2 bactéries *E coli* avec un levier actif en ZnO vibrant à 15kHz [33].

Le dispositif expérimental pour imager les bactéries *E coli* nécessite l'utilisation d'un module liquide qui va contenir à la fois le liquide (plus exactement une goutte de solution) et l'échantillon à imager. Pour permettre la détection laser, la partie supérieure de la cellule liquide est composée de plastique transparent. La Figure 21(a) présente le dispositif de caractérisation. Le levier est actionné via son actionnement ZnO intégré, à sa fréquence de résonance (15kHz pour une raideur de 3N.m^{-1}) en solution saline à 0,9% de NaCl. Ce cantilever a été testé pour imager en mode intermittent des bactéries *E coli*. Un circuit actif permet de contrôler le mouvement dynamique du levier, dans ce cas la céramique piézoélectrique z de l'AFM sert à maintenir l'amplitude constante. La Figure 21(b) est l'image en mode contact intermittent dans une solution saline obtenue avec le levier actif à une vitesse d'imagerie de $75,5\mu\text{m.s}^{-1}$.

Pour pouvoir avoir une meilleur qualité d'image, il est primordial d'avoir plus de sensibilité, donc un pic de résonance le plus étroit possible, il faut donc réduire les dimensions du levier ou bien utiliser des modes de vibration plus élevés que le mode fondamental (cependant dans ce cas la raideur du levier devant plus importante) [33].

2.5.1.1.2 Détection piézoélectrique

Etant donné l'effet piézoélectrique inverse, il est possible d'utiliser à la fois la couche piézoélectrique comme actionnement mais aussi en tant que détection. Rogers *et al.* ont ainsi remplacé la traditionnelle détection optique par la détection piézoélectrique intégré sur le levier. Un circuit additionnel de contre réaction permet de traiter les informations de détection du levier [7] [37]. La Figure 22 est le schéma de principe de cette nouvelle forme de détection.

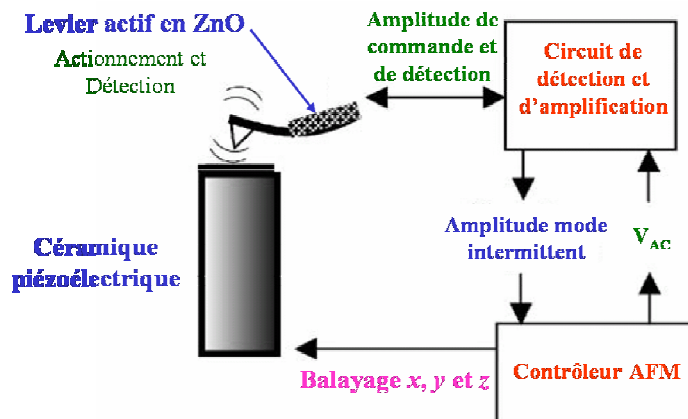


Figure 22 : Schéma de principe de la détection piézoélectrique [33].

La couche piézoélectrique en ZnO permet à la fois d'actionner le levier à une fréquence proche de sa fréquence de résonance mais aussi de générer un signal proportionnel à son amplitude de vibration [33].

Rogers et al. ont comparé cette détection ZnO avec la détection classique optique par photodiodes quatre quadrants. La Figure 23 permet de comparer les deux types de détection.

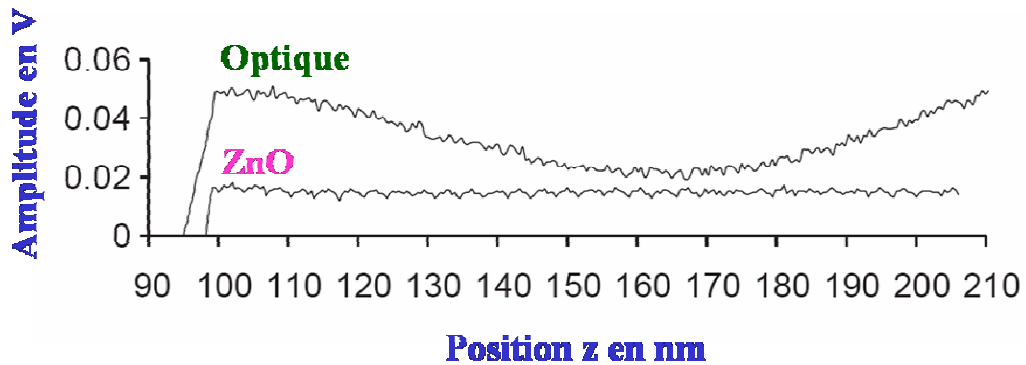


Figure 23 : Courbes de force pour la détection optique classique et pour la détection piézoélectrique en mode contact intermittent dans l'air pour le même levier actif en ZnO [33].

De plus, il est intéressant de noter que la détection optique possède des interférences sinusoïdales que n'a pas la détection piézoélectrique [38]. Ces interférences sinusoïdales ont pour origine la détection optique laser. En effet, la taille du faisceau laser est typiquement d'une dizaine de microns, ainsi le laser se réfléchit sur le levier mais une partie du faisceau est réfléchi par la surface de l'échantillon. Ainsi les interférences sinusoïdales sont liées à la longueur d'onde du laser utilisé. Dans le cas de la détection optique la meilleure sensibilité mesurée est de 67nm.V^{-1} ce qui correspond à une résolution maximale de $0,6\text{\AA}$. Quant à la détection ZnO intégrée sur le levier, la meilleure sensibilité mesurée est de 34nm.V^{-1} pour une résolution maximale de $0,3\text{\AA}$ [33].

Cette étude permet de valider le principe de détection piézoélectrique, qui est au moins aussi performant, dans l'air, que la détection optique classique de l'AFM.

2.5.1.1.3 Augmentation de la bande passante de l'imagerie

Sulchek *et al.* ont comparé la bande passante de la céramique piézoélectrique z à celle obtenue avec le levier actif en ZnO précédent. La Figure 24 présente les fonctions de transfert en boucle

ouverte de la céramique z de l'AFM et celle du levier ZnO actif. Dans cette étude, l'actionnement du levier actif en ZnO, commercialisé par Veeco, permet d'actionner le levier à une fréquence proche de sa fréquence de résonance mais aussi de décaler la fréquence de coupure de la céramique piézoélectrique z. Ainsi, l'utilisation d'un levier actif permet d'augmenter la bande passante de l'imagerie AFM d'un facteur 30. La vitesse d'imagerie peut alors être augmentée [39].

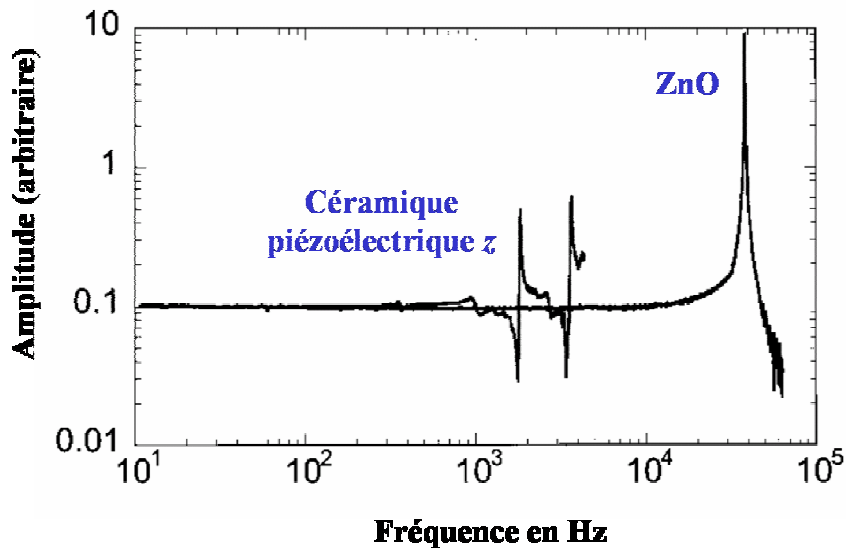


Figure 24 : Fonction de transfert en boucle ouverte, dans l'air, de la céramique piézoélectrique z et de l'actionnement ZnO intégré [39].

L'utilisation d'un actionnement intégré sur le levier permet d'augmenter la bande passante de l'imagerie en substituant la céramique piézoélectrique z utilisée traditionnellement en AFM.

2.5.1.2 Levier en PZT

L'utilisation du PZT comme matériau piézoélectrique permet d'avoir des déplacements statiques plus importants que dans le cas du matériau ZnO. En effet, la constante piézoélectrique du PZT est plus importante que celle du ZnO, ainsi des déplacements plus importants sont envisageables pour des dimensions plus réduites de leviers [40].

Kim *et al.* ont réalisés des leviers intégrant un actionnement piézoélectrique de type PZT et une détection piézorésistive (pour éviter les problèmes de couplages entre l'excitation et la détection et éviter d'avoir une électronique de commande trop conséquente). La Figure 25 est une image MEB du levier fabriqué par technologie de micro-usinage de surface. L'actionnement piézoélectrique

est réalisé à l'aide de 500nm de PZT déposé par la méthode sol-gel, l'électrode inférieure est composée de 150nm de Pt/Ti et l'électrode supérieure de 150nm de RuO₂. La détection piézorésistive s'est faite par implantation ionique des zones concernées à une dose de $5 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$. De plus, la zone qui accueille l'actionnement piézoélectrique a été préalablement dopée par implantation (à une dose de $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) puis isolée par 240nm d'oxyde pour diminuer les capacités de couplages parasites entre l'excitation et la détection [40].

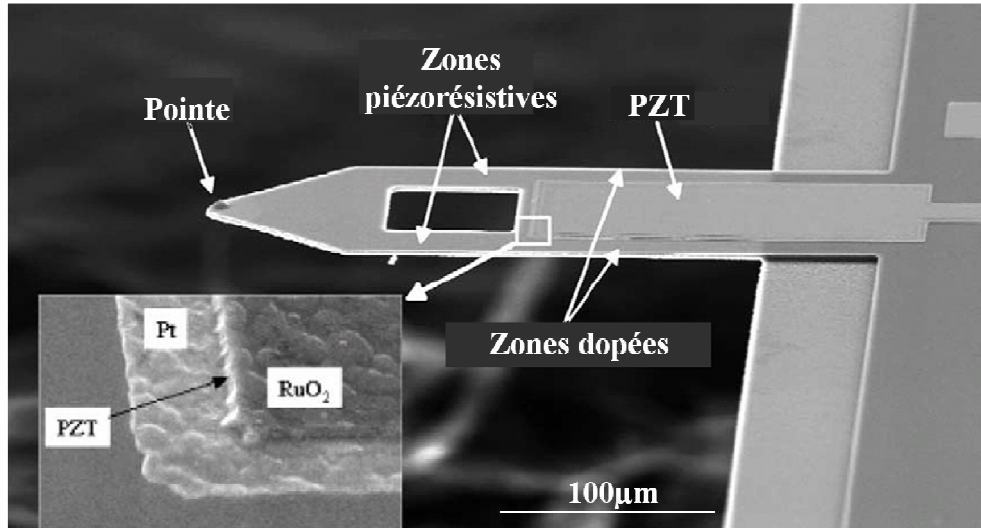


Figure 25 : Image MEB du levier avec son actionnement PZT et sa détection piézorésistive [40].

Cette architecture permet d'actionner le levier avec un mouvement statique à $0,55 \mu\text{m.V}^{-1}$. La bande passante de l'imagerie est considérablement augmentée en raison de la fréquence de résonance du levier qui est de l'ordre de 73kHz dans l'air (contre une dizaine de kHz pour la céramique piézoélectrique z de l'AFM et contre 50kHz pour le levier en ZnO de Veeco, cf. Figure 24).

Le dispositif expérimental de la Figure 26 est celui utilisé par Kim *et al.* pour imager un échantillon de calibration permettant de voir la différence entre le positionnement traditionnel avec la céramique piézoélectrique z et celle intégrée sur le levier. La détection se fait par le biais d'une piézorésistance intégrée au levier qui est mise en série avec une résistance de référence, elle-même placée dans un circuit de pont de Wheatstone.

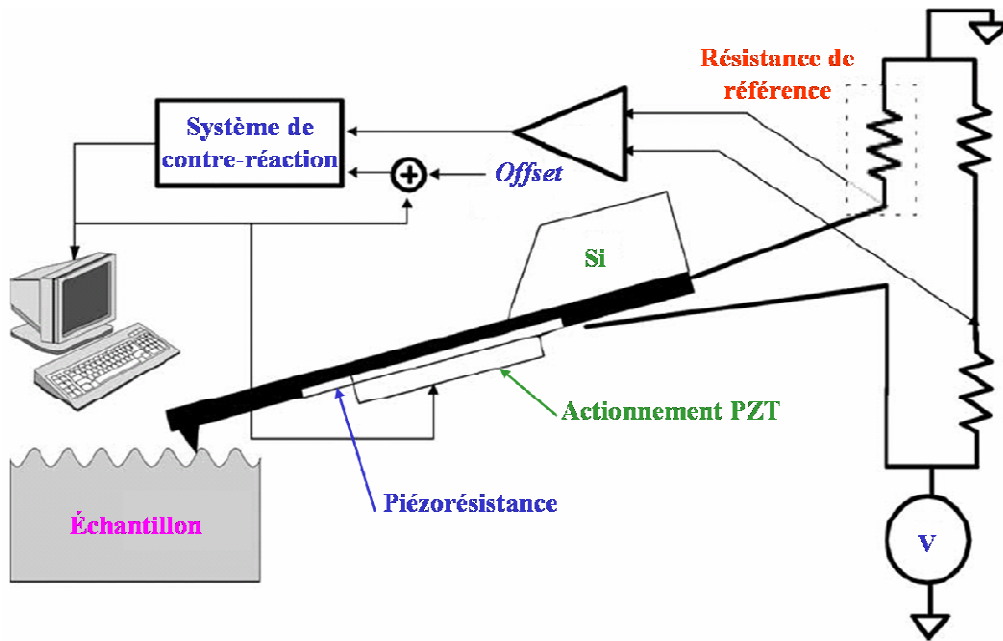


Figure 26 : Schéma de principe du montage AFM comprenant l'actionnement PZT et la détection piézorésistive intégrés sur le levier [40].

La Figure 27 présente les images AFM en mode contact d'une surface calibrée de 100nm de haut ayant une périodicité de 10 μ m. Le positionnement du levier comprenant l'actionnement piézoélectrique intégré est comparé à celui utilisant la céramique piézoélectrique z classique de l'AFM. Le système de détection dans les deux cas est piézorésistif.

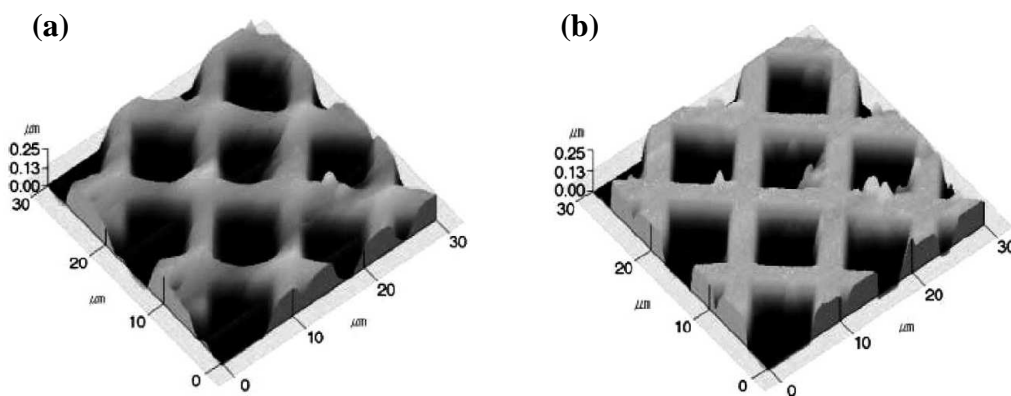


Figure 27 : Images AFM dans l'air de poutre de 100nm de haut ayant une périodicité de 10 μ m. (a) Le positionnement du levier sur l'échantillon se fait par l'actionnement PZT intégré sur le levier à 1mm.s⁻¹. (b) Positionnement avec la céramique piézoélectrique à 180 μ m.s⁻¹ [40].

Dans le cas de l'actionnement PZT intégré, la vitesse d'imagerie en mode contact à pu être augmentée d'un facteur 5 en comparaison avec l'actionnement classique pour une qualité d'image comparable.

Cependant ce type d'architecture est assez encombrante et ne permet pas de réduire les dimensions pour atteindre des fréquences d'actionnement importantes et permettre l'imagerie correcte en environnement liquide.

2.5.1.3 Levier en Quartz cristallin massif

Le quartz cristallin est un des matériaux ayant une des plus faibles dissipations d'énergie mécanique et est donc très utilisé en tant que capteur en raison de son fort coefficient de qualité même en environnement liquide [41] [42] [43].

Lin *et al.* ont réalisés des leviers en quartz cristallin de type *At-cut* usiné par technique de gravure profonde du quartz [44]. Différentes tailles de levier ont été fabriquées, la longueur et la largeur des leviers varient respectivement entre 1000 et 1500 μm , et 150 et 250 μm pour une épaisseur comprise entre 17 et 27 μm (la dispersion sur l'épaisseur est due à la non-uniformité de la gravure, cette dispersion entraîne une diminution du facteur de qualité du résonateur) [45]. L'actionnement se fait par le biais d'électrode en Ti/Pt d'épaisseur respective de 50 et 100nm positionnées en face avant et en face arrière du levier, comme le montre la vue schématique de la Figure 28(a). Les images MEB de la Figure 28(b) et Figure 28(c) correspondent respectivement à la face avant et la face arrière d'un levier de 1000 μm de long, 100 μm de large et de 17 μm d'épaisseur.

Ces leviers possèdent des fréquences de résonance du mode de déformation en épaisseur entre 61 et 86MHz pour un coefficient de qualité entre 446 et 155 mesurés dans l'air.

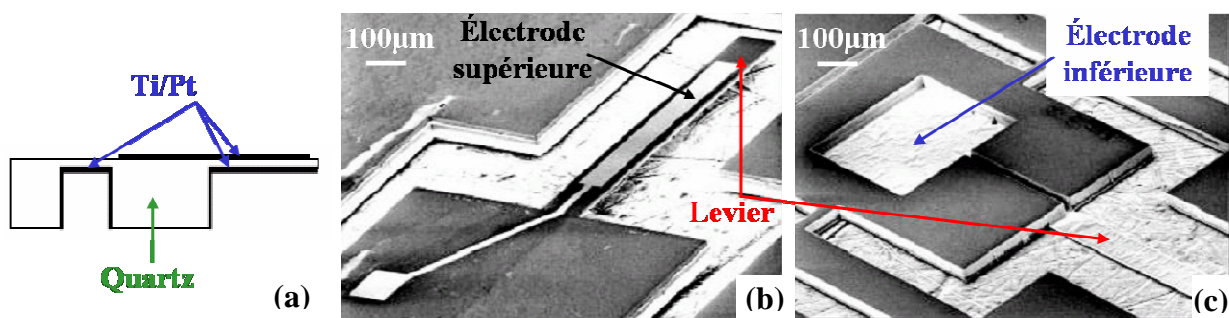


Figure 28 : (a) Schéma du levier usiné en quartz. (b) Images MEB de la face avant d'un levier de 1000 μm de long, 100 μm de large et 17 μm d'épaisseur. (c) Image de la face arrière [45].

Cependant, le faible couplage électromécanique du quartz ne permet pas d'avoir des modes de flexion important, en effet pour un levier de $1460\mu\text{m}$ de long, $152\mu\text{m}$ de large et de $22,5\mu\text{m}$ d'épaisseur, le premier mode de flexion apparaît à 10kHz et le second vers 55kHz pour une raideur d'environ 10N.m^{-1} . Les coefficients de qualité des deux premiers modes sont de l'ordre de 500. La Figure 29 présente les spectres en vibration du levier actionné par actionnement piézoélectrique externe (une plaque en PZT est placée sous le levier pour l'actionner) et avec l'actionnement en quartz du levier sous une tension alternative pic à pic de 1V . Les amplitudes de vibration de la Figure 29(b) sont de l'ordre du nm en raison du faible couplage électromécanique du quartz. De plus, en comparant l'actionnement externe avec l'actionnement interne piézoélectrique il en résulte que les modes de torsion sont plus facilement actionnables que les modes de flexion. En effet, le premier mode de flexion n'apparaît même pas dans le cas de l'actionnement en quartz intégré.

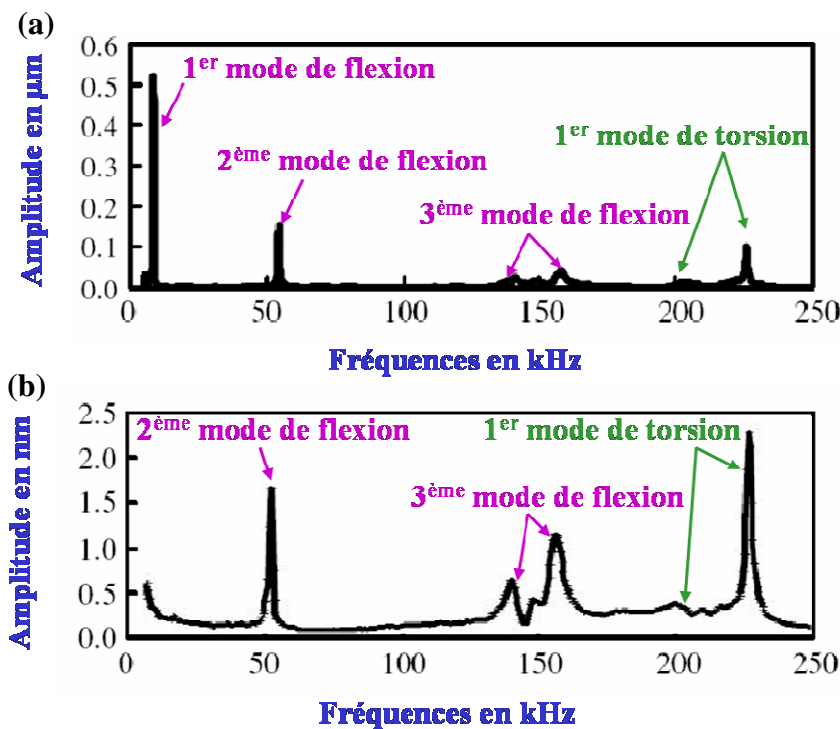


Figure 29 : Spectres en vibration du levier de $1460\mu\text{m}$ de long, $152\mu\text{m}$ de large et de $22,5\mu\text{m}$ d'épaisseur. (a) cas de l'actionnement externe. (b) cas de l'actionnement intégré [45].

Le principal avantage de ce type d'architecture en quartz cristallin est la grande sensibilité de l'ordre de 1mV.nm^{-1} (malgré le faible couplage électromécanique) pour l'actionnement du second

mode de flexion et pour une densité de bruit de $0,07\text{mV}\cdot\text{Hz}^{-0,5}$. Ainsi un actionnement en mode de flexion (supérieur à l'ordre 1) et en mode de torsion peuvent être envisagés pour des applications nécessitant une grande sensibilité comme l'imagerie AFM.

Cependant, le principal inconvénient est le procédé d'usinage du quartz qui demeure très compliqué notamment pour intégrer une pointe en bout de levier.

De plus, l'actionnement (et la détection) piézoélectrique possède un inconvénient qui est la dérive en température des systèmes. En effet, les électrodes de connexion et d'actionnement sont réalisées en métal, et le métal bouge avec la température entraînant une dérive de la fréquence de résonance du dispositif.

2.5.2 Actionnement magnétique

Revenko *et al.* ont comparé l'actionnement magnétique avec l'actionnement piézoélectrique du bimorphe piézoélectrique z lors de l'imagerie en mode intermittent et en milieu liquide de molécules d'ADN [46]. La Figure 30(a) présente le schéma descriptif du module liquide fabriqué par les auteurs qui permet d'accéder aux deux types d'actionnement.

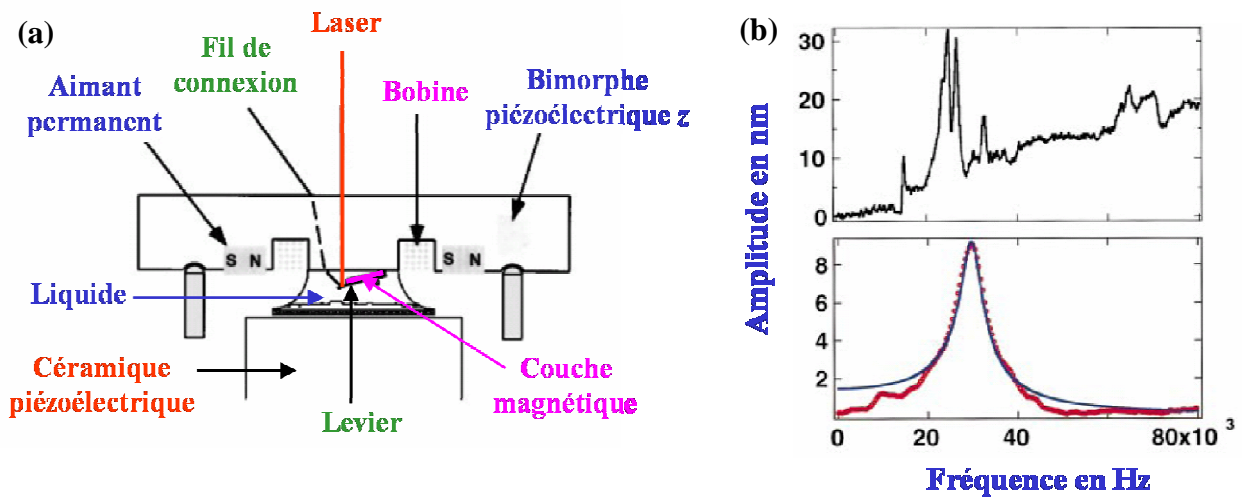


Figure 30 : (a) Schéma du dispositif expérimental permettant à la fois l'actionnement par le bimorphe piézoélectrique et par le champ magnétique. (b) Courbe de résonance obtenue en milieu liquide dans le cas de l'actionnement piézoélectrique (courbe du haut) et de l'actionnement magnétique (courbe du bas) [46].

Revenko *et al.* ont déposé par pulvérisation cathodique une couche magnétique de type $\text{Co}_{80}\text{Cr}_{20}$ de 50nm sur la face arrière d'un levier commercial de 225 μm de long, 28 μm de large, 3 μm d'épaisseur et ayant une pointe de 10 μm de haut à son extrémité. La Figure 30(b) présente les courbes de résonance obtenues dans une solution tamponnée du levier précédent actionné piézoélectriquement et magnétiquement. La fréquence de résonance du levier est de 29,8kHz et un coefficient de qualité de l'ordre de 6,2 pour les deux types d'actionnement. Cependant dans le cas de l'actionnement piézoélectrique, le mouvement du bimorphe piézoélectrique z entraîne un mouvement du module liquide, ainsi des pics parasites viennent perturber la réponse mécanique du levier. Par contre, dans le cas de l'actionnement magnétique la réponse est mieux définie même si les auteurs ont mis en évidence que les ondes magnétiques engendrent des ondes acoustiques qui mettent aussi en mouvement une grande quantité de liquide [46].

Revenko *et al.* ont imagé des molécules d'ADN en solution tamponnée avec les deux types d'actionnement. La Figure 31 présente les images obtenues sur une même surface avec le levier actionné piézoélectriquement (*cf.* Figure 31(a) et (b)) et magnétiquement (*cf.* Figure 31(a') et (b')). La vitesse de l'imagerie est de 1Hz dans tous les cas. Le tableau de la Figure 31(c) récapitule les résultats obtenus sur la hauteur et la largeur des brins d'ADN dans le cas de l'actionnement piézoélectrique et magnétique. Ainsi une même résolution est obtenue dans les deux cas.

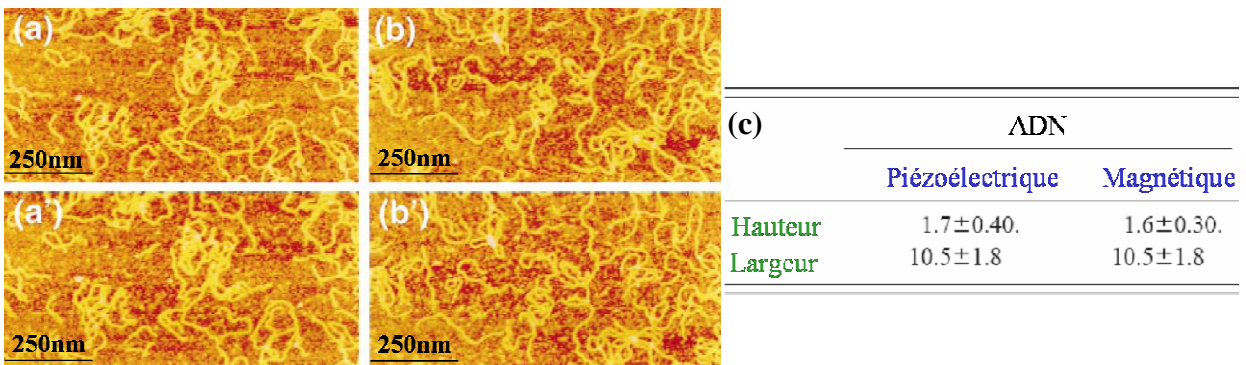


Figure 31 : Images AFM en mode intermittent de molécules d'ADN dans une solution tamponnée, en utilisant l'actionnement piézoélectrique à une fréquence de 23,4kHz (a) et (b), et avec l'actionnement magnétique à 24,8kHz (a') et (b'). La vitesse d'imagerie est de 1Hz. Le tableau (c) compare les résultats des deux types d'actionnement [46].

Cette étude a mis en évidence que l'actionnement magnétique est équivalent à l'actionnement piézoélectrique autant au point de vue de la résolution que du rapport signal sur bruit. Cependant

comme ces deux actionnements nécessitent un dispositif externe de mise en mouvement (la bobine dans le cas magnétique et la céramique dans le cas piézoélectrique), la sensibilité de mesure est réduite par les ondes acoustiques qui entraînent le fluide en vibration. Ainsi l'actionnement magnétique est très peu utilisé pour des applications en mode intermittent en milieu liquide.

2.5.3 Actionnement électrostatique

2.5.3.1 Application à la nanolithographie

Bullen *et al.* ont réalisé des leviers en parallèles actionnés électrostatiquement pour la nanolithographie AFM [47]. Les leviers sont réalisés par technique de micro-usinage de surface. Chaque levier est constitué de nitrure de silicium et est actionné par le biais d'une électrode en Cr/Au disposée sur la face arrière du levier. L'électrode inférieure est positionnée sur un substrat de verre qui est collé à l'aide de résine SU8 sur la face avant des leviers. La Figure 32(a) présente un schéma descriptif de l'ensemble du levier et du support en verre permettant de focaliser le spot laser de la détection optique de l'AFM.

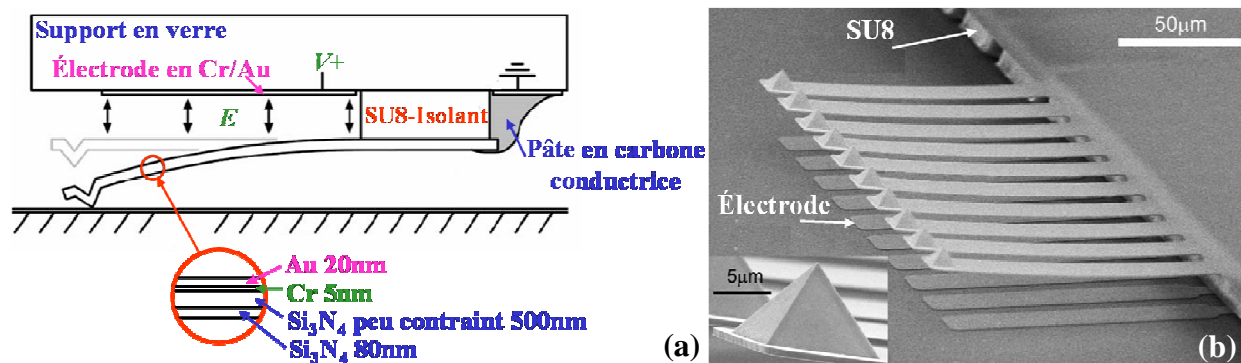


Figure 32 : Levier actionné électrostatiquement pour la nanolithographie AFM. (a) schéma de fonctionnement. (b) Image MEB de 10 leviers en parallèles actionnés électrostatiquement, l'écriture directe se fait par une pointe de 7µm de haut ayant un apex inférieur à 100nm [47].

L'image MEB de la Figure 32(b) présente les 10 leviers mis en parallèles pour permettre la nanolithographie AFM. Les leviers ont une longueur de 120µm, une largeur de 20µm et une épaisseur de 650nm, ce qui conduit à une raideur de l'ordre de 0,11N.m⁻¹. Chaque pointe située en bout de levier possède une hauteur de 7µm et le diamètre de son apex est d'environ 100nm. La

distance entre chaque pointe est de $30\mu\text{m}$, ainsi chaque trait d'écriture directe de lithographie aura un pas de $30\mu\text{m}$, c'est le plus petit pas réalisé à ce jour en lithographie AFM [47].

La Figure 33(a) présente l'évolution de la déflexion des leviers en fonction de la tension appliquée à l'électrode inférieure. Les auteurs ont ainsi mis en évidence qu'une plus grande dispersion est présente dans le cas de fortes déflexions du levier. En effet, plus les tensions appliquées sont importantes et plus il est difficile d'obtenir une déflexion identique sur tous les leviers, la pointe 1 est la pointe la plus à l'extrémité de la série des 10 leviers et la pointe 5 est au centre de la série. Ainsi pour réaliser la lithographie de la surface, les auteurs se placent au maximum de la tension qui conduit à une déflexion identique des leviers, cette tension est de l'ordre de 190V.

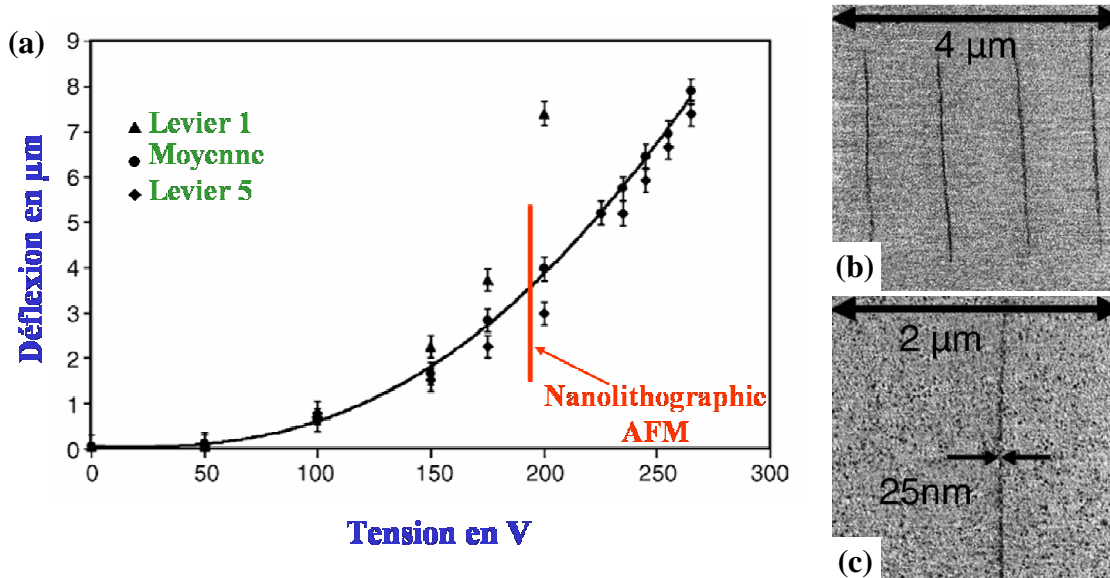


Figure 33 : (a) Déflexion de la pointe en fonction de la tension appliquée à l'électrode inférieure obtenue dans l'air. (b) et (c) Images de Nanolithographie AFM dans l'air sur un substrat en Si recouvert par 4nm de Cr et 20nm d' Au. (b) Ecriture simultanée de 4 leviers consécutifs, les traits ont une largeur de 30 à 40nm. (c) Image du plus petit trait réalisé, sa largeur est de 25nm [47].

Les images AFM de la Figure 33(b) et (c) sont obtenues en mode de force latérale. Elles représentent les lithographies d'1-octadecanethiol obtenues avec les leviers actionnés électrostatiquement sur une surface en silicium recouverte d'un bicouche de Cr/Au [47]. Sur la Figure 33(b), une lithographie a été réalisée par 4 leviers consécutifs avec un pas de $30\mu\text{m}$, les traits obtenus ont une largeur comprise entre 30 et 40nm. La Figure 33(c) présente l'image du plus petit trait obtenu avec ce type de leviers, il a une largeur de 25nm.

Cette étude permet de valider l'actionnement électrostatique pour réaliser de l'écriture directe par AFM dans l'air. Par contre, dans le cas d'un actionnement en mode contact-intermittent, ce procédé devra être optimisé pour éviter les dérives en températures du bicouche Cr/Au constituant l'électrode intégrée sur levier. L'utilisation du silicium polycristallin peut être une bonne alternative à ce problème. De plus, en raison des fortes tensions nécessaires à la déflexion statique du levier une isolation des parties structurales du dispositif devra être intégrée pour permettre un actionnement en environnement liquide.

2.5.3.2 Actionnement en mode intermittent

Onaran *et al.* se sont intéressés à une nouvelle architecture de dispositifs actionnés électrostatiquement pour imager en mode AFM intermittent [48]. Ce nouveau capteur se compose d'une membrane circulaire actionnée électrostatiquement sur laquelle une pointe effilée permet d'imager la surface. La membrane est suspendue sur un substrat transparent permettant une détection optique. Le support de la membrane se compose d'une grille de diffraction qui permet d'avoir une sensibilité de détection semblable à celle d'un interféromètre de Michelson. La Figure 34(a) est un schéma descriptif de l'architecture réalisée par Onaran. Une image MEB de la face avant du dispositif est présentée à la Figure 34(b).

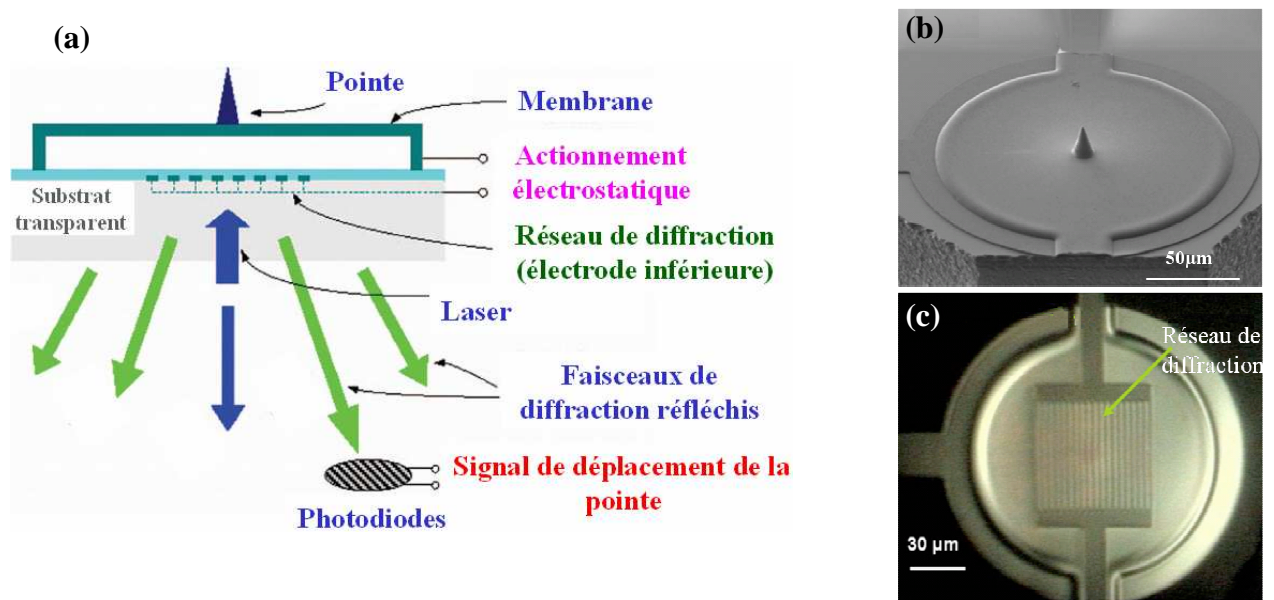


Figure 34 : (a) Schéma du dispositif à base de membrane suspendue. (b) Image FIB de la membrane suspendue. (c) Image optique de la face arrière de la membrane [48].

La membrane en Aluminium est réalisée sur un substrat de quartz, son diamètre est de $150\mu\text{m}$ pour une épaisseur de $0,9\mu\text{m}$. L'électrode inférieure qui permet aussi la détection interférométrique se compose d'un bicouche de Ti/Al d'épaisseur respective de 30 et 90nm. La grille de diffraction est gravée dans ce bicouche avec une périodicité de $4\mu\text{m}$. Une image optique du réseau de diffraction est présentée à la Figure 34(c). Une couche d'oxyde PECVD de 220nm permet de réaliser l'isolation électrique de cette électrode inférieure. La raideur de la membrane a été mesurée par AFM à 133N.m^{-1} . La pointe en Platine et Tungstène qui se situe au milieu de la membrane circulaire a été fabriquée par technique FIB, le diamètre à son apex est d'environ 50nm.

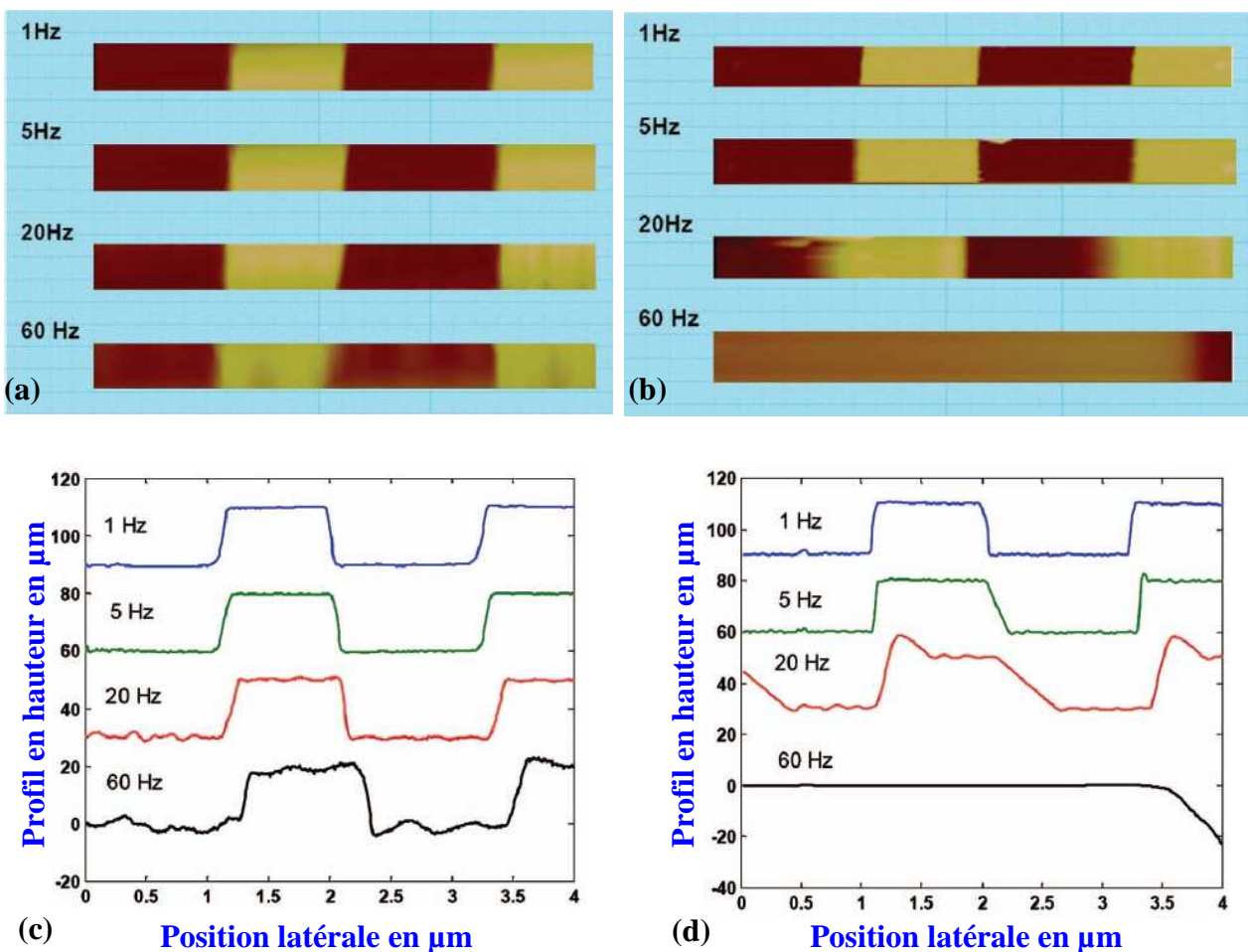


Figure 35 : Images topographiques d'une surface calibrée de 20nm de haut, $1\mu\text{m}$ de large et ayant une périodicité de $2\mu\text{m}$, (a) et (c) images réalisées avec la membrane suspendue. (b) et (d) Images réalisées avec un levier commercial. [48].

Les auteurs ont utilisé cette membrane pour imager dans l'air un échantillon de calibration de 20nm de haut et de 1 μ m de large et ayant une périodicité de 2 μ m. L'actionnement en mode intermittent se fait par le biais de l'actionnement électrostatique intégré à la membrane qui permet à la fois de mettre en vibration la membrane à une fréquence de 600kHz mais aussi de positionner statiquement la membrane au dessus de l'échantillon. Ainsi la céramique piézoélectrique z de l'AFM est déconnectée. Les images topographiques et du profil de hauteur de la surface calibrée sont présentées à la Figure 35 pour l'actionnement électrostatique de la membrane et dans le cas d'un actionnement piézoélectrique d'un levier commercial. La bande passante de l'imagerie a été évaluée à 10kHz. L'utilisation de la membrane actionnée électrostatiquement a permis à Onaran *et al.* d'augmenter la bande passante de l'imagerie et ainsi d'augmenter la rapidité d'acquisition de l'image en substituant la céramique piézoélectrique z de l'AFM.

2.6 Positionnement de cette étude

L'imagerie en milieu liquide nécessite l'optimisation de toute la boucle de contre-réaction de l'AFM. Cette étude se consacre uniquement à l'optimisation du capteur mécanique résonant.

Compte tenu de l'étude bibliographique, il est nécessaire d'intégrer directement l'actionnement sur le levier dans l'objectif de diminuer les déplacements parasites du liquide. De plus, les dimensions de la partie vibrante doivent être réduites pour diminuer la quantité de fluide déplacé (diminuer la masse effective du levier) et ainsi atteindre les hautes fréquences et permettre l'imagerie rapide en milieu liquide. Finalement la sensibilité de mesure sera accrue en diminuant le bruit thermique du levier, ce qui revient à diminuer sa raideur tout en augmentant le produit entre le facteur de qualité et la fréquence de résonance.

Le Tableau 1 récapitule les dimensions, la raideur, la fréquence de résonance, le coefficient de qualité et la vitesse d'imagerie des leviers utilisés dans l'état de l'art pour imager en AFM en environnement liquide. La Figure 36 permet de mettre en évidence les objectifs à atteindre en terme de fréquence de résonance (>MHz), de coefficient de qualité (>10) et de raideur (<5N.m⁻¹), par rapport aux données issues de l'étude bibliographique.

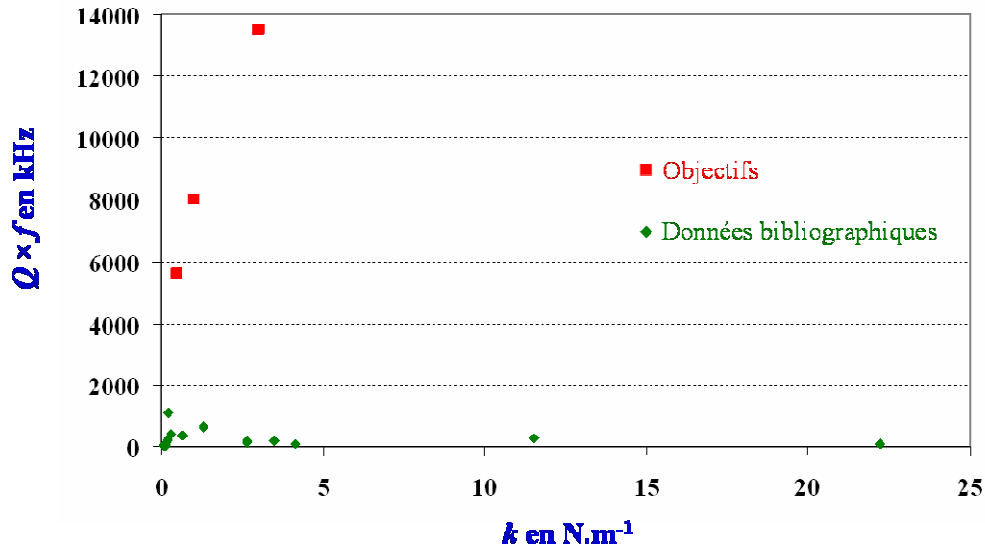


Figure 36 : Produit entre le coefficient de qualité et la fréquence de résonance en kHz en fonction de la raideur du levier. Les valeurs issues de l'étude bibliographique, récapitulées au Tableau 1, sont confrontées aux objectifs à atteindre.

La suite de cette étude va consister à modéliser le mouvement du levier de section rectangulaire en milieu liquide. Cette étude va permettre de trouver les dimensions optimales pour l'actionnement en milieu liquide. Dans un deuxième temps deux types d'actionnement vont être étudiés, l'actionnement piézoélectrique et électrostatique, qui à la vue de l'étude bibliographique sont les deux types d'actionnement les plus prometteurs pour permettre l'imagerie AFM en milieu liquide.

Référence	AFM	Actionnement	Dimensions du levier en μm			Raideur N.m^{-1}	Fréquence en kHz		Coefficient de qualité		Vitesse d'imagerie dans l'eau $\mu\text{m.s}^{-1}$	Pointe
			L	w	t		Air	Eau	Air	Eau		
Hansma [10]	Contact	Externe	120	15	1,5	0,1	138	17	130	3	4,5	pyramidale
Walters [13]	Tapping	Externe	30	16	0,45	1,3	662	141	100	4,6	26	pyramidale
Paloczi [9]	Tapping	Externe	26	13	0,3	0,66	303	100	60	3,5	52	pyramidale
Viani [14]	Tapping	Externe	50	5	0,5	0,2	265	130	47,8	1,83	30,5	FIB
Viani [14]	Tapping	Externe	41	5	0,5	0,3	395	191	62,5	2,11	73,5	FIB
Ando [17]	Tapping	Externe	10	2	0,14	0,22	1600	620	36,4	1,74	600	FIB
Ebeling [26]	Tapping	Externe	225	28	3	2,65	79	34	209	4,5 \Rightarrow 200*	--	pyramidale
Vidic [31]	Tapping	Externe	230	40	3	3,5	75,6	32,4	214 \Rightarrow 25000*	5,3 \Rightarrow 1300*	--	pyramidale
Rogers [33]	Tapping	ZnO	500	60	6	4,14	50	15	278	5,7	75,5	pyramidale
Kim [40]	Contact	PZT	250	70	4	11,5	85,3	30	323	8,53	Air 1000	isotrope
Lin [45]	--	Quartz	1460	152	22,5	22,2	14	7,8	500	10,7	--	non
Revenko [46]	Tapping	Magnétique	225	28	3	2,65	79,1	29,8	208	6,2	20	pyramidale
Bullen [47]	Contact	Electrostatique	120	20	0,65	0,11	59,48	13,66	36,62	2,23	--	pyramidale
Onaran [48]	Tapping	Electrostatique	\varnothing 150		0,9	133	600	--	--	--	Air 480	FIB

* Avec la boîte Q -control.

Les données en gras n'ont pas été communiquées par les auteurs, elles ont été calculées depuis la modélisation analytique du paragraphe suivant.

Tableau 1 : Tableau récapitulatif de l'étude bibliographique.

Références :

- [1] : G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber, “Atomic Force Microscope”, *Physical Review Letters*, vol.56, pp.930-934, 1986.
- [2] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, “Microscopie de force dynamique : Partie A, Nanopointe oscillante à proximité d'une surface“, *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.
- [3] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, “Microscopie de force dynamique : Partie B, FM-AFM et AM-AFM“, *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.
- [4] : J. L. Hutter, J. Bechhoefer, “Manipulation of van der Waals forces to improve image resolution in atomic-force microscopy“, *Journal of Applied Physics*, vol.73, pp.4123-4129, 1993.
- [5] : T. R. Abrecht, P. Grütter, D. Home, D. Rugar, “Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscopy sensitivity“, *Journal Of Applied Physics*, vol.69, pp.668-670, 1991.
- [6] : J. Tamayo, A. D. L. Humphris, M. J. Miles, “Piconeuwton regime dynamic force microscopy in liquid”, *Applied Physics Letters*, vol. 77, n°4, 2000.
- [7] : B Rogers, T. Suchek, K. Murray, D.York, M. Jones, L. Manning, S. Malekos, B. Beneschott, J.D. Adams, “High speed tapping mode atomic force microscopy in liquid using an insulated piezoelectric cantilever”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 74, n°11, 2003.
- [8] : J. L. Yang, M. Despont, U. Drechsler, B. W. Hoogenboom, P. L. T. M. Frederix, S. Martin, A. Engel, P. Vettiger, H. J. Hug, “Miniaturized single-crystal silicon cantilevers for scanning force microscopy“, *Applied Physics Letters*, vol. 86, n°134101, 2005.
- [9] : G. T. Paloczi, B. L. Smith, P. K. hansma, D. Walters, “Rapid imaging of calcite crystal growth using force atomic microscopy with small cantilevers”, *Applied Physics Letters*, vol.73, n°12, 1998.

[10] : P. K. Hansma, J. P. Cleveland, M. Radmacher, D. A. Walters, P. E. Hillner, M. Bezanilla, M. Fritz, D. Vie, H. G. Hansma, “Tapping mode atomic force microscopy in liquids”, *Applied Physics Letters*, vol.64, n°13, 1994.

[11] : <http://www.novascan.com/afm-technologies.php>

[12] : A. Maali, T. Cohen-Bouhacina, C. Jai, R. Boisgard, J. P. Aimé, D. Mariolle, F. Bertin, “Reduction of the cantilever hydrodynamic damping near a surface by ion-beam milling”, *Journal of Applied Physics*, vol.99, n°024908, 2006.

[13] : D. A. Walters, J. P. Cleveland, N. H. Thompson, P. K. Hansma, M. A. Wendman, G. Gurley, V. Elings, “Short cantilevers for atomic force microscopy”, *Review of Scientific Instruments*, vol.67, pp.3583-3590, 1996.

[14] : M. B. Viani, T. E. Schäffer, G. T. Palocz, L. I. Pietrasanta, B. L. Smith, J. B. Thompson, M. Richter, M. Rief, H. E. Gaub, K. W. Plaxco, A. N. Cleveland, H. G. Hansma, P. K. Hansma, “Fast imaging and fast force spectroscopy of single biopolymers with a new atomic force microscope designed for small cantilever”, *Review of Scientific Instruments*, vol.70, pp.4300-4303, 1999.

[15] : K. I. Schiffman, “Investigation of fabrication parameters for the electro-beam-induced deposition of contamination tips used in atomic force microscopy”, *Nanotechnology*, vol. 4, pp.163-169, 1993.

[16] : H. Zhang, D. Zhang, Y. He, “A novel Atomic Force Microscope operating in liquid for in situ Investigation of electromechanical preparation of porous Alumina”, *Microscopy Research and Technique*, vol.66, pp. 126-131, 2005.

[17] : T. Ando, N. Kodera, E. Takai, D. Maruyama, K. Saito, A. Toda, “A high-speed atomic force microscope for studying biological macromolecules”, *PNAS*, vol.98, n°22, 2001.

[18] : T. Sulchek, R. Hsieh, J. D. Adams, S. C. Minne, C. F. Quate, D. M. Adderton, “High-speed atomic force microscopy in liquid”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 71, n°2097, 2000.

- [19] : A. D. L. Humphris, M. J. Miles, J. K. Hobbs, “A mechanical microscope : High(speed atomic force microscopy”, Applied Physics Letters, vol.86, n°034106, 2005.
- [20] : W. Han, S. M. Lindsay, T. Jing, “A magnetically driven oscillating probe microscope for operation in liquids”, Applied Physics Letters, vol.69, pp.4111-4113, 1996.
- [21] : D. F. Cunningham, L. Jenkins, M. A. H. Khalid, “Cantilever vibration control by electrostatic actuation for magnetic force microscopy”, Sensors and Actuators A, vol.63, pp.125-128, 1997.
- [22] : U. Dürig, H. R. Steinauer, N. Blanc, “Dynamic force microscopy by means of the phase-controlled oscillator method”, Journal of Applied Physics, vol.82,pp.3641-3651, 1997.
- [23] : P. Attia, M. Boutry, A. Bosseboeuf, P. Hesto, “Fabrication and characterization of electrostatically driven silicon microbeams”, Microelectronics Journal, vol.29, pp.641-644, 1998.
- [24] : T. Sulchek, R. Hsieh, J. D. Adams, G. G. Yaralioglu, S. C. Minne, C. F. Quate, J. P. Cleveland, A. Atalar, D. M. Adderton, “High-speed tapping mode imaging with active Q control for atomic force microscopy”, Applied Physics Letters, vol.76, pp.1473-1475, 2000.
- [25] : www.nanoanalytics.com
- [26] : D. Ebeling, H. Hölscher, H. Fuchs, B. Anczykowski, U. D. Schwarz, “Imaging of biomaterials in liquids : a comparison between conventional and Q-controlled amplitude modulation (‘tapping mode’) atomic force microscopy“, Nanotechnology, vol.17, pp.221-226, 2006.
- [27] : F. Moreno-Herrero, J. Colchero, J. Gomez-Herrero, A. M. Baro, “Atomic force microscopy contact, tapping, and jumping modes for imaging biological samples in liquids”, Physical Review E, vol.69, 2004.
- [28] : A. Grant, L. McDonnell, “A non-contact mode scanning force microscope optimised to image biological samples in liquid”, Ultramicroscopy, vol.97, pp.117-184, 2003.

[29] : R. W. Stark, G. Schitter, A. Stemmer, “Tuning the Tip-Sample Forces in Dynamic Atomic Force Microscopy”, *Physical Review B*, vol.68, n°085401, 2003.

[30] : R. D. Jäggi, A. Franco-Obregon, P. Studerus, K. Ensslin, “Detailed analysis of forces influencing lateral resolution for Q -control and tapping mode”, *Applied Physics Letters*, vol.79, pp.135-137, 2001.

[31] : A. Vidic, D. then, C. Ziegler, “A new cantilever system for gas and liquid sensing”, *Ultramicroscopy*, vol.97, pp.407-417, 2003.

[32] : Pointe active DMAP de Veeco Instruments : <https://www.veecoprobes.com>.

[33] : B. Rogers, L. Manning, T. Sulchek, J. D. Adams, “Improving tapping mode atomic force microscopy with piezoelectric cantilevers”, *Ultramicroscopy*, vol.100, pp.267-276, 2004.

[34] : J. Zhang, G. Li, N. Xi, “Modeling and control of active end effector for the AFM based nano robotic manipulators”, *Proceedings of the 2005 IEEE International Conference on Robotics and Automation*, Barcelona, Spain, pp.164-169, 2005.

[35] : FluoroPel PFC 1601A de Cytonix.

[36] : A. Kueng, C. Kranz, B. Mizaikoff, A. Lugstein, E. Bertagnolli, “Combined scanning electrochemical atomic force microscopy for tapping mode imaging”, *Applied Physics Letters*, vol.82, pp.1592-1594, 2003.

[37] : Y. Miyahara, M. Deschler, T. Fujii, S. Watanabe, H. Bleuler, “Non-contact atomic force microscope with a PZT cantilever used for deflection sensing, direct oscillation and feedback actuation”, *Applied Surface Science*, vol.188, pp.450-455, 2002.

[38] : J. D. Adams, L. Manning, B. Rogers, M. Jones, S. C. Minne, “Self-sensing tapping mode atomic force microscopy”, *Sensors and Actuators A*, vol. 121, pp.262-266, 2005.

- [39] : T. Sulchek, G. G. Yaralioglu, C. F. Quate, S. C. Minne, “Characterisation and optimization of scan speed for tapping-mode atomic force microscopy”, *Review of Scientific Instruments*, vol.73, pp.2928-2936, 2002.
- [40] : Y. S. Kim, H. J. Nam, S. M. Cho, J. W. Hong, D. C. Kim, J. U. Bu, “PZT cantilever array integrated with piezoresistor sensor for high speed parallel operation of AFM”, *Sensors and Actuators A*, vol.103, pp.122-129, 2003.
- [41] : S. Bruckenstein, M. Shay, “Experimental aspects of use of the quartz crystal microbalance in solution”, *Electrochimica Acta*, vol.30, pp.1295-1300, 1985.
- [42] : M. I. S. Verissimo, P. O. Mantas, A. M. R. Senos, J. A. B. P. Oliveira, M. T. S. R. Gomes, “Suitability of PZT ceramics for mass sensors versus widespread used quartz crystals”, *Sensors and Actuators B*, vol. 95, pp.25-31, 2003.
- [43] : J. Auge, P. Hauptmann, J. Hartmann, S. Rösler, R. Lucklum, “New design for QCM sensors in liquids”, *Sensors and Actuators B*, vol.24, pp.43-48, 1995.
- [44] : T. Ono, Y. C. Lin, M. Esashi, “Scanning probe microscopy with quartz crystal cantilever”, *Applied Physics Letters*, vol.87, n°074102, 2005.
- [45] : Y. C. Lin, T. Ono, M. Esashi, “Fabrication and characterization of micromachined quartz-crystal cantilever for force sensing”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.15, pp.2426-2432, 2005.
- [46] : I. Revenko, R. Proksch, “Magnetic and acoustic tapping mode microscopy of liquid phase phospholipid bilayers and DNA molecules”, *Journal of Applied Physics*, vol.87, pp.526-533, 2000.
- [47] : D. Bullen, C. Liu, “Electrostatically actuated dip pen nanolithography probe arrays”, *Sensors and Actuators A*, vol.125, pp.504-511, 2006.

[48] : A. G. Onaran, M. Balantekin, W. Lee, W. L. Hughes, B. A. Buchine, R. O. Guldiken, Z. Parlak, C. F. Quate, F. L. Degertekin, “A new atomic force microscopy with force sensing integrated readout and active tip”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 77, n°023501, 2006.

ETUDE FREQUENTIELLE EN ENVIRONNEMENT LIQUIDE D'UNE POUTRE DE SECTION RECTANGULAIRE

1.	ETUDE DYNAMIQUE EN ENVIRONNEMENT LIQUIDE.....	63
1.1	EQUATION DU MOUVEMENT D'UNE POUTRE-ENCASTREE LIBRE.....	63
1.1.1	<i>Cas du vide</i>	<i>64</i>
1.1.2	<i>Cas du milieu liquide</i>	<i>68</i>
1.1.2.1	La force hydrodynamique	69
1.1.2.2	La force de pincement	70
1.1.2.3	Les pertes mécaniques	71
1.1.2.4	La force d'excitation	72
1.1.2.5	Equation du mouvement	72
1.1.3	<i>La fonction hydrodynamique.....</i>	<i>73</i>
1.1.3.1	Masse ajoutée en milieu liquide	77
1.1.3.2	Coefficient d'amortissement dû au milieu liquide	79
1.1.3.3	Influence du champ de vitesse le long du levier.....	82
1.2	PARAMETRES DE VIBRATION DU LEVIER	83
1.2.1	<i>Fréquence de résonance</i>	<i>83</i>
1.2.1.1	Cas général	84
1.2.1.2	Cas où les effets dissipatifs sont faibles	87
1.2.2	<i>Coefficient de qualité</i>	<i>89</i>
1.2.2.1	Les pertes dues au milieu liquide.....	90
1.2.2.2	Les pertes par couplage mécanique.....	92
1.2.2.3	Les pertes thermoélastiques	94
1.3	DIMENSIONNEMENT DES LEVIERS	95
1.4	RESOLUTION DE L'EQUATION DU MOUVEMENT	100
1.4.1	<i>Lagrangien d'une poutre de section rectangulaire en régime libre</i>	<i>100</i>
1.4.2	<i>Lagrangien en régime forcé</i>	<i>103</i>
1.4.2.1	Résolution avec approximation harmonique stationnaire.....	105
1.4.2.2	Résolution avec approximation harmonique déphasée	106
1.4.2.2.1	Courbes de résonance théoriques	107
1.4.2.3	Régime transitoire.....	112
2.	CONCLUSION	114

1. Etude dynamique en environnement liquide

Cette partie se consacre à l'étude du comportement dynamique d'un levier de section rectangulaire évoluant en milieu liquide. Tout dispositif mécanique vibrant est caractérisé par sa fréquence de résonance et son coefficient de qualité qui dépendent de l'amortissement et de la masse effective du système. Pour expliciter ces différents paramètres, il est nécessaire de modéliser le système considéré. Cette étude propose une modélisation analytique du comportement du levier.

Dans un premier temps nous allons rappeler le cas de l'actionnement dans le vide. Puis dans une seconde partie nous allons nous intéresser au milieu liquide qui est le cœur de notre étude. Pour cela nous allons identifier les forces qui entrent en jeu. La modélisation de Bernoulli va nous permettre d'extraire les paramètres de masse, d'amortissement, de coefficient de qualité et de fréquence de résonance. Dans un second temps, nous nous intéresserons aux cas particuliers des actionnements électrostatique et piézoélectrique. Une modélisation sous forme Lagrangienne basée sur la résolution du principe des moindres actions va nous permettre d'accéder à la réponse en fréquence du dispositif suivant le type d'actionnement considéré.

1.1 Equation du mouvement d'une poutre-encastree libre

Cette partie se consacre à la modélisation analytique d'une poutre encastree-libre évoluant dans un milieu liquide visqueux. L'objectif étant d'obtenir les caractéristiques fréquentielles du levier actionné en mode dynamique. Pour cela les équations du mouvement issues de la modélisation d'Euler Bernoulli seront exprimées en régime fréquentiel par transformation de Fourier du régime temporel.

Ainsi, chaque fonction de l'équation en régime fréquentiel notée $\tilde{X}(z, \omega)$ est obtenue par transformation de Fourier de son expression dans le domaine temporel $X(z, t)$:

$$\tilde{X}(z, \omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} X(z, t) e^{-i\omega t} dt \quad \text{Eq1}$$

Tous les paramètres utilisés dans cette modélisation analytique sont regroupés dans le Tableau 1.

1.1.1 Cas du vide

La configuration de base choisie pour cette étude est celle d'une poutre prismatique de longueur L , d'épaisseur t , de largeur w , de masse volumique ρ_{levier} et de section A . Le système d'axes est tel que Ox , Oy correspondent aux axes principaux d'inertie. La Figure 1 est un schéma de la poutre de section rectangulaire.

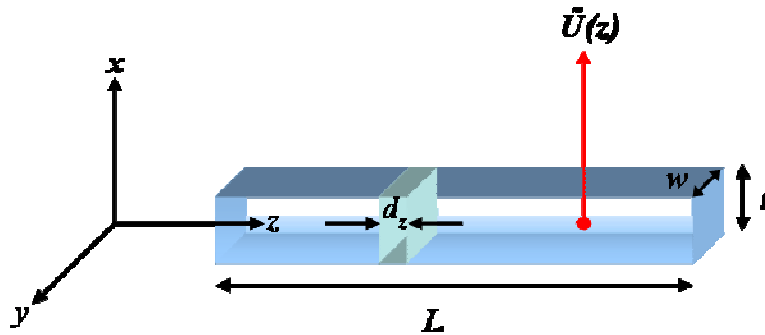


Figure 1 Poutre de longueur L avec un déplacement verticale selon l'axe (Ox).

On se place dans une configuration de déplacement transversal $\tilde{U}(z, \omega)$ selon l'axe $0x$.

Cette modélisation est issue des équations d'Euler Bernoulli, dont les hypothèses sont les suivantes [1] :

- La déformation à l'effort tranchant du matériau constitutif de la poutre est négligeable (hypothèse cinématique formulée par Bernoulli¹).
- La section A de la poutre est constante le long de l'axe ($0z$).
- La rigidité flexionnelle de la poutre EI_x est constante (le matériau est isotrope).

L'équation différentielle, dans le domaine fréquentiel, des vibrations libres de la poutre dans le vide et en l'absence de frottements est donnée par [1] :

$$EI_x \frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - \rho_{levier} A \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) = 0 \quad \text{Eq2}$$

Où I_x désigne le moment quadratique de la poutre et E le module d'Young du matériau.

¹La section droite reste perpendiculaire à la déformée de la ligne moyenne au cours de la déformation.

On introduit le coefficient p tel que :

$$p^4 = \frac{\rho_{levier} A}{EI_x} \omega^2 \quad \text{Eq3}$$

On obtient ainsi les solutions $\tilde{U}(z, \omega)$ de l'équation différentielle :

$$\tilde{U}(z, \omega) = a \cos(pz) + b \cosh(pz) + c \sin(pz) + d \sinh(pz) \quad \text{Eq4}$$

Les constantes a , b , c et d dépendent des conditions aux limites de la poutre. Dans le cas particulier d'une poutre encastree en $z = 0$, la flèche et sa dérivée sont nulles :

$$\left[\tilde{U}(z, \omega) \right]_{z=0} = 0 \quad \text{et} \quad \left[\frac{\partial \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z} \right]_{z=0} = 0 \quad \text{Eq5}$$

Enfin, si l'extrémité est libre d'effort en $z = L$, il faut annuler le moment de flexion et la force de cisaillement de la poutre :

$$\left[\frac{\partial^2 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^2} \right]_{z=L} = 0 \quad \text{et} \quad \left[\frac{\partial^3 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^3} \right]_{z=L} = 0 \quad \text{Eq6}$$

On en déduit ainsi l'équation des formes d'ondes du levier rectangulaire dans le vide $\tilde{U}_n(z, \omega)$ suivant le mode n considéré :

$$U_n(z, \omega) = D_n \{ \cosh(p_n z) - \cos(p_n z) + \alpha_n [\sin(p_n z) - \sinh(p_n z)] \} \quad \text{Eq7}$$

$$\text{Où } \alpha_n(L) = \left\{ \frac{\cosh(p_n L) + \cos(p_n L)}{\sin(p_n L) + \sinh(p_n L)} \right\} \text{ et } \cos(p_n L) \times \cosh(p_n L) = -1 \Rightarrow \begin{cases} p_1 L = 1.875104 = C_1 \\ p_2 L = 4.694091 = C_2 \\ p_3 L = 7.854757 = C_3 \\ p_4 L = 10.995541 = C_4 \\ \vdots \\ p_n L = \dots = C_n \end{cases}$$

et D_n représente les amplitudes de vibration du mode n considéré.

La Figure 2 représente les quatre premiers modes de la forme d'onde en fonction de la position normalisé du levier.

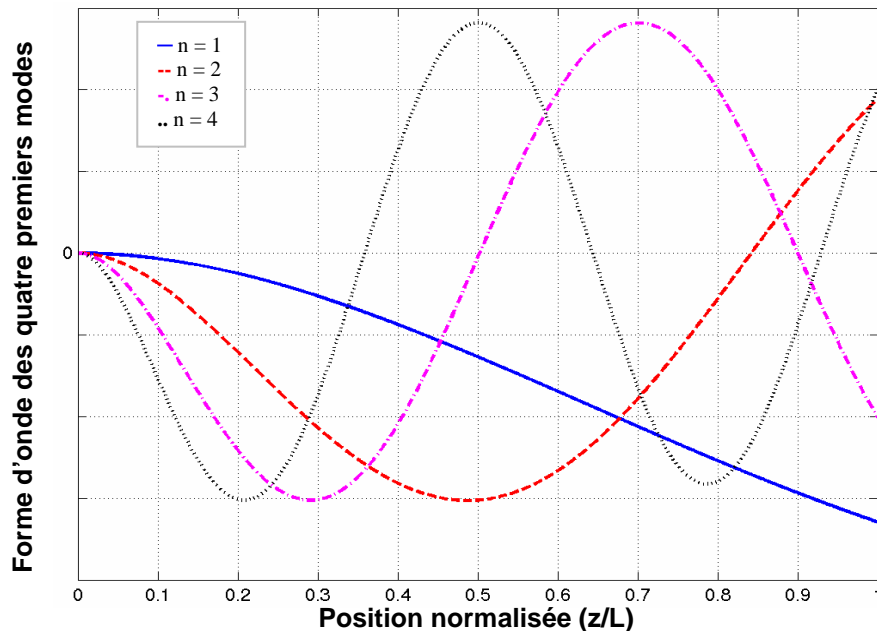


Figure 2 : Forme d'onde des quatre premiers modes d'une poutre encastree-libre.

Ainsi la fréquence $f_{n-vidé}$ de chaque mode de vibration est déterminée par la fréquence correspondant au maximum d'amplitude de vibration, ce qui correspond à satisfaire, en régime fréquentielle : $p_n = C_n/L$. Ce qui conduit à l'expression de la fréquence dans le vide [1] :

$$f_{n-vidé} = \frac{p_n^2}{2\pi} \sqrt{\frac{EI_x}{\rho_{levier} A}} \quad \text{Eq8}$$

On obtient ainsi l'expression de la fréquence de résonance d'ordre 1 dans le vide pour une poutre encastree-libre :

$$f_{1-vidé} = \frac{3,52}{2\pi} \times \frac{t}{L^2} \sqrt{\frac{E}{12\rho_{levier}}} \quad \text{Eq9}$$

La fréquence de vibration d'une poutre encastree-libre dépend à la fois des paramètres géométriques du levier (à l'exception de la largeur) mais aussi de son matériau constitutif à travers le rapport $\sqrt{E/\rho_{levier}}$.

Description	Paramètre
Longueur du levier	L
Largeur du levier	w
Epaisseur du levier	t
Section du levier	$A = wt$
Moment quadratique de la poutre	$I_x = \frac{wt^3}{12}$
Module d'Young	E
Coefficient d'amortissement du levier dû au liquide	γ_{hydro}
Coefficient d'amortissement du levier dû au liquide par unité de longueur	$\gamma_{L hydro}$
Coefficient d'amortissement dû à la proximité de la surface	$\gamma_{pincement}$
Coefficient d'amortissement dû à la proximité de la surface par unité de longueur	$\gamma_{L pincement}$
Coefficient d'amortissement effectif du levier par unité de longueur	γ_L^*
Coefficient d'amortissement effectif du levier	γ^*
Masse linéique du levier	$\mu = \rho_{levier}A$
Masse de fluide ajoutée	$m_{liquide}$
Masse de fluide ajoutée par unité de longueur	$m_{L liquide}$
Masse effective du levier par unité de longueur	m_L^*
Masse effective du levier	m^*
Coefficient de qualité dû aux pertes dans le liquide	Q_{hydro}
Coefficient de qualité dû aux pertes mécaniques	$Q_{dissipation}$
Coefficient de qualité effectif du levier	Q
Masse volumique du liquide	$\rho_{liquide}$
Masse volumique du levier	ρ_{levier}
Pulsation de vibration	ω
Fréquence de vibration	$f = \frac{\omega}{2\pi}$
Viscosité cinétique du liquide	η
Permittivité diélectrique du vide	ϵ_0
Coefficient de viscosité cinématique	$\nu = \frac{\eta}{\rho}$

Tableau 1 : Désignation des différentes variables.

1.1.2 Cas du milieu liquide

Dans cette partie la poutre encastrée-libre est actionnée dans un milieu liquide à une distance d d'une surface (qui représente la surface de l'échantillon à imager dans le cas d'une application AFM). La Figure 3 est une représentation schématique de la poutre encastrée-libre.

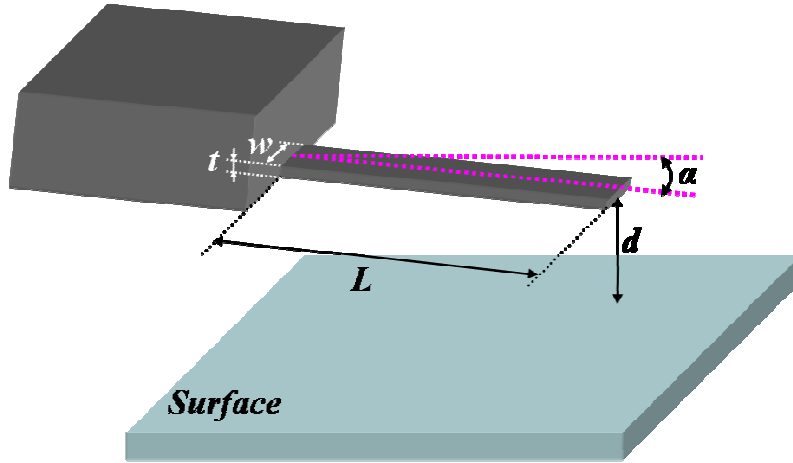


Figure 3 : Poutre encastrée-libre de longueur L , de largeur w , d'épaisseur t inclinée d'un angle α par rapport à l'horizontal et à une distance d de la surface à imager.

L'équation du mouvement d'une poutre encastrée-libre amortie évoluant dans un environnement liquide et entretenue par une excitation extérieure se met sous la forme :

$$EI_x \frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - m_{L \text{ levier}} \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) = \tilde{F}_{ext}(z, \omega) \quad \text{Eq10}$$

Où $m_{L \text{ levier}}$ est la masse par unité de longueur du levier ($m_{L \text{ levier}} = \rho A$). La force extérieure se décompose en la somme d'une force due au liquide $\tilde{F}_{hydro}(z, \omega)$ (frottement et pression exercés par le mouvement du fluide autour du levier [34]) et d'une force excitatrice du levier $\tilde{F}_{signal}(z, \omega)$ (pour entretenir les oscillations). Soit :

$$\tilde{F}_{ext}(z, \omega) = \tilde{F}_{hydro}(z, \omega) + \tilde{F}_{signal}(z, \omega) \quad \text{Eq11}$$

La force due au milieu liquide est composée d'une force hydrodynamique, $\tilde{F}_{liquide}(z, \omega)$, (masse et

amortissement ajoutés par le liquide) et d'une force de pincement du liquide, $\tilde{F}_{pincement}(z, \omega)$, (*water squeeze-out*) entre le levier et la proximité de la surface² :

$$\tilde{F}_{hydro}(z, \omega) = \tilde{F}_{liquide}(z, \omega) + \tilde{F}_{pincement}(z, \omega) \quad \text{Eq12}$$

De plus, comme la poutre est encadrée en $z = 0$, il est nécessaire de rajouter les effets de dissipation d'énergie à travers l'ancrage de la poutre. Pour cela, cette énergie de dissipation est noté comme étant homogène au travail de la force, $\tilde{F}_{dissipation}(z, \omega)$. Cependant cette force n'a de sens physique, elle permet simplement de modéliser l'amortissement par radiation acoustique dans l'équation du mouvement.

L'équation générale du mouvement d'un levier de section rectangulaire se met donc sous la forme :

$$EI_x \frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - m_{L\text{ levier}} \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) = \tilde{F}_{liquide}(z, \omega) + \tilde{F}_{pincement}(z, \omega) + \tilde{F}_{dissipation}(z, \omega) + \tilde{F}_{signal}(z, \omega) \quad \text{Eq13}$$

La suite de cette étude va permettre d'explicitier analytiquement les différentes forces mises en jeu dans cette modélisation.

1.1.2.1 La force hydrodynamique

L'expression de la force hydrodynamique a été déduite par Sader *et al.* des équations du mouvement de Navier-Stokes pour des fluides newtoniens³ incompressibles⁴ [5] :

$$\tilde{F}_{liquide}(z, \omega) = \frac{\pi}{4} \rho_{liquide} \times w^2 \times \omega^2 \times \Gamma_{rect}(\omega) \times \tilde{U}(z, \omega) \quad \text{Eq14}$$

² Cette force de pincement est négligeable si le milieu est infini c'est-à-dire si la distance entre le levier et la surface est supérieure à une distance correspondant à la largeur w du levier [16] [17].

³ Un fluide newtonien est un fluide ayant une relation linéaire entre le gradient de vitesse et la contrainte de cisaillement.

⁴ Un milieu est dit incompressible si, quelles que soient les conditions qui lui sont imposées ou les actions exercées sur lui, le taux de dilatation volumique est nul en chaque point et à tout instant. La masse volumique en un point reste constante lorsqu'on suit ce point dans son mouvement (ρ reste constant).

Où $\Gamma_{rect}(\omega)$ est la fonction hydrodynamique d'un levier de section rectangulaire, c'est une fonction complexe qui s'exprime en fonction de sa partie réelle $\Gamma_{rect-r}(\omega)$ et de sa partie imaginaire $\Gamma_{rect-i}(\omega)$:

$$\Gamma_{rect}(\omega) = \Gamma_{rect-r}(\omega) + i \times \Gamma_{rect-i}(\omega) \quad \text{Eq15}$$

La force hydrodynamique a donc pour expression :

$$\tilde{F}_{liquide}(z, \omega) = \frac{\pi}{4} \rho_{liquide} \times w^2 \times \omega^2 \times [\Gamma_{rect-r}(\omega) + i \times \Gamma_{rect-i}(\omega)] \times \tilde{U}(z, \omega) \quad \text{Eq16}$$

L'expression de la fonction hydrodynamique $\Gamma_{rect}(\omega)$ d'un levier de section rectangulaire sera explicitée dans la suite de ce chapitre.

La force hydrodynamique permet donc de modéliser la masse de fluide qui va s'ajouter à la masse du levier ainsi que l'amortissement dû à l'actionnement en milieu visqueux :

$$\tilde{F}_{liquide}(z, \omega) = m_{L\ hydro} \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) + i \gamma_{L\ liquide} \omega \times \tilde{U}(z, \omega) \quad \text{Eq17}$$

Avec $m_{L\ liquide}$ la masse de liquide par unité de longueur et $\gamma_{L\ liquide}$ l'amortissement dû au milieu liquide par unité de longueur.

1.1.2.2 La force de pincement

Comme l'actionnement de la poutre a lieu au dessus d'une surface (l'échantillon à imager dans le cas de AFM), la proximité de la surface induit une force de pincement. Cette force de pincement modélise les effets liés à la compression du liquide entre le levier et la surface⁵. Le fluide oppose ainsi une résistance au mouvement du levier. Vinogradova *et al.* ont estimé cette force (par unité de longueur) à partir de la résolution des équations de Navier-Stokes [18] [19] :

⁵ Analogie avec l'effet de sol en aéronautique.

$$F_{L \text{ pincement}}(z, t) = -\frac{\eta w^3 (2d + \alpha L)}{2d^2 (d + \alpha L)^2} \frac{dU(z, t)}{dt} \quad \text{Eq18}$$

Avec η la viscosité cinématique du liquide, α l'angle d'inclinaison par rapport à la surface et d la distance entre le levier et la surface.

Par transposition dans le domaine fréquentiel, la force de pincement par unité de longueur devient :

$$\tilde{F}_{L \text{ pincement}}(z, \omega) = -\frac{\eta w^3 (2d + \alpha L)}{2d^2 (d + \alpha L)^2} (-i\omega) \tilde{U}(z, \omega) = -\gamma_{L \text{ pincement}} (-i\omega) \tilde{U}(z, \omega) \quad \text{Eq19}$$

La force de pincement dépend de la distance entre le levier et la surface. Ainsi elle est négligeable si le levier est actionné dans un milieu est infini, c'est-à-dire si la distance entre le levier et la surface est supérieure à une distance correspondant à la largeur w du levier [16] [17].

1.1.2.3 Les pertes mécaniques

Les deux principales sources de dissipation d'énergie mécanique sont les pertes dues aux ancrages et les pertes thermoélastiques. Ces dernières sont la source principale de pertes lorsque le résonateur fonctionne dans le vide. Ce mécanisme dissipatif est relié aux déformations volumétriques qui créent une distribution non-uniforme de la température à travers le système en vibration [24].

Les pertes dues aux ancrages, quant à elles, proviennent de la qualité de l'encastrement qui n'est pas parfaitement rigide. Des déformations locales apparaissent à l'interface entre la poutre et son ancrage [20]. Ces pertes sont aussi appelées pertes par radiations acoustiques du support [21].

Pour introduire ces pertes mécaniques dans l'équation du mouvement du levier, il faut introduire la dissipation correspondante. Ces pertes introduisent une augmentation du facteur d'amortissement du levier, qui se traduit par une dépendance sur la vitesse. Ainsi on peut considérer :

$$\tilde{F}_{L \text{ dissipation}}(z, \omega) = -\gamma_{L \text{ dissipation}} \times (-i\omega) \tilde{U}(z, \omega) \quad \text{Eq20}$$

Où $\gamma_{L \text{ dissipation}}$ est une fonction dépendant des paramètres géométriques et du matériau constitutif

de la poutre qui traduit les pertes mécaniques de la poutre encastree-libre. Pour un oscillation harmonique, $\gamma = \frac{m^* \omega}{Q}$, ainsi :

$$\gamma_{dissipation} = \frac{(m_{levier} + m_{hydro})\omega}{Q_{dissipation}} \quad \text{Eq21}$$

1.1.2.4 La force d'excitation

Dans cette étude la force d'excitation n'a pas besoin d'être explicitée pour déterminer les paramètres de vibrations de la poutre. Par contre dans la seconde partie où les courbes de résonance seront détaillées, les cas de l'actionnement piézoélectrique et électrostatique seront abordés.

1.1.2.5 Equation du mouvement

En utilisant les expressions précédentes pour l'expression des différentes forces, l'équation du mouvement d'un levier de section rectangulaire actionné en milieu liquide à une distance d d'une surface devient :

$$EI_x \frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - [m_{L\ levier} + m_{L\ hydro}] \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) - [\gamma_{L\ liquide} + \gamma_{L\ pincement} + \gamma_{L\ dissipation}] i \omega \tilde{U}(z, \omega) = \tilde{F}_{signal}(z, \omega) \quad \text{Eq22}$$

Ainsi en identifiant les coefficients de cette équation avec ceux de l'équation générique du mouvement d'un levier de section rectangulaire actionné dans un milieu amorti [37] :

$$EI_x \frac{d^4 \tilde{U}(z, \omega)}{dz^4} - m_L^* \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) - \gamma_L^* i \omega \tilde{U}(z, \omega) = \tilde{F}_{signal}(z, \omega)^6 \quad \text{Eq23}$$

⁶ En régime temporel l'équation du mouvement se met sous la forme :

$$EI_x \frac{d^4 U(z, t)}{dz^4} + m_L^* \frac{d^2 U(z, t)}{dt^2} + \gamma_L^* \frac{dU(z, t)}{dt} = F_{signal}(z, t)$$

Dans cette équation m_L^* est la masse effective par unité de longueur, γ_L^* l'amortissement effectif par unité de longueur et $F_{signal}(z,t)$ la force extérieure par unité de longueur.

Ainsi par identification :

- $m_L^* = m_{L\text{ levier}} + m_{L\text{ hydro}}$
- $\gamma_L^* = \gamma_{L\text{ liquide}} + \gamma_{L\text{ pincement}} + \gamma_{L\text{ dissipation}}$

Pour expliciter ces paramètres, l'expression de la fonction hydrodynamique pour un levier de section rectangulaire est indispensable.

1.1.3 La fonction hydrodynamique

A ce jour de nombreux modèles théoriques faisant l'approximation d'un fluide non visqueux sont disponibles [6] [8] [7] [9]. Mais dans le cas où l'amortissement structurel n'est pas négligeable par rapport aux effets dissipatifs du fluide, ces approches permettent uniquement de donner une approximation sur la position du pic de résonance.

Des modèles incluant les effets de viscosité du fluide en approximant la poutre à une sphère [10] [11] [12] ou alors en considérant une poutre de section cylindrique [13] [34] sont disponibles.

Cependant le modèle de Sader *et al.* est le seul modèle analytique de la force hydrodynamique qui considère un levier de section rectangulaire évoluant en milieu liquide visqueux [5].

Les hypothèses de cette modélisation sont les suivantes :

- La section de la poutre est constante sur toute sa longueur.
- $L \gg w \gg t$ (poutre infiniment longue).
- Les effets de friction sont négligeables (la poutre est un solide élastique isotropiquement linéaire).
- Les amplitudes de vibration $A_n(\omega)$ sont plus petites que n'importe quel paramètre géométrique de la poutre.
- Seul les modes de flexion sont considérés.
- Le fluide est incompressible [28] [29].
- Le champ de vitesse du fluide varie faiblement dans l'axe de la longueur de la poutre (Oz) par rapport à l'axe de la largeur (Oy) où les variations sont prépondérantes. Le paramètre dominant sera la largeur de la poutre.

Pour un levier de section circulaire l'expression analytique de la fonction hydrodynamique est bien connue [5] [14] et se met sous la forme :

$$\Gamma_{circulaire}(\omega) = 1 + \frac{4i \times K_1(-i\sqrt{i Re})}{\sqrt{i Re} \times K_0(-i\sqrt{i Re})} \quad \text{Eq24}$$

Où $Re = \frac{\rho_{liquide} w^2}{4\eta} \times \omega$ représente le nombre de Reynolds⁷ caractéristique des écoulements fluidiques, si $Re > 1$ le modèle des fluides non-visqueux est applicable. Dans cette étude, $1 \leq Re \leq 1000$. Les fonctions K_0 et K_1 correspondent aux fonctions de Bessel modifiées de la 2^{ème} espèce et i l'unité imaginaire.

L'expression de la fonction hydrodynamique d'un levier à section rectangulaire a été défini par Tuck [14] puis repris par Sader [5] comme étant :

$$\Gamma_{rect}(\omega) = \Omega(\omega) \Gamma_{circulaire}(\omega) \quad \text{Eq25}$$

Une fonction $\Omega(\omega)$ en $\log_{10}(Re)$ [5] [14] permet de corriger la fonction hydrodynamique du levier de section circulaire. Cette fonction de correction étant une fonction complexe, elle se décompose en la somme d'une partie réelle $\Omega_r(\omega)$ et d'une partie imaginaire $\Omega_i(\omega)$.

$$\Omega(\omega) = \Omega_r(\omega) + i \times \Omega_i(\omega) \quad \text{Eq26}$$

Le modèle des moindres carrés ajusté d'après les résultats expérimentaux de Tuck [14], sur la gamme de 10kHz à 1GHz, permet d'expliciter la partie réelle et la partie imaginaire de la fonction de correction en fonction de $\tau = \log_{10}(Re)$:

$$\Omega_r(\omega) = \frac{0.91324 - 0.48274\tau + 0.46842\tau^2 - 0.12886\tau^3 + 0.044055\tau^4 - 0.0035117\tau^5 + 0.00069085\tau^6}{1 - 0.56964\tau + 0.48690\tau^2 - 0.13444\tau^3 + 0.045155\tau^4 - 0.0035862\tau^5 + 0.00069085\tau^6}$$

⁷ Le nombre de Reynolds a été mis en évidence en 1883 par Osborne Reynolds pour caractériser un écoulement. Lorsque le nombre de Reynolds est inférieur à 2 400 environ, le régime d'écoulement est laminaire. Aux environs de 2 400, il y a une zone d'instabilité et, d'après les conditions de l'expérience, le régime reste laminaire ou devient turbulent. Lorsque le nombre de Reynolds dépasse nettement 2 400, le régime est turbulent et peut-être modélisé par des vortex [47] [48].

$$\Omega_i(\omega) = \frac{-0.024134 - 0.029256\tau + 0.016294\tau^2 - 0.00010961\tau^3 + 0.000064577\tau^4 - 0.000044510\tau^5}{1 - 0.59702\tau + 0.55182\tau^2 - 0.18357\tau^3 + 0.079156\tau^4 - 0.014369\tau^5 + 0.0028361\tau^6}$$

En partant du constat que la partie réelle et la partie imaginaire de la fonction hydrodynamique dépendent de la viscosité, de la masse volumique du milieu, de la largeur du levier et de la fréquence de résonance, Maali *et al.* ont simplifié l'expression de la fonction hydrodynamique définie par Sader [4] :

$$\Gamma_{rect-r_Maali} = 1.0553 + 3.7997 \times \frac{1}{w} \times \sqrt{\frac{2\eta}{\rho_{liquide} \omega}} \quad \text{Eq27}$$

$$\Gamma_{rect-i_Maali} = 3.8018 \times \frac{1}{w} \times \sqrt{\frac{2\eta}{\rho_{liquide} \omega}} + 2.7364 \times \left[\frac{1}{w} \times \sqrt{\frac{2\eta}{\rho_{liquide} \omega}} \right]^2 \quad \text{Eq28}$$

Un levier en silicium polycristallin ($\rho_{levier} = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$ et $E = 160\text{GPa}$) de $5\mu\text{m}$ de large, $2\mu\text{m}$ d'épaisseur et ayant une longueur comprise entre 8 et $300\mu\text{m}$ va vibrer à des fréquences comprises entre 10kHz et 100MHz dans l'eau ($\rho_{eau} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta = 8.59 \times 10^{-4} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$). La Figure 4 représente l'évolution de la fonction hydrodynamique en fonction de la fréquence en milieu liquide.

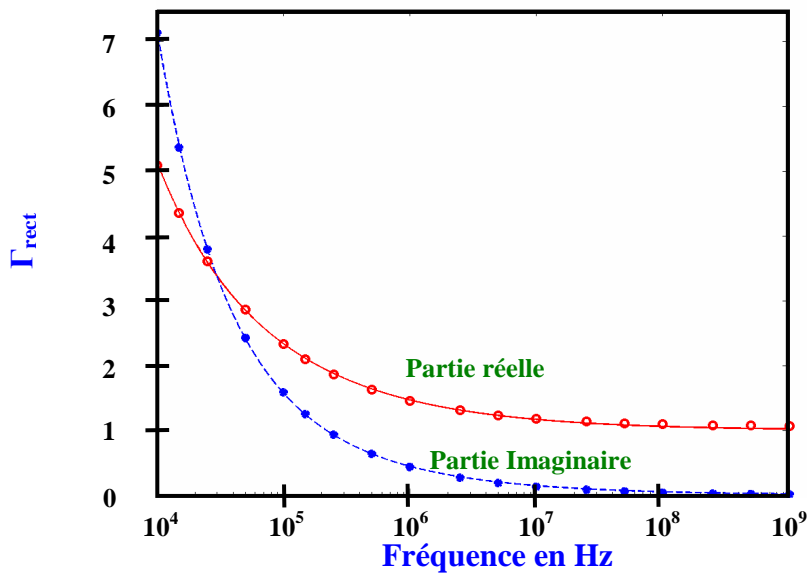


Figure 4 : Evolution de la partie réelle (en trait plein) et de la partie imaginaire (en pointillée) de la fonction hydrodynamique d'un levier de section rectangulaire en fonction de la fréquence dans l'eau depuis la modélisation de Sader (ligne continue et pointillée) et de Maali (cercles).

D'après la représentation graphique de la Figure 4, il est intéressant de noter que la partie réelle tend vers 1,0553 pour des fréquences supérieures à 10MHz et qu'elle est supérieure à la partie imaginaire pour des fréquences supérieures à 30kHz. De plus, le modèle simplifié de Maali se superpose bien au modèle plus complet de Sader ce qui valide l'utilisation de la modélisation analytique simplifiée de Maali moins demandeuse en temps de calcul.

Pour mieux quantifier la différence entre les deux modélisations de la fonction hydrodynamique disponibles à ce jour, la Figure 5 présente l'évolution en fonction de la fréquence dans l'eau de l'écart en pourcentage de la partie réelle et imaginaire obtenue par Sader et Maali.

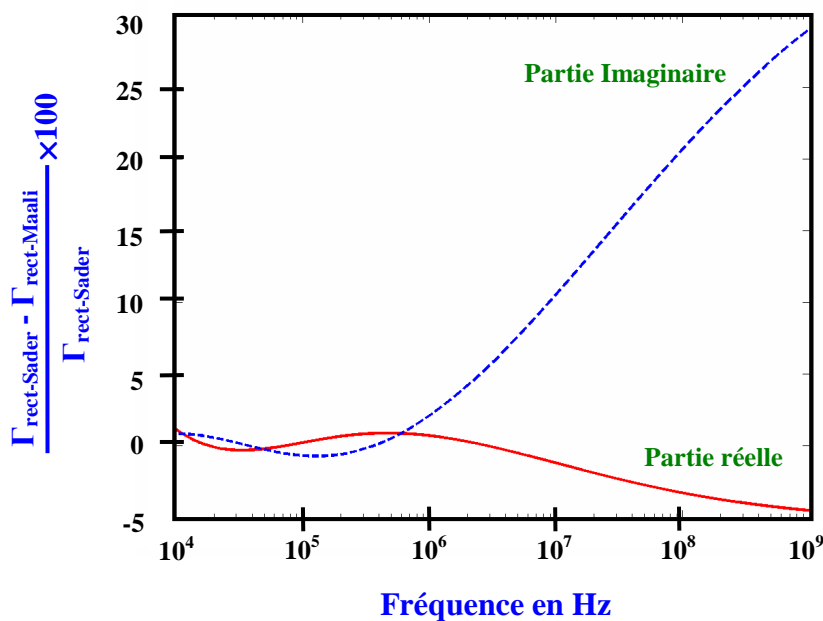


Figure 5 : Pourcentage de différence entre le modèle de Sader et de Maali pour la fonction hydrodynamique en fonction de la fréquence dans l'eau.

L'erreur entre les modélisations analytiques est inférieure à 2% pour des fréquences inférieures à 1MHz. Par contre pour des fréquences plus élevées, la modélisation de Maali surestime jusqu'à 30% la partie imaginaire de la fonction hydrodynamique et sous-estime de 5% la partie réelle. Ainsi la formulation simplifiée de Maali est une bonne modélisation de la fonction hydrodynamique pour des poutres encastree-libres ayant des fréquences de résonance en milieu liquide inférieures à 1MHz.

Cependant Sader évalue sa modélisation de la fonction hydrodynamique à une erreur de 15% par rapport à des résultats obtenus par Kanwal [30] qui lui résout analytiquement en coordonnées elliptiques l'équation du mouvement pour une poutre rectangulaire en couche mince en intégrant la statique des fluides incompressible de Navier-Stokes. La fonction hydrodynamique obtenue est une série infinie de fonctions de Matthieu [31] très demandeuse en temps de calcul.

1.1.3.1 Masse ajoutée en milieu liquide

Comme l'actionnement du levier a lieu en milieu liquide la masse du levier doit intégrer la masse du fluide déplacé durant son actionnement dynamique.

Cette masse de fluide, m_{hydro} , se met sous la forme [4] :

$$m_{hydro} = \frac{\pi}{4} \rho_{liquide} \times w^2 \times L \times \Gamma_{rect-r} \quad \text{Eq29}$$

Où Γ_{rect-r} est la partie réelle de la force hydrodynamique dans le cas d'un levier de section rectangulaire.

Cette masse s'ajoute à la masse du levier $m_{levier} = L \times \mu$, d'où la masse effective qu'il faut actionner [4] :

$$m^* = L \times m_L^* = \frac{\pi}{4} \rho_{liquide} \times w^2 \times L \times \Gamma_{rect-r}(\omega) + \rho_{levier} \times L \times w \times t \quad \text{Eq30}$$

Pour un levier en silicium polycristallin ($\rho_{levier} = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$ et $E = 160\text{GPa}$) ayant une largeur de $5\mu\text{m}$, une épaisseur de $2,5\mu\text{m}$ et une longueur variant entre 10 et $300\mu\text{m}$ actionné dans de l'eau ($\rho_{eau} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta = 8.59 \times 10^{-4} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$), la Figure 6 présente l'évolution de la masse hydrodynamique et de la masse du levier associées.

Ainsi, à épaisseur et largeur fixées, la masse hydrodynamique est prépondérante devant la masse du levier pour des longueurs de poutres supérieures à $60\mu\text{m}$. Pour diminuer l'effet de la masse ajoutée par le fluide sur le levier il faut donc diminuer la longueur de la poutre.

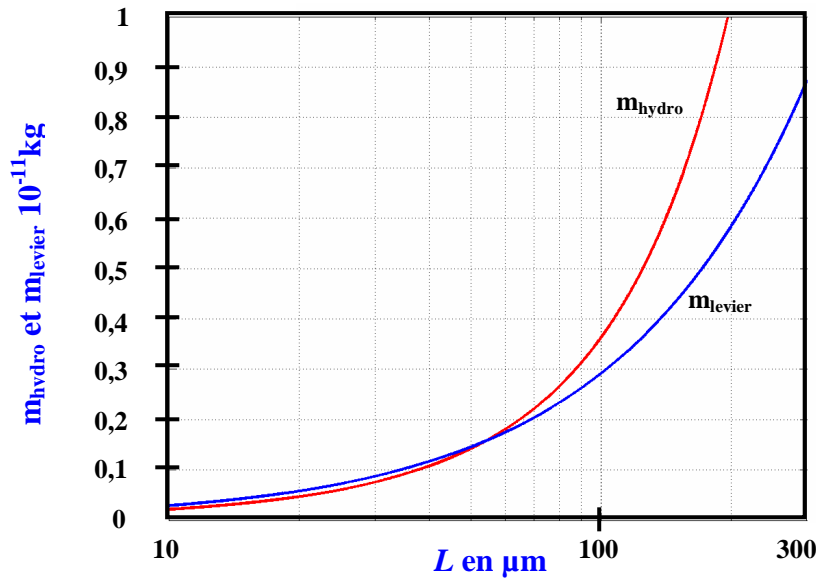


Figure 6 : Evolution de la masse de fluide déplacée et de la masse du levier dans l'eau en fonction de la longueur de la poutre pour un levier de $5\mu\text{m}$ de largeur et de $2,5\mu\text{m}$ d'épaisseur.

L'influence de la largeur et de l'épaisseur du levier sur la masse effective de la poutre est présentée à la Figure 7 où l'évolution de m^* en fonction de L est tracée pour différents couples (w , t).

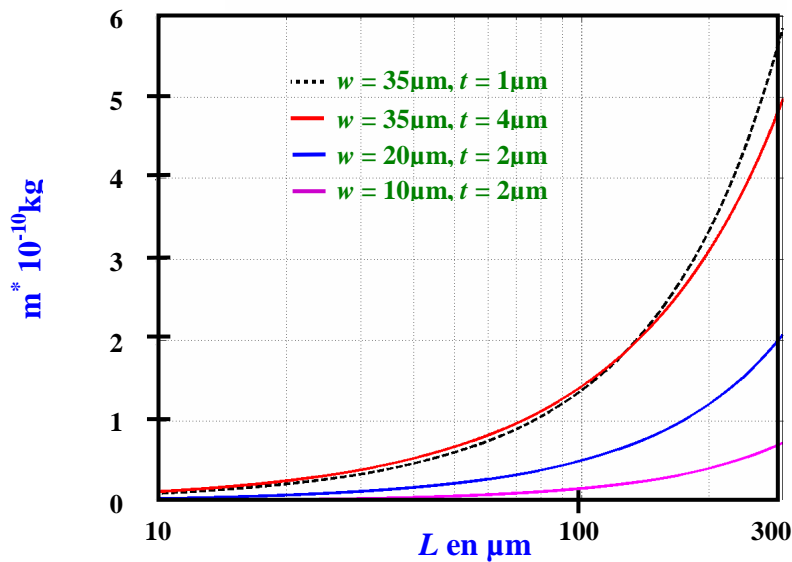


Figure 7 : Evolution de la masse effective du levier dans l'eau en fonction de la longueur de la poutre pour différentes valeurs de largeurs et d'épaisseurs.

Ainsi à w fixé à $35\mu\text{m}$, une augmentation d'épaisseur de $1\mu\text{m}$ (courbe noir en pointillée) à $4\mu\text{m}$ (courbe rouge) n'entraîne pas de variation considérable sur la masse effective du levier. Par contre, pour un levier ayant une épaisseur de $2\mu\text{m}$, une variation de largeur de $20\mu\text{m}$ (courbe bleue) à $10\mu\text{m}$ (courbe rose) permet de réduire la masse effective du levier jusqu'à 75% dans le cas d'une longueur de poutre de $300\mu\text{m}$.

Ainsi pour diminuer les effets de la masse ajoutée par le fluide sur le levier, le levier doit être court et étroit.

1.1.3.2 Coefficient d'amortissement dû au milieu liquide

L'expression du facteur d'amortissement du levier en milieu liquide proche d'une surface, γ_{hydro} , fait intervenir l'amortissement dû au liquide et l'amortissement dû à la proximité de la surface (paragraphe 1.1.2.5) :

$$\gamma_{hydro} = \gamma_{liquide} + \gamma_{pincement} \quad \text{Eq31}$$

En remplaçant $\gamma_{liquide}$ et $\gamma_{pincement}$ par les expressions définies respectivement au paragraphe 1.1.2.1 et 1.1.2.2, l'amortissement hydrodynamique devient :

$$\gamma_{hydro} = \frac{\pi}{4} \times \rho_{liquide} \times \omega \times w^2 \times L \times \Gamma_{rect-i}(\omega) + \frac{\eta L w^3 (2d + \alpha L)}{2d^2 (d + \alpha L)^2} \quad \text{Eq32}$$

Pour un levier en silicium polycristallin de $125\mu\text{m}$ de long, $35\mu\text{m}$ de large, de $4\mu\text{m}$ d'épais et incliné de $\alpha = 13^\circ$ par rapport à la surface (cas de l'inclinaison AFM), la Figure 8 présente l'évolution du facteur d'amortissement hydrodynamique, dans le cas de l'eau Figure 8(a) et de l'air Figure 8(b) en fonction de la distance d de la surface.

Tout d'abord, l'actionnement dans l'eau entraîne une augmentation de 10000% du facteur d'amortissement par rapport au cas de l'air. De plus, sur les courbes il est possible de délimiter les 2 zones correspondantes au domaine de chaque contribution à l'amortissement hydrodynamique. En effet $\gamma_{hydro}(d)$ à une variation constante pour $d > d_{limite}$ puis pour $d < d_{limite}$ l'amortissement dépend fortement de la distance entre le levier et la surface. Ainsi la partie constante de la courbe

$\gamma_{hydro}(d)$ correspond uniquement à l'amortissement dû au liquide (le levier est trop loin de la surface pour en sentir les effets) et pour $d < 35\mu m$ l'amortissement est dominé par les pertes de pincement.

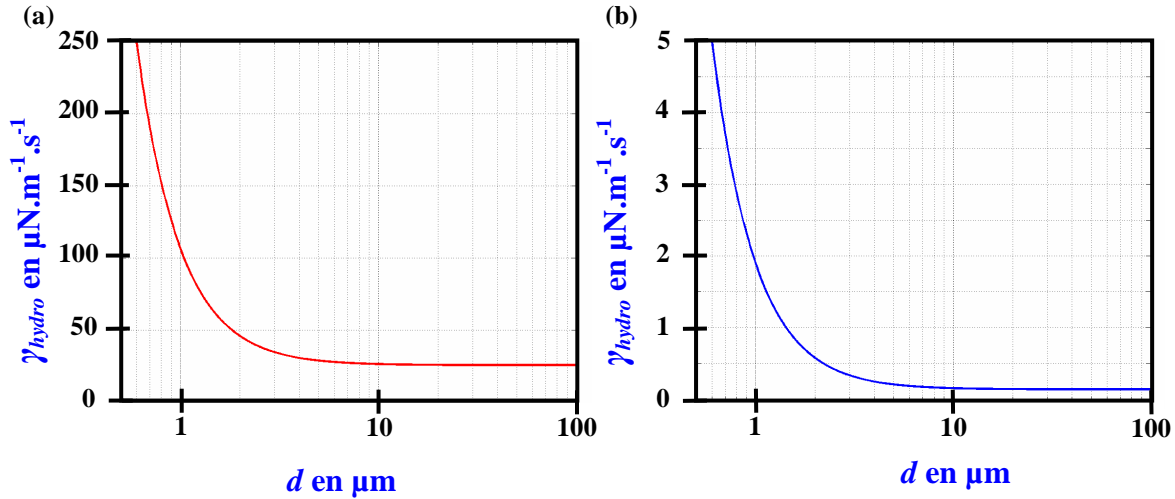


Figure 8 : Evolution de l'amortissement hydrodynamique en fonction de la distance d entre le levier et la surface pour un levier de $125\mu m$ de long, $35\mu m$ de large et de $4\mu m$ d'épais, incliné d'un angle de 13° par rapport à la surface. a) cas de l'eau et b) cas de l'air.

Intuitivement, la distance à partir de laquelle les effets de pincement ne sont plus négligeables, d_{limite} , va être dépendante de la largeur de la poutre. En effet, plus la poutre est large et plus la surface en vis-à-vis entre le levier et la surface va être importante, donc plus le levier va subir l'influence de la proximité de la surface. Ainsi pour déterminer une approximation de d_{limite} , l'évolution de $\gamma_{hydro}(d)$ dans l'eau est tracée à la Figure 9 pour un levier en silicium polycristallin ($\alpha = 0$) de $125\mu m$ de long, $4\mu m$ d'épais dont l'épaisseur varie entre 50 et $20\mu m$. Ce réseau de courbes en w permet de trouver le d_{limite} pour chaque largeur de poutre considérée. Ainsi, graphiquement on peut déterminer en première approximation que :

$$d_{limite} \approx \frac{w}{2} \tag{Eq33}$$

Les effets de pincement seront donc négligeables si la distance entre le levier et la surface est

supérieure à la distance limite correspondant à la moitié de la largeur w du levier.

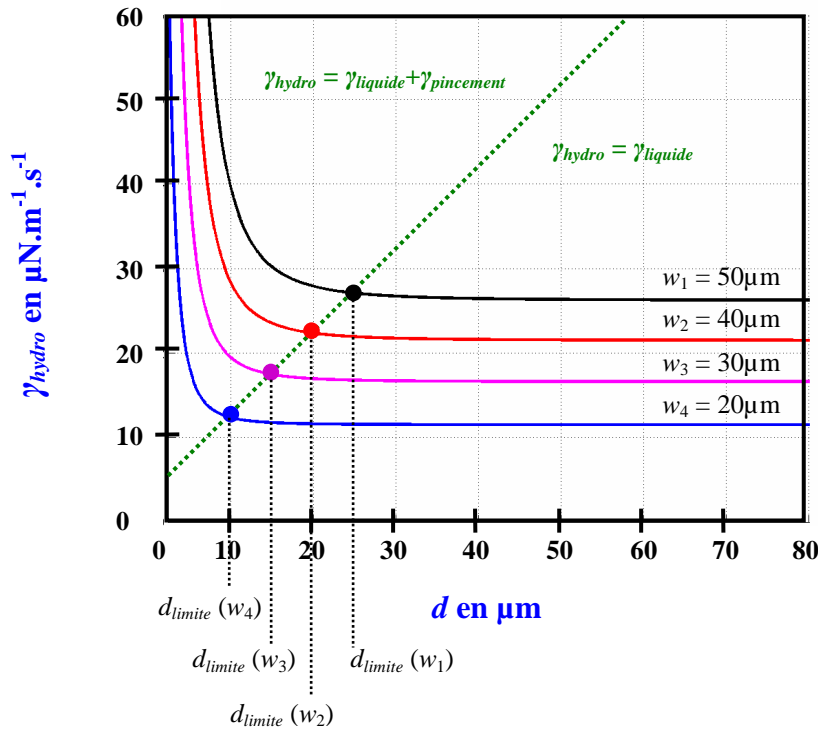


Figure 9 : Evolution du coefficient d'amortissement hydrodynamique dans l'eau en fonction de la distance d entre le levier et la surface pour un levier de $125\mu\text{m}$ de long, et de $4\mu\text{m}$ d'épais, dans le cas où $\alpha = 0^\circ$.

Regardons maintenant l'influence des paramètres géométriques de la poutre encastree-libre sur l'amortissement hydrodynamique. Pour cela, l'évolution de γ_{hydro} est tracée à la Figure 10 en fonction de la fréquence dans l'eau pour une distance $d = 2\mu\text{m}$ de la surface, dans le cas d'un levier non incliné ($\alpha = 0$) ayant différentes valeurs d'épaisseurs et de largeurs.

Tout d'abord, plus le levier est court et plus l'amortissement hydrodynamique est faible. De plus à w fixé à $35\mu\text{m}$, une diminution de l'épaisseur d'un facteur 2 permet de diminuer $\gamma_{hydro}(L = 100\mu\text{m})$ de 40%. A t fixé à $2\mu\text{m}$, une diminution de la largeur d'un facteur 1,8 permet de diminuer $\gamma_{hydro}(L = 100\mu\text{m})$ de 41%.

Ainsi pour réduire l'amortissement hydrodynamique, il faut que le levier soit court, étroit et fin.

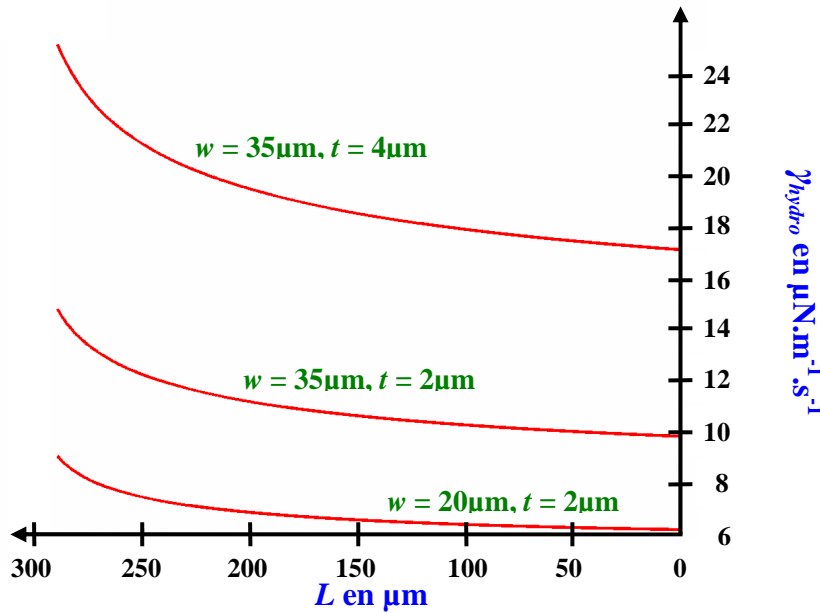


Figure 10 : Evolution du coefficient d'amortissement hydrodynamique dans l'eau en fonction de la longueur de la poutre pour différentes largeurs et épaisseurs à une distance de $2\mu\text{m}$ de la surface pour $\alpha = 0^\circ$.

1.1.3.3 Influence du champ de vitesse le long du levier

Ces modélisations ne tiennent pas compte du champ de vitesse du liquide le long du levier, ce dernier est supposé constant le long de la longueur de la poutre. Cette approximation conduit à la surévaluation du facteur d'amortissement en milieu liquide. Aucun modèle analytique en une dimension ne prend en compte ces effets. Pour avoir une idée de l'influence du champ de vitesse le long du levier, Maali *et al.* proposent une évaluation numérique basée sur la résolution des équations 3D de Navier-Stokes (qui tient compte du champ de vitesse le long du levier) [4].

En comparant la résolution numérique des équations de Navier-Stokes et son modèle simplifié puis en les confrontant aux résultats expérimentaux du facteur d'amortissement dans l'air et dans l'eau, Maali remarque une concordance des résultats pour les deux premiers modes de vibrations du levier comme le montre la Figure 11.

Pour les modes d'ordre supérieur le modèle simplifié de Maali surestime le facteur d'amortissement (d'environ 33% pour le 6^{ème} mode) tandis que la résolution numérique des équations de Navier-Stokes présente une meilleure concordance avec les résultats expérimentaux (d'environ 10% pour le 6^{ème} mode).

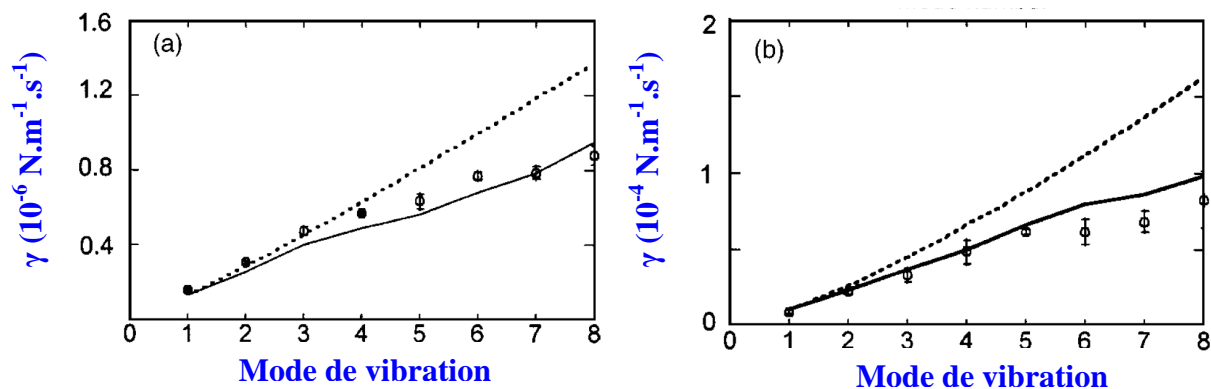


Figure 11 : Comparaison entre les valeurs expérimentales (cercles), le modèle théorique de Maali (ligne en pointillée) et celui issu de la résolution 3D des équations de Navier-Stokes (ligne continue) de l'amortissement d'un levier de $519\mu\text{m}$ de long, $47,2\mu\text{m}$ de large et épais de $1,1\mu\text{m}$ évoluant dans l'air (a) et dans l'eau (b) [4].

La résolution des équations de Navier-Stokes permet de modéliser les phénomènes de flux en milieu liquide en tenant compte du champ de vitesse le long du levier. Négliger cet effet conduit à une surestimation du facteur d'amortissement et de la masse globale du levier aussi bien dans l'air qu'en environnement liquide [4]. Cependant comme nous nous intéressons ici au mode de vibration du mode fondamental (typiquement utilisé en imagerie AFM), l'hypothèse que le champ de vitesse reste constant le long du levier est valide.

1.2 Paramètres de vibration du levier

L'étude précédente a permis de déterminer les coefficients de l'équation du mouvement d'une poutre encastree-libre évoluant en milieu liquide visqueux. A savoir l'amortissement γ^* et la masse effective m^* du levier. Cette partie a pour objectif de déterminer les paramètres de vibrations de la poutre en milieu liquide : la fréquence de résonance et le coefficient de qualité.

1.2.1 Fréquence de résonance

La fréquence de résonance est définie comme étant la fréquence correspondant à l'amplitude maximale de l'oscillation du levier. Dans un premier temps nous allons décrire le cas général où le levier vibre à proximité d'une surface, puis dans une seconde partie nous allons nous intéresser au cas particulier où les effets dissipatifs dans le fluide sont faibles.

1.2.1.1 Cas général

Partons de l'équation du mouvement d'un levier rectangulaire actionné en milieu liquide proche d'une surface en oscillation libre (pas de force d'excitation) :

$$EI_x \frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - m_L^* \omega^2 \tilde{U}(z, \omega) - \gamma_L^* i \omega \tilde{U}(z, \omega) = 0 \quad \text{Eq34}$$

Cette équation se met sous la forme :

$$\frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - \left\{ \frac{m_L^* \omega^2 + i \gamma_L^* \omega}{EI_x} \right\} \tilde{U}(z, \omega) = 0 \quad \text{Eq35}$$

Posons $B^4(\omega) = \frac{m_L^* \omega^2 + i \gamma_L^* \omega}{EI_x}$, ainsi l'équation du mouvement devient :

$$\frac{\partial^4 \tilde{U}(z, \omega)}{\partial z^4} - B^4(\omega) \tilde{U}(z, \omega) = 0 \quad \text{Eq36}$$

La pulsation de résonance (par analogie par le cas de l'actionnement dans le vide, paragraphe 1.1.1) se déduit de la condition :

$$B(\omega) = \frac{C_n}{L} \quad \text{Eq37}$$

Ainsi l'équation de la pulsation devient :

$$\frac{m_L^* \omega^2 + i \gamma_L^* \omega}{EI_x} = \left(\frac{C_n}{L} \right)^4 \quad \text{Eq38}$$

D'où en faisant intervenir la pulsation non amortie dans le vide :

$$m_L^* \omega^2 + i \gamma_L^* \omega = m_{L \text{ levier}} \omega_{\text{vide}}^2 \quad \text{Eq39}$$

Comme l'expression précédente fait intervenir des nombres complexes et que l'expression de la pulsation est uniquement décrite dans le domaine réel, on prend le module de l'expression précédente. L'équation permettant de déterminer la pulsation en milieu liquide devient :

$$\left(m_L^* \omega^2\right)^2 + \left(\gamma_L^* \omega\right)^2 = \left(m_{L \text{ levier}} \omega_{\text{vide}}^2\right)^2 \quad \text{Eq40}$$

Cette équation de degré 4 en ω possède une seule solution physiquement acceptable notée

ω_{hydro} :

$$\omega_{\text{hydro}} = \sqrt{-\frac{\gamma_L^{*2}}{2m_L^{*2}} + \omega_{\text{vide}}^2} \times \sqrt{\frac{\gamma_L^{*4}}{4m_L^{*4} \omega_{\text{vide}}^4} + \frac{m_{L \text{ levier}}^2}{m_L^{*2}}} \quad \text{Eq41}$$

Ainsi la pulsation de résonance en milieu liquide, s'exprime en fonction de la pulsation de résonance dans le vide et des paramètres de masse et d'amortissement effectif du levier par unité de longueur.

La fréquence de résonance en milieu liquide en fonction de l'amortissement et de la masse effective du levier à donc pour expression :

$$f_{\text{hydro}} = \sqrt{-\frac{1}{2} \times \left(\frac{\gamma^*}{2\pi m^*}\right)^2 + f_{\text{vide}}^2} \times \sqrt{\frac{1}{4} \times \left(\frac{\gamma^*}{2\pi m^* f_{\text{vide}}}\right)^4 + \left(\frac{m_{\text{levier}}}{m^*}\right)^2} \quad \text{Eq42}$$

Les effets dissipatifs traduits par l'amortissement effectif du levier introduisent un décalage vers les basses fréquences. Ainsi plus on se rapproche d'une surface et plus la fréquence de résonance va se décaler vers les basses fréquences. Cet effet est présenté au Tableau 2 où les fréquences de résonance dans l'air ($\rho_{\text{air}} = 1,3\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{\text{air}} = 1,86 \times 10^{-5}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) et dans l'eau ($\rho_{\text{eau}} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{\text{eau}} = 8,59 \times 10^{-4}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) sont calculées en fonction de la distance d entre le levier en silicium polycristallin et la surface. Les fréquences de résonance sont calculées en incluant les pertes hydrodynamiques (incluant les pertes dues au liquide et l'effet de pincement) et de dissipation mécanique (pertes thermoélastiques et dues aux ancrages décrites au paragraphe 1.2.2). Deux cas sont explicités, le cas d'un levier commercial standard pour le mode contact-intermittent ($L = 125\mu\text{m}$, $w = 35\mu\text{m}$ et $t = 4\mu\text{m}$) et le cas d'un levier aux dimensions réduites ($L = 10\mu\text{m}$, $w =$

5 μm et $t = 1\mu\text{m}$). Les leviers sont tous les deux inclinés d'un angle $\alpha = 13^\circ$ par rapport à l'horizontale pour se mettre dans les conditions expérimentales de l'imagerie AFM.

Dimensions en μm			Distance de la surface	Actionnement dans l'eau	Actionnement dans l'air
L	w	t	d en μm	f_{eau} (kHz)	f_{air} (kHz)
10	5	1	∞	7 716	13 381
			2	7 715	13 381
			1	7 712	13 381
			0,5	7 695	13 381
			0,3	7 632	13 381
			0,2	7 416	13 380
			0,1	5 032	13 371
125	35	4	∞	161,2	342,2
			2	160,1	342,2
			1	151,9	342,1
			0,5	89,51	341,6
			0,3	35,01	337,9
			0,2	15,74	321,5
			0,1	3,963	166,6

Tableau 2 : Valeurs de la fréquence de résonance dans l'air et dans l'eau en fonction de la distance d entre le levier et la surface pour deux leviers en silicium polycristallin.

Tout d'abord l'actionnement dans un milieu liquide tel que l'eau entraîne un décalage vers les basses fréquences par rapport à l'actionnement dans un milieu sec tel que l'air. La principale cause de ce décalage en fréquence est la masse de liquide ajoutée sur le levier. En effet, la densité volumique de l'eau qui est 850 fois plus importante que celle de l'air, ce qui conduit à une masse ajoutée de liquide très significative par rapport au cas de l'actionnement dans l'air. Ainsi pour une poutre de 10 μm de long, 5 μm de large, et de 1 μm d'épais, la fréquence de résonance dans l'eau à une distance infinie de la surface est 1,7 fois plus faible que celle de l'air. Ce décalage est d'autant plus important pour une poutre ayant de plus grandes dimensions, par exemple, pour une longueur de 125 μm , une largeur de 35 μm et une épaisseur de 4 μm , la fréquence dans l'eau (milieu infini) est 2,5 fois plus faible que celle de l'air. Ainsi pour minimiser ce décalage en fréquence, il est plus intéressant d'avoir un levier avec de petites dimensions.

De plus, comme l'amortissement dépend de la distance d entre le levier et la surface (voir paragraphe 1.1.3.2), la fréquence de résonance dépend elle aussi de cette distance. Plus le levier est proche de la surface et plus les effets de pincements sont importants ce qui se traduit par un décalage vers les basses fréquences. Ce décalage est significatif, le pourcentage de différence en fréquence entre un actionnement dans un milieu infini et à une distance de $0,1\mu\text{m}$ de la surface est de 35% pour une poutre de $10\mu\text{m}$ de long, $5\mu\text{m}$ de large et ayant une épaisseur de $1\mu\text{m}$ actionné dans de l'eau contre 0,13% dans le cas de l'air. Cette différence est d'autant plus importante pour des leviers ayant de plus grandes dimensions, comme c'est le cas des leviers AFM commerciaux, où le pourcentage de différence entre un actionnement à une distance infini et à une distance de $0,1\mu\text{m}$ est de 97% dans le cas de l'eau et de 51% dans le cas de l'air.

Ainsi, les effets de pincement de l'eau ou de l'air doivent être pris en compte pour modéliser correctement, au point de vue fréquentiel, le comportement dynamique du levier. Ceci est d'autant plus important pour des dispositifs vibrants fabriqués par techniques de micro-usinage de surface où une couche sacrificielle est utilisée pour libérer les structures. En effet, la distance d entre la partie mobile de l'actionneur et son électrode enterrée (aussi nommée distance inter-électrodes) est non infinie et typiquement bien inférieure à la distance limite (correspondant à la largeur du levier) où les effets de pincement ne sont plus négligeables. Ainsi cette modélisation permet d'avoir une modélisation plus juste du comportement en fréquence du dispositif fabriqué.

1.2.1.2 Cas où les effets dissipatifs sont faibles

Comme l'amortissement effectif γ^* est dominée par les pertes hydrodynamiques γ_{hydro} en milieu liquide (voir le paragraphe 1.2.2) qui dépendent de la partie imaginaire de la fonction hydrodynamique, le rapport γ^*/m^* sera négligeable si $\Gamma_{rect-i}(\omega) \ll \Gamma_{rect-r}(\omega)$. D'après l'évolution de $\Gamma_{rect-i}(\omega)$ et de $\Gamma_{rect-r}(\omega)$ à la Figure 4, les effets dissipatifs dans le fluide seront faibles si $f_{liquide} > 100\text{kHz}$ (ou si $Q > 100$).

La fréquence de résonance d'une poutre encastrée-libre évoluant en milieu liquide infini (pas de pertes de pincement) et dans le cas où les effets dissipatifs dans le fluide sont faibles se met sous la forme :

$$f_{hydro} = \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{\pi}{4} \times \frac{\rho_{liquide} W}{\rho_{levier} t} \Gamma_{rect-r}(\omega_{hydro})}} \times f_{vide} \quad \text{Eq43}$$

On retrouve ici l'expression de la fréquence de résonance utilisée par Sader [5] qui a été reprise dans de nombreuses études pour des applications en AFM en milieu liquide.

Cependant il est intéressant de remarquer que pour l'expression de la fréquence de résonance en milieu liquide, avec ou sans effets dissipatifs dans le fluide, la fréquence dépendant de la fonction hydrodynamique (la partie imaginaire intervenant comme facteur dans l'amortissement hydrodynamique et la partie réelle dans l'expression de la masse effective). Ainsi il est nécessaire d'avoir une idée de la fréquence en milieu liquide pour trouver la fonction hydrodynamique associée. Pour cela les travaux de Chu ont permis d'explicitier la fréquence de résonance dans un milieu liquide par rapport à celle de l'actionnement dans le vide [6] :

$$f_{hydro-Chu} = \sqrt{\frac{1}{1 + \frac{\pi}{4} \times \frac{\rho_{liquide} W}{\rho_{levier} t}}} \times f_{vide} \quad \text{Eq44}$$

Cette formulation extraite depuis des résultats expérimentaux a été reprise dans de nombreuses études [4] [5].

La formulation de Chu permet d'obtenir une évaluation de la fréquence de résonance en milieu liquide, ainsi on obtient $\Gamma_{rect-r}(\omega_{hydro-Chu})$, en introduisant ce facteur correctif dans l'expression de la fréquence de résonance donnée par Sader, on obtient la fréquence corrigée.

Pour une poutre de 10µm de long, 5µm de large et ayant une épaisseur de 1µm actionnée dans l'eau, on obtient les fréquences de résonance suivantes :

$$f_{eau-Chu} = 8.18\text{MHz}$$

$$f_{eau-Sader} = 7.72\text{MHz}$$

Soit une différence entre les deux modèles de $f_{eau-Chu} - f_{eau-Sader} = 0.46\text{MHz}$. Ainsi la fréquence évaluée par Chu surestime la position du pic de résonance.

La Figure 12 présente l'évolution de la fréquence de résonance dans l'eau ($\rho_{eau} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{eau} = 8,59 \times 10^{-4}\text{kg.m}^{-1}.s^{-1}$) à une distance infinie de la surface (cas où le pincement est négligeable) en fonction de la longueur du levier pour différentes valeurs de largeurs et d'épaisseurs.

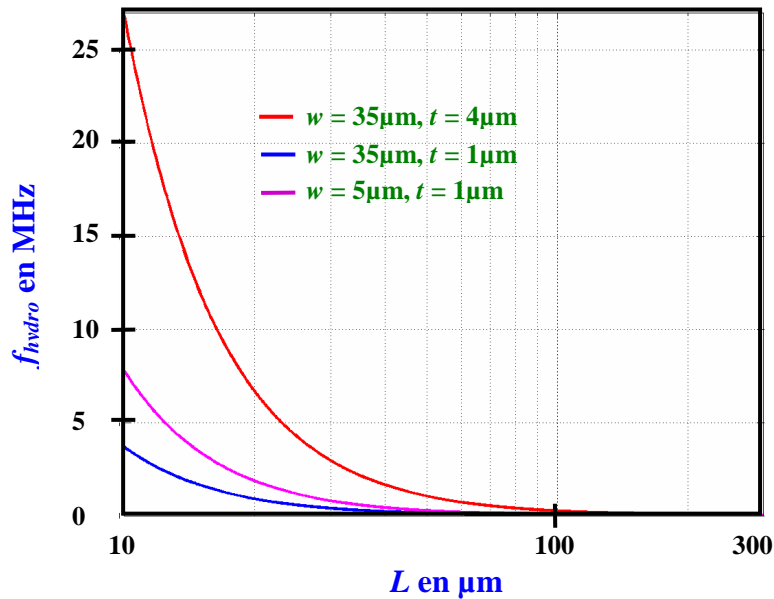


Figure 12 : Evolution de la fréquence en milieu liquide, f_{hydro} , à une distance infinie du substrat, pour différentes valeurs de largeurs et épaisseurs, en fonction de la longueur du levier.

Ainsi pour atteindre les hautes fréquences ($>5\text{MHz}$) en milieu liquide, la poutre encadrée-libre doit avoir une longueur inférieure à $25\mu\text{m}$ pour compenser les effets de viscosité du fluide qui décale la fréquence de résonance vers les basses fréquences.

De plus, en comparant les fréquences de résonance à longueur fixée pour plusieurs rapport w/t (courbes rouge, bleu et rose de la Figure 12), le maximum de fréquence en milieu liquide est obtenu pour le plus petit rapport w/t .

Cependant lorsque la poutre est actionnée à proximité d'une surface, l'amortissement effectif devient dépendant de cette distance entre le levier et la surface. Ainsi un décalage en fréquence est induit par la proximité de la surface et les effets dissipatifs dans le fluide ne sont plus négligeables. Il faut donc utiliser l'expression complète de la fréquence de résonance en milieu liquide vue au paragraphe 1.2.1.1.

1.2.2 Coefficient de qualité

Outre la fréquence de résonance du mode excité, un résonateur est caractérisé par le facteur de qualité de ce mode. La valeur du coefficient de qualité est directement liée aux pertes d'énergie du

résonateur, à travers la formulation :

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{2\pi} \times \frac{\text{énergie perdue par période d'oscillation}}{\text{énergie totale stockée dans l'oscillateur}} \quad \text{Eq45}$$

En général, différents mécanismes de dissipation énergétique contribuent à la valeur du coefficient de qualité effectif Q . On peut assigner un facteur de qualité à chacun de ces mécanismes, si bien que l'inverse de Q correspond à la somme inverse de chacun des coefficients de qualité :

$$\frac{1}{Q} = \sum_i \frac{1}{Q_i} \quad \text{Eq46}$$

Dans le cas des oscillateurs harmoniques, on montre par le calcul que le facteur de qualité s'exprime de la façon suivante :

$$Q = \frac{f}{\Delta f_{-3dB}} \quad \text{Eq47}$$

Où Δf_{-3dB} représente la largeur du pic de résonance à -3dB du sommet, et f la fréquence de résonance du mode correspondant. Ce facteur de qualité définit la sélectivité de la réponse en fréquence pour le mode sollicité. En effet, plus le facteur de qualité est important, et meilleure est la sélection ou l'extraction du signal désiré par rapport aux signaux parasites.

Ainsi dans le cas d'une poutre encastree-libre actionnée en milieu liquide, le coefficient de qualité doit tenir compte des pertes dues au milieu d'actionnement (hydrodynamique et de pincement) mais aussi des pertes mécaniques de dissipation (ancrage et thermoélastique). Le coefficient de qualité devient :

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_{hydro}} + \frac{1}{Q_{ancrage}} + \frac{1}{Q_{thermo}} \quad \text{Eq48}$$

1.2.2.1 Les pertes dues au milieu liquide

Le facteur de qualité correspondant aux comportements visqueux du milieu d'actionnement,

Q_{hydro} , est calculé par analogie avec celui d'un oscillateur harmonique, il modélise les frottements fluidiques agissant sur la structure vibrante à proximité d'une surface[4] [5] :

$$Q_{hydro} = \frac{(m_{levier} + m_{hydro}) \times \omega}{\gamma_{hydro} + \gamma_{pincement}} = \frac{\rho_{levier} t + \frac{\pi}{4} \times \rho_{liquide} w \Gamma_{rect-r}}{\frac{\pi}{4} \times \rho_{liquide} w \Gamma_{rect-i} + \frac{\eta w^2 (2d + \alpha L)}{2d^2 \omega (d + \alpha L)^2}} \quad \text{Eq49}$$

Ainsi ce coefficient de qualité permet de calculer la contribution des pertes hydrodynamiques en milieu liquide, mais aussi du comportement visqueux de l'air lors de l'actionnement dans un milieu sec (l'air est assimilé ici à un gaz visqueux incompressible).

Le Tableau 3 présente les valeurs du coefficient de qualité associé aux pertes hydrodynamiques dans le cas d'un actionnement dans l'eau ($\rho_{eau} = 997 \text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{eau} = 8,59 \times 10^{-4} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) et dans l'air ($\rho_{air} = 1,18 \text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{air} = 1,86 \times 10^{-5} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) pour différentes dimensions de levier en silicium polycristallin ($E = 160 \text{GPa}$, $\rho_{levier} = 2330 \text{kg.m}^{-3}$) incliné d'un angle $\alpha = 13^\circ$. Comme l'amortissement hydrodynamique dépend de la distance d entre le levier et la surface, deux cas sont distingués, le cas d'une distance infinie et le cas correspondant à une distance de $2\mu\text{m}$.

Dimensions			Actionnement dans l'eau				Actionnement dans l'air			
			$d = \infty$		$d = 2\mu\text{m}$		$d = \infty$		$d = 2\mu\text{m}$	
L	w	t	f (kHz)	Q_{hydro}	f (kHz)	Q_{hydro}	f (kHz)	Q_{hydro}	f (kHz)	Q_{hydro}
10	5	2	19 127	25,63	19 127	25,10	26 784	2 880	26784	2 684
10	5	1	7 716	12,52	7 715	12,13	13 381	995,7	13 381	904,1
10	3	1	8 850	10,07	8 850	9,968	13 386	944,1	13 386	912,5
125	35	4	161,2	10,91	160,1	5,18	342,2	643,9	342,2	153,5
125	35	2	58,41	6,24	55,97	2,25	170,5	222,1	170,5	41,23
125	5	2	97,96	2,47	97,78	2,42	171,1	138,1	171,1	130,8

Tableau 3 : Valeurs du coefficient de qualité hydrodynamique et de la fréquence de résonance pour différentes dimensions de levier actionné avec un angle de 13° dans l'eau et dans l'air.

Le coefficient de qualité d'une poutre encastree-libre est fortement dépendant de son épaisseur, par exemple pour une poutre de $10\mu\text{m}$ de long et de $5\mu\text{m}$ de large une augmentation de l'épaisseur de 50% permet d'augmenter le facteur de qualité hydrodynamique dans l'eau ($d = \infty$) de 51%.

Ainsi à longueur et largeur fixées, la poutre doit être épaisse pour augmenter le coefficient de qualité hydrodynamique.

À longueur et épaisseur fixées, une augmentation de la largeur de 66% permet d'augmenter Q_{hydro} de 24%. De plus, à épaisseur et largeur fixées, une diminution de la longueur de la poutre de 92% entraîne une augmentation de 930% sur le coefficient de qualité associé dans l'eau.

Ainsi, plus les dimensions du levier sont petites (grande fréquence de résonance) et plus le facteur de qualité dans l'eau est important même s'il reste très inférieur à celui de l'air (il chute de 99% pour une poutre de 10 μ m de long, 5 μ m de large et de 2 μ m d'épaisseur).

Il est intéressant de noter que le coefficient de qualité hydrodynamique dépend de la distance d entre le levier et la surface (car Q_{hydro} dépend de γ_{hydro}). Cette dépendance est d'autant plus visible sur les leviers ayant de grandes dimensions (voir le paragraphe 1.1.3.2 sur les effets de pincement). En effet, le pourcentage de différence entre le facteur de qualité d'un levier vibrant à une distance infinie (c'est à dire à une distance supérieure à $w/2$) et celui à $d = 2\mu$ m pour un levier de 10 μ m de long, 5 μ m de large et de 2 μ m d'épais est de 2% dans l'eau. Dans le cas d'un levier commercial AFM ($L = 125\mu$ m, $w = 35\mu$ m et $t = 4\mu$ m) ce pourcentage est augmenté à 52%.

Ainsi pour minimiser les effets hydrodynamiques sur le levier et obtenir le meilleur coefficient de qualité, le levier doit avoir des dimensions réduites par rapport au cas d'un levier AFM commercial.

1.2.2.2 Les pertes par couplage mécanique

Dans le cas d'une poutre encastree-libre, l'encastrement de la poutre en $z = 0$ n'est pas parfaitement rigide. Des déformations locales apparaissent à l'interface entre la poutre et son ancrage. La perte d'énergie par période d'oscillation est proportionnelle à la force de friction s'exerçant au niveau de la surface de contact séparant la partie mobile de la partie ancrée au substrat [20]. Ces pertes sont associées à la dissipation d'énergie du résonateur à travers la structure le supportant.

Plusieurs formulations existent dans la littérature selon que la poutre encastree-libre est modélisée par une plaque fine semi infinie (modélisation de Jimbo *et al.* [22]) ou considérée comme étant un solide (donc ayant une épaisseur) semi infini (modélisation de Hao *et al.* [23]). Le choix de l'une

ou de l'autre modélisation dépend du rapport entre la longueur d'onde transverse sur la largeur de la poutre [23] :

$$\frac{\lambda_T}{w} = \frac{1}{wf} \times \sqrt{\frac{E}{2\rho_{levier} \sqrt{1+\nu}}} \quad \text{Eq50}$$

Où ν est le coefficient de Poisson du matériau constitutif de la poutre et f la fréquence d résonance. En effet, si ce rapport est très grand devant 1, en d'autres termes si la longueur d'onde transverse et plus grande que la largeur de la poutre alors la modélisation de Jimbo modélise parfaitement la dissipation par les ancrages. Dans le cas contraire, la formulation plus complexe de Hao doit être utilisée.

Par exemple, pour des poutres encastrée-libres réalisées en silicium polycristallin ($E = 160$ GPa, $\rho_{levier} = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\nu = 0,25$) et ayant différentes longueurs, largeurs et épaisseurs, le Tableau 4 présente les valeurs associées de chaque rapport λ_T/w dans le cas d'un actionnement dans un milieu infini dans l'eau ($\rho_{eau} = 997 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\eta_{eau} = 8,59 \times 10^{-4} \text{ kg.m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) et dans l'air ($\rho_{air} = 1,18 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\eta_{air} = 1,86 \times 10^{-5} \text{ kg.m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$).

Dimensions des leviers (μm)			Actionnement dans l'eau		Actionnement dans l'air	
L	w	t	f (kHz)	λ_T/w	f (kHz)	λ_T/w
10	5	2	19 127	56,09	26 784	41,37
10	5	1	7 716	135,3	13 381	82,78
10	3	1	8 850	195,3	13 386	137,9
125	35	4	161,2	916,1	342,2	462,3
125	35	2	58,41	2 421	170,5	926,2
125	5	2	97,96	8 764	171,1	6 464

Tableau 4 : Valeurs du rapport λ_T/w .

Ainsi comme la longueur d'onde transverse est négligeable devant la largeur de la poutre, la formulation de Jimbo pour le coefficient de qualité des pertes de dissipation par les ancrages peut-être utilisée :

$$Q_{ancrage} = 4,34 \times \frac{L^3}{t^3} \quad \text{Eq51}$$

Pour minimiser les pertes dues aux ancrages, le rapport entre la longueur et l'épaisseur de la poutre doit être maximisé.

Par exemple, pour des poutres encastree-libres ayant différentes longueurs, largeurs et épaisseurs, le Tableau 5 présente les valeurs de chaque coefficient de qualité associé aux pertes dues aux ancrages.

Ainsi ce coefficient de qualité varie entre 542 (pour une poutre de longueur 10µm, de largeur 5µm et d'épaisseur de 2µm) et 1,059×10⁶ (pour de longueur 125µm, de largeur 35µm et d'épaisseur de 2µm) pour les dimensions considérées.

Ainsi ce coefficient de qualité devra être pris en compte dans le calcul du coefficient de qualité effectif de la poutre notamment pour les plus petites dimensions de leviers considérés.

1.2.2.3 Les pertes thermoélastiques

Il s'agit de la source principale de pertes lorsque le résonateur fonctionne dans le vide. Ce mécanisme dissipatif est relié aux déformations volumétriques qui créent une distribution non-uniforme de la température à travers le système en vibration. Les gradients de température produisent en retour un flux de chaleur résultant de la conversion de l'énergie du mode vibratoire en énergie thermique. Les travaux de Abdolvand *et al.* ont permis d'exprimer le coefficient de qualité associé [24] :

$$Q_{thermoélastique} = \frac{\rho_{levier} C_p}{E \alpha_T^2 T} \times \frac{1 + \left(\omega \times \frac{\rho_{levier} C_p t^2}{\kappa \pi^2} \right)^2}{\omega \times \frac{\rho_{levier} C_p t^2}{\kappa \pi^2}} \quad \text{Eq52}$$

Où C_p est la capacité calorifique, α le coefficient d'expansion thermique du matériau, T la température et κ la conductivité thermique.

Par exemple, pour des poutres encastree-libres réalisées en silicium polycristallin à $T=300\text{K}$ ($E = 160 \text{ GPa}$, $\rho_{levier} = 2330 \text{ kg.m}^{-3}$, $C_p = 713 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\alpha_T = 2,3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et $\kappa = 40 \text{ W.mK}^{-1}$ [25]) ayant différentes longueurs, largeurs et épaisseurs, le Tableau 5 présente les valeurs associées de chaque coefficient thermoélastique lors de l'actionnement dans un milieu infini tel

que l'eau ($\rho_{eau} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{eau} = 8,59 \times 10^{-4}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) et l'air ($\rho_{air} = 1,18\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{air} = 1,86 \times 10^{-5}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$).

Dimensions (μm)			Actionnement dans l'eau			Actionnement dans l'air			
L	w	t	$Q_{ancrage}$	f (kHz)	Q_{hydro}	Q_{thermo}	f (kHz)	Q_{hydro}	Q_{thermo}
10	5	2	542,5	19 127	25,63	$3,13 \times 10^6$	26 784	2 880	$2,3 \times 10^6$
10	5	1	4 340	7 716	12,52	$3,02 \times 10^7$	13 381	995,7	$1,84 \times 10^7$
10	3	1	4 340	8 850	10,07	$2,61 \times 10^7$	13 386	944,1	$1,33 \times 10^7$
125	35	4	132 446	161,2	10,91	$8,94 \times 10^7$	342,2	643,9	$4,51 \times 10^7$
125	35	2	$1,059 \times 10^6$	58,41	6,24	$9,46 \times 10^8$	170,5	222,1	$3,61 \times 10^8$
125	5	2	$1,059 \times 10^6$	97,96	2,47	$4,89 \times 10^8$	171,1	138,1	$3,60 \times 10^8$

Tableau 5 : Valeurs des différents coefficients de qualité pour différentes dimensions de poutres encastrée-libres.

Ainsi le coefficient de qualité associé aux pertes thermoélastiques est négligeable dans l'air et dans l'eau pour toutes les dimensions de leviers envisagées. Dans le cas d'un actionnement dans l'air le coefficient de qualité des pertes dues aux ancrages devra être pris en compte pour une évaluation plus précise du coefficient de qualité total notamment sur les leviers de petites dimensions.

Ainsi le coefficient de qualité effectif du levier est dominé par les pertes hydrodynamiques et dues aux ancrages. Les autres types de pertes (région moléculaire, interaction phonon-phonon, dispersion phonon-électron [20]) sont supposées négligeables du fait de la prépondérance des pertes hydrodynamiques et dues aux ancrages.

1.3 Dimensionnement des leviers

La modélisation analytique a permis de déterminer une expression des paramètres de vibration du levier, en terme de fréquence de résonance et de coefficient de qualité, qui dépendent de la masse et de l'amortissement du système constitué par le levier et le milieu d'actionnement.

Le Tableau 6 regroupe les expressions analytiques de ces paramètres ainsi que l'objectif à atteindre dans le cas où le milieu d'actionnement est infini. Cet objectif a été déduit de l'état de l'art présenté au chapitre précédent.

Paramètre	Formulation	Tendance	Objectif
Raideur mécanique	$k = \frac{Ewt^3}{4L^3}$	↘	$k < 5 \text{ N.m}^{-1}$
Fréquence de résonance dans le vide	$f_{vide} = \frac{3,52}{2\pi} \times \frac{t}{L^2} \sqrt{\frac{E}{12\rho_{levier}}}$	↗	$f_{vide} > 1 \text{ MHz}$
Fréquence de résonance en milieu liquide	$f_{hydro} = \frac{f_{vide}}{\sqrt{1 + \frac{m_{hydro}}{m_{levier}}}}$	↗	$f_{hydro} > 700 \text{ kHz}$
Facteur de qualité	$Q_{hydro} = \frac{(m_{hydro} + m_{levier}) \times 2\pi \times f_{hydro}}{\gamma_{hydro}}$	↗	$Q_{hydro} > 10$
Masse de fluide ajoutée	$m_{hydro} = \frac{\pi}{4} \rho_{liquide} \times w^2 \times L \times \Gamma_{rect-r}$	↘	$m_{hydro} < 3 \times 10^{-13} \text{ kg}$
Amortissement induit par le liquide	$\gamma_{hydro} = \frac{\pi}{4} \times \rho_{liquide} \times \omega \times w^2 \times L \times \Gamma_{rect-i}$	↘	$\gamma_{hydro} < 10^{-5} \mu\text{N.m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
Force minimale détectable	$F_{min} = \sqrt{\frac{2k_B T B}{\pi}} \times \sqrt{\frac{k}{f_{hydro} Q_{hydro}}}$	↘	$F_{min} < 2 \times 10^{-12} \text{ N} \cdot \sqrt{\text{Hz}}^{-1}$

Tableau 6 : Evolution des différents paramètres à prendre en compte pour le dimensionnement de leviers actionnés en milieu liquide visqueux infini.

L'objectif principal est d'augmenter la sensibilité de détection, F_{min} , du levier lors de l'imagerie AFM (voir chapitre précédent), pour cela la raideur doit être diminuée tandis que le produit fréquence de résonance par coefficient de qualité doit être augmenté pour atteindre des sensibilité inférieure à $2 \times 10^{-12} \text{ N} \cdot \sqrt{\text{Hz}}^{-1}$.

Ainsi pour atteindre des fréquences de résonance en milieu liquide supérieure à 100kHz, comme la fréquence est proportionnelle à :

$$f_{hydro} \% f_{vide} \times \left(1 + \frac{m_{hydro}}{m_{levier}}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad \text{Eq53}$$

Il en résulte que la fréquence de résonance dans le vide doit être augmentée (ce qui conduit à augmenter l'épaisseur et à diminuer la longueur de la poutre) et que le rapport entre la masse hydrodynamique sur la masse du levier doit être diminuée (ce qui revient à diminuer le rapport

largeur sur épaisseur de la poutre).

Comme le coefficient de qualité en milieu liquide est proportionnel à :

$$Q_{hydro} \% f_{vide} \times (\gamma_{hydro})^{-1} \times m_{levier} \times \left(1 + \frac{m_{hydro}}{m_{levier}}\right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{Eq54}$$

Pour augmenter le coefficient de qualité, il faut augmenter la fréquence de résonance dans le vide (cette condition permet aussi d'augmenter la fréquence de résonance en milieu liquide), diminuer l'amortissement effectif (ce qui conduit à diminuer la longueur, la largeur et l'épaisseur de la poutre) et augmenter le produit des masses :

$$m_{levier} \times \left(1 + \frac{m_{hydro}}{m_{levier}}\right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{Eq55}$$

Pour augmenter ce rapport il faut augmenter la masse du levier (ce qui revient à augmenter toutes les dimensions de la poutre) et augmenter le rapport entre la masse hydrodynamique et la masse du levier (ce qui revient à augmenter le rapport entre la largeur et l'épaisseur de la poutre).

Cependant comme le rapport des masse intervient à la fois dans l'expression du facteur de qualité et de la fréquence de résonance (l'une en puissance positive et l'autre en puissance négative), il n'est pas possible d'optimiser en même temps ces deux paramètres de vibration de la poutre. Ainsi une diminution de la masse hydrodynamique va entraîner une augmentation de la fréquence de résonance mais aussi une diminution du coefficient de qualité.

Ainsi un compromis doit être fait entre l'optimisation de la fréquence de résonance en milieu liquide et le coefficient de qualité. Cependant le coefficient de qualité est proportionnel à la fréquence et il n'a qu'une dépendance en racine sur le rapport des masses, il est donc moins affecté par la réduction des dimensions que la fréquence de résonance en milieu liquide.

Ainsi pour réduire les effets du fluide sur le levier, la longueur, la largeur et l'épaisseur du levier doivent être réduites.

Cependant en ce qui concerne la diminution de la raideur du levier, le rapport épaisseur sur longueur doit être diminué, ce qui contredit les variations précédentes.

Un compromis entre la raideur k et le coefficient de qualité Q doit donc être effectué pour garder des fréquences de fonctionnement acceptables en milieu liquide.

La tendance est donc de diminuer les dimensions des leviers traditionnellement utilisés en AFM

pour permettre l'imagerie rapide en milieu liquide. Le Tableau 7 regroupent les dimensions des leviers retenues pour la fabrication. La longueur des leviers va être comprise entre 10 et 250 μm , la largeur entre 3 et 30 μm et l'épaisseur entre 500nm et 2 μm .

Paramètres	Dimensions en μm		
	minimale	moyenne	maximale
Longueur L	10	120	250
Largeur w	3	13,5	30
Epaisseur t	0,5	0,75	2

Tableau 7 : Dimensions retenues pour la fabrication des leviers.

Pour les dimensions du Tableau 7, la Figure 13 présente l'évolution du coefficient de qualité dans l'eau en fonction de la raideur du levier.

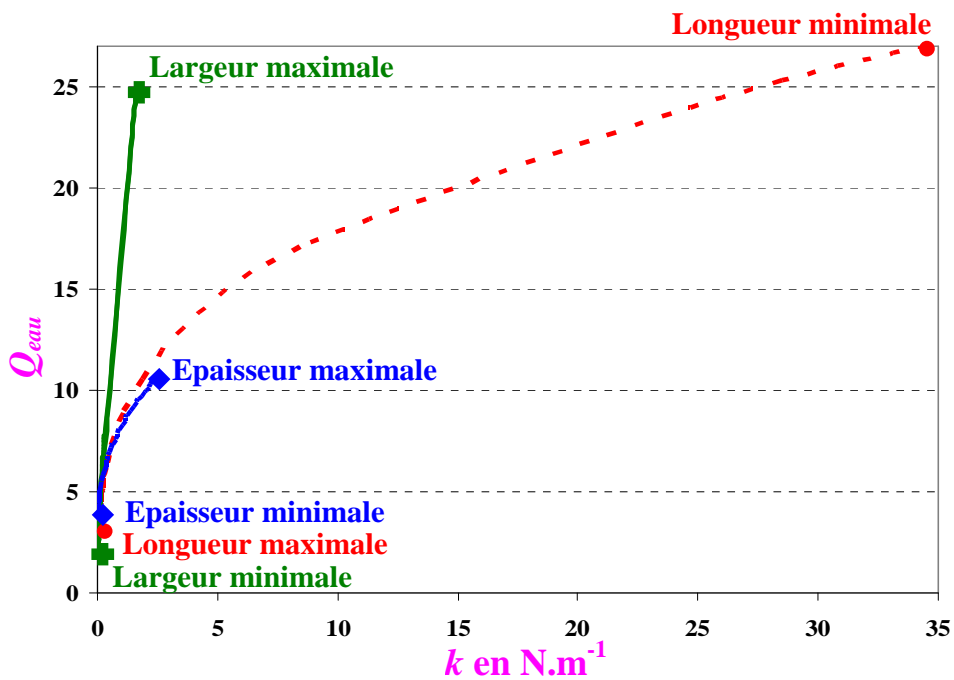


Figure 13 : Evolution du facteur de qualité dans l'eau et de la raideur d'un levier ayant les dimensions du Tableau 7[39].

Chaque courbe a été obtenue en faisant varier la longueur, la largeur et l'épaisseur du levier en prenant la valeur moyenne des deux autres paramètres. Ainsi le compromis à réaliser entre la raideur et le coefficient de qualité est évident, en effet, avoir une faible raideur conduit à une faible

valeur de coefficient de qualité. Cependant étant donné la diversité des dimensions envisagée pour la conception des leviers, il est intéressant de noter que les raideurs associées vont être comprises entre $0,1$ et 30N.m^{-1} , pour des facteurs de qualité en milieu liquide compris entre 2 et 25.

Les fréquences de résonance correspondantes aux dimensions du levier du Tableau 7 sont présentées à la Figure 14. Elles vont être comprises entre 66kHz et 100MHz lors de l'actionnement en milieu liquide infini.

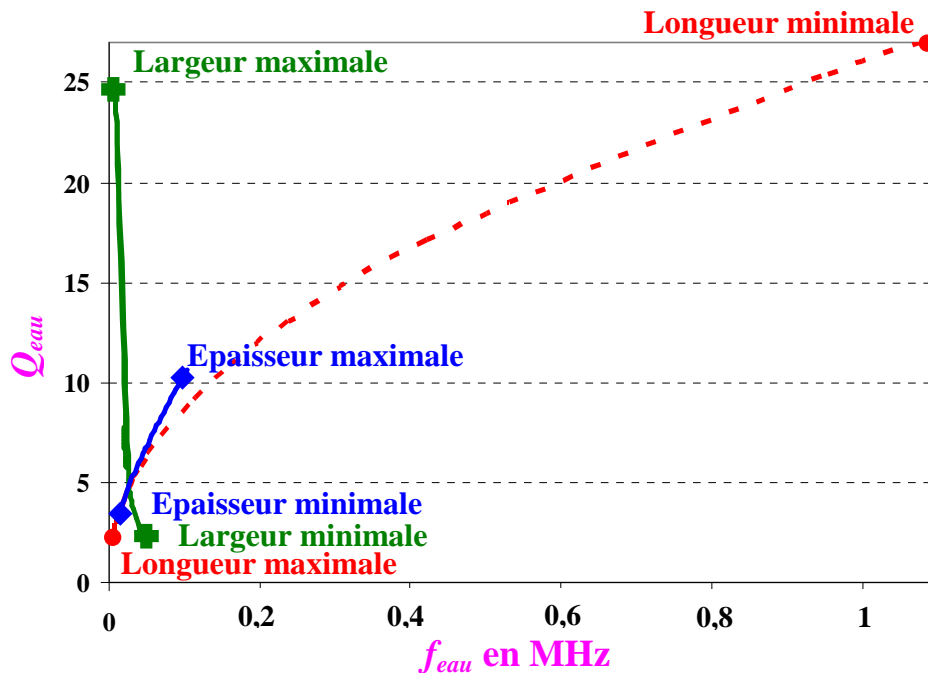


Figure 14 : Evolution du facteur de qualité et de la fréquence de résonance dans l'eau d'un levier ayant les dimensions du Tableau 7.

Cette étude analytique issue de la modélisation d'Euler-Bernoulli nous a permis de dimensionner les leviers qui vont permettre d'imager par AFM des échantillons en milieu liquide. Cependant, pour caractériser une poutre encastree-libre, classiquement une courbe de résonance en amplitude et en phase est tracée pour extraire les paramètres de vibrations du levier. Ainsi la suite de ce chapitre va nous permettre de tracer les courbes de résonance théoriques correspondantes à la modélisation analytique du levier.

Plusieurs méthodes sont possibles, la première consiste à résoudre l'équation du mouvement obtenue depuis la modélisation d'Euler-Bernoulli, cependant cette résolution directe est très demandeuse en temps de calcul car elle fait intervenir la théorie des fonctions de Green.

Nous allons donc utiliser une autre méthode basée sur le formalisme de Lagrange, qui a l'avantage de travailler non pas en modélisation de force mais en énergie, ce qui simplifie la résolution de l'équation du mouvement.

1.4 Résolution de l'équation du mouvement

Cette modélisation utilise une approche variationnelle de l'équation du mouvement du levier, il faut donc trouver des équations scalaires équivalentes aux équations vectorielles du Principe Fondamental de la Dynamique (PFD - équation d'Euler-Bernoulli).

Les hypothèses de cette modélisation en approche vectorielle sont les suivantes :

- Le fluide est incompressible.
- Les trajectoires doivent être des fonctions continues et dérivables et sont indépendantes les unes des autres (ce qui correspond au degré de liberté du système).

1.4.1 Lagrangien d'une poutre de section rectangulaire en régime libre

Il faut construire un modèle équivalent de l'oscillateur en utilisant le formalisme de Lagrange⁸. Dans un premier temps considérons l'équation en régime non forcé :

$$\frac{\partial^2 U(z,t)}{\partial t^2} + \frac{EI_x}{\mu} \frac{\partial^4 U(z,t)}{\partial z^4} = 0 \quad \Leftrightarrow \quad S = \int L_0(U(z,t), \dot{U}(z,t), t) dz$$

Où l'action S exercée sur la poutre est l'intégrale par rapport à z de la fonction Lagrangienne L_0 . L_0 dépend du déplacement hors plan du levier $U(z,t)$, de sa dérivée partielle par rapport à z et au temps t , $\dot{U}(z,t)$.

⁸ Dans l'approche Lagrangienne, on raisonne à partir des concepts d'énergie potentielle et cinétique au lieu de concepts de force. Tout système mécanique est caractérisé par son Lagrangien (homogène à une énergie) $L = L(q, \dot{q}, t)$. Si aux instants t_1 et t_2 le système occupe deux positions déterminées, entre ces deux instants le système évolue de façon que l'action $S = \int_{t_1}^{t_2} L(q_i, \dot{q}_i, t) dt$ soit maximale où q_i et \dot{q}_i représente respectivement la position et la vitesse. Seules la position et la vitesse interviennent (pas de dérivée d'ordre supérieure) car les équations fondamentales de la dynamique sont d'ordre 2 par rapport au temps. Généralement les conditions « initiales » sont prises comme étant les positions initiales et finales et non les positions et les vitesses initiales. Il faut, en principe, imaginer toutes les trajectoires possibles (continues et dérivables) entre les conditions initiales et finales, déterminer l'action sur chacune et déterminer celles qui rendent l'action S maximale. C'est-à-dire que $\delta S = 0$ (principe des moindres actions) est équivalent à $\frac{d}{dt} \left(\frac{\partial L}{\partial \dot{q}_i} \right) - \frac{\partial L}{\partial q_i} = 0$. Ce sont les équations d'Euler-Lagrange, leurs résolutions donnent les $q_i = q_i(t)$ solutions de la trajectoire physique.

L'application du principe des moindres actions conduit aux équations d'Euler-Lagrange (dont la démonstration est disponible en annexes du document) :

$$\underbrace{\delta S = \int_{z_1}^{z_2} \delta L_0(U(z,t), \dot{U}(z,t), t) dz = 0}_{\text{Principe des moindres actions}} \quad \Rightarrow \quad \underbrace{\frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}(z,t)} \right) - \frac{\partial L_0}{\partial U(z,t)} = 0}_{\text{Equation d'Euler-Lagrange}}$$

Toute la validité de la méthode dépend du choix de la fonction d'essai L_{essai} qui doit être homogène à une énergie (les forces doivent être conservatives [45]), Boisgard *et al.* proposent la fonction d'essai suivante [40] :

$$L_{essai}(U(z,t), \dot{U}(z,t), t) = \frac{1}{2} \mu \left(\frac{\partial U(z,t)}{\partial t} \right)^2 - \frac{1}{2} EI \left(\frac{\partial^2 U(z,t)}{\partial z^2} \right)^2 \quad \text{Eq56}$$

La notation est simplifiée en utilisant :

$$\dot{U}(z,t) = \frac{dU(z,t)}{dz} \quad \text{Eq57}$$

Cette fonction de Lagrange L_{essai} correspond à la somme d'une énergie potentielle et d'une énergie cinétique, ainsi chacune de ses variables, $U(z,t)$ et $\dot{U}(z,t)$ doit satisfaire le principe des moindres actions. Ce qui conduit à l'équation suivante :

$$\frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_{essai}}{\partial \dot{U}(z,t)} \right) - \frac{\partial L_{essai}}{\partial U(z,t)} =$$

$$\frac{1}{2} \mu \left[\underbrace{\frac{d}{dz} \left(\frac{\partial}{\partial \dot{U}(z,t)} \left(\frac{\partial U(z,t)}{\partial z} \right)^2 \right) - \frac{\partial}{\partial U(z,t)} \left(\frac{\partial U(z,t)}{\partial z} \right)^2}_{\text{Euler - Lagrange pour } U(z,t)} \right] - \frac{1}{2} EI_x \left[\underbrace{\frac{d}{dz} \left(\frac{\partial}{\partial \dot{U}(z,t)} \left(\frac{\partial \dot{U}(z,t)}{\partial z} \right)^2 \right) - \frac{\partial}{\partial U(z,t)} \left(\frac{\partial \dot{U}(z,t)}{\partial z} \right)^2}_{\text{Euler - Lagrange pour } \dot{U}(z,t)} \right]$$

Ainsi $\frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_{essai}}{\partial \dot{U}(z,t)} \right) - \frac{\partial L_{essai}}{\partial U(z,t)} = 0$ si chaque variable de la fonction d'essai L_{essai} vérifie séparément

l'équation d'Euler-Lagrange.

Ainsi le formalisme Lagrangien d'une poutre de section rectangulaire en régime non forcé s'exprime par :

$$\frac{\partial^2 U(z,t)}{\partial t^2} + \frac{EI_x}{\mu} \frac{\partial^4 U(z,t)}{\partial z^4} = 0 \quad \Leftrightarrow \quad \begin{cases} S = \int_0^L L_0(U(z,t), \dot{U}(z,t), t) dz \\ L_0(U(z,t), \dot{U}(z,t), t) = \frac{1}{2} \mu \left(\frac{\partial U(z,t)}{\partial t} \right)^2 - \frac{1}{2} EI \left(\frac{\partial^2 U(z,t)}{\partial z^2} \right)^2 \\ \dot{U}(z,t) = \frac{dU(z,t)}{dz} \end{cases}$$

PFD – Euler Formalisme – Lagrangien

Pour résoudre l'équation Lagrangienne du mouvement, il faut donc trouver les $U(z,t)$ solutions. Les variables sont supposées indépendantes (cette hypothèse est non restrictive), ce qui permet de séparer les variables de temps et de position. Ainsi $U(z,t)$ se met sous la forme :

$$U(z,t) = \frac{1}{2} Z_n(t) \varphi_n(z) \tag{Eq58}$$

En remplaçant $U(z,t)$ dans S , l'équation devient :

$$S = \frac{1}{8} \mu \times \dot{Z}_n^2(t) \times \int_0^L \varphi_n^2(z) dz - \frac{1}{8} EI_x \times Z_n^2(t) \times \int_0^L \left(\frac{\partial^2 \varphi_n(z)}{\partial z^2} \right)^2 dz \tag{Eq59}$$

Les $\varphi_n(z)$ représentent les formes d'ondes du levier de section rectangulaire (définies au paragraphe 1.1.1), ainsi :

$$S = \frac{1}{2} m_{levier} \dot{Z}_n^2(t) - \frac{1}{2} k Z_n^2(t) \quad \Rightarrow \quad \begin{cases} m_{levier} = 4 \times \mu \times \int_0^L \varphi_n^2(z) dz \\ k = 4 \times EI_x \times \int_0^L \left(\frac{\partial^2 \varphi_n(z)}{\partial z^2} \right)^2 dz \end{cases} \tag{Eq60}$$

Cette expression permet de trouver, par identification, la masse et la raideur du levier.

1.4.2 Lagrangien en régime forcé

Lorsque le levier est actionné dans un milieu liquide visqueux, la masse effective du levier, m^* , tient compte de la masse ajoutée par le liquide sur le levier et de la masse du levier. L'amortissement effectif γ^* tient compte de la proximité de la surface ainsi que des pertes hydrodynamiques et mécaniques (thermoélastiques et dues aux ancrages). De plus l'actionnement du levier est entretenu par une excitation extérieure de type $F_0 \cos(\omega t)$ (cas de l'actionnement piézoélectrique).

Ainsi l'équation du mouvement issue de la modélisation d'Euler-Bernoulli (PFD) devient équivalent au Lagrangien décrit ci-dessous [41] :

$$\underbrace{m^* \frac{d^2 Z}{dt^2} = -kZ - \gamma^* \frac{dZ}{dt} + F_0 \cos(\omega t)}_{\text{PFD}} \Leftrightarrow \underbrace{\begin{cases} S = \sum_n \int_{nT}^{(n+1)T} L(z, \dot{z}, t) dt = \sum_n \left(\frac{1}{T} \int_{nT}^{(n+1)T} L(z, \dot{z}, t) dt \right) T = \sum_n \langle L(z, \dot{z}, t) \rangle T \\ L(z, \dot{z}, t) = \underbrace{\frac{1}{2} m^* \dot{Z}^2}_{\text{Régime-libre}} - \underbrace{\frac{1}{2} kZ^2}_{\text{Régime-libre}} + \underbrace{F_0 Z \cos(\omega t)}_{\text{Régime-forcé}} + \underbrace{\gamma^* Z \dot{Z}}_{\text{Dissipation}} \end{cases}}_{\text{Formalisme - Lagrangien}}$$

On suppose que les oscillations sont entretenues par une force du type $F_0 \cos(\omega t)$, le terme d'amortissement effectif γ^{*9} est introduit par une dépendance sur la vitesse et la masse effective est notée m^* .

Le terme \dot{Z} correspond à la dérivée de Z par rapport à t , la variable est soulignée pour indiquer que le calcul s'effectue sur le contour physique et ainsi ne varie pas durant les calculs [45].

$\langle L(z, \dot{z}, t) \rangle$ représente le Lagrangien moyen sur une période et apparaît comme un Lagrangien effectif si la durée de la mesure est supérieure à la période considérée.

Ainsi le Lagrangien du système en régime forcé et avec dissipation est la somme¹⁰ de l'énergie

$$^9 \gamma^* = \frac{m^* \omega}{Q}.$$

¹⁰ La fonction de Lagrange est une fonction additive: $L(z, \dot{z}, t) = \underbrace{L_0}_{\text{Régime-libre}} + L_{\text{Régime-forcé}} + L_{\text{dissipation}}$ [44].

potentielle $\frac{1}{2}kZ^2$, de l'énergie cinétique $\frac{1}{2}m^*\dot{Z}^2$, de l'énergie de dissipation $\gamma^*Z\dot{Z}$ et de l'énergie nécessaire pour entretenir les oscillations $F_0Z \cos(\omega t)$.

Le Lagrangien d'un système se met sous la forme [40] :

$$L = T - U + W \quad \text{Eq61}$$

Où T correspond à l'énergie cinétique, $T = \frac{1}{2}m^*\dot{Z}^2$, U représente l'énergie potentielle,

$U = \frac{1}{2}kZ^2 - F_0Z \cos(\omega t)$ et W le travail mécanique, $W = +\gamma^*Z\dot{Z}$.

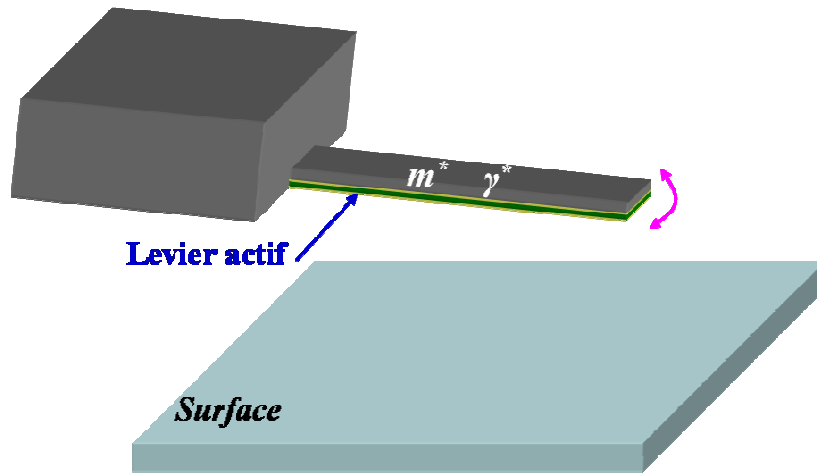


Figure 15 : Schéma du levier en milieu liquide.

Pour appliquer le principe des moindres actions, le Lagrangien est moyenné sur une période :

$$\langle L \rangle = \frac{1}{T} \int_0^T L dt = \frac{1}{2}m^* \langle \dot{Z}^2 \rangle - \frac{1}{2}k \langle Z^2 \rangle + \gamma^* \langle Z\dot{Z} \rangle + F_0 \langle Z \cos(\omega t) \rangle \quad \text{Eq62}$$

Pour résoudre le système, il faut trouver une fonction d'essai, $Z_{essai}(t)$ dont la résolution par le principe des moindres actions va satisfaire les équations d'Euler-Lagrange.

1.4.2.1 Résolution avec approximation harmonique stationnaire

Le cas le plus simple est de prendre comme fonction d'essai, une fonction de type harmonique telle que $Z_1(t) = A(\omega) \cos(\omega t)$. Ainsi il va être possible de déterminer les amplitudes $A(\omega)$ de vibration du levier en fonction des paramètres du levier et de l'excitation [40].

Pour cela il est nécessaire de calculer $\dot{Z}_1(t)$ et $\underline{\dot{Z}}_1(t)$, un calcul simple donne :

$$\dot{Z}_1(t) = -A(\omega)\omega \sin(\omega t) \text{ et } \underline{\dot{Z}}_1(t) = -\underline{A}(\omega)\omega \sin(\omega t).$$

Le Lagrangien moyen devient dans le cas d'une fonction d'essai de type harmonique¹¹ :

$$\langle L \rangle = \frac{1}{4} m^* A(\omega)^2 \omega^2 - \frac{1}{4} k A(\omega)^2 + \frac{F_0 A(\omega)}{2} \quad \text{Eq63}$$

L'application du principe des moindres actions permet de résoudre l'équation de Lagrange :

$$\delta \mathcal{S} = 0 \Leftrightarrow \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{A}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \quad \Leftrightarrow \quad \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \Rightarrow \frac{1}{2} A(\omega) m^* \omega_{hydro}^2 \left(\frac{\omega^2}{\omega_{hydro}^2} - 1 \right) + \frac{F_0}{2} = 0 \quad \text{Eq64}$$

A indépendant de t

Ainsi, l'amplitude de vibration A du levier dans un milieu liquide visqueux est égale à :

$$A(\omega) = \frac{F_0}{m^* \omega_{hydro}^2 \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_{hydro}^2} \right)} \quad \text{Eq65}$$

Avec m^* et γ^* la masse et l'amortissement effectif du levier (les expressions analytiques ont été calculées respectivement au paragraphe 1.1.3.1 et 1.1.3.2) et F_0 est l'amplitude de l'excitation.

Ainsi le mouvement harmonique du levier dans un milieu amorti et entretenu par une excitation extérieure est défini par :

$$Z_1(t) = \frac{F_0}{m^* \omega_{vide}^2 \left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_{vide}^2} \right)} \cos(\omega t)$$

Eq66

¹¹ $\langle \sin^2(\omega t) \rangle = \langle \cos^2(\omega t) \rangle = \frac{1}{2}$ et $\langle \cos(\omega t) \sin(\omega t) \rangle = \frac{1}{2} \langle \sin(2\omega t) \rangle = 0$.

Cependant supposer que le levier à un mouvement purement harmonique ne permet pas d'intégrer les pertes effectives dans l'équation du mouvement. Ainsi la fonction d'essai utilisée pour résoudre le principe des moindres actions doit intégrer un déphasage qui va modéliser les effets dissipatifs du système.

1.4.2.2 Résolution avec approximation harmonique déphasée

La fonction d'essai maintenant considérée est une fonction harmonique déphasé de $\phi(\omega)$ par rapport au cas précédent, elle se mets donc sous la forme $Z_2(t) = A(\omega)\cos(\omega t + \phi(\omega))$ [42] [44]. Sachant que $\dot{Z}_2(t) = -\underline{A}(\omega)\omega\sin(\omega t + \underline{\phi}(\omega))$, le Lagrangien moyen modélisant le levier devient¹² :

$$\langle L \rangle = \frac{1}{4} m^* A^2 \omega^2 - \frac{1}{4} k A^2 + \frac{F_0 A}{2} \cos(\phi) - \frac{\gamma^*}{2} A \underline{A} \omega \sin(\underline{\phi} - \phi) \quad \text{Eq67}$$

Le principe des moindres actions s'applique sur chaque nouvelle variable $A(\omega)$ et $\phi(\omega)$, indépendante du temps :

$$\delta S = 0 \Leftrightarrow \begin{cases} \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{A}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{\phi}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \quad \begin{matrix} \Leftrightarrow \\ A \text{ et } \phi \text{ indépendants de } t \end{matrix} \quad \begin{cases} \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \quad \text{Eq68}$$

$$\Rightarrow \begin{cases} \frac{1}{2} m^* A \left(\omega^2 - \frac{k}{m^*} \right) + \frac{F_0}{2} \cos(\phi) - \frac{\gamma^*}{2} A \sin(\underline{\phi} - \phi) = 0 \\ -\frac{F_0 A}{2} \sin(\phi) + \frac{\gamma^*}{2} A \underline{A} \omega \cos(\underline{\phi} - \phi) = 0 \end{cases}$$

Comme les variables \underline{A} et $\underline{\phi}$ correspondent à une variation sur le contour physique du levier, elles représentent effectivement A et ϕ , ainsi $A = \underline{A}$ et $\phi = \underline{\phi}$ ¹³.

¹² $\langle \cos(\omega t) \cos(\omega t + \phi) \rangle = \frac{\cos \phi}{2}$ et $\langle \cos(\omega t + \phi) \sin(\omega t + \underline{\phi}) \rangle = \frac{1}{2} \langle \sin(2\omega t + \underline{\phi} + \phi) + \sin(\underline{\phi} - \phi) \rangle = \frac{1}{2} \sin(\underline{\phi} - \phi)$.

¹³ Une fois les calculs effectués différencier les variables physiques des variables de calculs n'a plus de sens, leur intérêt est plus une astuce de calcul.

Les équations issues du principe des moindres actions deviennent :

$$\delta S = 0 \Rightarrow \begin{cases} \frac{1}{2} m^* A \left(\omega^2 - \frac{k}{m^*} \right) + \frac{F_0}{2} \cos(\phi) = 0 \\ -\frac{F_0 A}{2} \sin(\phi) - \frac{\gamma^*}{2} \omega A^2 = 0 \end{cases} \quad \text{Eq69}$$

On doit donc résoudre un système de deux équations couplées, pour trouver les inconnues $A(\omega)$ et $\phi(\omega)$ de la solution $Z_2(t)$. Cependant, en regroupant les termes on obtient :

$$\begin{cases} m^* A(\omega^2 - \omega_{hydro}^2) + F_0 \cos(\phi) = 0 \\ F_0 \sin(\phi) + \gamma^* \omega A = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} A = \frac{F_0}{\sqrt{m^{*2}(\omega^2 - \omega_{hydro}^2)^2 + \gamma^{*2} \omega^2}} \\ \phi = \arctan \left[\frac{\omega \gamma^*}{m^* (\omega^2 - \omega_{hydro}^2)} \right] \end{cases} \quad \text{Eq70}$$

La résolution de l'équation du mouvement par la méthode Lagrangienne dans le cas d'une approximation stationnaire déphasée est de la forme :

$$Z_2(t) = \frac{F_0}{\sqrt{m^{*2}(\omega^2 - \omega_{hydro}^2)^2 + \gamma^{*2} \omega^2}} \cos \left(\omega t + \arctan \left[\frac{\omega \gamma^*}{m^* (\omega^2 - \omega_{hydro}^2)} \right] \right) \quad \text{Eq71}$$

Cette équation permet de décrire le mouvement dynamique du levier vibrant dans un milieu liquide. Le module de $Z_2(t)$ permet d'obtenir l'amplitude de vibration du levier $A(\omega)$ en fonction de la fréquence et son argument permet de tracer l'évolution de la phase $\phi(\omega)$ en fonction de la fréquence d'actionnement.

1.4.2.2.1 Courbes de résonance théoriques

La Figure 16 présente les courbes de résonance en amplitude et en phase lors de l'actionnement dans l'eau ($\rho_{eau} = 997 \text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{eau} = 8,59 \times 10^{-4} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) et dans l'air ($\rho_{air} = 1,18 \text{kg.m}^{-3}$ et $\eta_{air} = 1,86 \times 10^{-5} \text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) pour un levier en silicium polycristallin ($\rho_{levier} = 2330 \text{kg.m}^{-3}$ et $E = 160 \text{GPa}$) de $10 \mu\text{m}$ de long, $5 \mu\text{m}$ de large et ayant une épaisseur de $1 \mu\text{m}$ incliné de $\alpha = 13^\circ$.

Dans cette modélisation la masse et l'amortissement effectif tiennent compte des effets hydrodynamiques (incluant les effets de pincement) et de dissipation mécanique (pertes dues aux ancrages et thermoélastiques) du levier.

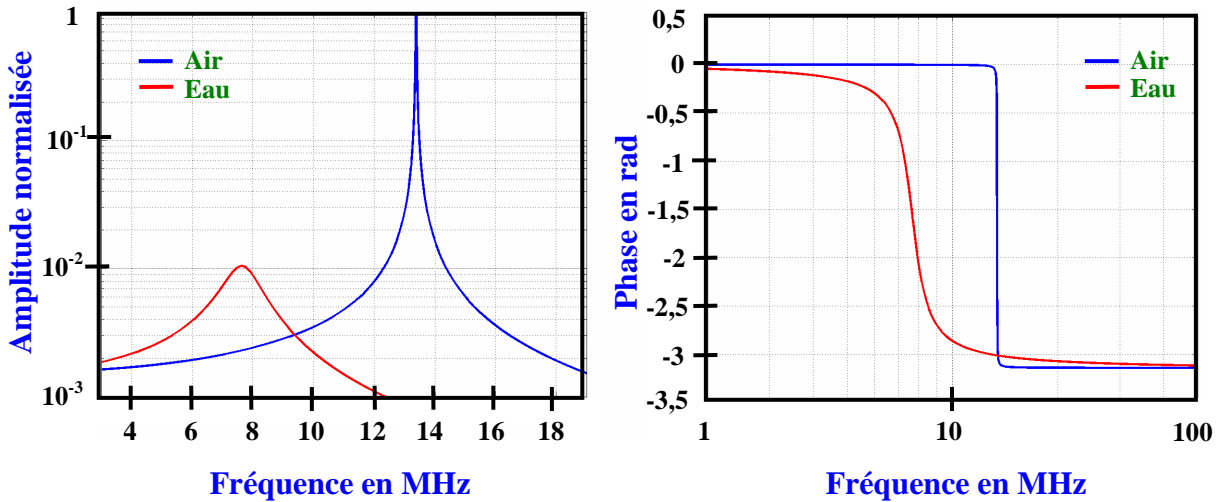


Figure 16 : Amplitude normalisée (à gauche) et phase (à droite) d'un levier de 10µm de long, 5µm de large et ayant une épaisseur de 1µm actionné dans l'air (en bleu) et dans l'eau (en rouge) en fonction de la fréquence.

Ainsi, actionner le levier, avec les dimensions précédentes, en milieu liquide visqueux entraîne un décalage en fréquence de 42,3% mais aussi une réduction d'amplitude de 98% par rapport à un actionnement dans l'air (l'air est un gaz visqueux incompressible). De plus, le pic de résonance est plus élargi dans le cas de l'actionnement dans l'eau en raison du coefficient de qualité effectif qui est plus faible que dans le cas de l'air ($Q_{eau} = 12,4$ et $Q_{air} = 809,9$).

La phase quant à elle varie de 0 à $-\pi$, le changement de phase se produit à la résonance mécanique du levier. Les effets de viscosité du fluide sur le levier se traduisent par des variations de phase moins rapides que lors de l'actionnement en milieu sec.

La Figure 17 met en évidence le décalage en fréquence en fonction de la distance d entre le levier et la surface. Les courbes en amplitude sont normalisées par rapport au cas de l'actionnement dans l'air où le levier est à une distance infini de la surface et incliné de 13° par rapport à l'horizontale.

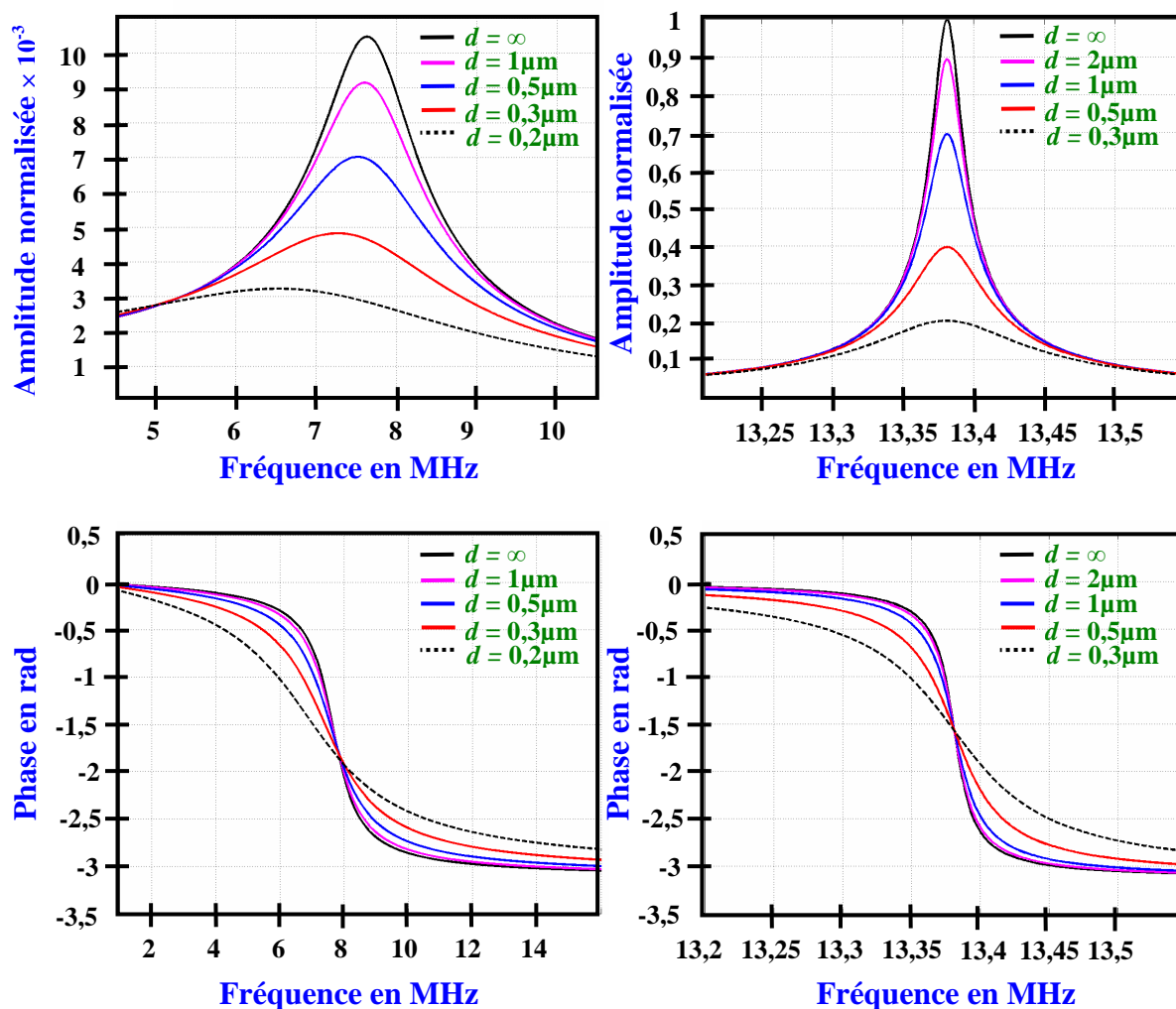


Figure 17 : Amplitude normalisée et phase d'un levier de $10 \mu\text{m}$ de long, $5 \mu\text{m}$ de large et de $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur dans l'air (courbes de droite) et dans l'eau (courbes de gauche) en fonction la fréquence à différentes distances d de la surface.

Ainsi, plus le levier est proche de la surface et plus le pic de résonance se décale vers les basses fréquences (voir paragraphe 1.2.1) et l'amplitude de vibration diminue. Ce décalage en fréquence est beaucoup plus important dans le cas d'un actionnement dans l'eau que dans l'air. Soit $f_{eau}(d)$, et respectivement $f_{air}(d)$, la fréquence de résonance du levier dans l'eau, et respectivement dans l'air, à une distance d de la surface.

Pour un levier de $10 \mu\text{m}$ de long, $5 \mu\text{m}$ de large et de $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur, $f_{eau}(d = \infty) = 7,71 \text{ MHz}$ et $f_{eau}(d = 0,3) = 7,63 \text{ MHz}$, ce qui correspond à un décalage en fréquence de 1,03%. Les amplitudes de vibration correspondantes diminuent elles de 53,3%. La même poutre actionnée dans l'air aux

mêmes distances de la surface présente un décalage en fréquence de $1,2 \times 10^{-3}\%$. Les amplitudes de vibrations correspondantes diminuent elles de 80%. Ainsi le décalage en fréquence, du levier actionné à une distance infinie par rapport à une distance de $0,3\mu\text{m}$ de la surface, est 850 fois plus important dans le cas de l'eau que dans le cas de l'air. Paradoxalement, les amplitudes de vibration diminuent plus fortement dans l'air que dans l'eau en fonction de la distance d de la surface. Ceci vient du fait que les phénomènes d'amortissement ne sont pas identiques dans les deux milieux. En effet, dans le cas de l'eau les pertes hydrodynamiques sont la principale source d'amortissement, et dans le cas de l'air les pertes doivent aussi tenir des pertes dues aux ancrages.

Ainsi $\Delta Q_{eau} = \frac{Q_{eau}(d = \infty) - Q_{eau}(d = 0,3)}{Q_{eau}(d = \infty)} = 64,2\%$ et $\Delta Q_{air} = 82,2\%$, ce qui se répercute sur les

amplitudes de vibration du levier. Lors de l'actionnement dans l'air, le levier est plus sensible à la proximité de la surface que lors de l'actionnement dans l'eau. En effet, dans l'eau les pertes hydrodynamiques sont prépondérantes devant les pertes dues à la proximité de la surface.

Pour mettre en évidence, le décalage en fréquence et la diminution de l'amplitude de vibration en fonction de la distance de la surface, un levier AFM commercial (Arrow NCR-20) de $4,6\mu\text{m}$ d'épais, $45\mu\text{m}$ de large et de longueur $160\mu\text{m}$ a été actionné dans l'air. La Figure 18-(a) est une image MEB du levier. L'extrémité de la poutre a été découpée par technique FIB (*Focus Ion Beam*), Figure 18-(b), pour ne s'intéresser qu'au comportement du levier proche d'une surface.

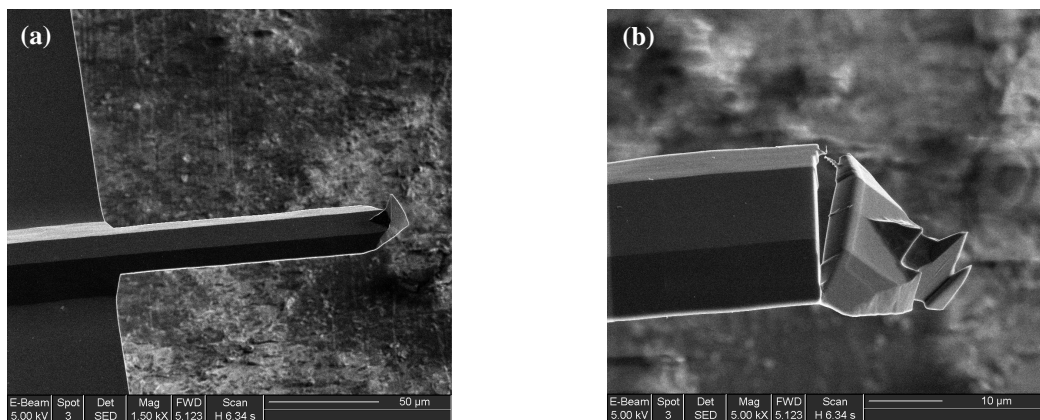


Figure 18 : Images MEB du levier avant (a) et après (b) la découpe de l'extrémité de la poutre par FIB.

La fréquence de résonance mesurée à l'AFM est de $542,84\text{kHz}$ pour un coefficient de qualité de 800. L'amplitude d'oscillation du levier est de 27nm .

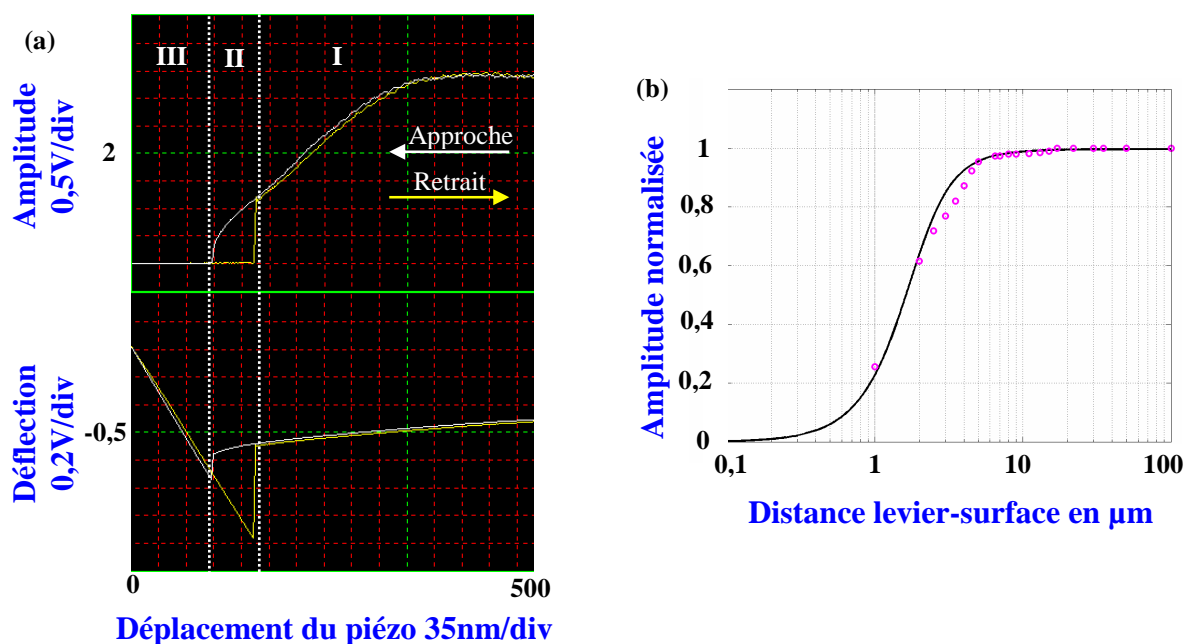


Figure 19 : (a) Courbes d'approche retraits en amplitude et en déflexion. (b) Amplitude normalisée expérimentale (cercles) et théorique (ligne continue) en fonction de la distance entre le levier et la surface

Les courbes d'approche-retraits en amplitude et en déflexion sont présentées à la Figure 19-(a) en fonction de la distance entre le levier et la surface. Trois zones sont identifiables sur les courbes. Dans la zone I, le levier oscille au dessus de la surface sans entrer en contact avec elle. Dans la zone II, le levier est en contact intermittent avec la surface, et dans la troisième zone, le levier touche de manière permanente la surface. Il est intéressant de noter que dans notre cas de levier sans pointe, la déflexion et l'amplitude du levier ne sont pas constantes dans la zone I en raison de l'influence de la surface¹⁴. Ainsi plus le levier est proche de la surface et plus l'amplitude de vibration du levier diminue. La Figure 19-(b) présente l'amplitude de vibration expérimentale en fonction de la distance de la surface. Le modèle théorique est superposé, en bonne concordance avec les résultats expérimentaux. Cette expérience valide la modélisation théorique des effets de pincement dans l'air. Une caractérisation expérimentale de ce phénomène en milieu liquide a été mise évidence par Maali *et al.* [38].

¹⁴ Habituellement, pour un levier commercial possédant une pointe, dans la zone I, la déflexion du levier est constante ainsi que l'amplitude du levier.

Cependant dans cette modélisation nous avons supposé que les variables d'amplitude et de phase étaient stationnaires, c'est-à-dire qu'elles ne varient pas au court du temps.

Ainsi pour valider cette approximation une étude en régime transitoire va nous permettre de connaître le temps d'établissement du régime permanent.

Ainsi lors des mesures expérimentales, ce temps de stabilisation devra être pris en compte pour se trouver dans un régime établi. Ce qui nous permettra d'utiliser la formulation précédente $Z_2(t)$ pour l'expression du déplacement du levier.

1.4.2.3 Régime transitoire

Pour étudier le régime transitoire dans la modélisation Lagrangienne, une fonction d'essai où l'amplitude est une fonction lentement variable du temps (approximation de type Eikonale¹⁵) doit être utilisée : $Z_3(t) = A(t)\cos(\omega t + \phi)$ [40] [41] [43].

Sachant que $\dot{Z}_3(t) = \dot{A}(t)\cos(\omega t + \phi(t)) - \underline{A} \times (\omega)\sin(\omega t + \phi)$ le Lagrangien moyen (décrit au paragraphe 1.4.2) devient¹⁶ :

$$\langle L \rangle = \frac{1}{4} m^* [A^2 \omega^2 + \dot{A}^2] - \frac{1}{4} k A^2 + \frac{F_0 A}{2} \cos(\phi) + \frac{\gamma^*}{2} [A \dot{A} \cos(\phi - \phi) - A \underline{A} \omega \sin(\phi - \phi)] \quad \text{Eq72}$$

Le principe des moindres actions s'applique sur chaque variable A , \dot{A} , et ϕ :

$$\delta S = 0 \Leftrightarrow \begin{cases} \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{A}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \ddot{A} - \frac{\gamma^*}{m^*} \dot{A} - [\omega^2 - \omega_{hydro}^2] A - \frac{F_0}{m^*} \cos \phi = 0 \\ F_0 \sin \phi + \gamma^* \omega A = 0 \end{cases} \quad \text{Eq73}$$

En posant, $\ddot{A} = \dot{A} = 0$ on retrouve l'équation du mouvement dans le cas de la solution stationnaire déphasée (paragraphe 1.4.2.2).

¹⁵ Analogie avec l'optique (équations de Maxwell et de Schrödinger).

¹⁶ $\langle \cos(\omega t + \phi) \cos(\omega t + \phi) \rangle = \frac{1}{2} \langle \cos(2\omega t + \phi + \phi) + \cos(\phi - \phi) \rangle = \frac{1}{2} \cos(\phi - \phi)$.

On se place dans le cas particulier de la réponse à un échelon, ainsi le système précédent se met sous la forme :

$$\ddot{A} - \frac{\gamma^*}{m^*} \dot{A} - [\omega^2 - \omega_{hydro}^2] A - \frac{F_0}{m^*} = 0 \quad \text{Eq74}$$

Pour un levier en silicium polycristallin de 250µm de long, 35µm de large et de 4µm d'épais, la Figure 20 représente l'évolution de l'amplitude en régime transitoire en fonction du temps. Ainsi comme l'amortissement est plus important en milieu liquide qu'en environnement sec, le temps de stabilisation est moins important dans l'eau que dans l'air. En effet le levier met environ 1,5ms pour se stabiliser dans l'air contre 0,15ms dans l'eau. Le temps d'établissement du régime établi est donc 10 fois plus important dans le cas de l'actionnement en milieu sec, qu'en milieu liquide.

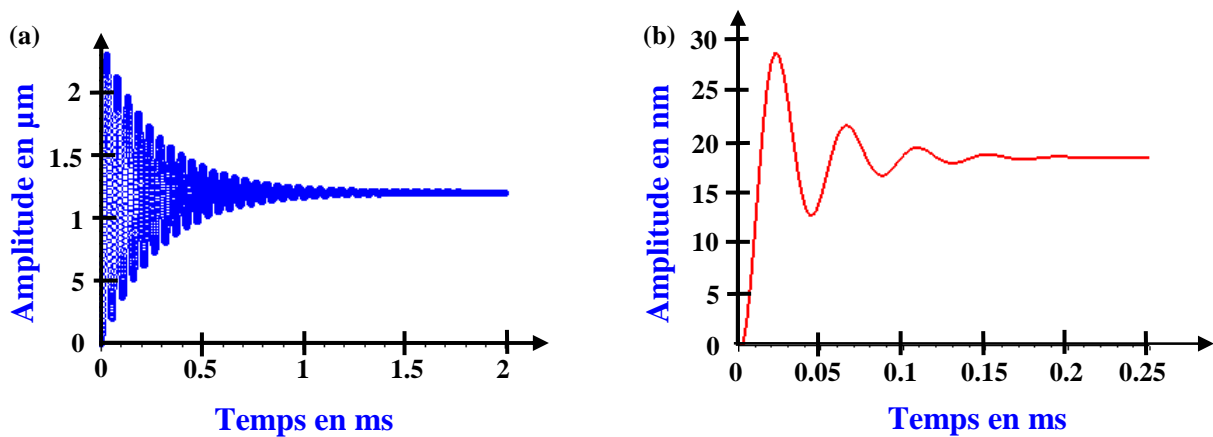


Figure 20 : Régime transitoire en amplitude pour un levier de 250µm de long, 35µm de large et de 4µm d'épais, actionné dans l'eau (a) et dans l'air (b) en réponse à un échelon d'amplitude 1,25µm.

Ainsi l'hypothèse que l'amplitude et la phase sont stationnaires reste valide si l'on tient compte du temps de stabilisation du levier. Typiquement de 1,5ms dans l'air et de l'ordre de 0,15ms dans l'eau. Ces valeurs sont des valeurs maximales, en effet le levier choisi pour ces simulations est long (250µm) et large (35µm) ainsi les effets du liquide sur le levier sont accrus, ce qui entraîne une fréquence et un coefficient de qualité faible. Ainsi le temps de stabilisation est plus important que dans le cas de leviers ayant des dimensions réduites. Les données expérimentales devront donc être collectées en régime établi pour rester dans l'hypothèse de variables stationnaires et utiliser la formulation du déplacement du levier du paragraphe précédent.

2. Conclusion

La problématique de cette étude est de concevoir un capteur AFM permettant l'imagerie, haute sensibilité et haute vitesse, d'objets biologiques nanométriques en milieu liquide.

L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence les contraintes imposées par l'utilisation de l'AFM en milieu liquide. Ainsi l'actionnement permettant la mise en vibration du levier doit être intégré directement au sein du levier pour réduire les déplacements de liquide qui pourraient bruyé la détection optique laser de l'AFM. Les paramètres cruciaux du levier régissant la sensibilité et la vitesse du capteur intégré à l'AFM ont été extraits. Ainsi le produit entre la fréquence de résonance et le coefficient de qualité doit être maximisé le produit entre tandis que la raideur du levier doit être minimisée.

Une modélisation analytique complète, issue des équations d'Euler Bernoulli, de l'actionnement en mode dynamique d'un levier de section rectangulaire a été présentée. Elle tient compte des effets hydrodynamique du liquide (masse ajoutée et amortissement), des pertes mécaniques (thermoélastiques et dues aux ancrages) et de la proximité de la surface à imager. Cette étude a permis de trouver les dimensions optimales (en terme de longueur, de largeur et d'épaisseur) du levier permettant d'accéder à des fréquences de résonance de l'ordre du MHz, des coefficients de qualité supérieure à 10 et des raideurs inférieures à 5N.m^{-1} . Ainsi des sensibilités dans la gamme de $10^{-14}\text{N}/\sqrt{\text{Hz}}$ pourront être atteinte tout en ayant des forces de contact entre la pointe et l'échantillon de l'ordre du pN.

Une modélisation analytique issue de la mécanique analytique de Lagrange, a permis de résoudre l'équation du mouvement d'un levier de section rectangulaire évoluant en milieu liquide et ainsi d'accéder à la réponse fréquentielle théorique, en amplitude et en phase, du levier.

Deux principes d'actionnement vont être maintenant conçus, l'actionnement piézoélectrique et électrostatique, qui à la vue de l'étude bibliographique sont les deux types d'actionnement les plus prometteurs pour permettre l'imagerie AFM en milieu liquide. La résolution latérale nanométrique du capteur va être obtenue en intégrant une pointe effilée à l'extrémité du levier. Deux voies technologiques vont être discutées pour effiler la pointe en silicium, la première consiste à réaliser des cycles d'oxydation-désoxydation et la deuxième est la croissance de nanotube de carbone dans le prolongement de l'apex de la pointe.

Références :

- [1] : M. Géradin, D. Rixen, “Théorie des vibrations : Application à la dynamique des structures”, Masson, Paris, 1993.
- [2] : S. Timoshenko, “Théorie de la stabilité élastique”, Traduction de A. De Riva-Berni, Paris et Liège, 1947.
- [3] : W. C. Young, « Roark's : Formulas for Stress and Strain », International Edition 1989.
- [4] : A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, J-P. Aimé, « Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids », Journal of applied physics, vol 97, pp. 1-6, 2005.
- [5] : J. E. Sader, “Frequency response of cantilever beams immersed in various fluids with applications to the atomic force microscopy”, Journal of Applied Physics, vol.84, pp.64-76, 1998.
- [6] : W. H. Chu, Technical Report Number 2, DTMB, Contract NObs-86396(X), Southwest Research Institute, San Antonio, Texas, 1963.
- [7] : F. J. Elmer, M. Dreier, “The eigen frequencies of a rectangular AFM cantilever in a medium”, Journal of Applied Physics, vol.81, pp.7709-7714, 1997.
- [8] : U. S. Lindholm, D. D. Kana, W. H. Chu, H. N. Abramson, “Elastic vibration characteristics of Cantilever Plates in Water”, Journal of Ship Research, vol.9, pp.11-22, 1965.
- [9] : M. K. Kwak, Trans. ASME, “Hydroelastic Vibration of Rectangular Plates“, ASME Journal of Applied Mechanics, vol. 63, pp.110-115, 1996.
- [10] : H. J. Butt, P. Siedle, K. Seifert, K. Fendler, T. Seeger, E. Bamberg, A. L. Weisenhorn, K. Goldie, A. Engel, “Scan speed limit in atomic force microscopy”, Journal of Microscopy, vol.169, pp.75-84, 1993.

- [11] : A. Roters, D. J. Johannsmann, “Distance dependent noise measurements in scanning force microscopy”, *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol.8, pp.7561-7577, 1996.
- [12] : Y. Hirai, R. Mori, H. kikuta, N. Kato, K. Inour, Y. Tanaka, “Resonance characteristics of microcantilever in liquid”, *Journal of Applied Physics*, vol.37, pp.7064-7069, 1998.
- [13] : S. S. Chen, M. W. Wambsganss, J. A. Jendrzejczyk, “Added mass damping of a vibrating rod in confined viscous fluids”, *Journal of Applied Mechanics*, vol.43, pp.325-329, 1976.
- [14] : E.O. Tuck, “Calculation of unsteady flows due to small motions of cylinders in a viscous fluid”, *Journal of Engineering Mathematics*, vol.3, pp.29-44, 1969.
- [15] : J. Tomayo, A.D.L. Humphris, M.J. Miles, “Piconewton regime dynamic force microscopy in liquid”, *Applied Physics Letter*, vol.77, pp.582-584.
- [16] : C. Rankl, V. Pastushenko, F. Kienberger, C. M. Stroh, P. Hinterdorfer, “Hydrodynamic damping of a magnetically oscillated cantilever close to a surface”, *Ultramicroscopy*, vol.100, pp.301-308, 2004.
- [17] : R. E. Jones, D. P. Hart, “Force interactions between substrates and SPM cantilevers immersed in fluids”, *Tribology International*, vol.38, pp.355-361, 2005.
- [18] : O. I. Vinogradova, H. J. Butt, G. E. Yakubov, F. Feuillebois, “Dynamic effects on force measurements : Viscous drag on the atomic force microscope cantilever”, *Review of Scientific Instruments*, vol.72, pp.2330-2339, 2001.
- [19] : O. I. Vinogradova, G. E. Yakubov, “Dynamic effects on force measurements : Lubrication and the atomic force microscope”, *Langmuir*, vol.19, pp.1227-1234, 2003.
- [20] : Thèse de Vincent Agache, soutenue en 2004, Conception et Réalisation de Nano-Résonateurs Electromagnétiques pour le filtrage RF, Université des Sciences et des Technologies de Lille1.

- [21] : Y. Tomikawa, S. Oyama, M. Konno, « A quartz Cristal tuning fork with modified bandwidth for a high quality factor : finite element analysis and experiments », IEEE Trans On Sonics and Ultrasonics, vol. 6, pp.217-223, 1982.
- [22] : Y. Jimbo, K. Itao, “Energy loss of a cantilever vibrator”, Journal of the Horological Institute of Japan, vol.47, pp.1-15, 1968.
- [23] : Z. Hao, A. Erbil, F. Ayazi, “An analitical model for support loss in micromachined beam resonators with in-plane flexural vibrations“, Sensors And Actuators A, vol.109, pp.156-164, 2003.
- [24] : R. Abdolvand, G. K. Ho, A. Erbil, F. Ayazi, “Thermoelastic damping in trench-refilled polysilicon resonators”, Transducers 2003, pp.324-327, 2003.
- [25] : A. D. McDonnel, S. Uma, K. E. Goodson, “Thermal conductivity of Doped Polysilicon Layers”, Journal of Microelectromechanical Systems, vol.10, pp.360-369,2001.
- [26] : V. Pastushenko, P. Hinterdorfer, F. Kienberger, C. Broken, H. Schindler, “Effects of Viscoelastic Cantilever-Sample Interaction on Laser Beam Deflection in MAC Mode MRFM”, Single Molecules, vol.1, pp.165-170, 2000.
- [27] : K. Kobayashi, H. Yamada, K. Matsushige, “Dynamic force microscopy using FM detection in various environments”, Applied Surface Science, vol.188, pp.430-434, 2002.
- [28] : L. D. Landau, E. M. Lifshitz, “Fluid Mechanics”, Pergamon Press, Oxford, 1975.
- [29] : G. K. Batchelor, “Fluid Dynamics”, Cambridge University Press, Cambridge, 1974.
- [30] : R. P. Kanwal, “Slow steady rotation of axially symmetric bodies in a viscous fluid”, Journal of Fluids Mechanics, vol.10, pp.17-24,1960.
- [31] : M. Abramowitz, I. A. Stegun, “Handbook of mathematical functions”, Dover, New-York, 1972.

- [32] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchailot, “Electrostatic actuators operating in liquid environment: position control without pull-in effect”, Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, Montreux (CH), pp.341-345, 2005.
- [33] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Deresmes, M. Lagouge, D. Collard, L. Buchailot, “Tensile stress determination in silicon nitride membrane by AFM characterization”, Transducers, Séoul, 2005.
- [34] : T. Naik, E. K. Longmire, S. C. Mantell, “Dynamic response of a cantilever in liquid near a solid wall”, Sensors and Actuators A, vol.102, pp.240-254, 2003.
- [35] : S. Karrasch, M. Dolder, J. Hoh, F. Schabert, J. Ramsder, A. Engel, “Covalent binding of biological samples to solid supports for scanning probe microscopy in buffer solution”, Biophysics, vol.65, pp.2437-2446, 1993.
- [36] : G. Y . Chen, .R. J. Warlock, A. Huang, T. Thundat, “Harmonic response of near-contact scanning force microscopy”, Journal of Applied Physics, vol.78, pp.1465-1469, 1995.
- [37] : S. Timoshenko, D. H. Young, W. Weaver, “Vibration Problems in Engineering”, 4th Edition, Wiley, New-York, 1974.
- [38] : A. Maali, T. Cohen-Bouhacina, C. Jai, R. Boisgard, J. P. Aimé, D. Mariolle, F. Bertin, “Reduction of the cantilever hydrodynamic damping near a surface by ion-beam milling”, Journal of Applied Physics, vol.99, n°024908, 2006.
- [39] : M. Sworowski, “Conception et réalisation de cantilevers avec jauge piézorésistive et actionnement électrostatique“, Rapport de stage de DEA, 2004.
- [40] : G. Couturier, R. Boisgard, L. Nony, J-P. Aimé, “Noncontact atomic force microscopy: Stability criterion and dynamical responses of the shift of frequency and damping signal”, review of Scientific Instruments, vol.74, n°5, pp.2726-2734, 2003.
- [41] : G. Couturier, L. Nony, R. Boisgard, J-P. Aimé, “Stability of an oscillating tip-cantilever system in NC-AFM”, Applied Surface Science, vol.188, n°5, pp.341-348, 2002.

[42] : R. Boisgard, D. Michel, J-P. Aimé, “Hysteresis generated by attractive interaction: oscillating behaviour of a tip-microlever system near a surface”, *Surface Science*, vol.401, pp.199-205, 1998.

[43] : L. Nony, R. Boisgard, J-P. Aimé, “Nonlinear dynamical properties of an oscillating tip-cantilever system in tapping mode”, *Journal of chemical physics*, vol.111, n°4, pp.1615-1627, 1999.

[44] : R. Boisgard, J-P. Aimé, G. Couturier, “Surface mechanical instabilities and dissipation under the action of an oscillating tip”, *Surface Science*, vol.511, pp.171-182, 2002.

[45] : H. Goldstein, “Mécanique classique”, Traduction A. Moubacher et C. Moubacher, Presses Universitaires de France, Paris, 1964.

[46] : J. W. M. Chon, P. Mulvaney, J. E. Sader, “Experimental validation of theoretical models for the frequency response of atomic force microscope cantilever beams immersed in fluids”, *Journal of Applied Physics*, vol.87, n°8, pp.3978-3988, 2000.

[47] : A.L.C. Fugarra, C.P. Pesce, F. Flemming, C.H.K. Williamson, “Vortex-Induced vibration of flexible cantilever”, *Journal of Fluids and Structures*, vol.15, pp.651-658, 2001.

[48] : C.T. Yamamoto, J.R. Meneghini, F. Saltara, R.A. Fregonesi, J.A. Ferrari, “Numerical simulations of vortex-Induced vibration on flexible cylinders”, *Journal of Fluids and Structures*, vol.19, pp.467-489, 2004.

[49] : H. Hosaka, K. Itao, S. Kuroda, “Damping characteristics of beam-shaped micro-oscillators”, *Sensors and Actuators A*, vol.49, pp.87-95, 1995.

FABRICATION ET CARACTERISATIONS DE LEVIERS INTEGRANT UN ACTIONNEMENT POUR DES APPLICATIONS EN MILIEU LIQUIDE

1.	INTEGRATION DE L’ACTIONNEMENT SUR LE LEVIER.....	122
1.1.	PROBLEMATIQUE DE L’ACTIONNEMENT EN MILIEU LIQUIDE	122
1.1.1	<i>L’électrolyse</i>	<i>122</i>
1.1.2	<i>L’écrantage du potentiel.....</i>	<i>124</i>
1.1.3	<i>Applications aux microsystèmes.....</i>	<i>126</i>
1.2.	ACTIONNEMENT PIEZOELECTRIQUE.....	130
1.2.1	<i>Présentation des dispositifs.....</i>	<i>130</i>
1.2.2	<i>Procédé de fabrication</i>	<i>132</i>
1.2.3	<i>Caractérisations</i>	<i>137</i>
1.2.3.1	Détermination de la contrainte	138
1.2.3.1.1	Position de la fibre neutre.....	138
1.2.3.1.2	Contrainte du silicium monocristallin.....	142
1.2.3.1.3	Contrainte du PZT.....	143
1.2.3.2	Mesures en dynamique	146
1.2.3.2.1	Cycle d’hystérésis du PZT.....	147
1.2.3.2.2	Courbes de résonance	149
1.3.	ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE.....	157
1.3.1	<i>Mode statique</i>	<i>157</i>
1.3.3.2	Actionneurs électrostatiques à plaques parallèles contrôlés en tension	157
3.2.3.2.1	Calcul de la force électrostatique et limitation du modèle.....	157
3.2.3.2.2	Condition de stabilité	160
3.2.3.2.3	Influence des couches diélectriques	162
3.2.3.2.4	Evolution du déplacement en fonction de la tension	163
3.2.3.2.4.1	L’actionnement de type binaire	165
3.2.3.2.4.2	L’actionnement de type continu	166
3.3.3.3	Structures et procédé de fabrication	170
3.2.3.2.5	Présentation des dispositifs.....	170
3.2.3.2.6	Choix du matériau isolant	172
3.2.3.2.7	Procédé de fabrication	173
3.2.3.2.7.1	L’encapsulation par du Si_xN_y	175
3.3.3.4	Caractérisation.....	177
3.2.3.2.8	Ecrantage du potentiel.....	178
3.2.3.2.9	La poutre encastrée-libre.....	179
3.2.3.2.10	Les structures en torsion et les membranes	181
3.3.3.5	Conclusion	184
1.3.2	<i>Mode dynamique.....</i>	<i>185</i>

1.3.2.1	Présentation du dispositif	185
1.3.2.2	Courbes de résonance théoriques	185
1.3.2.3	Caractérisations expérimentales.....	187
1.4.	COMPARAISON ENTRE L'ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE ET PIEZOELECTRIQUE.....	190
2	CONCLUSION.....	192

1. Intégration de l'actionnement sur le levier

La première partie de ce chapitre va détailler la problématique de l'actionnement en milieu liquide. Puis deux types d'actionnement vont être détaillés : l'actionnement piézoélectrique et l'actionnement électrostatique qui sont les deux principes d'actionnement retenus à l'issue de l'étude bibliographique du chapitre précédent. Les procédés de fabrication technologiques et les mesures expérimentales en environnement liquide seront présentées et confrontées à la modélisation analytique du second chapitre.

1.1. Problématique de l'actionnement en milieu liquide

Cette partie a pour objectif de présenter la problématique d'actionner une structure conductrice en milieu liquide. L'enjeu étant d'éviter l'électrolyse et l'écrantage du potentiel des électrodes.

L'objectif n'étant pas de déplacer une goutte, ou plus généralement un liquide, mais de créer une structure capable de se déplacer en environnement liquide. Cet état de l'art ne va donc contenir que les informations concernant l'actionnement en milieu liquide.

Dans un premier temps les phénomènes d'électrolyse et d'écrantage du potentiel seront abordés puis l'état de l'art des microsystèmes actionnés en milieu liquide.

1.1.1 L'électrolyse

L'électrolyse est un processus d'échange au cours duquel l'énergie électrique est transformée en énergie chimique. La réaction a lieu dans une solution conductrice : l'électrolyte. Si l'on applique une tension électrique entre deux électrodes, les ions positifs (cations) migrent jusqu'à la cathode pendant que les ions négatifs (anions) se déplacent en direction de l'anode. Les cations sont capables, en raison de leur valence, de céder des électrons. Lors du contact entre les cations et la cathode ces derniers redeviennent un élément stable en perdant des électrons. Les anions réagissent de manière opposée : en cas de contact avec l'anode ils vont capter des électrons pour devenir un élément stable [10].

Selon la nature des ions, le produit formé peut se dégager sous forme gazeuse ou se déposer sur l'électrode. La photo de la Figure 1 représente l'effet de l'électrolyse d'une solution d'eau sur une structure en polysilicium dopé actionné électrostatiquement à 4V.

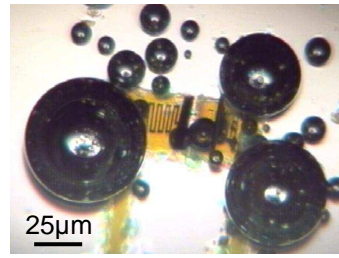
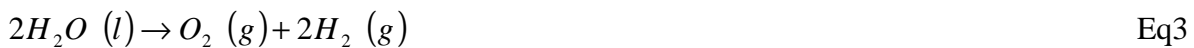


Figure 1 : Photo prise durant l'actionnement dans de l'eau d'une structure en polysilicium dopé de type peignes interdigués sous une tension de 4V. Les bulles présentes sur l'image sont la conséquence de l'électrolyse de la solution.

Ce processus est régi par les équations d'oxydoréduction suivantes :



L'équation bilan de l'électrolyse de l'eau est donc :



Pour que l'électrolyse se produise, il est nécessaire d'appliquer une tension supérieure à 1,23V (les potentiels normaux de réduction à 25°C sont les suivants $E(H_2O/H_2) = 0,42V$ et $E(O_2/OH^-) = -0,81V$).

En réalité, cette condition nécessaire est non suffisante. A chaque électrolyse, différents facteurs cinétiques interviennent et impose que l'on applique une tension minimale de 1,8 V, c'est le phénomène de surtension [14] [15].



Figure 2 : Photos d'une poutre hexagonale actionnée électrostatiquement dans de l'eau. a) Première apparition de bulles pour une tension de 2V. b) Augmentation de la tension à 4V, la cinétique de l'électrolyse s'accélère entraînant la partie mobile de l'actionneur. c) A 6V la structure se tord sous l'effet de la force exercée par le dégagement gazeux.

L'électrolyse de l'eau entraîne un dégagement gazeux qui peut endommager irréversiblement un microsystème. La Figure 2 montre les conséquences de l'électrolyse de l'eau sur une poutre hexagonale en polysilicium dopé actionnée électrostatiquement. La force exercée par le dégagement gazeux est capable d'endommager la partie mobile de l'actionneur, la structure étant soumise à de forts moments de flexion et de torsion.

Cette génération de gaz électrolytiques dans les fluides conducteurs est totalement supprimée en travaillant à des potentiels assez bas pour empêcher l'électrolyse du solvant (1 à 10V selon les solutions) [10] [11].

Malheureusement, à l'équilibre, les ions présents dans la solution masquent le potentiel des électrodes ce qui pour conséquence de neutraliser la solution.

1.1.2 L'écrantage du potentiel

Lorsqu'une tension est appliquée dans un liquide conducteur, les ions présents dans la solution se déplacent jusqu'à trouver un équilibre. Une fois cet équilibre atteint, le potentiel des électrodes se trouve complètement écranté par l'accumulation des ions entraînant la réduction puis la perte de l'actionnement. La perte de l'actionnement apparaît lorsque l'épaisseur de la couche diélectrique créée par l'accumulation des ions sur les électrodes devient non négligeable devant la distance séparant les deux électrodes [10] [11].

L'épaisseur de cette couche diélectrique, ou encore la longueur de cet écrantage, peut être calculée d'après le modèle de Gouy-Chapman [10]. Cette modélisation permet d'obtenir la distribution de potentiel, $\phi(x,t)$, entre les deux électrodes et à l'équilibre (condition nécessaire à l'apparition de l'écrantage) dans un milieu de concentration ionique molaire I :

$$\tanh\left(\frac{zF\phi}{4RT}\right) = \tanh\left(\frac{zFV}{4RT}\right)e^{-K \times x} \quad \text{Eq4}$$

Où z représente la valence, F la constante de Faraday, R la constante universelle des gaz, T la température en Kelvin, x la distance de l'électrode et la longueur de Debyes K^{-1} :

$$K^{-1} = \left(\frac{\varepsilon\varepsilon_0 RT}{2000F^2 I}\right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{Eq5}$$

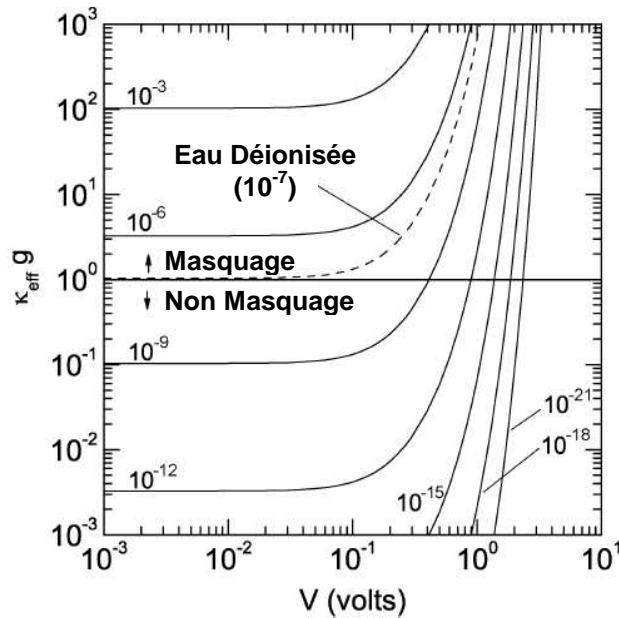


Figure 3 : Paramètre d'écrantage $K_{eff} \times g$ en fonction du potentiel V pour différentes valeurs de la concentration ionique (en mol.l^{-1}) dans la solution. Ces courbes sont issues de la modélisation de Gouy-Chapman [11] pour $\varepsilon = 80$, $z = 1$, $T = 298K$ et $g = 1\mu\text{m}$.

La longueur effective de cet écrantage, K_{eff}^{-1} , peut être déduite des deux équations précédentes, en

posant $x = K_{eff}^{-1}$ et $\phi = \frac{V}{e}$ [11] :

$$K_{eff}^{-1} = K^{-1} \ln \left[\frac{\tanh\left(\frac{zFV}{4RT}\right)}{\tanh\left(\frac{zFV}{4eRT}\right)} \right] \quad \text{Eq6}$$

Le potentiel des électrodes va être masqué si la longueur effective de l'écrantage, K_{eff}^{-1} , est prépondérante devant la distance entre les deux électrodes, g . En d'autre terme si $K_{eff} \times g \gg 1$. La Figure 3 représente l'évolution de $K_{eff} \times g$ en fonction de V pour différentes valeurs de concentration ionique I [11]. Ainsi, pour une tension de 1V (tension d'actionnement typique pour des applications microsystèmes), l'épaisseur de la couche diélectrique est suffisamment faible pour permettre l'actionnement si $I < 10^{-15} \text{ mol.l}^{-1}$. Sachant que la concentration ionique de l'eau déionisé est de l'ordre de $10^{-7} \text{ mol.l}^{-1}$, très peu de solutions vont être de bonnes candidates à l'actionnement.

Cependant l'utilisation des signaux à haute fréquence va permettre d'éviter le masquage du potentiel des électrodes, et ainsi permettre l'actionnement dans des solutions ionisées [10] [11].

1.1.3 Applications aux microsystèmes

L'unique référence concernant l'actionnement électrostatique contrôlé en tension en environnement liquide est le travail de Sounart *et al.* [11] sur des peignes interdigités. La Figure 4 présente le dispositif testé. Deux jeux de peignes interdigités permettent d'obtenir un déplacement contrôlable dans le plan, la partie mobile de l'actionneur est soutenue par 4 poutres de maintien. Ce type de structure permet d'obtenir une force électrostatique constante indépendamment de la position de l'actionneur.

Dans le but d'isoler électriquement les parties structurelles de l'environnement liquide, Sounard *et al.* ont réalisé une croissance d'oxyde natif en exposant l'actionneur à l'air libre pendant plusieurs semaines. La structure a ensuite été mise dans un boîtier pour prendre les connections électriques et servir de réservoir au liquide. Les tests ont été effectués dans des solutions de conductivités et de permittivité différentes. Plus la permittivité de la solution est élevée et plus le déplacement du peigne est important à tension fixée.

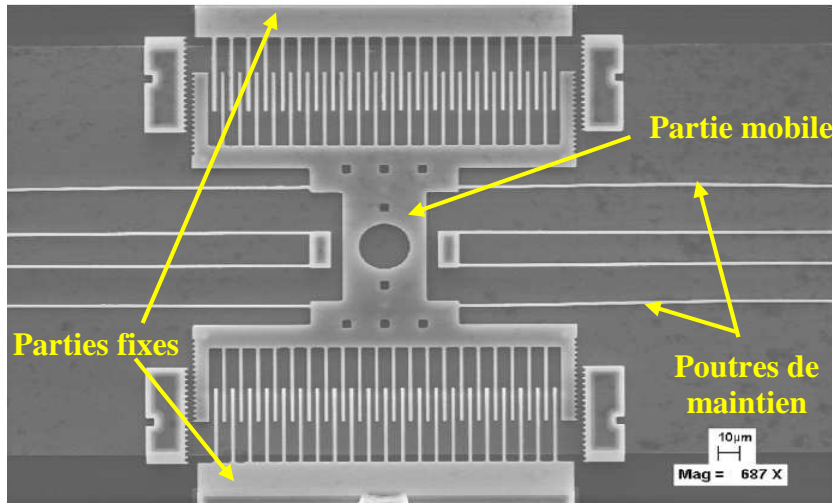


Figure 4 : Image MEB d'un résonateur à peignes interdigités utilisé par Sounart et al [11] pour évaluer l'actionnement électrostatique dans des liquides conducteurs. Les parties structurelles sont isolées par une croissance d'oxyde.

L'écrantage du potentiel d'actionnement a été évité en remplaçant la tension continue d'alimentation par un signal alternatif à haute fréquence f , l'objectif étant d'imposer un temps d'actionnement supérieur à celui de la migration des ions dans la solution. Ainsi les ions n'ont pas le temps de se déplacer pour atteindre leur équilibre et ainsi masquer le potentiel de l'électrode en formant un écran. La fréquence de transition qui permet de passer d'un écrantage des électrodes à un retour de l'actionnement dépend du temps dont disposent les ions pour migrer dans une direction, $t_a \sim 1/(2f)$ [11]. Si le temps t_s nécessaire à la migration des ions est supérieur à t_a alors les ions se déplacent plus vite que le signal de commande et le potentiel est écranté. Sounart *et al.* ont évalué ce temps de migration comme étant [11] :

$$t_s \sim \frac{\epsilon_{ox} \epsilon_0}{\sigma} \times \frac{g}{2b} \quad \text{Eq7}$$

Avec ϵ_{ox} la permittivité relative de la couche diélectrique, ϵ_0 la permittivité du vide, σ la conductivité de la solution et b l'épaisseur de la couche diélectrique. Ces différents paramètres sont schématiquement représentés à la Figure 5.

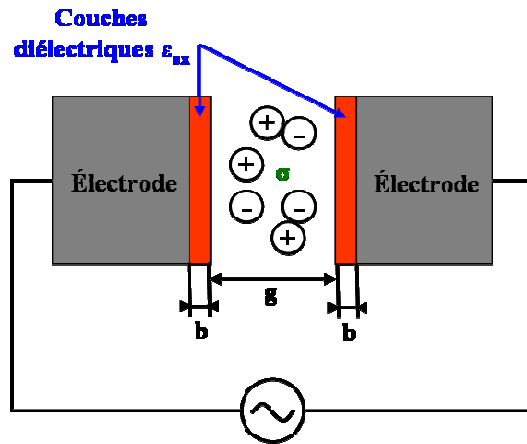


Figure 5 : Schéma représentant les paramètres de l'actionnement en milieu liquide.

Ainsi pour permettre aux ions de ne pas migrer dans la solution il faut que, $t_a \leq t_s$. Le cas limite qui donne la fréquence critique d'actionnement, f_c , est $t_a = t_s$, d'où :

$$f_c = \frac{\sigma \times b}{\epsilon_{ox} \epsilon_0 g} \quad \text{Eq8}$$

Pour éviter le phénomène d'écrantage des électrodes par les ions présents dans la solution, une tension alternative à haute fréquence permet d'éviter l'accumulation des charges au niveau des électrodes. Ainsi, les fréquences critiques d'actionnement ont été mises en évidence en fonction de la conductivité du liquide et des structures considérés. La Figure 6 représente l'évolution de la fréquence critique d'actionnement en fonction de la conductivité et de la concentration molaire de la solution. Ainsi pour permettre l'actionnement dans de l'eau de conductivité $5\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ la fréquence d'actionnement ne doit pas être inférieure à 1MHz.

Cependant, cette fréquence critique d'actionnement peut être une contrainte dans le cas d'un actionnement en mode dynamique. En effet, pour pouvoir observer la fréquence de résonance mécanique de la structure, $f_{rés}$, la condition suivante doit être respectée :

$$f_c \ll f_{rés} \quad \text{Eq9}$$

Ainsi, d'après l'expression de f_c précédemment calculée, le dimensionnement de la couche diélectrique isolante, ϵ_{ox} et b , ainsi que la distance entre les électrodes g doivent être choisis pour satisfaire $f_c \ll f_{rés}$.

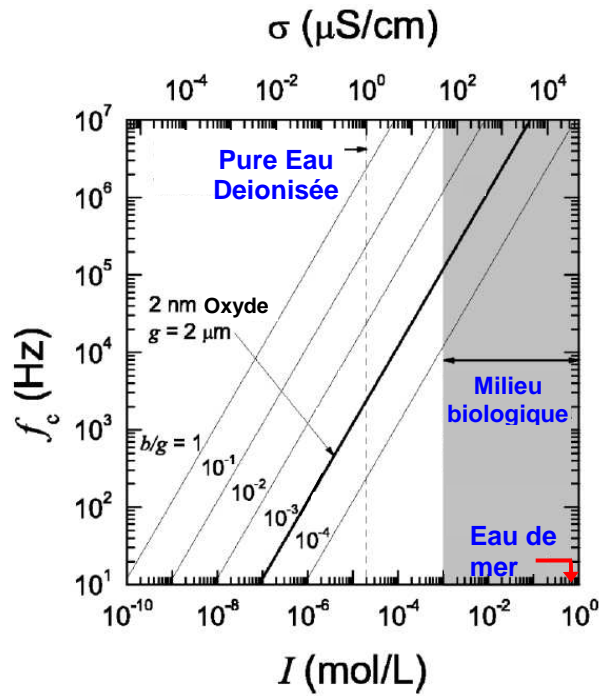


Figure 6 : Fréquence d'actionnement critique théorique en fonction de la conductivité et de la concentration ionique de la solution pour différentes valeur de b/g (b étant l'épaisseur de la couche diélectrique et g la distance entre les deux électrodes), issue de [11].

Une autre alternative consiste à utiliser un actionnement en modulation d'amplitude de la forme :

$$V = V_0 \cos(2\pi \times f_1 t) \cos(2\pi \times f t) \quad \text{Eq10}$$

Où V_0 est l'amplitude de vibration, f_1 la fréquence appliquée en milieu liquide et f le signal haute fréquence permettant de se prémunir de l'écrantage du potentiel des électrodes ($f \geq f_c$).

Pour conclure cet état de l'art, l'actionnement électrostatique en solution conductrice est possible sans effet d'électrolyse et d'écrantage du potentiel sous deux conditions :

- Travailler avec des tensions alternatives à des fréquences f telles que $f \geq f_c$.
- Travailler à des tensions inférieures à la tension d'électrolyse de la solution (1,8V dans le cas de l'eau) ou isoler par une couche diélectrique les parties conductrices.

La suite de cette étude va se consacrer à la fabrication et à la caractérisation d'actionneurs piézoélectriques et électrostatiques en milieu liquide.

1.2. Actionnement piézoélectrique

L'actionnement piézoélectrique est basé sur la propriété d'allongement ou de rétrécissement¹ du film piézoélectrique lors de l'application d'une tension électrique. C'est l'effet piézoélectrique inverse, mis en évidence en 1881 par Lipman et vérifié expérimentalement par Pierre et Jacques Curie [16]. La Figure 7 présente l'effet piézoélectrique inverse, les deux électrodes sont positionnées de part et d'autre de la couche piézoélectrique. Lorsqu'une différence de potentiel est appliquée, le film piézoélectrique s'étend produisant un allongement en mode « épaisseur » de la couche.

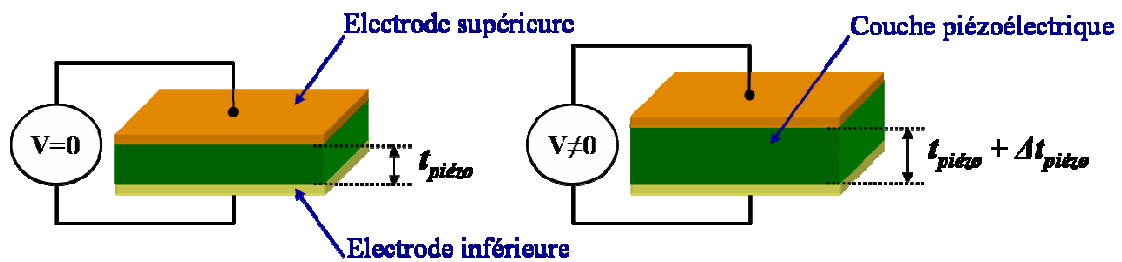


Figure 7 : Représentation de l'effet piézoélectrique inverse.

Lorsque l'actionnement piézoélectrique est placé sur une poutre encastée-libre, la différence de potentiel sinusoïdale appliquée va entraîner une vibration en volume de la couche piézoélectrique (la position horizontale des électrodes favorise la déformation en épaisseur). Cette déformation engendre un moment de flexion qui occasionne une déflexion du levier.

Le matériau piézoélectrique utilisé pour la fabrication est du Titano-Zirconate de Plomb (PZT) de formule complète $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,54}, \text{Ti}_{0,46})\text{O}_3$. Ce matériau a été développé en couche mince par technique de pulvérisation cathodique dans l'équipe MIMM² dirigée par D. Remiens.

1.2.1 Présentation des dispositifs

Différentes dimensions de leviers actionnés piézoélectriquement ont été fabriqués par technique de micro-usinage de surface et de volume.

¹ Suivant la position et la géométrie des électrodes, l'actionnement peut être en mode de volume, de cisaillement, en épaisseur...

² Matériaux et Intégration en Microélectronique et Microsystèmes (IEMN).

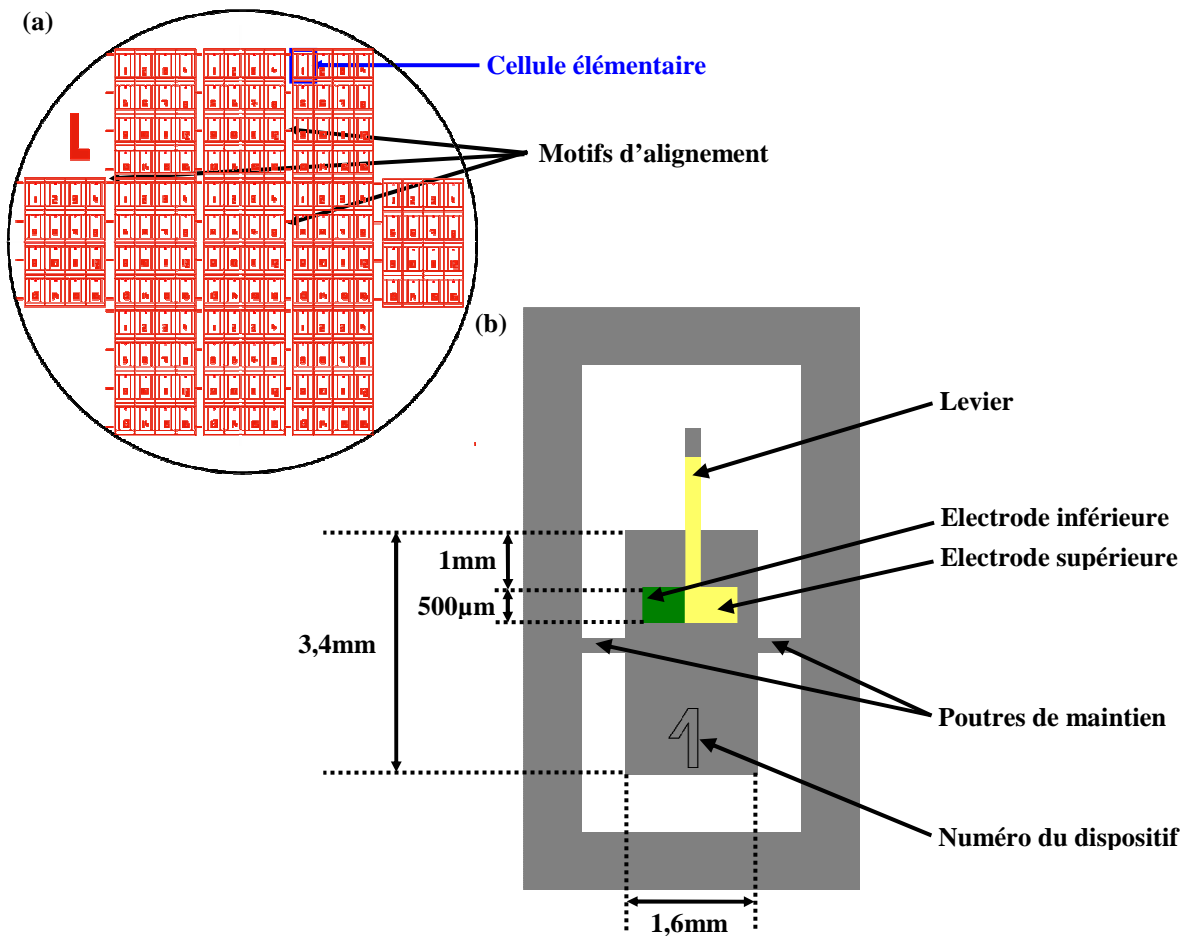


Figure 8 : (a) Disposition des cellules élémentaires sur le substrat 3pouces. (b) Schéma en vue de dessus d'une cellule élémentaire.

La Figure 8 présente la disposition des cellules élémentaires sur le substrat 3pouces. Chaque cellule élémentaire est composée du levier à actionnement piézoélectrique ancré sur la partie massive du substrat. Les dimensions du support massif ($1,6 \times 3,4 \text{mm}^2$) sont compatibles avec celles des supports traditionnellement utilisés en Microscopie à Force Atomique (AFM). Chaque dispositif est numéroté suivant les dimensions du levier. Des poutres de maintien permettent un clivage des dispositifs après la fabrication. Au total 176 leviers sont fabriqués sur un substrat 3pouces.

Le Tableau 1 regroupe les dimensions, la raideur ainsi que la fréquence de résonance et le coefficient de qualité théoriques dans l'air et dans l'eau des leviers fabriqués.

Dimensions		Raideur	Actionnement dans l'air		Actionnement dans l'eau	
L (μm)	w (μm)	k (N.m^{-1})	f_{air} (kHz)	Q_{air}	f_{eau} (kHz)	Q_{eau}
200	20	0,80	31,98	78,07	11,73	2,36
200	15	0,60	31,99	70,70	12,49	2,07
200	10	0,40	32,01	59,51	13,35	1,73
150	20	1,90	56,92	112,6	22,24	2,96
150	15	1,42	56,94	103,7	23,91	2,58
150	10	0,95	56,97	89,80	25,98	2,16
100	15	4,81	128,2	173,2	58,15	3,59
100	10	3,21	128,3	155,2	64,23	2,99
100	5	1,60	128,4	118,4	72,64	2,25
50	15	38,5	513,6	390,1	252,3	6,56
50	10	25,7	513,9	366,0	283,7	5,42
50	5	12,8	514,2	309,1	330,9	4,10
30	15	178	1 427	676,8	724,7	10,4
30	10	118	1 428	649,9	821,0	8,62
15	8	761	5 716	1 118	3 610	15,0
15	5	475	5 717	1 077	4 047	12,5
15	3	285	5 718	1 011	4 445	10,6
10	5	1 606	12 866	949,1	9 232	18,3
10	3	963	12 869	925,4	10 165	15,6

Tableau 1 : Dimensions et raideurs des leviers fabriqués par technique de micro-usinage de surface et de volume. Fréquence de résonance et coefficient de qualité théoriques dans l'air et dans l'eau.

Les calculs théoriques sont issus de la modélisation analytique précisément détaillée dans le second chapitre de ce manuscrit. Ils tiennent compte des effets hydrodynamiques du milieu d'actionnement (viscosité, masse ajoutée), de la nature des différents matériaux constituant le levier (module d'Young, densité volumique), ainsi que des pertes mécaniques (ancrage et thermoélastique³).

1.2.2 Procédé de fabrication

Les étapes de réalisation technologiques des dispositifs sont décrites ci-dessous et précisément détaillées en annexe du document.

³ Les effets thermoélastiques sont négligeables lors de l'actionnement dans l'air ou en milieu liquide. Cependant si l'actionnement a lieu sous vide, même primaire (comme c'est le cas lors des caractérisations AFM), ils deviennent non négligeables.

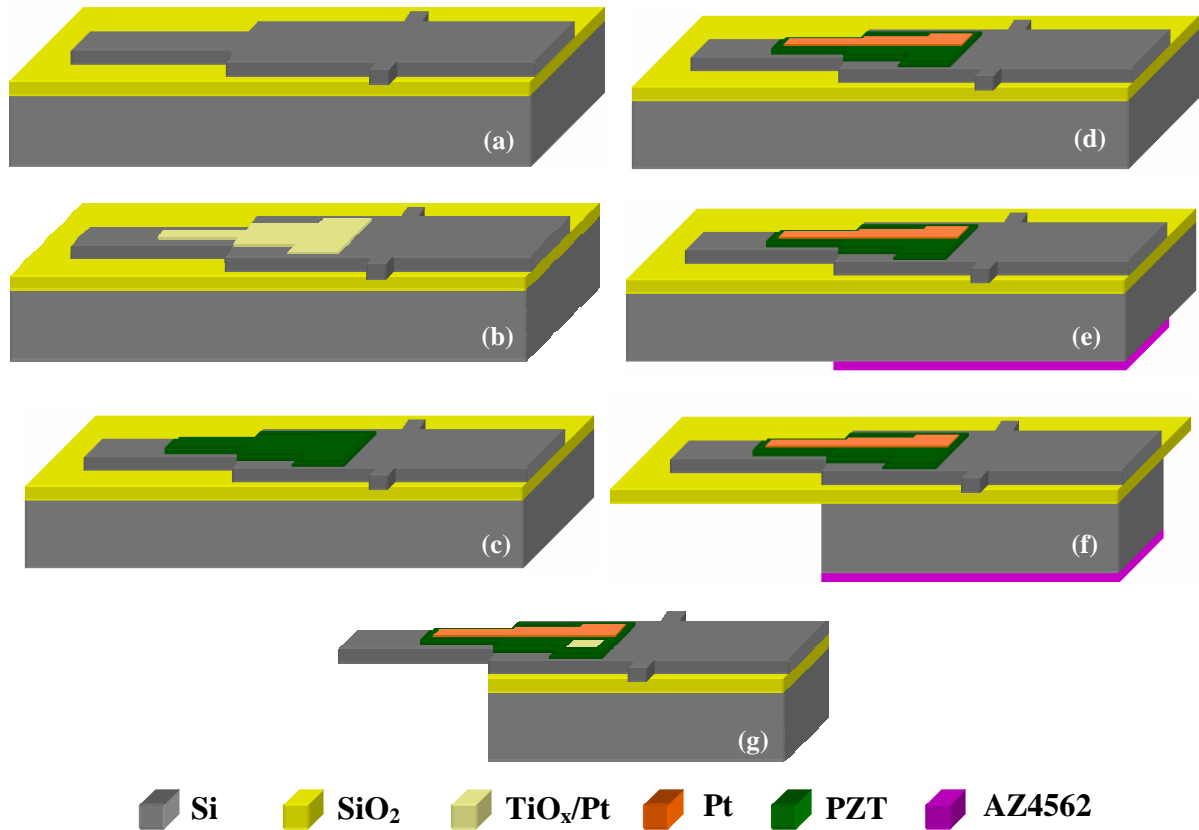


Figure 9 : Schéma descriptif du procédé de fabrication. (a) Structuration du levier, du support et des poutres de maintien. (b) Dépôt de l'électrode inférieure. (c) Dépôt de la couche piézoélectrique. (d) Dépôt de l'électrode supérieure. (e) Lithographie en face arrière. (f) Usinage de volume. (g) Libération du levier.

Le procédé de fabrication présenté schématiquement à la Figure 9 est réalisé à l'aide des techniques de micro-usinage de surface et de volume, il nécessite 5 niveaux de masques.

Deux voies technologiques ont été étudiées l'une a été réalisée sur substrat SOI⁴ commercial monocristallin et l'autre sur substrat SOI polycristallin dont les couches d'oxyde et de silicium polycristallin sont déposées par LPCVD⁵. Les caractéristiques des deux types de substrat sont présentées dans le Tableau 2.

⁴ Silicon On Insulator.

⁵ Le silicium polycristallin est dopé par diffusion de PSG-LTO. Un recuit à haute température permet de relaxer les contraintes intrinsèques du silicium polycristallin.

Substrat		SOI monocristallin	SOI polycristallin
Orientation		(100)	(100)
Silicium massif	Epaisseur	400 μm	360 μm
	Dopage ⁶	P	N
	Résistivité	5 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$	10 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$
Oxyde sacrificiel	Epaisseur	500nm	2 μm
Silicium structurel	Epaisseur	5,5 μm	2 μm
	Dopage	N	N
	Résistivité	5 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$	0,02 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$

Tableau 2 : Caractéristiques des substrats 3pouces utilisés.

Tout d'abord le substrat est nettoyé par attaque chimique pour s'assurer de l'absence de pollutions organiques et retirer l'oxyde natif du silicium.

La deuxième étape correspond à la structuration du levier, de son support (adapté à l'AFM) et de ses poutres de maintien, une vue schématique de cette étape est présentée à la Figure 9-(a). Le levier est ainsi transféré par photolithographie optique et gravure ionique réactive SF₆ dans le silicium structurel du substrat SOI.

La première étape de l'intégration de l'actionnement piézoélectrique sur le levier correspond à l'électrode inférieure. Elle est ici constituée de TiO_x/Pt déposé par pulvérisation cathodique à température ambiante (lors du bombardement la température peut atteindre 200°C) sur une épaisseur de 100nm (le TiO_x d'épaisseur 10nm est utilisé comme couche d'accroche du Pt sur le Si) [17] [18] [19]. L'électrode est ensuite structurée sur le levier par technique de *lift-off*⁷ [20]. Un recuit permet la diffusion, l'adhérence et la stabilisation de l'électrode inférieure. Cette température de recuit doit être supérieure à la température de cristallisation du PZT (dans notre cas elle est égale à 625°C), le recuit s'effectue donc à 650°C pendant 1h (sous air)⁸. Après le recuit, la platine possède une orientation cristalline dans la direction (111). On dispose alors d'une électrode qui n'évoluera pas pendant les

⁶ Le type de dopage du substrat est juste donné à titre indicatif. Il n'influe pas sur nos dispositifs car le silicium massif n'est pas utilisé pour ses propriétés conductrices mais pour permettre l'encastrement du levier et la connexion de l'alimentation en tension. De plus les caractéristiques d'usinage par plasma fluoré sont identiques pour les substrats en silicium dopé P et N.

⁷ Le *lift-off* est une technique de structuration utilisée dans le cas où les matériaux (généralement les métaux) sont difficiles à graver par procédé chimique ou physique (par exemple pour contrôler la vitesse de gravure). Un masque de résine est alors ouvert sur les parties à structurer, puis la couche métallique est déposée sur toute la surface de l'échantillon. La résine est ensuite dissoute dans une solution chimique laissant derrière elle les motifs métalliques recherchés.

⁸ Le recuit permet d'améliorer l'orientation cristalline du platine dans la direction (111).

dernières étapes de réalisation de l'actionnement piézoélectrique. La Figure 9-(b) présente la position de l'électrode inférieure sur le levier et son support.

La couche piézoélectrique est déposée par pulvérisation cathodique à température ambiante et est structurée par *lift-off* avec de la résine⁹ tenant à la température de dépôt du PZT sur le levier (typiquement le PZT est déposé par pulvérisation et la température peut atteindre 200°C durant le bombardement ionique). Le PZT est ensuite recuit à 625°C durant 30min (sous air) pour en assurer la cristallisation suivant une orientation cristalline préférentielle identique à celle imposé par la couche inférieure de platine (111) [21] [22] [23]. Le PZT recouvre complètement l'électrode inférieure comme le montre la représentation schématique de la Figure 9-(c). Le PZT étant un matériau diélectrique (permittivité relative de l'ordre de 800@10kHz [23]) il va permettre d'isoler électriquement l'électrode inférieure de l'électrode supérieure. Deux épaisseurs différentes de PZT ont été déposées sur chaque type de substrat SOI, ces données sont récapitulées au Tableau 3. L'avantage de travailler avec des couches de PZT de faibles épaisseurs est la durée du dépôt qui est considérablement réduite (de l'ordre de 8h pour 600nm contre 4h30 pour 350nm). Ces deux épaisseurs sont typiquement utilisées pour l'actionnement piézoélectrique de leviers [24].

Levier	t_{Si} en μm	$t_{TiOx/Pt}$ en nm	t_{PZT} en nm	t_{Pt} en nm
Levier en silicium monocristallin	1	100	350	100
Levier en silicium polycristallin	2	100	600	100

Tableau 3 : Epaisseur des différentes couches des leviers à actionnement piézoélectrique.

L'électrode supérieure est composée de 100nm de Pt et ne nécessite pas de couche d'accroche du fait de la bonne adhérence du platine sur le PZT. Un *lift-off* permet la structuration de l'électrode dont les dimensions sont inférieures à celle de la couche piézoélectrique et de l'électrode inférieure pour éviter les courts-circuits directs entre les deux électrodes d'actionnement. Le schéma de la Figure 9-(d) permet de voir la position de l'électrode de Pt. Un recuit de contact à 500°C pendant 30min permet d'améliorer l'interface entre le PZT et l'électrode supérieure [20].

Une lithographie optique en face arrière du wafer avec une résine épaisse de 12 μm (en rose sur la Figure 9-(e)) permet d'ouvrir des motifs pour usiner en volume le substrat. Cette étape d'usinage de volume est réalisée en utilisant le procédé de gravure profonde Bosch sur un bâti STS (Surface Technology Systems) [25] [26]. La couche d'oxyde sacrificiel est utilisée comme couche d'arrêt

⁹ La résine utilisée est de la PolyMethylGlutarImide (PMGI) qui peut être utilisée jusqu'à des températures de 250°C.
135 / 296

comme cela est schématiquement représenté à la Figure 9-(f). La Figure 10-(a) est une image optique de la face arrière d'une cellule élémentaire après l'étape de gravure profonde du silicium. La couche d'arrêt en SiO₂ apparaît « gondolée » en raison du gradient de contrainte libéré lors de la gravure.

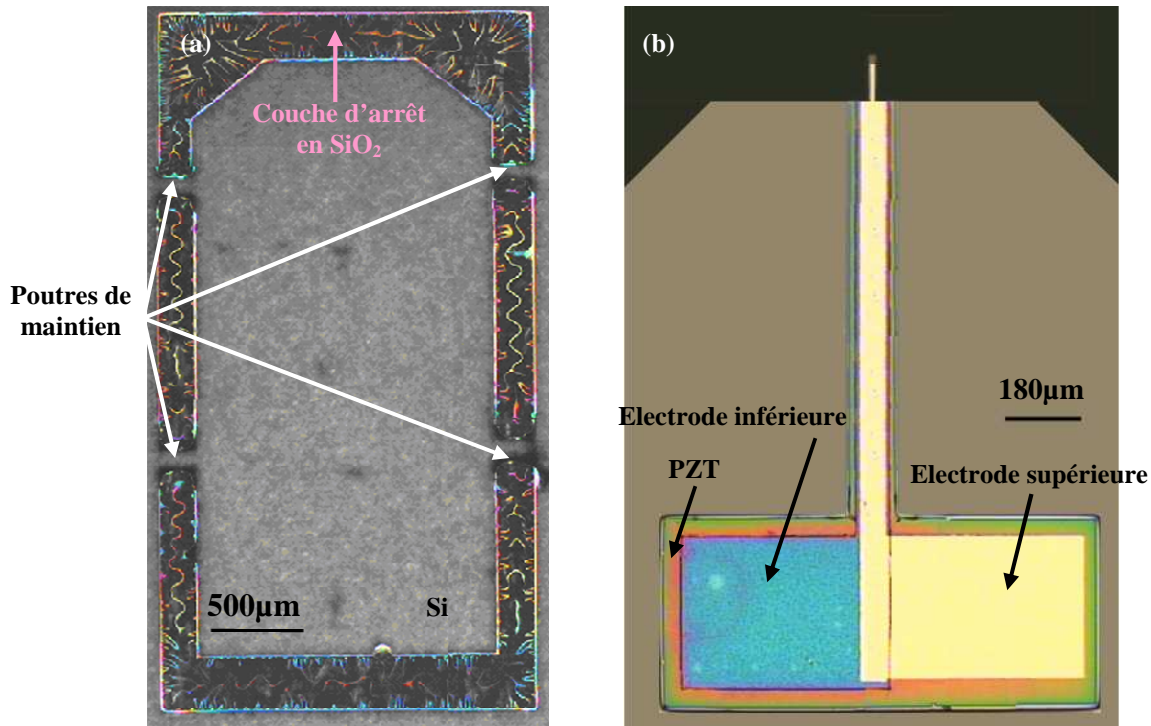


Figure 10 : (a) Image optique de la face arrière après la gravure profonde du silicium, la couche d'arrêt en oxyde est fortement contrainte. (b) Image Optique de la face avant d'un levier piézoélectrique de 100µm de long et 10µm de large réalisé en silicium monocristallin.

La dernière étape de ce procédé de fabrication est la libération des leviers. Comme les électrodes d'actionnement sont constituées de TiO_x/Pt, la libération des leviers ne peut pas s'effectuer par gravure chimique fluorée¹⁰. Le problème a été contourné en gravant, par la face arrière, l'oxyde à l'aide d'un plasma RIE CF₄/CHF₃. La Figure 9-(g) représente l'étape finale du procédé de fabrication où le contact électrique avec l'électrode inférieure est obtenu par l'ouverture locale de la couche de PZT. Une image optique de la face avant de la cellule élémentaire est présentée à la Figure 10-(b).

Une image MEB d'un levier de 50µm de long, et de 15µm de large est présentée à la Figure 11-(a). Le gros plan de la vue de profil du levier sur la Figure 11-(b) permet de voir l'empilement des

¹⁰ L'oxyde de titane se fait graver chimiquement par le HF.

couches d'actionnement. Le levier en silicium monocristallin de $1\mu\text{m}^{11}$ d'épais intègre l'actionnement piézoélectrique composé de 100nm de TiO_x/Pt pour l'électrode inférieure, de 350nm de PZT, et de 100nm de Pt pour l'électrode supérieure.

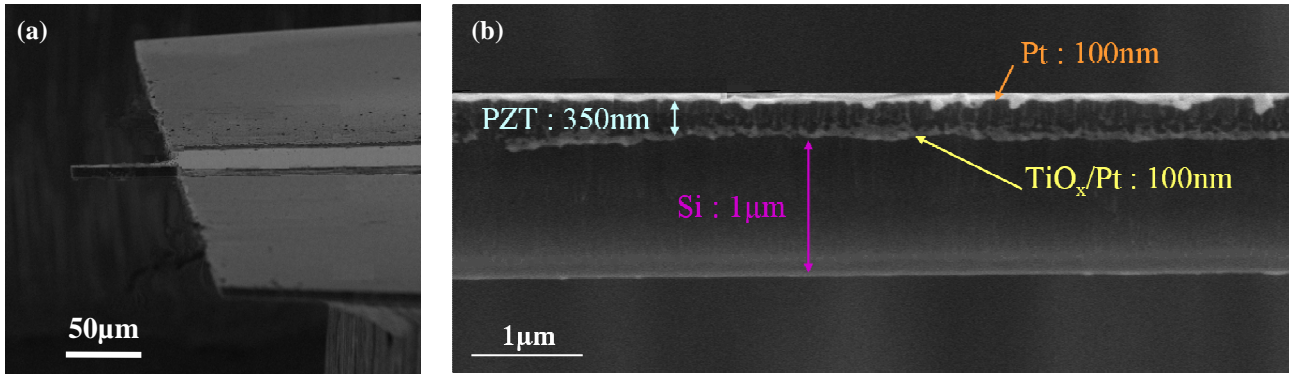


Figure 11 : (a) Image MEB d'un levier de $50\mu\text{m}$ de long, $15\mu\text{m}$ de large réalisé sur silicium polycristallin. (b) Image MEB, en vue de profil, de l'empilement des couches d'actionnement sur le levier.

1.2.3 Caractérisations

Cette partie est consacrée aux caractérisations mécaniques et électriques des leviers piézoélectriques fabriqués. Tout d'abord chaque dispositif est clivé du substrat 3pouces le supportant.

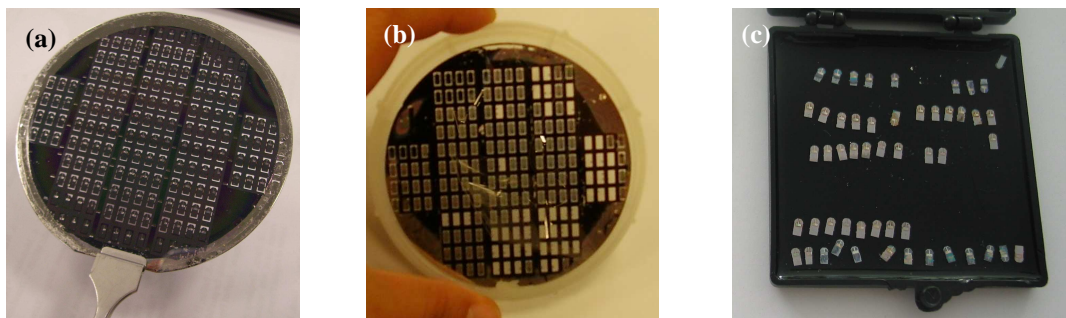


Figure 12 : (a) Image optique du substrat 3pouces après libération des leviers. (b) Image optique du substrat après la découpe de quelques dispositifs. (c) Image optique des dispositifs découpés.

La Figure 12-(a) présente l'état du substrat à la fin du procédé de fabrication. À la Figure 12-(b) et (c) des dispositifs ont été clivés en appliquant une légère pression aux niveaux des poutres de maintien.

¹¹ L'épaisseur de silicium structurel est de $5,5\mu\text{m}$ car une pointe est réalisée à l'extrémité du levier pour permettre l'imagerie AFM. Les détails relatifs à la fabrication de la pointe et aux caractérisations AFM sont étudiés au quatrième chapitre.

Chaque dispositif peut maintenant être caractérisé, dans l'air et dans l'eau, et comparé à la modélisation théorique décrite dans le second chapitre de ce manuscrit. Les paramètres des matériaux utilisés dans les applications numériques sont ceux donnés dans le Tableau 4.

Matériaux	Mode de dépôt	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Module d'Young (GPa)	Permittivité relative
Silicium monocristallin	SOI	2330	170	--
Silicium polycristallin	LPCVD	2330	160	--
PZT	Pulvérisation	7400	93 [28]	600@1MHz [21] [22]
Platine	Pulvérisation	21400	168 [29]	--

Tableau 4 : Paramètres des matériaux utilisés dans l'actionnement piézoélectrique d'un levier en silicium.

Les premières caractérisations ont pour but de déterminer le niveau de contrainte intrinsèque induit par l'empilement des couches de l'actionnement piézoélectrique. Puis l'actionnement piézoélectrique sera caractérisé électriquement par vibrométrie laser et les courbes de résonance seront détaillées pour extraire les paramètres de vibration du levier.

1.2.3.1 Détermination de la contrainte

Lors du dépôt d'un matériau, quel que soit le procédé technologique utilisé, on peut observer l'existence de contraintes dans ce matériau, c'est-à-dire une force en tout point du matériau, ayant tendance à l'étendre ou à le comprimer. Ces contraintes sont appelées contraintes résiduelles des matériaux. On parle de matériau en compression lorsque le matériau est comprimé au dépôt, et à tendance à s'étendre une fois déposé, et de matériau en tension dans le cas inverse [33]. Les contraintes sont notées σ avec un signe positif pour une contrainte en tension.

1.2.3.1.1 Position de la fibre neutre

Lorsqu'on dépose des matériaux de contraintes résiduelles différentes, on observe une déformation de l'ensemble due aux contraintes intrinsèques de chaque couche prise séparément. Cette déformation entraîne une flexion spontanée du levier après sa libération. Dans cette flexion, comme cela est présenté à la Figure 13, il apparaît que la partie située à l'intérieur de la courbure est comprimée, et que la partie située la plus à l'extérieur est tendue. Il existe donc un chemin, appelée fibre neutre, parcourant la poutre tel qu'on n'y observe ni tension ni compression. La position de

cette fibre neutre permet de calculer la contrainte associée à la flexion (ou flèche) spontanée du levier [32].

Dans le cas de l'actionnement piézoélectrique, quatre couches sont empilées : le silicium du levier, le PZT et ses deux électrodes d'actionnement. Chaque couche possède une épaisseur et un module d'Young différent. La méthodologie utilisée pour calculer la flèche spontanée du levier en fonction des contraintes intrinsèques de chaque couche est décrite dans l'organigramme de la Figure 14-(a). Tout d'abord une couche de référence est choisie, dans notre cas le silicium, puis les autres couches sont assimilées à une couche du même matériau que le matériau de référence, mais dont la largeur est proportionnelle au rapport des modules d'Young des matériaux [33].

Une représentation schématique des largeurs équivalentes des couches empilées sur le levier est présentée à la Figure 14-(b). Ainsi nous avons une structure non composite à section rectangulaire variable. Les épaisseurs des différentes couches restent elles inchangées, comme cela est schématiquement représentée à la Figure 14-(c). Dès lors on peut aisément calculer la position \bar{S} de la fibre neutre sur l'axe O_z en fonction de la position de la fibre neutre de chaque couche z_i .

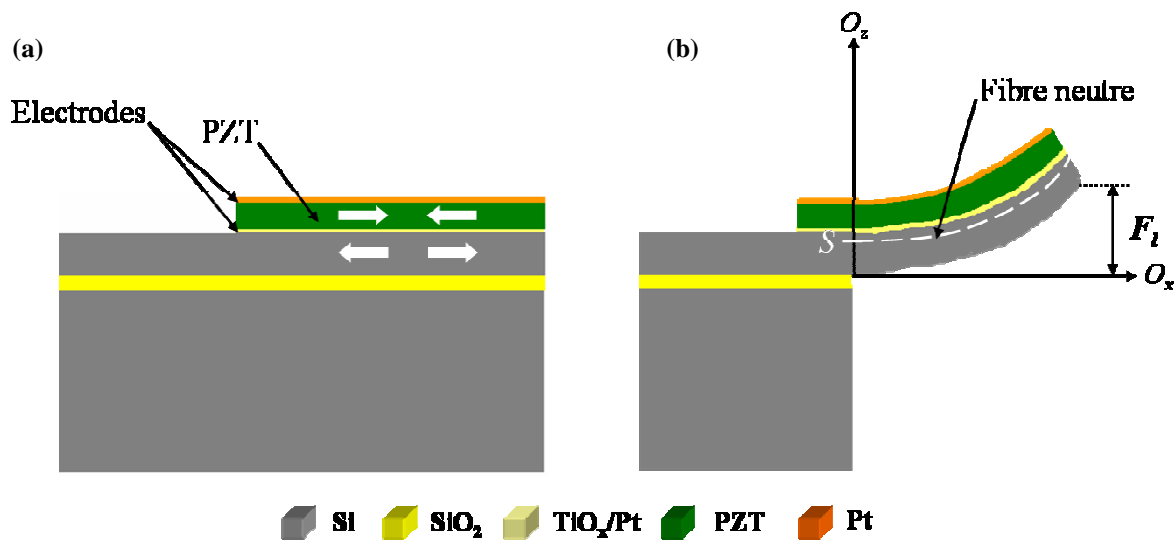


Figure 13 : (a) Empilement des couches et état des contraintes avant la libération du levier. (b) Une fois le levier libéré les contraintes se relâchent provoquant la flexion du levier.

La position de la fibre neutre sur l'axe O_z permet de déterminer le moment quadratique I du levier. Pour établir un modèle de flexion, la contrainte résiduelle de chaque matériau est exprimée par un

couple induit au levier. La contribution au couple de chaque couche, M_i^{12} , est ainsi déterminée pour permettre le calcul du couple total, M .

La flèche spontanée, F_l , du levier s'exprime alors en fonction du couple appliqué au levier induit par les contraintes de chaque couche σ_i , du moment quadrique et de la longueur du levier, ainsi que du module d'Young du matériau de référence (le silicium dans notre cas) [33] :

$$F_l = \frac{ML^2}{2E_{Si}I} \quad \text{Eq11}$$

Expérimentalement il est facile de mesurer la flèche spontanée du levier après sa libération en utilisant un microscope interférométrique. Les inconnus du problème sont alors les contraintes résiduelles, σ_i , de chaque couche prise séparément.

Deux types de matériau ont été utilisés pour fabriquer le levier, le silicium monocristallin (SOI commercial) et le silicium polycristallin (SOI fabriqué dans notre laboratoire). Nous disposons donc de deux équations de flèche spontanée du levier et de 4 inconnus correspondant aux contraintes du PZT, du Pt (pour les électrodes), du Si monocristallin et du Si polycristallin.

Le silicium polycristallin est couramment utilisé dans notre laboratoire comme matériau structurel. Le procédé de dépôt par LPCVD a été optimisé pour relaxer les contraintes mécaniques des couches déposées. Ainsi Arscott *et al.* ont réalisé des micro-plumes d'électro-nébulisation en silicium polycristallin de 800 μ m de long et de 5 μ m d'épais sans observer aucun gradient de contraintes dans le dispositif [30]. La contrainte initiale, quand à elle, de type compressive a été évaluée à -20MPa \pm 10% [31].

La contrainte résiduelle du silicium monocristallin dépend fortement des traitements thermiques effectués durant le procédé de fabrication. La suite de ce paragraphe va permettre de déterminer la contrainte initiale et le gradient de contrainte du silicium monocristallin.

¹² $i \in [0,1,2,3]$ et désigne les quatre couches de l'actionnement piézoélectrique. La couche 0 correspond au silicium constituant le levier, les couches 1 et 3 représentent les électrodes d'actionnement et la couche 2 correspond au matériau piézoélectrique.

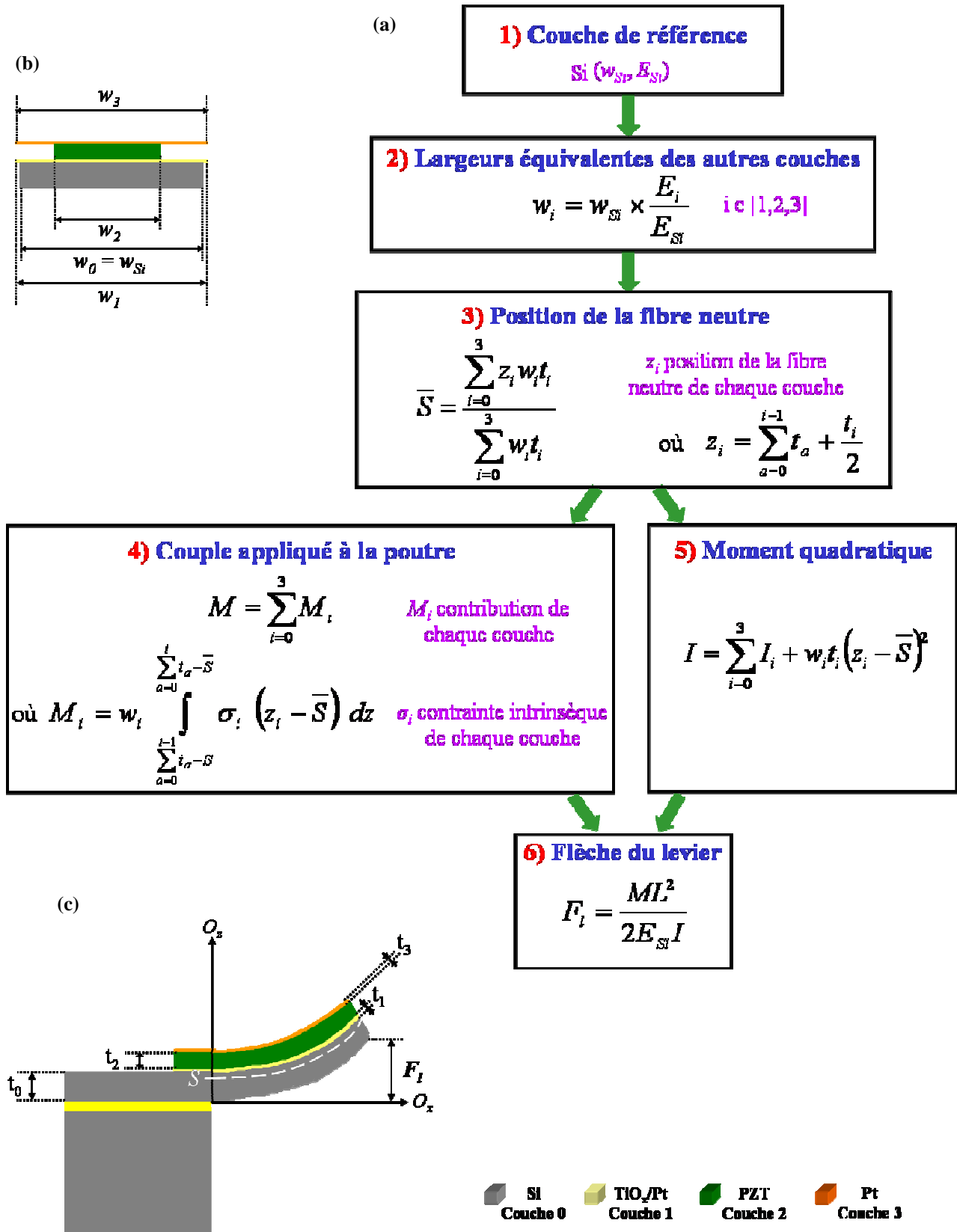


Figure 14 : (a) Organigramme présentant la méthodologie de calcul de la flèche spontanée du levier en fonction des contraintes résiduelles de chaque couche de l'actionnement piézoélectrique. (b) Schéma descriptif des largeurs équivalentes. (c) Schéma descriptif du levier.

1.2.3.1.2 Contrainte du silicium monocristallin

Pour effectuer cette analyse, des dispositifs uniquement composés de silicium monocristallin doivent être utilisés. Nous disposons de leviers qui ont été fabriqués sur les mêmes substrats SOI que les leviers piézoélectriques avec les mêmes étapes de gravure et de recuit. Ainsi, en utilisant les travaux menés par Lida *et al.* nous allons pouvoir évaluer la contrainte initiale en compression du silicium monocristallin ayant subi des recuits à haute température [27]. Dans notre cas (10h à 1100°C¹³) cette contrainte en compression, $\sigma_{0-Si-mono}$, a été évaluée à -160MPa à $\pm 10\%$. Il reste donc à déterminer le gradient de contrainte s'exerçant sur le levier en silicium monocristallin. Pour cela des analyses au microscope interférométrique (*Zoomsurf 3D* de FogaleNanotech ayant une résolution en hauteur de 0,1nm) ont été réalisées. La Figure 15 présente la déflexion mesurée de différents leviers en silicium monocristallin. La barre d'erreur correspond aux différentes flèches mesurées sur des leviers de mêmes dimensions (en raison de la non uniformité des étapes de gravure lors du procédé de fabrication).

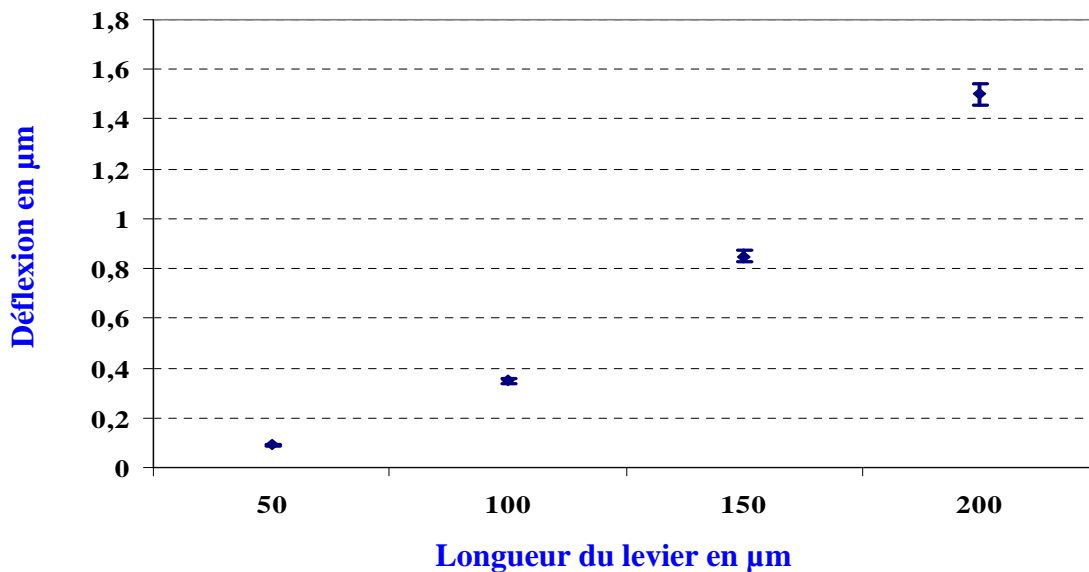


Figure 15 : Déflexion mesurée par interférométrie sur différents leviers en silicium monocristallin.

La formule donnant le gradient de contrainte, σ_g , en fonction de la flèche F_l est donnée par [32] :

$$\sigma_{g-Si-mono} = \frac{E_{Si} t_{Si}}{L^2} \times F_l \quad \text{Eq12}$$

¹³ Cette température correspond à la température nécessaire à l'oxydation thermique sèche permettant d'effiler la pointe présente à l'extrémité du levier en silicium monocristallin et des leviers à actionnement piézoélectrique.

Où L est la longueur du levier, t_{Si} son épaisseur et E_{Si} le module d'Young du silicium monocristallin. Ainsi on obtient un gradient de contrainte de $11\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1} \pm 5\%$.

La contrainte résiduelle du silicium monocristallin se décompose donc en la somme d'une contrainte initiale et d'un gradient de contrainte :

$$\sigma_{Si-mono} = \sigma_{0-Si-mono} + \sigma_{g-Si-mono} \times z \quad \text{Eq13}$$

Cette expression doit être remplacée dans la quatrième étape de l'organigramme de la Figure 14-(a) permettant de calculer le couple appliqué au levier induit par la couche de silicium monocristallin.

Matériaux	Mode de dépôt	Contrainte initiale MPa	Gradient de contrainte $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$
Silicium recuit 10h à 1100°C	SOI	$-160\pm 10\%$ [27]	$11\pm 5\%$
Silicium polycristallin dopé	LPCVD	$-20\pm 10\%$ [31]	0 [30]

Tableau 5 : Paramètres des matériaux utilisés dans l'actionnement piézoélectrique d'un levier en silicium.

Pour le calcul des contraintes résiduelles du PZT et des électrodes en Pt, nous disposons ainsi de deux équations, l'une correspondant au calcul de la flèche spontanée sur les leviers en silicium monocristallin et l'autre sur les leviers en silicium polycristallin. Les valeurs des contraintes du silicium monocristallin et polycristallin utilisées sont présentées dans le Tableau 5. Nous avons à résoudre un système de deux équations dont les deux inconnues sont les contraintes résiduelles du Pt, σ_{0-Pt} et du PZT, σ_{0-PZT} .

1.2.3.1.3 Contrainte du PZT

Les deux types de leviers ont été analysés par microscopie interférométrique (*Zoomsurf 3D* de FogaleNanotech). La Figure 16 présente un exemple d'image interférométrique en trois dimensions obtenue sur un levier en silicium polycristallin de $50\mu\text{m}$ de long et de $15\mu\text{m}$ de large dont les épaisseurs des couches d'actionnement sont celles du Tableau 3. Un profil en hauteur, le long du levier, permet ensuite de mesurer la flèche spontanée du levier. Les flèches spontanées de leviers de

longueurs comprises entre 15 et 200 μm ont été mesurées pour les leviers en silicium monocristallin et polycristallin. Les résultats expérimentaux sont présentés à la Figure 17.

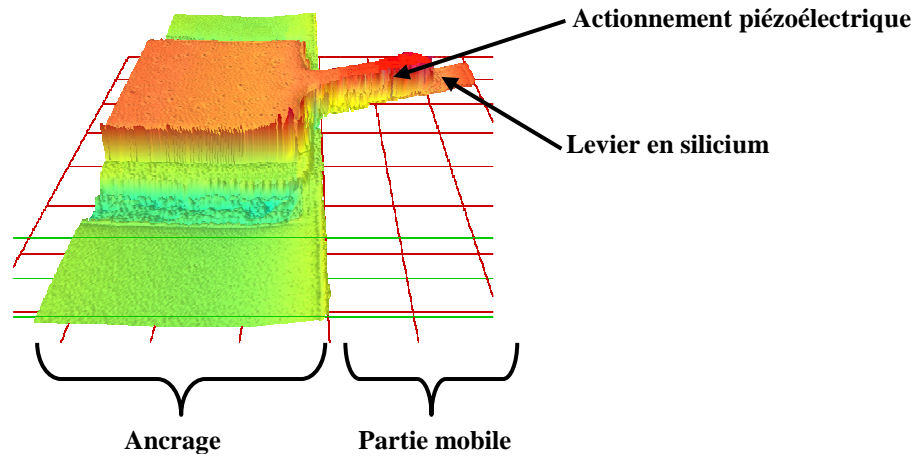


Figure 16 : Image interférométrique 3D d'un levier en silicium polycristallin de 50 μm de long, 15 μm de large et ayant les épaisseurs du Tableau 3. La flèche mesurée en bout de levier est de 600nm.

Ces deux réseaux de courbes permettent de déterminer la contrainte résiduelle du PZT et du Pt constituant les électrodes¹⁴. En effet le modèle analytique de Fang [32] repris par Lagouge [33] et Conseil [34], dont les différentes étapes ont été représentées à la Figure 14, permet de relier la flèche spontanée F_l du levier aux contraintes de chaque couche.

En utilisant les épaisseurs des couches constituant les leviers à actionnement piézoélectrique du Tableau 3, les paramètres des matériaux du Tableau 4 et les contraintes résiduelles du silicium monocristallin et polycristallin du Tableau 5, le PZT possède une contrainte initiale en tension de 300MPa \pm 20% et le Pt de 500MPa \pm 20%. Les valeurs théoriques de flèches spontanées, issues de la modélisation décrite à la Figure 14, sont superposées aux résultats expérimentaux obtenus par microscopie interférométrique. On remarque une bonne concordance pour les longueurs de leviers inférieures à 100 μm . Cependant pour les leviers plus longs l'erreur entre la flèche théorique et expérimentale est beaucoup plus importante, par exemple pour des leviers de 150 μm une erreur de 20% est réalisée. Ceci peut s'expliquer par le fait que le gradient de contrainte du PZT n'a pas été inclus dans la modélisation¹⁵.

La valeur de la contrainte initiale du PZT est en bonne concordance avec les valeurs d'autres groupes

¹⁴ L'électrode inférieure est constituée de 10nm de TiO_x servant de couche d'accroche au 90 nm de Pt (voir paragraphe 1.2.2). Cependant étant donné la faible épaisseur de TiO_x utilisé, l'électrode inférieure est approximée à une couche de 100nm de Pt.

¹⁵ Pour calculer le gradient de contrainte du PZT il aurait fallu fabriquer des leviers uniquement constitués de ce matériau. Le gradient de contrainte du Pt n'a pas non plus été mesuré mais compte tenu de la faible épaisseur des électrodes (100nm) ce gradient est négligeable.

réalisant du PZT par pulvérisation [48]. De même pour le Pt où les valeurs de la littérature sont comprises entre 185 et 955MPa pour des dépôts par pulvérisation cathodique [49] [50].

De plus, il est intéressant de noter que les leviers en silicium monocristallin possèdent une déflexion plus importante que les leviers en silicium polycristallin malgré une épaisseur plus faible des différentes couches (les épaisseurs des différents matériaux sont détaillées dans le Tableau 3). Ce résultat confirme les calculs précédents, récapitulés au Tableau 5, où la contrainte initiale du silicium monocristallin est huit fois supérieure à celle du silicium polycristallin. En effet, dans le cas du silicium polycristallin dopé, un recuit a été effectué pour relaxer les contraintes mécaniques. De plus, dans le cas du silicium monocristallin les traitements à haute température utilisés durant le procédé de fabrication entraînent une augmentation de la contrainte résiduelle du matériau.

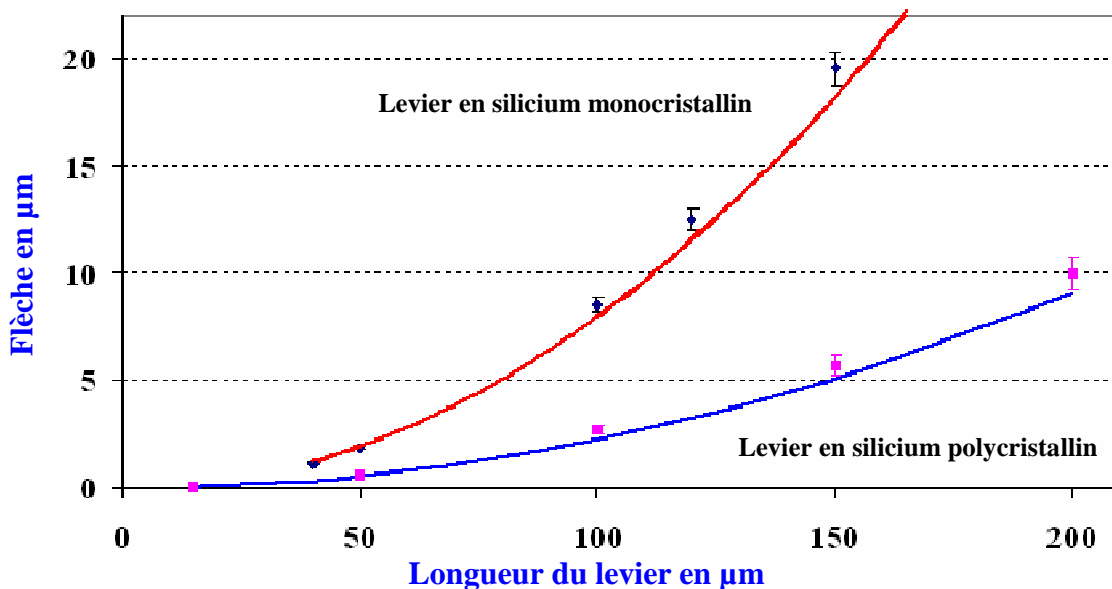


Figure 17 : Mesures interférométriques de la flèche spontanée de leviers à actionnement piézoélectrique en fonction de la longueur du levier. Les leviers ont une largeur identiques de 15µm. Deux cas sont distingués suivant que le levier est fabriqué sur silicium monocristallin ou polycristallin. La modélisation théorique (trait continu) est superposée aux résultats expérimentaux.

La suite de cette étude concerne les études dynamiques du levier à actionnement piézoélectrique. Dans un premier temps, les caractéristiques piézoélectriques du PZT seront étudiées notamment pour extraire les propriétés de transduction du matériau. Puis dans un second temps, les courbes de résonance des leviers seront présentées dans le cas de l'actionnement dans un milieu sec et en milieu liquide.

1.2.3.2 Mesures en dynamique

Les caractérisations expérimentales permettant de mesurer la déflexion dynamique du levier ont été effectuées en utilisant le protocole de mesures mis en œuvre par Herdier *et al.* de l'équipe MIMM-IEMN [35]. Ce dispositif expérimental est composé d'un vibromètre laser à effet Doppler (Polytec OFV512/DFE650) combiné avec un microscope optique Nikon permettant de visualiser les dispositifs sur un écran, comme présenté à la Figure 18. Un analyseur de réseau permet de faire les balayages en fréquence et de délivrer les tensions alternatives et continues nécessaires à l'actionnement. Les connexions électriques entre l'analyseur et le dispositif à caractériser se font par le biais de deux micromanipulateurs (Suss Microtec PH100). La précision de la mesure de la déflexion en amplitude a été évaluée à $\pm 0,2\text{pm}$ [35].

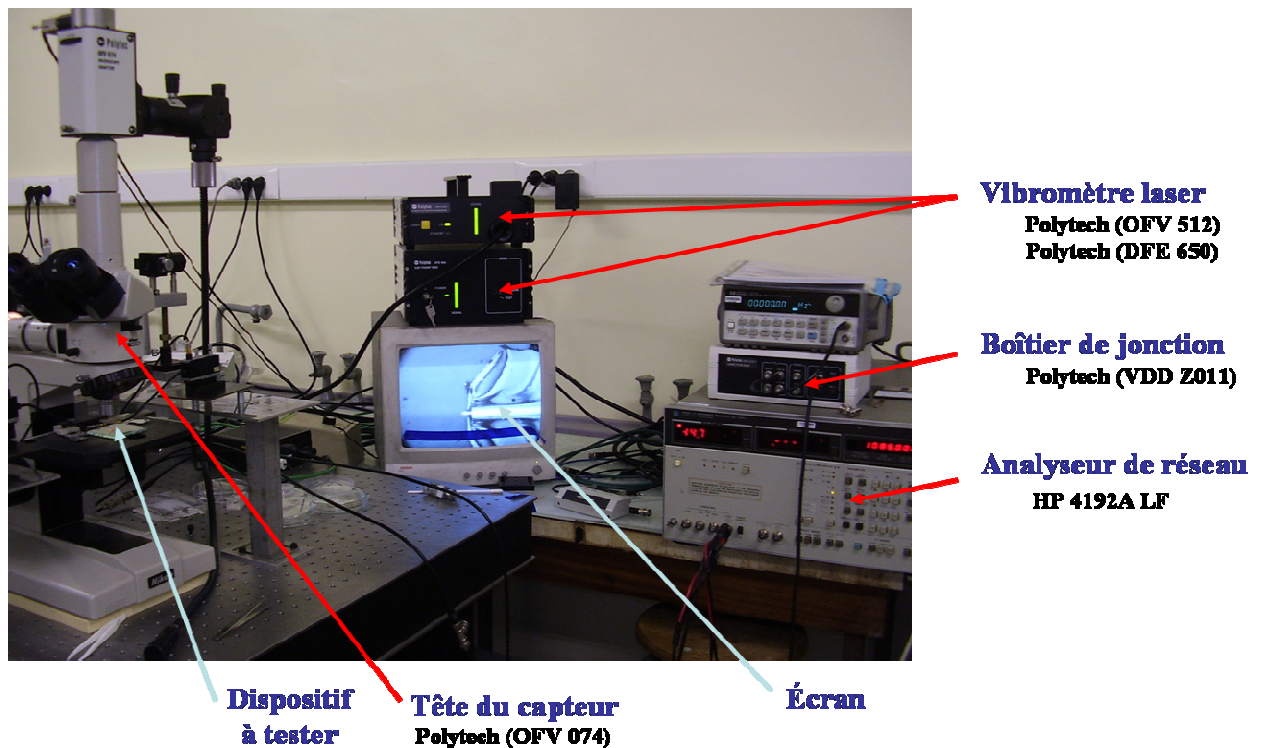


Figure 18 : Dispositif expérimental de caractérisation des leviers actionnés piézoélectriquement.

Une fois le levier libéré il est primordial de déterminer les propriétés piézoélectriques du PZT déposée. Pour cela une première analyse consiste à tracer de manière expérimentale, à l'aide du protocole de mesure précédent, le cycle piézoélectrique du PZT. Puis les propriétés de vibration du levier, dans l'air et dans l'eau, seront extraites des courbes de résonance expérimentales obtenues avec le vibromètre laser.

1.2.3.2.1 Cycle d'hystérésis du PZT

Le cycle piézoélectrique présenté à la Figure 19 a été réalisé sous une tension alternative de $1V_{pp}$ à la fréquence de 11kHz sur une zone non libérée du substrat. Le cycle correspond à la mesure du déplacement en épaisseur de la couche de PZT (épaisse de 350nm) en fonction de la tension continue appliquée.

A la première mise sous tension électrique de la couche de PZT, si aucune tension continue n'est appliquée le coefficient piézoélectrique est nul. Lorsque la tension continue est augmentée, par un incrément unitaire, jusqu'à 8V, le coefficient piézoélectrique varie linéairement en fonction de la tension. De 8 à 15V, le déplacement de la couche de PZT est constant, ce qui se traduit par un palier saturant sur le cycle piézoélectrique. Le coefficient piézoélectrique maximal, d_{max} , est atteint. Il est directement lié à la qualité cristalline du matériau piézoélectrique. Les $80pm.V^{-1}$ permettent aisément d'envisager l'actionnement de leviers de tailles micrométriques comme le montre les travaux menés par d'autres équipes utilisant des films minces [37] [38].

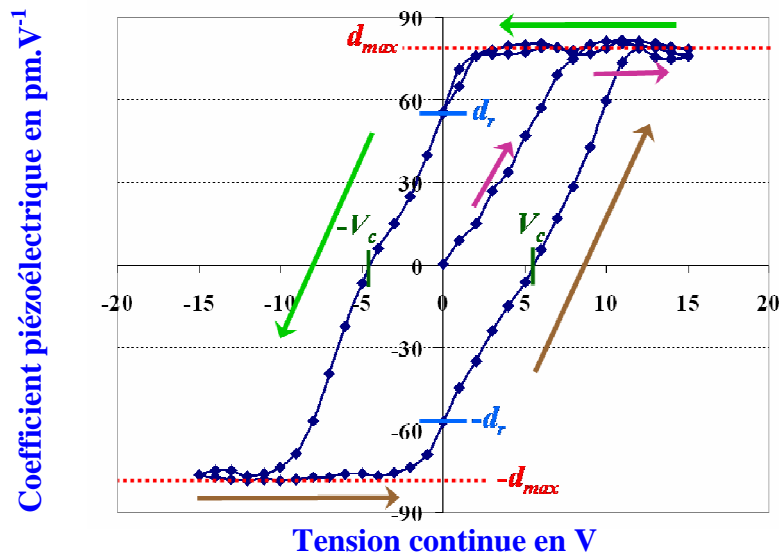


Figure 19 : Cycle d'hystérésis du coefficient piézoélectrique en fonction de la tension continue. Le cycle est réalisé avec une tension alternative de $1V_{pp}$ à 11kHz sur une partie massive du substrat.

Sachant que le champ de claquage du PZT est de l'ordre de $630kV.cm^{-1}$, et que l'épaisseur de PZT est de 350nm, les tensions continues doivent être inférieures à 22V. Par précaution les tensions continues ont été limitées à 15V.

La tension est ensuite diminuée de 15 à -15V. Le coefficient piézoélectrique reste maximal de 15V à 2V puis retrouve un comportement linéaire en fonction de la tension jusqu'à -8V. Il est intéressant de

noter qu'à tension continue nulle, le coefficient piézoélectrique est non nul. C'est le coefficient piézoélectrique rémanent d_r qui est de l'ordre de 55pm.V^{-1} .

Une autre grandeur caractéristique est identifiable sur le cycle d'hystérésis. La tension coercitive, $-V_c$ qui est la valeur minimale de la tension à appliquer pour renverser la polarisation du matériau¹⁶, elle correspond à l'intersections du cycle d'hystérésis avec l'axe des abscisses. Dans notre cas $-V_c = -4,8\text{V}$. La tension continue est ensuite augmentée de -15 à 15V , le coefficient piézoélectrique est saturant jusqu'à -2V , $-d_{max}$ est alors égale à 80pm.V^{-1} . La tension coercitive, V_c est bien l'opposée de celle du cycle "aller" à $\pm 0,5\text{V}$. Il en est de même pour le coefficient piézoélectrique rémanent, $-d_r$, dont l'écart entre le parcours "aller" et "retour" est inférieure à 1%. Ces valeurs sont comparables avec celles des matériaux piézoélectriques PZT déposés par pulvérisation en film minces [39] [40].

Ainsi pour obtenir le déplacement maximal de la couche de PZT, il est nécessaire de se placer dans la partie saturante du cycle. Autrement dit, les tensions continues doivent être telles que d_{max} soit atteint. Typiquement on se place dans la configuration telle que la polarisation de la couche de PZT soit de l'ordre de $3 \times V_c$, soit de 15V , pour atteindre des déplacements de l'ordre de $80\text{pm.V}^{-1} \pm 5\%$ ¹⁷. Ceci traduit l'efficacité piézoélectrique du PZT.

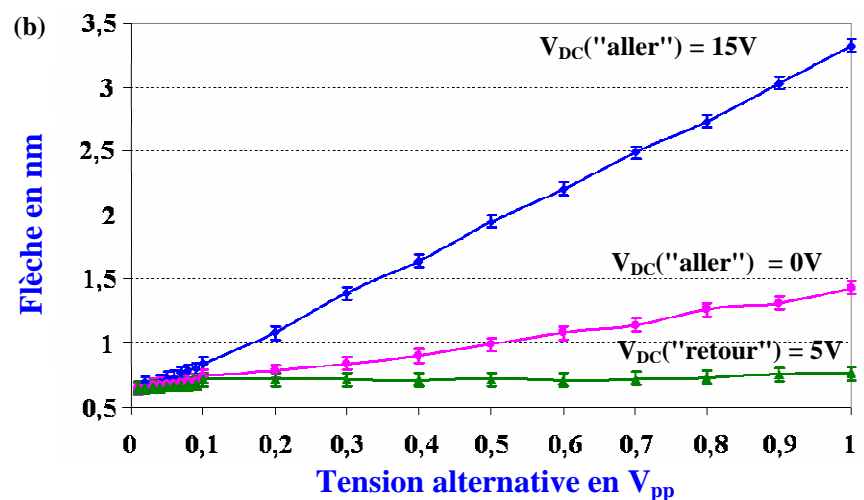
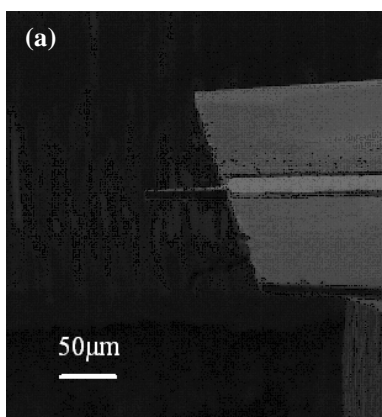


Figure 20 : (a) Image MEB d'un levier en silicium monocristallin de $50\mu\text{m}$ de long et $15\mu\text{m}$ de large. (b) Flèche du levier en fonction de la tension alternative pour différentes tensions de polarisation.

La connaissance du cycle hystérésis permet de choisir le point de fonctionnement. Par exemple, un levier en silicium monocristallin de $50\mu\text{m}$ de long et $15\mu\text{m}$ de large dont une image MEB est

¹⁶ Le matériau PZT est de nature dipolaire, suivant la polarité du champ électrique, il est possible de retourner les domaines.

¹⁷ Il est possible de travailler avec des tensions négatives en se plaçant à $-3 \times V_c$.

présentée à la Figure 20-(a) a été actionné à sa fréquence de résonance (512kHz). Le dispositif expérimental décrit à la Figure 18 a permis de mesurer, dans l'air, la flèche du levier en fonction de la tension alternative appliquée. Les résultats expérimentaux sont présentés à la Figure 20-(b) pour différentes tensions de polarisation V_{DC} .

Dans un premier temps un cycle de polarisation entre $V_{DC} = +15V$ et $V_{DC} = -15V$ a été appliqué au dispositif pour parcourir l'ensemble du cycle d'hystérésis. Ainsi à tension continue nulle ($V_{DC} = 0V$), la flèche du levier est non nulle, elle varie linéairement¹⁸ avec l'augmentation de la tension alternative qui est limitée à $1V_{pp}$. C'est la tension rémanente du PZT. Le minimum de déplacement est obtenu en appliquant la tension coercitive ($V_{DC} = +5V$) sur le parcours "retour" du cycle de polarisation. Cette polarisation correspond à un déplacement nul sur le cycle d'hystérésis de la Figure 19. La flèche du levier est alors inférieure à 0,7nm, comme le montre la Figure 20-(b). Par contre, le déplacement maximal est atteint lorsque la tension de polarisation est supérieure à $3 \times V_c$. Ainsi à $V_{DC} = +15V$ la flèche du levier est de 3,2nm (avec une tension alternative de $1V_{pp}$).

Avant d'actionner, en mode dynamique, les leviers à actionnement piézoélectrique chaque dispositif doit donc être polarisé. Nous pourrions alors tirer partie des faibles tensions de polarisation (autour de la tension rémanente du PZT) produisant un déplacement non nul. En effet lors de l'actionnement en milieu liquide les tensions doivent être inférieures à la tension d'électrolyse de la solution discutée dans le premier chapitre de ce manuscrit.

1.2.3.2.2 Courbes de résonance

Les leviers sont donc polarisés sous +15V pendant 1h pour atteindre le coefficient piézoélectrique maximal. Les leviers sont ensuite actionnés, en mode dynamique, dans l'air et dans l'eau pour extraire les paramètres de vibration en terme d'amplitude, de fréquence de résonance et de coefficient de qualité. Le dispositif de mesure est celui précédemment utilisé et décrit à la Figure 18. Les mesures en milieu liquide ont été réalisées à l'aide d'un réservoir contenant le liquide dont l'interface entre l'air et l'eau a été stabilisée en utilisant une plaque de verre pour permettre une meilleure focalisation du faisceau laser. L'analyseur de réseau nous permet de délivrer les tensions, alternative et continue, nécessaires à l'actionnement. Ces tensions sont choisies telles que les amplitudes de vibration à la résonance dans l'eau soient supérieures à l'amplitude du bruit de mesure relevé à 15pm. Ce qui correspond à des amplitudes de vibration dans l'air supérieures au nanomètre¹⁹. De plus les

¹⁸ La variation linéaire du déplacement du levier en fonction de la tension alternative appliquée a été aussi mis en évidence sur des films en quartz [37] et des couches minces de PZT [37].

¹⁹ Le rapport entre les amplitudes de vibration dans l'air et dans l'eau est de l'ordre du rapport entre les coefficients de qualité. $Q_{air}/Q_{eau} = 65$ pour un levier de 30 μ m de long et 15 μ m de large et de 1 μ m d'épais (Tableau 1).

tensions d'actionnement doivent être inférieures à la tension d'électrolyse de l'eau soit inférieures à 1,6V.

Par exemple un levier de 30 μm de long et 10 μm de large, réalisé en silicium monocristallin avec les épaisseurs du Tableau 3 a été actionné dans l'air et dans l'eau avec une même tension alternative de 0,5V_{pp} et une même tension continue de 1V. Les amplitudes de vibration, mesurées à l'extrémité du levier à la résonance, dans l'air et dans l'eau, sont respectivement de l'ordre de 1,5nm et 27 μm ²⁰. Ces faibles valeurs d'amplitude de vibration sont dues à l'importante valeur de la raideur du levier, $k = 118\text{N.m}^{-1}$. Les courbes de résonance, en amplitude, expérimentales dans l'air et dans l'eau sont présentées à la Figure 21.

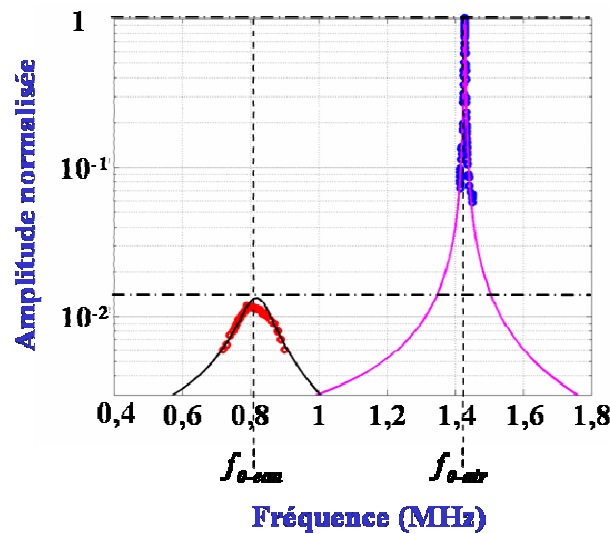


Figure 21 : Courbes de résonance expérimentales (cercles) et théoriques (lignes continues) dans l'air (bleu) et dans l'eau (rouge) d'un levier en silicium monocristallin de 30 μm de long et de 10 μm de large.

Elles permettent d'extraire les valeurs expérimentales de fréquence de résonance et de coefficient de qualité dans le cas de l'actionnement dans l'air et dans l'eau. Ces données permettent d'évaluer la masse et l'amortissement effectifs du levier.

Pour calculer les valeurs théoriques des paramètres de vibration du levier, la modélisation analytique présentée dans le chapitre précédent pour un levier composé d'un unique matériau doit être adaptée au cas d'un multicouches. Pour cela la fréquence de résonance dans le vide du levier doit prendre en compte la nature des matériaux composant les couches d'actionnement. Ainsi, le moment quadratique, et l'épaisseur doivent être remplacés par leurs expressions équivalentes (dont la

²⁰ Un moyennage sur 50 points a été nécessaire pour extraire le signal d'amplitude du levier.

méthodologie de calcul est décrite à l'organigramme de la Figure 14). Ainsi la fréquence de résonance du mode fondamental dans le vide (en l'absence de dissipation) d'un levier à actionnement piézoélectrique devient :

$$f_{vide-PZT} = \frac{3,52}{2\pi} \times \frac{1}{L^2} \sqrt{\frac{E_{Si} I}{\rho_{Si} t_{Si} + \rho_{PZT} t_{PZT} + 2\rho_{Pt} t_{Pt}}} \quad \text{Eq14}$$

Où ρ_{Si} , ρ_{PZT} , et ρ_{Pt} sont respectivement la densité volumique du silicium, du PZT et du Pt, L est la longueur du levier, E_{Si} le module d'Young du matériau de référence (ici le silicium), et I le moment quadratique équivalent.

En utilisant cette expression de la fréquence de résonance dans le vide et en remplaçant la masse du levier par la masse du levier multicouches $m_{levier-PZT} = (\rho_{Si} t_{Si} + \rho_{PZT} t_{PZT} + \rho_{Pt} t_{Pt}) \times wL$, toute la modélisation, présentée dans le chapitre précédent, peut être utilisée pour évaluer le comportement du levier dans l'air et en milieu liquide. Les résultats théoriques issues de cette modélisation analytique ont été superposés aux courbes expérimentales de la Figure 21.

Les mesures expérimentales permettent alors de confirmer le décalage de la fréquence de résonance (vers les basses fréquences), la diminution des amplitudes de vibration (d'un rapport Q_{air}/Q_{eau}), et la chute du coefficient de qualité lors de l'actionnement en milieu liquide comparé au cas de l'air. Graphiquement, on remarque une bonne concordance entre la modélisation et les résultats expérimentaux. Plus précisément, l'écart entre les valeurs théoriques et expérimentales sur la position du pic de résonance et le coefficient de qualité sont présentés au Tableau 6.

	Fréquence de résonance en MHz			Coefficient de qualité			Amortissement effectif en kg.rad.s ⁻¹			Masse effective en kg		
	Théorique	Testée	Ecart en %	Théorique	Mesuré	Ecart en %	Théorique	Mesuré	Ecart en %	Théorique	Mesurée	Ecart en %
Air	1,427	1,400	1,8	650	640	1,5	$2,0 \times 10^{-8}$	$2,3 \times 10^{-8}$	14	$3,5 \times 10^{-11}$	$3,5 \times 10^{-11}$	0,5
Eau	0,821	0,780	5	8,6	8	7,1	$2,8 \times 10^{-6}$	$3,2 \times 10^{-6}$	11	$3,0 \times 10^{-10}$	$2,6 \times 10^{-10}$	13

Tableau 6 : Fréquence de résonance, coefficient de qualité, amortissement et masse effectifs théoriques et expérimentaux dans l'air et dans l'eau pour un levier piézoélectrique de 30µm de long, 10µm de large et donc les épaisseurs des couches d'actionnement sont celles du Tableau 3.

La fréquence de résonance mesurée dans l'air est de 1,4MHz contre 780kHz dans le cas de l'eau. Cette diminution de la fréquence de résonance en milieu liquide, d'un facteur 2 dans notre cas, a pour origine l'augmentation de la masse effective du levier. En effet, elle est 8,5 fois plus importante dans l'eau que dans l'air en raison de la masse ajoutée par le liquide sur le levier (paragraphe 3.2.1 du chapitre précédent). Ces valeurs expérimentales sont en bonne concordance avec les valeurs théoriques issues de la modélisation analytique. En particulier, un écart de moins de 2% est obtenu pour l'actionnement dans l'air et un écart et de 5% pour l'actionnement dans l'eau. Ces écarts peuvent être diminués en prenant en compte la déflexion initiale du levier (induite par les contraintes résiduelles des couches d'actionnement du levier) qui n'a pas été inclus dans la modélisation analytique. En effet, les travaux menés par Baek *et al.* ont permis de calculer par éléments finis que le décalage en fréquence, dans l'air, est de l'ordre de 1% pour des leviers ayant des déflexions initiales correspondant à 15% de la longueur de la poutre [41].

De plus les valeurs numériques de la densité volumique et de la viscosité ($\rho_{eau} = 997\text{kg.m}^{-3}$ et $\eta = 8.59 \times 10^{-4}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) de l'eau sont des valeurs issues de la bibliographie. Ainsi une variation de 1% sur la densité volumique ($\rho_{eau} = 1006,97\text{ kg.m}^{-3}$) conduit à un écart de la fréquence de résonance de l'ordre de 0,4%. Une variation de 1%, sur la viscosité de l'eau ($\eta = 8.6759 \times 10^{-4}\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$) entraîne un écart en fréquence de 0,09%. Ainsi pour évaluer plus précisément la fréquence de résonance théorique dans l'eau, la viscosité et la densité volumique doivent être mesurées expérimentalement.

Le coefficient de qualité expérimental est extrait des courbes de résonance en calculant le rapport entre la bande passante à -3dB²¹ et la fréquence de résonance. Il est de 640 dans l'air et chute à 8 lors de l'actionnement dans l'eau. En raison de ce faible coefficient de qualité, le pic de résonance est très élargi, comme le montre la Figure 21 et les amplitudes de vibration de 27pm sont très proches de celles du bruit de mesures de 15pm. Ceci ne permet pas une acquisition directe de la courbe expérimentale en milieu liquide. En effet, un traitement numérique permettant un moyennage sur 50 points de chaque mesure expérimentale a du être utilisé.

La connaissance de la fréquence de résonance, du coefficient de qualité et de la masse effective permettent d'accéder à l'amortissement du levier. Le levier est ainsi 120 fois plus amorti lors de l'actionnement dans l'eau que dans l'air. L'amortissement effectif représente ici directement les effets hydrodynamiques du milieu d'actionnement. En effet le levier vibre dans un milieu infini, il n'y a pas de surface en vis-à-vis du levier²² qui pourrait entraîner des effets d'amortissement de

²¹ Définie comme étant la différence de fréquence lorsque l'amplitude à la résonance est divisé par $\sqrt{2}$.

²² Le levier est libéré par gravure profonde et il est ancré sur un substrat de 400 μm d'épaisseur.

pincement (discutés au paragraphe 3.1.3.2 du chapitre précédent). Cet amortissement hydrodynamique modélise donc la résistance qu'oppose le fluide au mouvement du levier.

L'écart entre la fréquence de résonance dans l'eau et dans l'air permet de connaître l'influence des effets hydrodynamiques de masse ajoutée par le fluide sur le levier. En effet plus le décalage en fréquence est important, entre l'eau et l'air, et plus les effets de masse ajoutée par le liquide sur le levier sont grands. Ceci est mis expérimentalement en évidence à la Figure 22 où le rapport entre les deux fréquences est tracé en fonction de la longueur et de la largeur du levier.

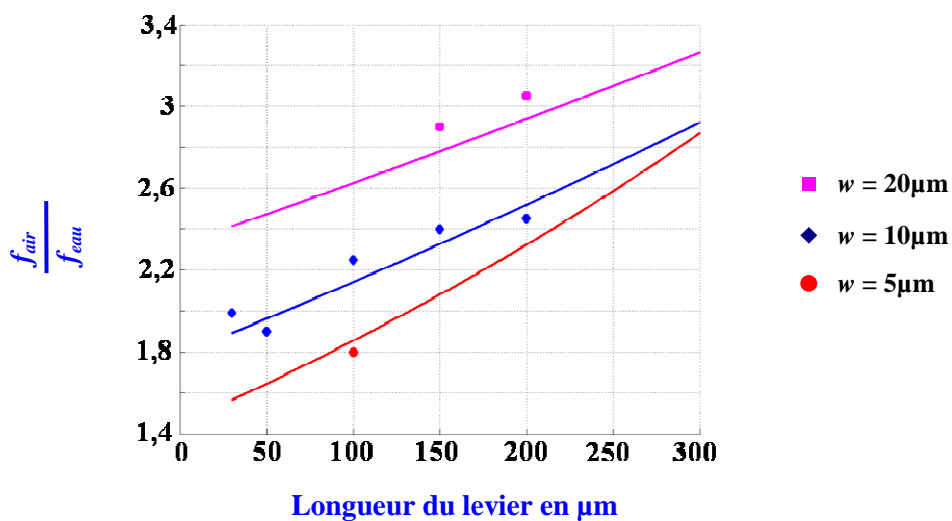


Figure 22 : Rapport entre les fréquences de résonance expérimentales (points) et théoriques (lignes) dans l'air et dans l'eau en fonction de la longueur et pour différentes valeurs de largeur du levier.

Pour diminuer les effets hydrodynamiques, le levier doit donc être court mais aussi étroit. En effet le plus petit rapport de fréquence de résonance (de l'ordre de 1,5) a été obtenue sur un levier de 50 μm de long et de 5 μm de large. Ce qui correspond à des fréquences de résonance expérimentales de 515 kHz dans l'air et de 330 kHz dans l'eau. Ainsi pour minimiser les effets hydrodynamiques (ce qui équivalent à un faible rapport de fréquence entre l'air et l'eau), les leviers doivent vibrer à hautes fréquences. Autrement dit, plus le levier est court et étroit et plus les fréquences d'actionnement dans l'air et dans l'eau seront proches. Cependant plus le levier est étroit et plus, à longueur fixée, le coefficient de qualité est faible. Ceci est mis en évidence à la Figure 23 où le coefficient de qualité expérimental est tracé en fonction de la longueur du levier pour différentes valeurs de largeurs. Les résultats théoriques (lignes continues) ont été superposés aux résultats expérimentaux (points).

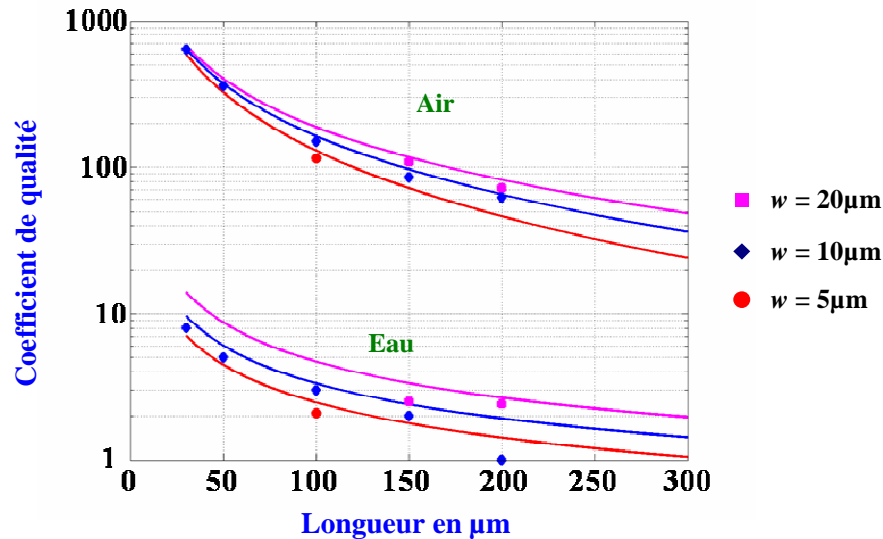


Figure 23 : Coefficient de qualité expérimental (points) et théorique (lignes) en fonction de la fréquence de résonance expérimentale pour différentes largeurs de leviers actionnés piézoélectriquement dans l'air puis dans l'eau. Les leviers sont en silicium monocristallin, les épaisseurs des couches d'actionnement sont celles du Tableau 3.

Il faut donc faire un compromis entre la valeur du coefficient de qualité et la fréquence de résonance. Cependant pour faciliter la détection du pic de résonance par rapport au bruit de mesure (surtout en milieu liquide) il est nécessaire d'avoir un important coefficient de qualité. Ainsi le levier devra être court (pour diminuer les effets hydrodynamiques) mais plutôt large qu'étroit pour atteindre des coefficients de qualité importants. Par exemple un levier de $50\mu\text{m}$ de long et de $10\mu\text{m}$ de large dont la largeur est augmentée d'un facteur 2 (soit $20\mu\text{m}$) va entraîner une augmentation du coefficient de qualité de 10,3% dans l'air et de 33,2% dans l'eau. Les fréquences de résonance quant à elles diminuent de 0,05% dans l'air et de 16% dans l'eau. La largeur du levier a donc une influence plus importante sur la fréquence de résonance que sur le coefficient de qualité.

Il est intéressant de noter que bien que les leviers aient été actionnés dans une solution d'eau, aucun phénomène d'électrolyse ou d'écrantage du potentiel, discutés dans le premier chapitre de ce manuscrit, n'ont été constatés. En effet, les tensions d'alimentation utilisées sont inférieures aux tensions d'électrolyse du milieu d'actionnement. Ainsi l'isolation des parties conductrices (notamment de l'électrode supérieure) n'a pas été nécessaire.

Cette étude démontre la faisabilité d'utiliser l'actionnement piézoélectrique pour des applications en milieu liquide autant au point de vue de la compatibilité des tensions d'actionnement imposées par le milieu liquide que du point de vue des amplitudes de vibrations suffisantes pour une détection

optique. Ces leviers intégrant un actionnement piézoélectrique de type PZT en couche mince sont donc de bons candidats pour réaliser la fonction de capteur de force pour l'AFM en milieu liquide.

Dans le chapitre précédent nous avons vu que les paramètres régissant la sensibilité d'un tel capteur sont le coefficient de qualité, la fréquence de résonance ainsi que la raideur des leviers. Le produit entre les deux premiers paramètres doit être maximisé tandis que la raideur doit être minimisée pour atteindre le maximum de sensibilité. Ainsi nos résultats ont été superposés, à la Figure 24, à ceux issus de l'étude bibliographique²³ (présentée dans le second chapitre de ce manuscrit) et aux objectifs à atteindre pour accéder à l'imagerie AFM haute résolution en milieu liquide.

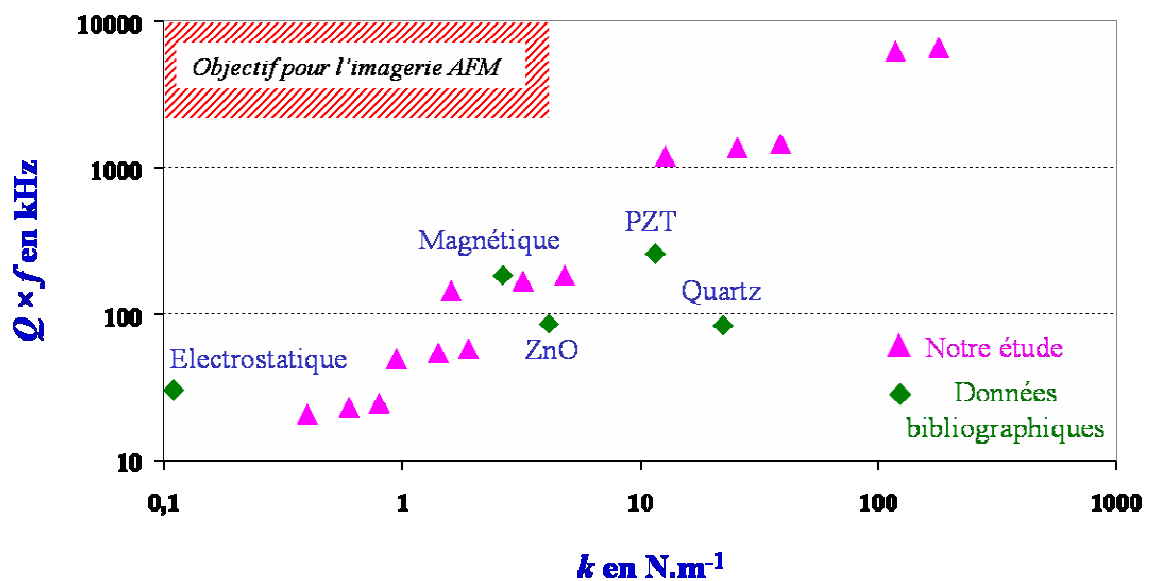


Figure 24 : Produit entre le coefficient de qualité et la fréquence de résonance en kHz en fonction de la raideur du levier dans le cas de l'actionnement en milieu liquide. Les valeurs expérimentales issues de la caractérisation de nos leviers sont superposées à ceux de l'étude bibliographique et confrontées aux objectifs à atteindre.

Tout d'abord l'architecture de type levier ne permet pas d'accéder à la fois à un produit entre le coefficient de qualité et la fréquence de résonance supérieure à 4000 et à des raideurs inférieures à 10N.m⁻¹. Il ne va pas être donc possible d'avoir à la fois de grandes fréquences de résonance et de faible valeur de raideur. Le chapitre précédent nous a permis de démontrer que les paramètres nécessaires pour imager en milieu liquide sont la fréquence de résonance et le coefficient de qualité, en effet il faut pouvoir mesurer la déflexion du levier lors de son actionnement. Cette mesure est

²³ Dans cette étude comparative nous avons uniquement pris en compte les leviers possédant un actionnement intégré.

possible si le pic de résonance est prépondérant devant le bruit de la mesure. De plus l'accès aux hautes fréquences permet d'accéder à d'importantes vitesses d'imagerie. Ceci est particulièrement intéressant pour imager des objets biologiques évoluant rapidement (comme l'ATP synthase) ou caractériser un état de surface en temps réel (comme une oxydation). La raideur quant elle va avoir un impact sur la force de contact entre la pointe et l'échantillon lors de son analyse en mode contact intermittent. Ainsi plus le levier est raide, et plus la pointe va appliquée une force importante sur l'échantillon imagé. Ce paramètre va donc être limitant lors de l'imagerie d'objets biologiques souvent très fragiles.

Nous n'avons donc pas réussi à atteindre à la fois une grande fréquence de résonance, un important coefficient de qualité et une faible raideur. Ceci est dû à la géométrie de type poutre-encastrée libre de nos dispositifs. Pour combiner à la fois une grande fréquence de résonance, un grand coefficient de qualité et une faible raideur la géométrie du levier doit être entièrement modifiée. Le chapitre consacré aux perspectives de ce travail va donner quelques pistes de conception d'un tel capteur.

Cependant nous disposons de dispositifs capables de s'actionner en milieu liquide dont les amplitudes de vibration sont détectables par procédé optique, ce qui permet d'envisager des applications AFM. De plus, nos dispositifs permettent d'accéder à des fréquences et des coefficients de qualité supérieures à ceux d'autres groupes travaillant sur l'imagerie AFM en milieu liquide, comme les leviers à actionnement électrostatique de Bullen [42], ceux à actionnement magnétique de Revenko [43], ou encore ceux utilisant des matériaux piézoélectrique comme le ZnO intégré sur les leviers de Rogers [44], les leviers en PZT de Kim [45] ou encore les leviers en quartz de Lin [46].

Pour conclure cette section, les leviers à actionnement piézoélectrique intégré ont été dans un premier temps analysés par microscopie interférométrique pour accéder aux contraintes résiduelles du PZT et du Pt déposés par pulvérisation cathodique. La couche de PZT a ensuite été caractérisée piézoélectriquement, ce qui nous a permis de choisir les tensions d'alimentation optimales. Les dispositifs ont ensuite été caractérisés en mode dynamique, dans l'air et dans l'eau, par vibrométrie laser, pour extraire les paramètres de vibration des leviers et valider la modélisation analytique hydrodynamique présentée dans le chapitre précédent. La suite de ce troisième chapitre va permettre de caractériser un autre principe d'actionnement, l'actionnement électrostatique.

1.3. Actionnement électrostatique

Cette partie se consacre à l'étude statique et dynamique de leviers actionnés électrostatiquement. Dans un premier temps, le procédé de fabrication et le comportement statique dans l'air et en milieu liquide seront présentés. Puis dans un second temps, les caractérisations expérimentales en mode dynamique obtenues dans l'air et dans l'eau seront présentées puis confrontées à la modélisation analytique décrite dans le second chapitre. Dans un troisième temps, l'actionnement électrostatique sera comparé à l'actionnement piézoélectrique précédemment étudié.

1.3.1 Mode statique

Dans cette partie, l'actionnement électrostatique en mode statique est étudié analytiquement dans une configuration de structure de type plaques parallèles. Dans un premier temps nous nous intéresserons à l'influence des couches diélectriques utilisées pour isoler électriquement le dispositif. Puis nous en déduirons les caractéristiques du déplacement de la partie mobile de l'actionneur, en fonction de la tension, en milieu liquide conducteur.

3.3.3.2 Actionneurs électrostatiques à plaques parallèles contrôlés en tension

3.2.3.2.1 Calcul de la force électrostatique et limitation du modèle

Un actionneur électrostatique à plaques parallèles contrôlé statiquement en tension peut être typiquement considéré comme une capacité ayant une électrode fixe tandis que la deuxième est connectée à un ressort mécanique k et est libre de bouger selon l'axe O_x lorsqu'une force électrostatique est appliquée.

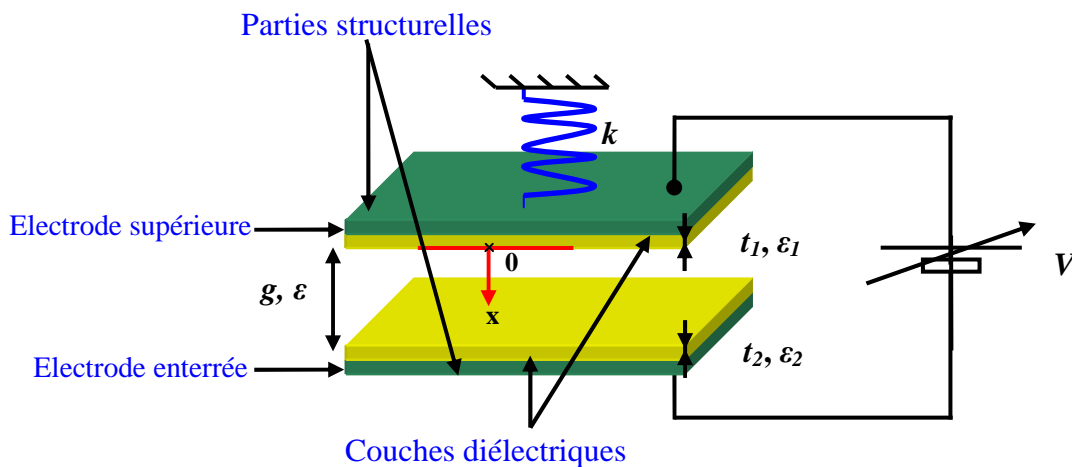


Figure 25 : Schéma de l'actionnement électrostatique à plaques parallèles.

La Figure 25 est une vue schématique de l'actionneur à plaques parallèles. L'électrode inférieure est enterrée sous une couche diélectrique d'épaisseur t_2 et de permittivité ε_2 et se trouve à une distance g de l'électrode supérieure constituée par la partie structurale de l'actionneur. Une couche diélectrique d'épaisseur t_1 et de permittivité ε_1 permet d'isoler électriquement l'électrode supérieure du milieu liquide d'actionnement modélisé par un environnement diélectrique de permittivité ε .

Deux couches diélectriques sont présentes : une sur l'électrode enterrée et une sur l'électrode supérieure. Une seule des deux couches serait suffisante pour éviter un court-circuit lorsque les électrodes sont en contacts. Cependant elles jouent toutes les deux un rôle dans le contrôle du déplacement de la partie mobile de la structure.

La force électrostatique est dans ce cas toujours attractive et tend à rapprocher les deux électrodes, entraînant le déplacement, dans la direction x , de la partie mobile de l'actionneur. La force mécanique de rappel exercée par le ressort est proportionnelle à sa constante de raideur et à son élongation [56].

Lorsqu'une tension V est appliquée entre les deux électrodes, les électrodes se trouvent sous influence capacitive engendrant une attraction électrostatique. Cette force est de la forme

$$F_{elect} = \frac{1}{2} \times \frac{\varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V^2}{\left[\frac{t_1 \varepsilon}{\varepsilon_1} + \frac{t_2 \varepsilon}{\varepsilon_2} + (g - x) \right]^2} \quad x \in [0, g[\quad \text{Eq15}$$

Où k est la constante de raideur, g la distance entre les électrodes, x le déplacement de la partie mobile, S la surface des électrodes, t_1 (resp. t_2) l'épaisseur de la couche diélectrique 1 (resp. 2), ε_1 (resp. ε_2) la permittivité de la couche 1 (resp. 2) et ε la permittivité du milieu entre les deux électrodes.

La position d'équilibre de l'actionneur est définie quand la force électrostatique et la force mécanique se compensent :

$$F_{elect} + F_{méca} = 0 \Leftrightarrow \frac{1}{2} \times \frac{\varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V^2}{\left[\frac{t_1 \varepsilon}{\varepsilon_1} + \frac{t_2 \varepsilon}{\varepsilon_2} + (g - x) \right]^2} = k \times x \quad \text{Eq16}$$

La résolution de cette équation permet de connaître la position x de l'actionneur en fonction de la tension V , sous la condition qu'une solution d'équilibre stable existe.

Comme aucun effet dynamique et inertiel n'ont été introduit dans l'expression précédente, cette modélisation s'applique, d'un point de vue mécanique, aux cas d'un actionnement quasi-statique. On suppose que la vitesse et l'accélération de la partie mobile sont nulles et n'induisent ainsi aucune force.

Ceci limite les fréquences possibles d'actionnement qui doivent être plus faibles que la fréquence de résonance mécanique de la structure. Autrement dit, les fréquences possibles d'actionnement doivent être inférieures à la fréquence de résonance du dispositif.

D'un point de vue électrique, les précédents calculs de la force électrostatique sont valides pour un actionnement dans un milieu non-conducteur (c'est-à-dire un liquide sans ions). Dans le cas d'un liquide conducteur, la tension d'excitation doit être alternative dans le but d'éviter l'écrantage du potentiel par les ions présents dans la solution [11].

Soit la tension alternative suivante :

$$V_{AC} = V_{rms} \sqrt{2} \cos(\omega t) \quad \text{Eq17}$$

La force électrostatique devient :

$$F_{\text{élect-AC}} = \frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times V_{rms}^2}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + (g - x) \right]^2} \times [1 + \cos(2\omega t)] \quad \text{Eq18}$$

La force électrostatique induite est donc la combinaison d'une force statique et d'une force à la pulsation 2ω . Dans ce cas, un déplacement quasi-statique de l'actionneur se produit si la réponse mécanique de la structure à la pulsation 2ω est négligeable devant la pulsation de résonance mécanique, $\omega_{rés}$, c'est-à-dire :

$$2\omega \gg \omega_{rés} \quad \text{Eq19}$$

Sous cette condition, la modélisation précédente reste valide et peut être utilisée dans le cas d'une excitation en tension alternative en remplaçant, dans l'équation de l'expression de la force électrostatique, V par la tension V_{rms} [59]. Il convient maintenant de déterminer les conditions de stabilité d'un tel système.

3.2.3.2.2 Condition de stabilité

Pour déterminer la zone d'actionnement stable de l'actionneur, la condition sur l'équilibre des forces peut se mettre sous la forme :

$$h(x) = f(V) \quad \text{Eq20}$$

Avec pour $x \in [0, g[$:

$$h(x) = \left[t_1 \times \frac{\mathcal{E}}{\varepsilon_1} + t_2 \times \frac{\mathcal{E}}{\varepsilon_2} + (g - x) \right]^2 \times x \geq 0 \quad \text{Eq21}$$

$$f(V) = \frac{1}{2} \times \frac{\varepsilon_0 \mathcal{E} \times S \times V^2}{k} \geq 0 \quad \text{Eq22}$$

La résolution de cette équation donne la position d'équilibre de la partie mobile de l'actionneur sous la condition qu'une solution existe.

La zone d'actionnement d'équilibre stable est définie comme étant l'ensemble des positions x de l'actionneur pour lesquelles un équilibre stable se produit entre la force électrostatique et la force mécanique.

Graphiquement, sur la Figure 26, la fonction $h(x)$ est représentée en fonction du déplacement de la partie mobile x . $h(x)$ présente un maximum en $x = x_1$ et un minimum $x = x_2$ données par :

$$x_1 = \frac{1}{3} \left[\frac{t_1 \mathcal{E}}{\varepsilon_1} + \frac{t_2 \mathcal{E}}{\varepsilon_2} + g \right] \quad \text{Eq23}$$

$$x_2 = \frac{t_1 \mathcal{E}}{\varepsilon_1} + \frac{t_2 \mathcal{E}}{\varepsilon_2} + g \quad \text{Eq24}$$

A V fixé, deux cas doivent être considérés pour résoudre l'équation $h(x) = f(V)$. Si sur l'intervalle $x \in [0, g[$, $f(V) > h_{\max}(x) = h(x_1)$ alors cette équation n'a pas de solution car $F_{\text{elect}} > F_{\text{méca}}$, la partie mobile de la structure vient en contact avec l'électrode enterrée. Un nouvel équilibre se forme alors en $x = g$.

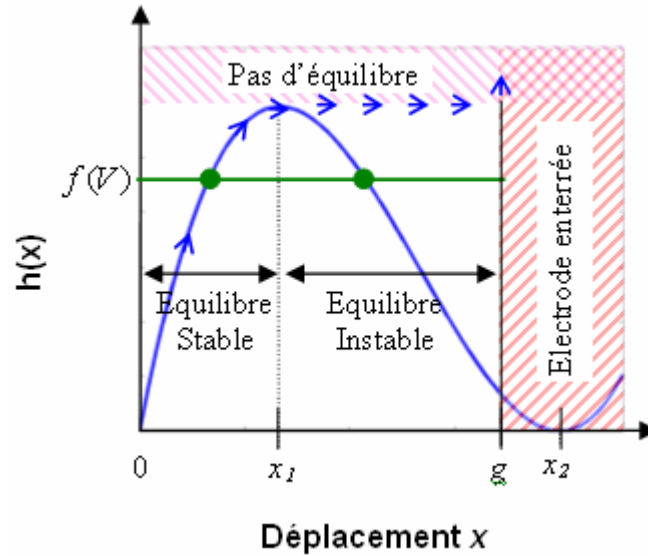


Figure 26 : Représentation graphique de la fonction $h(x)$. Les positions d'équilibre stable s'étendent de $x = 0$ à $x = \min(g, x_1)$. Les flèches montrent le déplacement de l'actionneur quand une tension est appliquée.

Si sur l'intervalle $x \in [0; g[$, $f(V) < h_{\max}(x) = h(x_1)$, comme le déplacement est limité à $x = g$, et comme $g < x_2$ (cf. l'équation 20), il y a deux solutions à l'équation $h(x) = f(V)$ une solution stable avant $x = x_1$ et une solution instable après $x = x_1$.

Ainsi, la résolution de l'équation 16 permet de connaître l'extension de la zone d'actionnement stable de $x = 0$ à $x = \min(g, x_1)$. Les tensions correspondantes se mettent sous la forme :

$$x \in [0, \min(g, x_1)] \Leftrightarrow V \in [0, V(\min(g, x_1))] \quad \text{Eq25}$$

$$V(g) = \lim_{x \rightarrow g} V(x) = \sqrt{\frac{2 \times k \times g \times \left(\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} \right)^2}{\epsilon_0 \epsilon \times S}} \quad \text{Eq26}$$

$$V(x_1) = V_{\text{effondrement}} = \sqrt{\frac{8 \times k \times \left(\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + g \right)^3}{27 \times \epsilon_0 \epsilon \times S}} \quad \text{Eq27}$$

L'équation 22 correspond à la tension requise pour fermer la distance g entre les deux électrodes si l'actionnement est dans une configuration stable ($g < x_1$). Par contre si $g > x_1$ l'équilibre est instable

entraînant l'effondrement de la partie mobile sur l'électrode enterrée à la tension $V_{\text{effondrement}}$ définie à l'équation 23.

Cette zone d'actionnement stable peut être modifiée (en jouant sur les paramètres technologiques) pour permettre le contrôle du déplacement sur toute la distance inter-électrodes et repousser l'effondrement. Ainsi il est possible d'avoir un contrôle en tension sur toute la course de l'actionneur.

La condition de contrôle de l'actionnement sur toute la distance inter-électrodes se met sous la forme, d'après l'équation 19 [57] [58] :

$$x_1 > g \Leftrightarrow \frac{t_1}{\varepsilon_1} + \frac{t_2}{\varepsilon_2} > \frac{2g}{\varepsilon} \quad \text{Eq28}$$

Ainsi, si cette condition est respectée, le phénomène d'effondrement va se produire pour un déplacement x_1 qui se situe à une distance plus importante que la distance physique g entre les deux électrodes. Dans ce cas, le déplacement de la partie mobile est de type « continu ». Par contre, si la condition de l'équation 24 n'est pas observée, le déplacement de la partie mobile devient instable en $x = x_1$. Le déplacement de la partie mobile à un comportement de type « binaire »

3.2.3.2.3 Influence des couches diélectriques

L'épaisseur et la permittivité des couches diélectriques permettent de se placer dans une configuration de contrôle continu du déplacement.

La Figure 27 permet de voir l'influence de la nature et de l'épaisseur des couches diélectriques sur l'actionnement d'une structure de type poutre encastrée – libre en fonction de la permittivité du milieu [60] [61].

Les couches diélectriques utilisées dans la fabrication des microsystèmes sont typiquement de l'oxyde de silicium ($\varepsilon = 4$) ou du nitrure de silicium ($\varepsilon = 8$).

Les courbes (a), (b) et(c) de la Figure 27 correspondent au cas de couches diélectriques en nitrure de silicium. Elles mettent en évidence que plus l'épaisseur de nitrure est importante, plus la distance de contrôle du déplacement est grande. Cependant plus l'épaisseur de la couche augmente et plus les tensions d'actionnement seront élevées. Il faut donc faire un compromis entre le contrôle de la partie mobile de l'actionneur et l'amplitude des tensions nécessaire à l'actionnement.

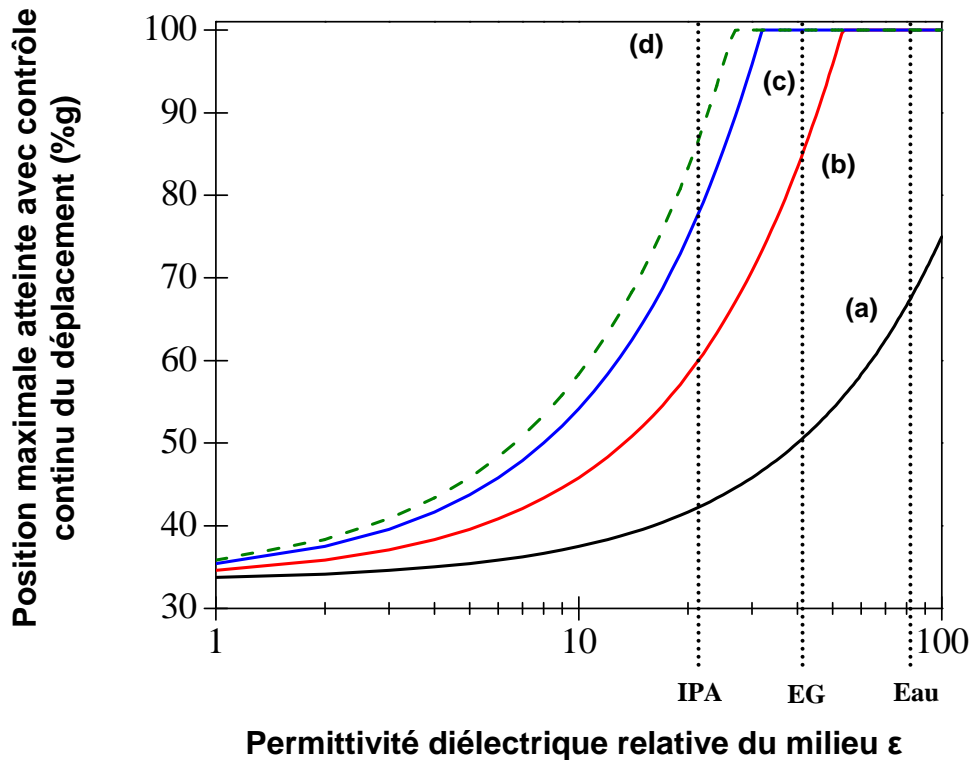


Figure 27 : Position maximale atteinte avec contrôle du déplacement (en pourcentage de la distance entre les électrodes $g=2\mu\text{m}$) en fonction de la constante diélectrique du milieu. (a) $t_1=t_2=0,05\text{g}$ et $\epsilon_1=\epsilon_2=8$. (b) $t_1=t_2=0,15\text{g}$ et $\epsilon_1=\epsilon_2=8$. (c) $t_1=t_2=0,25\text{g}$ et $\epsilon_1=\epsilon_2=8$. (d) $t_1=t_2=0,15\text{g}$ et $\epsilon_1=\epsilon_2=4$ [60] [61].

A épaisseur fixée, courbes (b) et (d), le contrôle du déplacement est plus important dans le cas de l'utilisation de couches isolantes en oxyde que dans le cas de nitrure de silicium.

Cependant comme $\epsilon_{oxyde} < \epsilon_{nitrure}$ la force électrostatique produite est plus faible dans le cas de l'oxyde que dans le cas du nitrure (cf. paragraphe 3.2.3.2.1). Ainsi les tensions nécessaires seront plus importantes dans le cas du matériau ayant la plus faible permittivité.

Il est donc nécessaire de bien dimensionner les couches suivant les applications désirées.

3.2.3.2.4 Evolution du déplacement en fonction de la tension

La résolution de l'équation 11 permet de déterminer la position x de l'actionneur en fonction de la tension V appliquée. La caractéristique du déplacement en fonction de la tension est schématiquement présentée à la Figure 28.

Dans le cas où la condition de contrôle du déplacement (cf. équation 24) n'est pas respectée la caractéristique présente un cycle d'hystérésis, comme le montre la Figure 28(a). En effet, lorsqu'une tension est appliquée entre les deux électrodes de l'actionneur, le déplacement de la partie mobile va

être contrôlable jusqu'à la limite de sa zone d'actionnement stable, c'est-à-dire jusqu'à la position x_1 de la partie mobile. La tension correspondante est appelée tension d'effondrement, l'électrode mobile entre en position d'instabilité et vient brutalement en contact avec l'électrode enterrée. Pour libérer ce contact, la tension doit être diminuée jusqu'à la seconde tension caractéristique de l'hystérésis, la tension de séparation. Ainsi l'actionneur se retrouve dans une position d'actionnement stable.

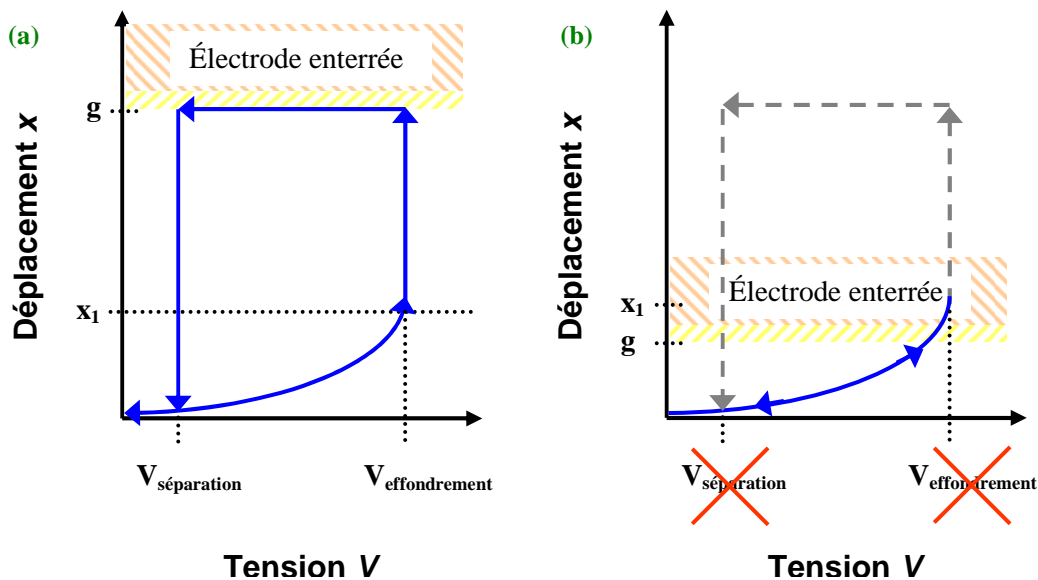


Figure 28 : Schémas de la caractéristique du déplacement en fonction de la tension. (a) cas où le phénomène d'effondrement se produit. (b) cas où le déplacement est contrôlable sur toute la distance entre les électrodes.

La Figure 28(b) est une représentation schématique de la caractéristique du déplacement en fonction de la tension dans le cas où la condition de stabilité (cf. équation 23) est respectée. En conséquence, le déplacement de la partie mobile de l'actionneur peut être contrôlée en tension sur toute la distance entre les électrodes. L'actionneur reste dans des positions d'actionnement stable, il n'y a pas de cycle d'hystérésis. Ainsi lorsque la tension est progressivement augmentée à partir de $V = 0V$, la partie mobile de l'actionneur vient progressivement en contact avec l'électrode inférieure, le phénomène d'effondrement n'apparaît pas car $V(x = g) < V_{\text{effondrement}}$.

Des applications de type actionnement binaire ou de type actionnement continu peuvent être envisagées en choisissant un dimensionnement qui satisfait ou non la condition de contrôle du déplacement (cf. équation 24).

Dans les sous-sections suivantes, nous allons donner les expressions analytiques des paramètres caractéristiques des deux cas de figure. Dans un premier temps, les deux tensions caractéristiques du

cycle hystérésis de l'actionnement binaire vont être décrites. Puis, dans le cas d'un actionnement où le contrôle précis du déplacement doit être maîtrisé, l'expression de $x(V)$ va être détaillée.

3.2.3.2.4.1 L'actionnement de type binaire

Pour utiliser l'actionnement électrostatique à plaques parallèles en mode binaire, il est nécessaire de dimensionner les structures pour ne pas satisfaire la condition de stabilité décrite à l'équation 24. Ainsi on favorise l'instabilité du système, et les tensions d'effondrement de séparation permettent de contrôler en position haute et basse le déplacement de la partie mobile.

La tension d'effondrement :

La tension d'effondrement est la première tension caractéristique du cycle d'hystérésis représentant $x(V)$. L'expression de $V_{effondrement}$ a été calculée précédemment :

$$V_{effondrement} = \sqrt{\frac{8 \times k \times \left[\frac{\epsilon \times t_1}{\epsilon_1} + \frac{\epsilon \times t_2}{\epsilon_2} + g \right]^3}{27 \times \epsilon_0 \epsilon \times S}} \quad \text{Eq29}$$

Où k représente la raideur de la structure qui dépend elle aussi de l'épaisseur des couches diélectriques.

Dans le cas d'un levier rectangulaire, $k = \frac{Ew(t_1 + t_{str})^3}{4L^3}$ [56]. E et t_{str} sont respectivement le module

d'Young et l'épaisseur du matériau structural. w est la largeur de la poutre et L sa longueur. Ainsi la tension $V_{effondrement}$ est proportionnelle au cube de l'épaisseur de la couche diélectrique. Une faible variation d'épaisseur entraîne une grande répercussion sur la tension.

La tension de séparation :

La tension de séparation dépend de la qualité du contact entre la partie mobile et l'électrode enterrée. En effet le contact n'est pas parfait mais dépend de la rugosité de la surface, des charges piégées dans le diélectrique et des forces d'interactions comme les forces de Van der Waals [62]. Par conséquent, ces paramètres doivent être pris en compte pour déterminer la nature du contact et en déduire la tension nécessaire à la séparation [63]. Cependant la prise en compte de tous ces paramètres complique considérablement l'expression analytique de la tension $V_{séparation}$.

Nous allons supposer ici une simple extension en épaisseur des couches diélectriques lors du contact entre les deux électrodes, l'expression de la capacité formée se met sous la forme [64] :

$$C_{\text{équivalente}} = \frac{S\epsilon_0}{\left[\frac{t_1}{\epsilon_1} + \frac{t_2}{\epsilon_2} \right]} \quad \text{Eq30}$$

La force électrostatique en $x=g$ dérive de l'énergie stockée dans cette capacité :

$$F_{\text{elect}}(x = g) = \frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \times S \times V_{\text{séparation}}^2}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} \right]^2} \quad \text{Eq31}$$

L'équilibre des forces électrostatique et mécanique en $x=g$ devient :

$$F_{\text{elect}}(x = g) + F_{\text{méca}} \Leftrightarrow \frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \times S \times V_{\text{séparation}}^2}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} \right]^2} = k \times g \quad \text{Eq32}$$

Cette expression permet d'extraire la tension de séparation :

$$V_{\text{séparation}} = \sqrt{\frac{2 \times k \times g \times \left[\frac{t_1}{\epsilon_1} + \frac{t_2}{\epsilon_2} \right]^2}{\epsilon_0 \times S}} \quad \text{Eq33}$$

Cette tension est indépendante du milieu d'actionnement. La permittivité du milieu n'intervenant pas dans l'expression $V_{\text{séparation}}$. Il faut noter une discontinuité dans l'expression de la force électrostatique. En effet, en comparant l'expression de la force en $x=g$ et celle pour $x \in [0, g[$ (cf. paragraphe 3.2.3.2.1) il manque une dépendance en ϵ dans le cas de $F_{\text{elect}}(x=g)$.

3.2.3.2.4.2 L'actionnement de type continu

Il est possible de contrôler précisément le déplacement de la partie mobile de l'actionneur en respectant la condition de dimensionnement. Ainsi pour modéliser analytiquement le déplacement en

fonction de la tension, l'équation donnant l'équilibre des forces va être résolue.

Caractéristique déplacement-tension :

L'équation de la courbe $x(V)$ pour $V < V_{(x=g)}$ dans le cas d'un actionnement de type linéaire (ou pour $V < V_{\text{effondrement}}$ dans le cas d'un actionnement de type binaire) est issue de la résolution de l'équation donnant l'équilibre des forces (cf. équation 12 au paragraphe 3.2.3.2.1). Il faut résoudre une équation d'ordre 3, à coefficients constants. La méthode de Cardan permet d'obtenir la solution $x(V)$ suivante [65] :

$$x(V) = \frac{2}{3} \times \left(\frac{\epsilon \times t_1}{\epsilon_1} + \frac{\epsilon \times t_2}{\epsilon_2} + g \right) \times \left[1 + \cos \left(\frac{1}{3} \arccos \left(-1 + \frac{27 \times \epsilon_0 \epsilon \times S \times V^2}{4k \times \left(\frac{\epsilon \times t_1}{\epsilon_1} + \frac{\epsilon \times t_2}{\epsilon_2} + g \right)^3} \right) + \frac{2\pi}{3} \right) \right] \quad \text{Eq34}$$

Description	Paramètre
Longueur	$L = 200\mu\text{m}$
Largeur	$w = 20\mu\text{m}$
Epaisseur	$t = 2\mu\text{m}$
Raideur équivalente	$k = 0,8\text{Nm}^{-1}$
Epaisseur des couches diélectriques ^a	$t_1 = t_2 = 300\text{nm}$
Permittivité relative des couches diélectriques ^a	$\epsilon_1 = \epsilon_2 = 8$
Distance entre les deux électrodes	$g = 2\mu\text{m}$
Permittivité diélectrique relative de l'air	$\epsilon_{\text{air}} = 1$
Permittivité diélectrique relative de l'eau	$\epsilon_{\text{air}} = 80,1$
Permittivité diélectrique relative de l'alcool isopropylique	$\epsilon_{\text{IPA}} = 21,3$

^aDans le cas d'une isolation avec du nitrure de silicium peu contraint Si_xN_y [67].

Tableau 7 : Dimensions de la poutre encastrée - libre.

La Figure 29 représente le déplacement théorique en fonction de la tension pour une structure de type poutre encastrée-libre (cf. dimensions du Tableau 7) actionnée dans l'air, dans l'eau et dans l'alcool isopropylique (IPA).

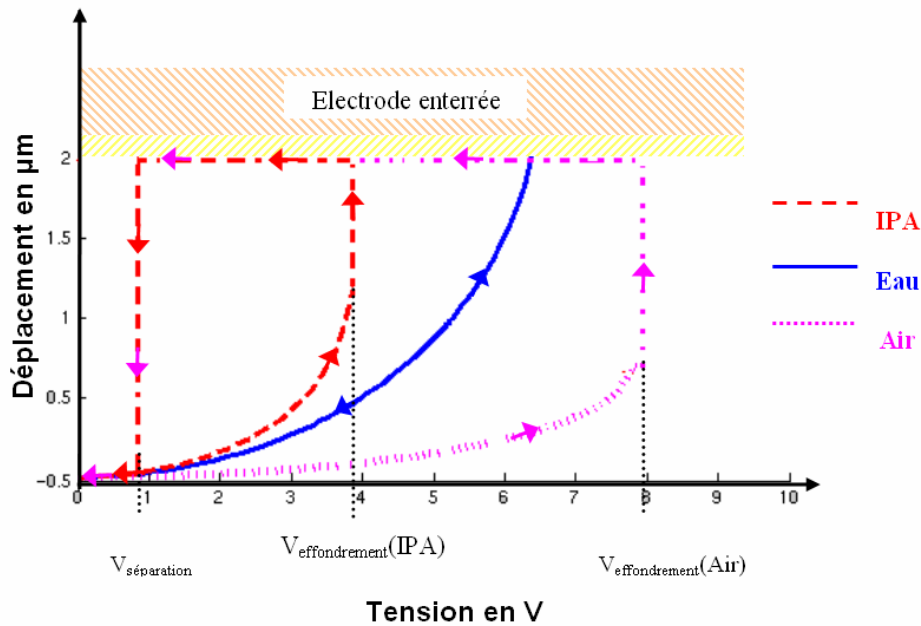


Figure 29 : Déplacement théorique en fonction de la tension pour une structure de type levier actionnée électrostatiquement dans l'air, dans l'eau, et dans de l'alcool isopropylique.

Il est intéressant de noter que dans le cas de l'actionnement dans l'eau et dans l'IPA le déplacement de la poutre n'est pas contrôlable sur toute la distance entre les deux électrodes. En effet, le phénomène d'effondrement intervient à 3,7V dans le cas de l'IPA et 7,9V dans le cas de l'air. La tension de séparation n'étant pas dépendante du milieu d'actionnement, elle est de 0,85V pour l'air et l'IPA. Par contre dans le cas de l'eau, la condition de contrôle du déplacement est respectée, ainsi pour fermer complètement le contact entre les deux électrodes la tension doit être de 6,3V.

Caractéristique tension-déplacement :

Pour que l'actionnement électrostatique reste compétitif par rapport aux types d'actionnement, les tensions nécessaires à son fonctionnement doivent être de quelques volts. Pour cela, il est intéressant d'avoir l'expression de la tension pour un déplacement donné et ainsi la consommation en tension de la structure. Le calcul de l'équilibre des forces (cf. paragraphe 3.2.3.2.1) permet d'obtenir pour $V < V_{\text{effondrement}}$ (ou plus généralement pour $V < V_{(x=g)}$) :

$$V(x) = \sqrt{\frac{2k \times x \times \left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + (g - x) \right]^2}{\epsilon_0 \epsilon \times S}} \tag{Eq35}$$

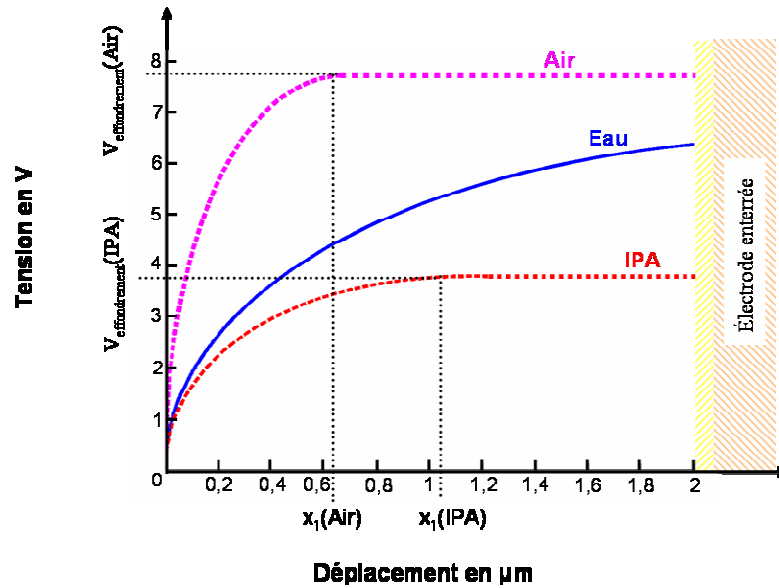


Figure 30 : Tension en fonction du déplacement d'une structure de type levier actionnée électrostatiquement dans l'air, dans l'eau, et dans de l'alcool isopropylique.

La Figure 30 représente la tension d'actionnement en fonction du déplacement de la partie mobile pour une structure de type poutre encastrée-libre (cf. dimensions du Tableau 7) actionnée dans l'air, dans l'eau et dans l'alcool isopropylique (IPA).

Cette étude analytique permet de dimensionner des structures de types plaques parallèles. Nous avons choisi de tester la faisabilité de contrôler en tension des dispositifs dans des solutions conductrices. Pour cela nous avons réalisé des structures de tests : des poutres encastrée-libres, des structures en torsion et des membranes. Ces structures ont été dimensionnées pour permettre un contrôle du déplacement dans une solution d'eau. Ce dimensionnement conduit ainsi à un comportement de type « binaire » dans l'air et l'IPA.

Remarque :

D'autres techniques permettent d'avoir un contrôle du déplacement sur toute la distance entre les électrodes, comme le contrôle en courant [12] ou bien en utilisant des capacités extérieures [13]. Ces deux techniques ne seront pas discutées dans ce manuscrit.

3.3.3.3 Structures et procédé de fabrication

3.2.3.2.5 Présentation des dispositifs

Trois types d'actionneurs à plaques parallèles ont été fabriqués par le même procédé de fabrication. Un dispositif simple de type poutre encastrée-libre, un actionneur soumis à des moments de torsion et une membrane encastrée en ses quatre coins. La Figure 31 est une vue schématique des trois types d'actionneur.

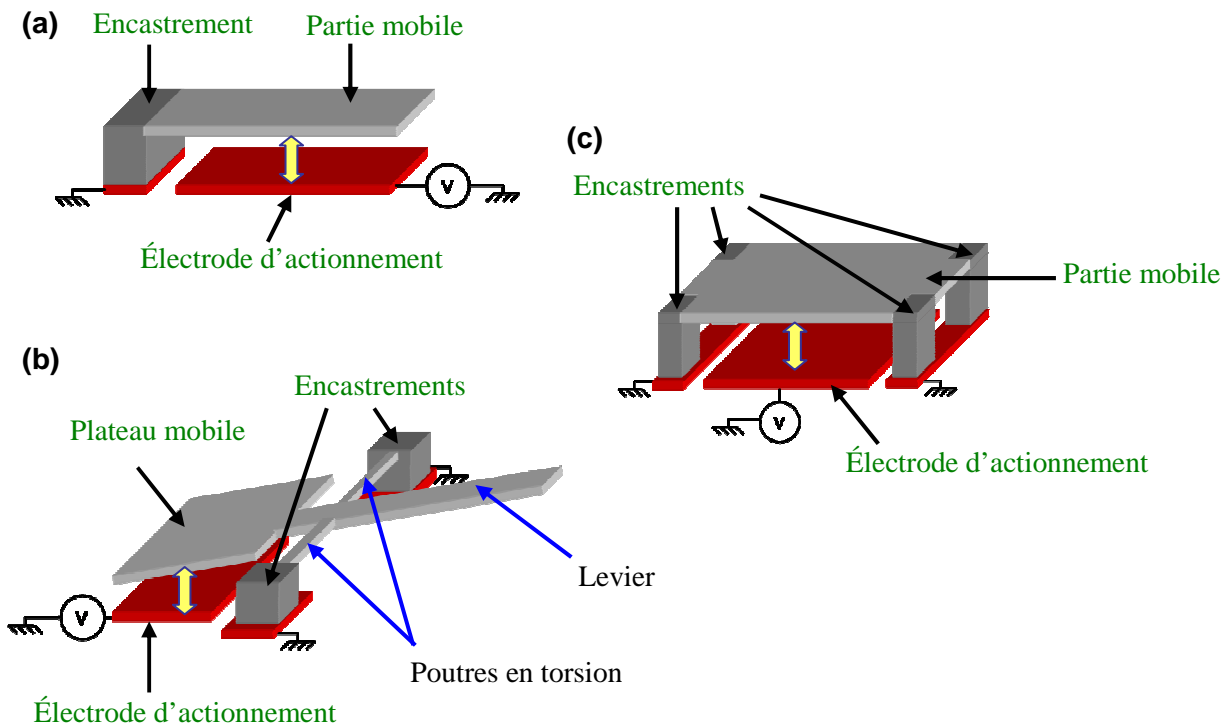


Figure 31 : Vue schématique des structures réalisées. (a) structure de type poutre encastrée-libre. (b) actionneur soumis à des moments de torsion. (c) membrane encastrée en ses quatre coins. Les flèches localisent l'actionnement

La structure de type poutre encastrée-libre, Figure 31(a), est l'architecture de base en microsystème qui permet une confrontation directe avec la modélisation analytique (notamment au point de vue du calcul de la raideur du système). Les dimensions des poutres fabriquées sont présentées dans le Tableau 8.

Dispositif	Longueur L (μm)	Largeur w (μm)
Poutre encastrée-libre	50 à 1000 par pas de 50	20
	250	30
	100	40
Membrane	378	243
	1000	740
	1077	1660
Actionneur en torsion		
Plateau d'actionnement	300	300
	500	500
	600	100
	107	108
Poutres en torsion	490	5
	190	5
	526	5
	223	5
Levier	1100	90
	1000	80
	500	80
	480	80

Tableau 8 : Dimensionnement des dispositifs fabriqués. Tous les dispositifs ont une épaisseur et une distance entre les électrodes de $2\mu\text{m}$

L'actionnement en torsion se compose d'un plateau mobile maintenu par deux poutres encastrées, ainsi lorsque l'actionnement a lieu, ces poutres se trouvent soumises à des moments mécaniques de torsion. Le déplacement de la partie mobile de l'actionneur entraîne un levier et permet d'amplifier le mouvement. La Figure 31(b) présente une vue schématique de la structure. Les dimensions fabriquées sont résumées dans le Tableau 8.

La modélisation analytique reste valable même dans le cas de l'actionnement en torsion. En effet on suppose ici que le déplacement du plateau se fait verticalement. Cette approximation reste valable pour des angles d'inclinaison faibles. Dans notre cas les angles sont de l'ordre de $0,02\text{rad}$ ce qui permet d'utiliser la modélisation précédente (les calculs complets en tenant compte de l'inclinaison du plateau sont disponibles en annexe du document).

Comme l'actionnement a lieu en milieu liquide, l'actionnement entraîne le déplacement du fluide, pour tester la solidité des structures, des membranes ont été fabriquées, Figure 31(c). Les membranes ont été dimensionnées, Tableau 8, pour avoir des tensions d'actionnement de l'ordre de 30V dans une solution d'eau, et ainsi, voir l'effet des hautes tensions lors d'un actionnement en milieu liquide.

3.2.3.2.6 Choix du matériau isolant

Très peu de matériaux peuvent être utilisés pour isoler électriquement les parties structurales de l'actionneur : le nitrure de silicium ($\epsilon_{Si_xN_y} = 8$ [67] [66]), l'oxyde de silicium ($\epsilon_{SiO_2} = 8$ [67] [66]) et différents types de résine (notamment les résines de type bisBenzoCycloButene (BCB) ayant des permittivités relatives de l'ordre de 2,7 [66]).

Le procédé de fabrication utilisé est un procédé dit « chaud », c'est-à-dire que certaines étapes sont réalisées à des températures supérieures à 450°C, inspiré du procédé SDA (Scratch Drive Actuator) qui avait fait l'objet d'un transfert de technologie du LIMMS vers l'IEMN en 1997.

Ainsi, l'utilisation de couches diélectriques de types résine est à proscrire. De plus, la libération des parties mobiles de l'actionneur se fait dans une solution chimique d'acide fluorhydrique (HF) qui attaque une couche sacrificielle en oxyde de silicium. Ceci permet d'écarter l'oxyde comme couche isolante, en effet elle serait attaquée par la solution de HF. Une alternative serait de réaliser l'isolation en faisant une croissance d'oxyde thermique une fois les structures libérées comme dans la référence [11].

Cependant l'oxyde thermique présente un gradient de contrainte important, ainsi il est difficile d'envisager des dispositifs sans contrainte. La Figure 32 représente les images 3D et le profil interférométrique associé pour une poutre libérée en silicium polycristallin dopé avant (Figure 32(a)) et après la croissance de 20nm d'oxyde thermique (Figure 32(b)). Sur les profils en hauteur de la Figure 32(c), une déflexion de 1,77 μm est constatée en bout du levier de 100 μm de long. Il est intéressant de noter que l'oxyde thermique est en compression. Mais la déflexion de la poutre s'effectue vers le haut. Nous pouvons supposer ici que de la croissance d'oxyde s'est effectuée plus rapidement sur la partie supérieure du dispositif que sur la partie inférieure.

Notre choix se porte donc sur le nitrure de silicium peu contraint (Si_xN_y) comme couche diélectrique. Pour compenser les contraintes une fois les structures libérées, cette couche diélectrique va encapsuler totalement les structures et pas seulement l'électrode enterrée et la partie inférieure de l'électrode mobile comme dans les sections précédentes.

De plus, le champ de claquage du Si_xN_y est plus grand que celui du SiO_2 (respectivement 7MV.cm⁻¹ contre 1.7MV.cm⁻¹, mesuré dans notre laboratoire) ce qui conduit à des épaisseurs plus fines de diélectrique. Ainsi 300nm de Si_xN_y vont pouvoir supporter des tensions jusqu'à 200V.

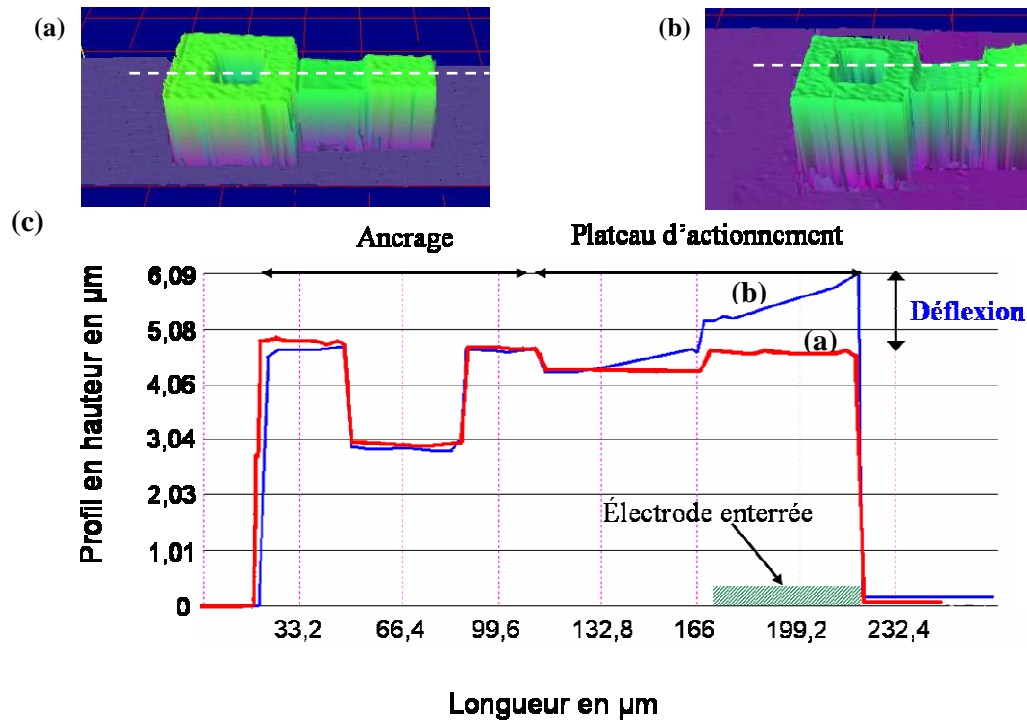


Figure 32 : Image 3D et profil interférométrique (Fogale zoomSurf3D) d'une poutre encastrée-libre en silicium polycristallin de $100\mu\text{m}$ de long, $40\mu\text{m}$ de large et de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur. (a) Image 3D de la poutre après libération de la structure. (b) image 3D après la croissance de 20nm d'oxyde thermique. (c) Vue en coupe suivant les sections en pointillé.

3.2.3.2.7 Procédé de fabrication

Les étapes de réalisation technologiques des dispositifs sont décrites dans la partie qui suit (et précisément détaillées en annexe du document).

Ce procédé de fabrication est basé sur l'encapsulation complète des parties structurales par du nitrure de silicium peu contraint. L'épaisseur de la couche a été dimensionnée pour permettre un contrôle du déplacement de la partie mobile sur toute la distance inter-électrodes dans une solution d'eau.

Le procédé de fabrication présenté à la Figure 33 est réalisé à l'aide des techniques de micro usinage de surface, il nécessite 5 niveaux de masque.

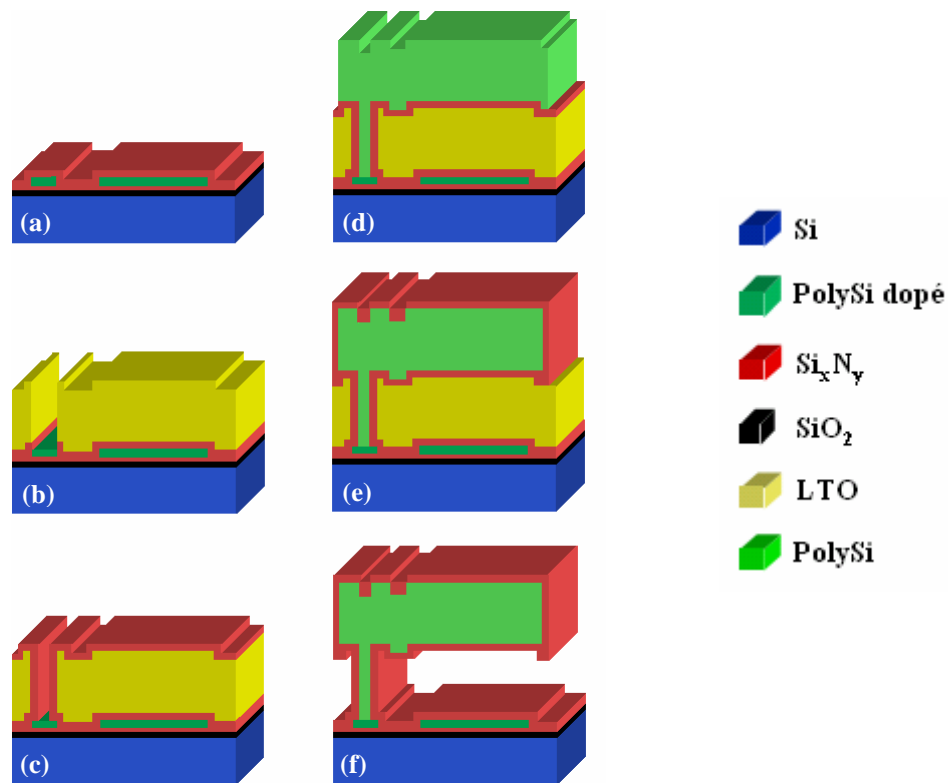


Figure 33 : Schéma descriptif du procédé de fabrication. (a) Création des électrodes enterrées. (b) Dépôt et gravure de la couche sacrificielle. (c) Dépôt de la première couche diélectrique pour l'encapsulation. (d) Dépôt de la couche structurale. (e) Deuxième niveau d'encapsulation avec la couche de nitrure de silicium. (f) Libération des parties mobiles dans une solution d'acide fluorhydrique.

La première étape correspond au nettoyage du substrat 3 pouces de silicium orienté (100) dopé de type n avec une résistivité de 5 à $10\Omega\cdot\text{cm}$.

Puis une oxydation sèche (SiO_2) de 350nm à 1100°C est réalisée, suivie d'une croissance de 100nm de nitrure de silicium peu contraint (Si_xN_y dont la stoechiométrie a été optimisée pour diminuer les contraintes résiduelles en tension) pour isoler électriquement le substrat.

Ensuite, 350nm de silicium polycristallin (PolySi) dopé n *in situ* sont déposés par plasma basse pression à 560°C (Low Pressure Chemical Vapor Deposition : LPCVD), et transférés par photolithographie et par gravure ionique réactive SF_6 (Reactive Ion Etching : RIE) pour définir les électrodes enterrées. Pour isoler électriquement ces électrodes durant l'actionnement, une couche de 300nm de Si_xN_y , est utilisée, Figure 33(a).

La couche sacrificielle, un oxyde basse température (Low Temperature Oxide : LTO), qui va permettre la libération des structures est déposée par LPCVD sur une épaisseur de $2\mu\text{m}$ et est gravé de manière anisotrope par un plasma de CF_4 et de CHF_3 , Figure 33(b).

Comme l'actionnement s'effectue en environnement liquide diélectrique, pour pouvoir contrôler le déplacement sur toute la distance entre les électrodes, une encapsulation par du Si_xN_y est réalisée. Le premier niveau d'encapsulation est donc constitué de 300nm de Si_xN_y gravée de manière anisotrope pour ouvrir les contacts électriques, Figure 33(c).

Le matériau structural est constitué de $2\mu\text{m}$ de silicium PolySi dopé de type n par diffusion et est gravé par un plasma composé de SF_6 , Figure 33(d). Le second niveau d'encapsulation de 300nm de Si_xN_y , est déposé et gravé de manière à isoler complètement la structure, Figure 33(e).

Un recuit à 1100°C durant 3heures permet de relaxer les contraintes mécaniques dans les différentes couches. La dernière étape correspond à la libération des structures dans une solution d'acide fluorhydrique (HF) à 50%, la structure est ensuite rincée et séchée à l'aide du séchage par CO_2 supercritique, Figure 33(f).

3.2.3.2.7.1 L'encapsulation par du Si_xN_y

Un actionneur à plaque parallèle de type poutre encastrée-libre est présenté sur l'image Microscope Electronique à Balayage (MEB) à la Figure 34(a). Le gros plan sur la couverture de marche est présenté à la Figure 34(b). Dans le but de valider le procédé de fabrication, le profile interférométrique en hauteur sur la longueur du levier est présenté à la Figure 34(c). Le profil obtenu est plat, aucune déflexion n'apparaît ce qui signifie qu'il n'y pas de gradient de contrainte notable dans la structure.

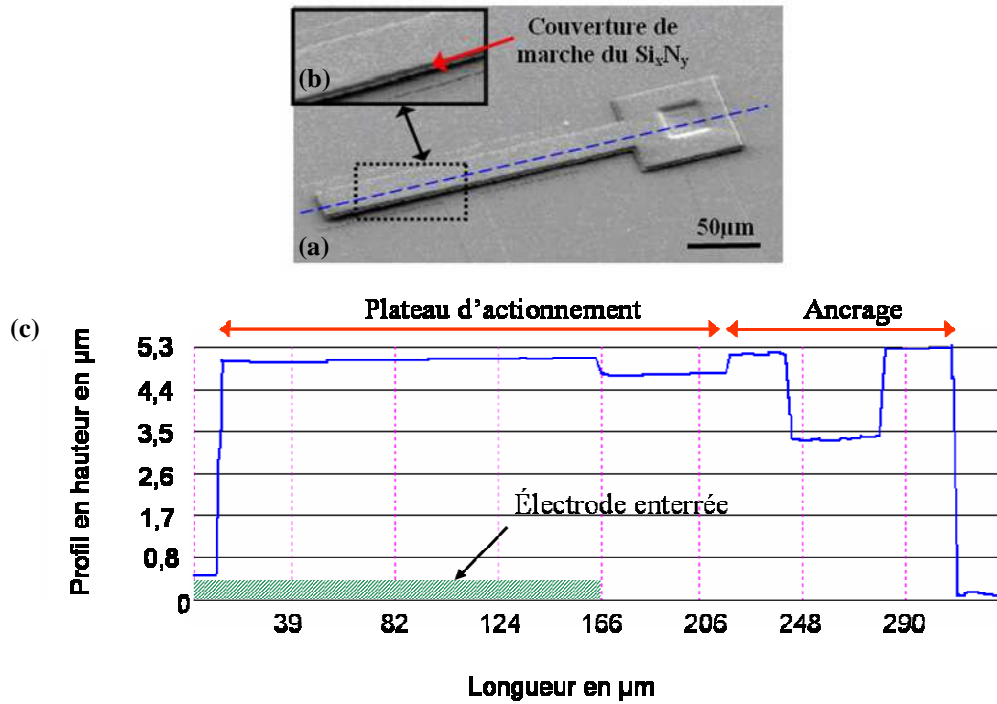


Figure 34 : (a) Image MEB d'une poutre encastrée-libre encapsulée dans 300nm de Si_xN_y . (b) Gros plan sur la couverture de marche. (c) Profil topographique en hauteur correspondant à la ligne pointillée en (a).

L'isolation électrique des parties structurales est effectuée avec du nitrure de silicium peu contraint. La Figure 35 présente une vue en coupe de la plus petite structure fabriquée une poutre de poutre de 2 μm de large constituée de 2 μm de silicium polycristallin encapsulée par 100nm de Si_xN_y . On remarque de plus le caractère isotrope de la gravure RIE du silicium polycristallin.

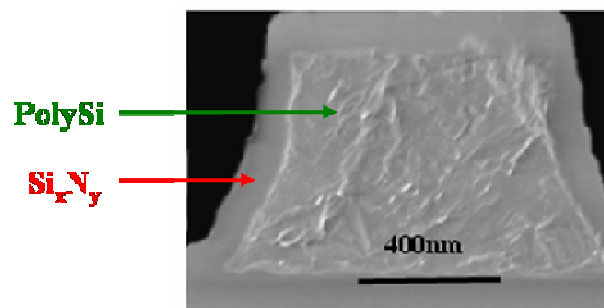


Figure 35 : Image MEB de la coupe de la poutre en torsion, le PolySi est complètement encapsulé par le Si_xN_y .

3.3.3.4 Caractérisation

Les tests ont été réalisés dans différentes solutions avec des permittivités et des conductivités différentes, comme l'air, l'eau déionisée, l'IPA et l'eau du robinet. Les trois types d'architecture (levier, actionneur en torsion et membrane) ont été testés dans ces solutions. La Figure 36 est le schéma descriptif de l'échantillon une fois le procédé de fabrication terminé et le wafer découpé. Chaque échantillon possède deux dispositifs qui peuvent être testés simultanément.

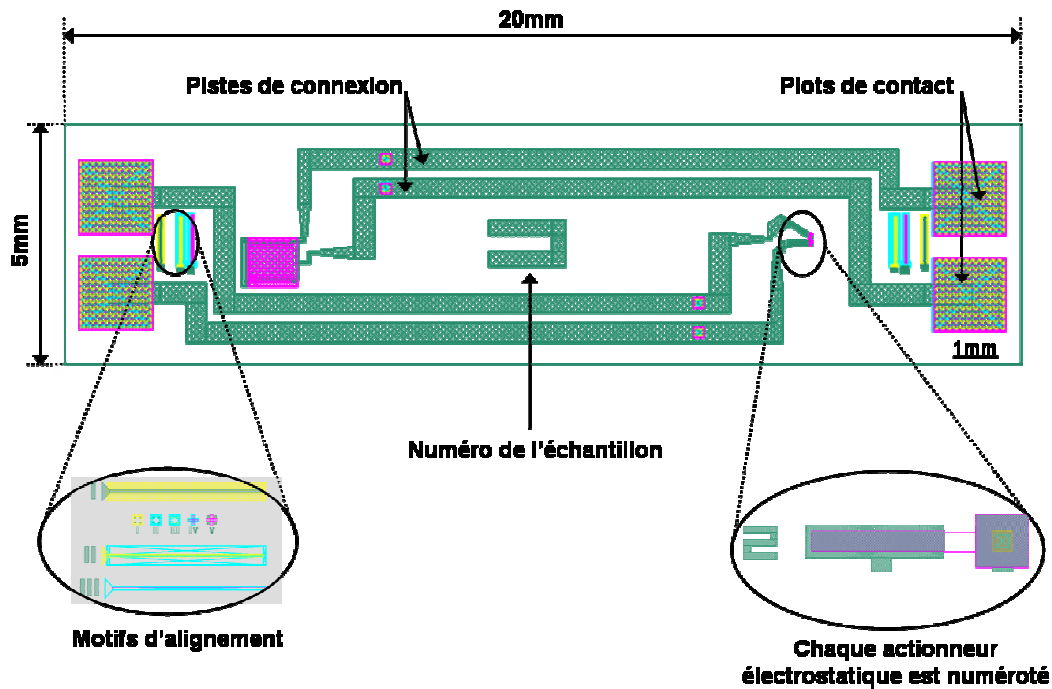


Figure 36 : Schéma d'un échantillon une fois le wafer découpé. Chaque échantillon comporte deux dispositifs qui peuvent être testés simultanément.

Le dispositif expérimental de caractérisation est décrit sur la Figure 37. Le boîtier de test en téflon permet de servir de réservoir au liquide. C'est une sorte de boîte circulaire creuse composée d'un réservoir et d'un couvercle ouvert pour visualiser le déplacement à l'aide d'un microscope. Pour garder les pointes des deux micromanipulateurs²⁴ dans un environnement sec, les plots d'accès de la structure sont en dehors du boîtier réservoir, Figure 37(b), l'étanchéité est réalisée par des joints circulaires en caoutchouc. La station sous pointe²⁵ permet d'observer le déplacement de la partie mobile par le biais d'un microscope optique connecté à une caméra.

Les générateurs de signaux alternatif (AC) et continu (DC) permettent d'alimenter le dispositif, et un oscilloscope permet d'enregistrer les tensions.

²⁴ Les micromanipulateurs sont des PH100 de Suss Microtec.

²⁵ La station sous pointe est une PM5 de Suss Microtec.

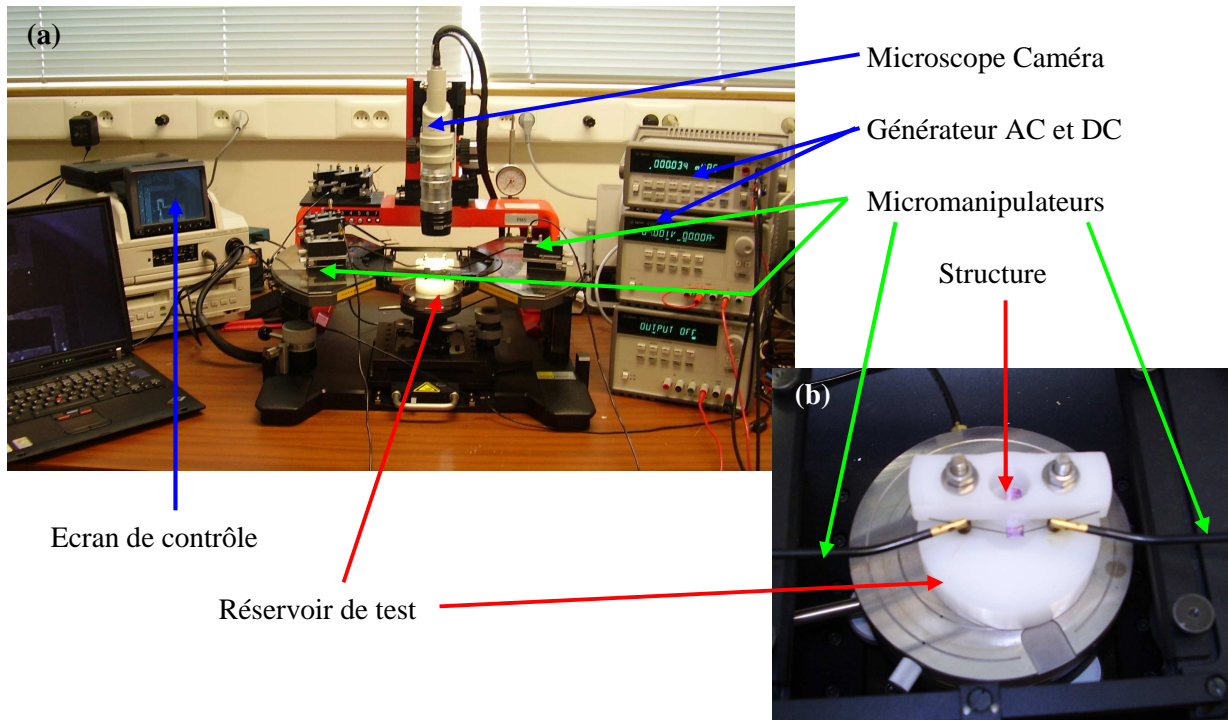


Figure 37 : Dispositif de caractérisation en environnement liquide. (a) Photo de la station sous pointe, les micromanipulateurs permettent de prendre les connexions électriques et d'enregistrer le déplacement de l'actionneur. (b) Réservoir de test utilisé pour contenir le liquide, les connexions électriques sont en dehors du réservoir.

Ce type de caractérisations ne permet pas d'avoir le déplacement en fonction de la tension mais visuellement en utilisant une optique inclinée il est facilement possible de déterminer la tension nécessaire pour fermer la distance g entre les électrodes.

3.2.3.2.8 Ecrantage du potentiel

Comme l'actionnement a lieu en environnement liquide, durant l'actionnement les ions s'accumulent pour former un écran à la surface des électrodes (cf. section 1.1.3) entraînant la perte de l'actionnement. Pour éviter ces phénomènes, une tension alternative doit être utilisée [10] [11]. Les fréquences minimales d'actionnement f_c dépendent de l'épaisseur de la couche diélectrique, de la distance entre les électrodes et du milieu d'actionnement. La Figure 6 issue de la référence [11] permet de déterminer f_c dans le cas de l'eau déionisée, de l'eau du robinet et de l'IPA. Le Tableau 9 récapitule les fréquences critiques d'actionnement suivant les liquides considérés.

Solution	Conductivité ^a ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	Fréquence ^b (kHz)
IPA	0.09	17
Eau déionisé	0.07	13
Eau du robinet	5	950

^a Valeurs issues de [68].

^b Valeurs issues de la Figure 6 pour une couche diélectrique en Si_xN_y de 300nm d'épaisseur et une distance g entre les électrodes de $2\mu\text{m}$.

Tableau 9 : Fréquences critiques d'actionnement à appliquer pour éviter l'écrantage du potentiel (issues de [11]).

Ainsi lors de la caractérisation des dispositifs, la fréquence minimale d'actionnement doit être de 17kHz pour l'IPA, de 13kHz pour l'eau déionisé et de 950kHz pour l'eau du robinet (ces fréquences ont été vérifiées expérimentalement).

3.2.3.2.9 La poutre encastrée-libre

Une poutre encastrée-libre, avec les dimensions du Tableau 10, a été fabriquée pour tester le déplacement hors plan de la partie mobile [59]. Les images optiques de la Figure 38 ont été prises durant l'actionnement dans une solution d'eau du robinet. L'image microscope de la Figure 38(a) correspond à la position pour $V=0\text{V}$, la partie mobile de l'actionneur est en position haute. A la Figure 38(b), la distance de $2\mu\text{m}$ entre les électrodes a été atteinte, la poutre est à sa position la plus basse, les deux électrodes sont en contact.

Description	Paramètre
Longueur	$L = 250\mu\text{m}$
Largeur	$w = 30\mu\text{m}$
Epaisseur	$t = 2\mu\text{m}$
Epaisseur des couches diélectriques ^a	$t_1 = t_2 = 300\text{nm}$
Permittivité relative des couches diélectriques ^a	$\epsilon_1 = \epsilon_2 = 8$
Distance entre les deux électrodes	$g = 2\mu\text{m}$

^aDans le cas d'une isolation avec du nitrure de silicium peu contraint Si_xN_y [67].

Tableau 10 : Dimensions de la poutre encastrée - libre.

La structure a d'abord été testée dans l'air avec et sans l'encapsulation par du Si_xN_y . Comme la poutre a été dimensionnée pour permettre le contrôle du déplacement dans l'eau, dans le cas d'un actionnement dans l'air la condition sur le contrôle du déplacement n'est pas respectée. L'effondrement de la partie mobile sur l'électrode enterrée apparaît respectivement à 7V et 8V sans

et avec l'encapsulation des parties structurales par du Si_xN_y . (cf. Tableau 11). Ainsi l'encapsulation par 300nm de Si_xN_y (qui correspond à une augmentation en épaisseur de 600nm sur la partie mobile) entraîne une augmentation des tensions d'actionnement de 15%.

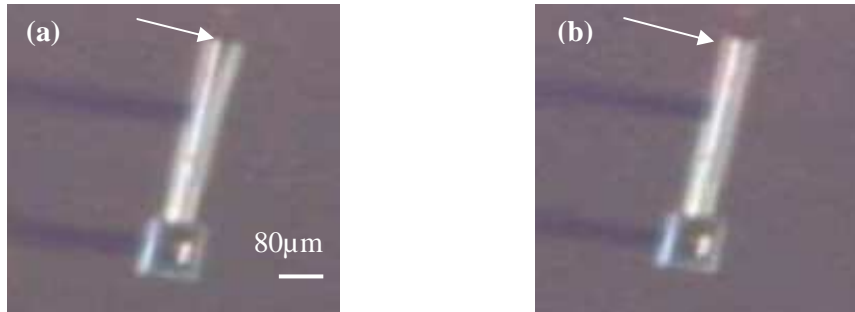


Figure 38 : (a) Image microscope durant l'actionnement dans l'eau pour un déplacement nul. (b) Image optique durant l'actionnement dans l'eau dans le cas d'un déplacement maximum. Les flèches blanches localisent l'actionnement.

Si la permittivité du liquide est augmentée en actionnant la poutre dans l'IPA, la condition sur le contrôle du déplacement n'est pas remplie et l'effondrement intervient à 4V, Tableau 11. La tension d'actionnement est réduite de 50% par rapport au cas de l'air.

Milieu	ϵ	f_c^a (kHz)	Tension théorique pour parcourir g (V)	Tension expérimentale pour parcourir g (V)	Erreur (%)
Air (sans Si_xN_y)	1	--	7,31*	7*	4,2
Air (avec Si_xN_y)	1	--	7,73*	8*	3,49
IPA	21.3	17	3,78*	4*	5,82
Eau déionisé	80.1	13	6,37	6	5,80
Eau du robinet	80.1	950	6,37	6	5,80

^aFréquence critique d'actionnement [11].

*Signifie qu'il y a effondrement, la tension pour parcourir g est donc la tension d'effondrement.

Tableau 11 : Comparaison entre les tensions théoriques et expérimentales pour parcourir la totalité de la distance g pour une poutre encastrée-libre dimensionnée dans le Tableau 10.

La structure est ensuite testée dans la solution d'eau déionisée puis dans l'eau du robinet. Comme la poutre a été dimensionnée pour respecter la condition de contrôle du déplacement, le phénomène d'effondrement n'intervient plus. La tension pour parcourir toute la distance entre les électrodes est identique dans les deux solutions, elle est de 6V (cf. Tableau 11).

Ces tests montrent que l'actionnement électrostatique peut être appliqué dans des milieux de conductivité et de permittivité différentes.

3.2.3.2.10 Les structures en torsion et les membranes

Pour étudier l'actionnement électrostatique en milieu liquide, les autres architectures ont été testées avec le même dispositif expérimental que celui présenté à la Figure 37 [59].

L'actionneur électrostatique en torsion est une architecture intéressante qui se rapproche de celle d'une pince. Pour expliquer le principe de fonctionnement, un plateau d'actionnement est maintenu par deux poutres encastrées, ainsi durant le fonctionnement, les poutres sont soumises à des moments de torsion [69] [70]. La Figure 39 est une image microscope de l'actionneur en torsion (dimensionné au Tableau 12) actionné dans une solution d'eau. La Figure 39-(a) correspond au cas où $V = 0V$, et la Figure 39-(b) à la tension permettant de fermer la distance g entre les électrodes.

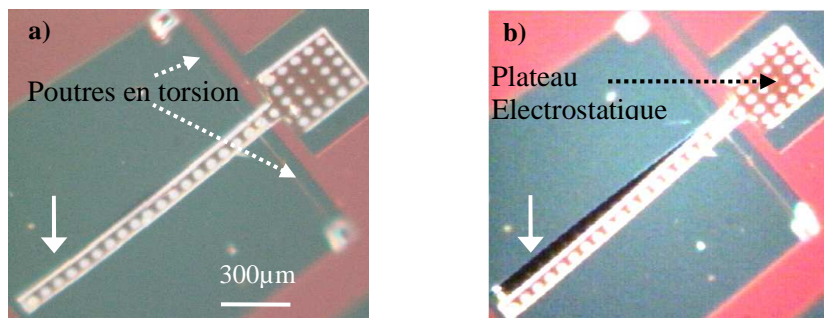


Figure 39 : (a) Image microscope durant l'actionnement dans l'eau pour un déplacement nul. (b) Image optique durant l'actionnement dans l'eau dans le cas d'un déplacement maximum. Les flèches blanches localisent l'actionnement.

Paramètres	Valeurs
Plateau d'actionnement	
Longueur	$L = 300\mu\text{m}$
Largeur	$w = 300\mu\text{m}$
Epaisseur	$t = 2\mu\text{m}$
Raideur	$k = 3,26 \times 10^{-9} \text{ N.m.rad}^{-1}$
Distance entre les électrodes	$g = 2\mu\text{m}$
Epaisseur des couches diélectriques ^a	$t_1 = t_2 = 300\text{nm}$
Permittivité des couches diélectriques ^a	$\epsilon_1 = \epsilon_2 = 8$
Poutres en torsion	
Longueur	$L_t = 490\mu\text{m}$
Largeur	$w_t = 5\mu\text{m}$
Levier	
Longueur	$L_l = 1100\mu\text{m}$
Largeur	$w_l = 90\mu\text{m}$

^aDans le cas d'une isolation avec du nitrure de silicium peu contraint Si_xN_y [67].

Tableau 12 : Dimensions de l'actionneur en torsion.

La structure a été testée dans l'air, dans l'eau du robinet et dans l'IPA, les résultats sont présentés dans le Tableau 13. Les tensions d'effondrement qui apparaissent dans l'air et dans l'IPA sont plus faibles que dans le cas de la poutre encastree-libre. En effet la structure en torsion possède une surface d'actionnement supérieure à celle de la poutre (cf. équation 25 au paragraphe 0).

Structure	Actionnement	Air	IPA	Eau
	ϵ	1	21,3	80,1
	f_c (kHz) ^f	--	17	950
Actionneur en torsion ^a	Tension théorique (V) ^b	0,25*	0,12*	0,19
	Tension expérimentale (V) ^c	0,3*	0,1*	0,2
Membrane ^d	Tension Simulée (V) ^e	44,68*	16,37*	33,4
	Tension expérimentale (V) ^c	45*	16*	34

^a Dimensions au Tableau 12.

^b Tension théorique nécessaire pour parcourir la distance entre les électrodes g .

^c Tension expérimentale nécessaire pour parcourir la distance entre les électrodes g .

^d Dimensions au Tableau 14.

^e Simulé avec le logiciel CoventorWare TM.

^f Fréquence minimale à appliquer pour éviter l'écrantage du potentiel [11].

*Indique que la tension correspond à la tension d'effondrement.

Tableau 13 : Tensions théoriques et expérimentales nécessaire à la fermeture de la distance entre les électrodes.

Comme l'actionnement a lieu en milieu liquide, le déplacement de la partie mobile de l'actionneur entraîne des mouvements de fluide. Ces mouvements peuvent conduire à la destruction de la structure, par exemple quand le liquide est introduit dans le réservoir. Pour tester la robustesse des dispositifs fabriqués, une architecture de type membrane avec de grandes dimensions permet d'avoir une interaction importante avec le liquide. Le Tableau 14 comporte les dimensions de la membrane testée.

Description	Paramètre
Longueur	$L = 378\mu\text{m}$
Largeur	$w = 243\mu\text{m}$
Epaisseur	$t = 2\mu\text{m}$
Epaisseur des couches diélectriques ^a	$t_1 = t_2 = 300\text{nm}$
Permittivité relative des couches diélectriques ^a	$\epsilon_1 = \epsilon_2 = 8$
Distance entre les deux électrodes	$g = 2\mu\text{m}$

^aDans le cas d'une isolation avec du nitrure de silicium peu contraint Si_xN_y [67].

Tableau 14 : Dimensions de la membrane.

Les Figure 40-(a) et respectivement Figure 40-(b) sont des images optiques prises durant l'actionnement dans l'eau pour un déplacement à $V=0V$ et à $V(x=2\mu\text{m})$.

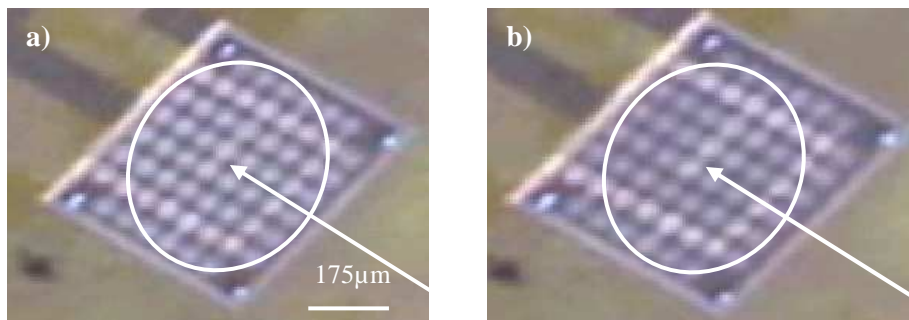


Figure 40 : (a) Image microscope durant l'actionnement dans l'eau pour un déplacement nul. (b) Image optique durant l'actionnement dans l'eau dans le cas d'un déplacement maximum. Les flèches blanches localisent l'actionnement.

La membrane a été successivement testée dans l'air, dans l'IPA, dans l'eau déionisée et dans l'eau du robinet. Le Tableau 13 présente la comparaison entre les valeurs théoriques et expérimentales de l'actionnement. Les tensions théoriques ont été calculées par simulation par éléments finis avec le logiciel Coventor WareTM en bonne concordance avec les résultats expérimentaux.

De plus, ce type de dispositif présente une grande raideur équivalente ce qui explique les importantes tensions d'actionnement. La structure n'a pas été endommagée ni durant l'actionnement ni lors de l'introduction du liquide.

Sur les Figure 39 et Figure 40 des trous ont été percés dans la partie structurelle pour permettre une meilleure libération des membranes et des structures en torsion. En effet, cette libération s'effectue en milieu liquide et ces trous favorisent l'écoulement de la solution de HF. Ainsi les temps de libération sont moins longs. Ils permettent aussi au fluide d'opposer moins de résistance durant l'actionnement des dispositifs.

De plus, les problèmes de collage de la partie mobile sur l'électrode enterrée [71] inhérents aux microsystèmes sont évités du fait de l'actionnement en milieu liquide.

3.3.3.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons étudié la stabilité et les caractéristiques du déplacement en fonction de la tension d'actionneur électrostatique à plaques parallèles évoluant dans des liquides diélectriques. La modélisation analytique nous a permis de déterminer une condition de dimensionnement permettant de repousser le phénomène d'effondrement (apparaissant traditionnellement dans l'air à un tiers de la distance entre les électrodes). Ainsi le déplacement de la partie mobile de l'actionneur peut être contrôlé sur toute la distance entre les électrodes en dimensionnant correctement les matériaux des couches diélectriques. Les caractérisations expérimentales sur les dispositifs fabriquées par usinage de surface (membranes, poutres encastrée-libre et actionneurs en torsion) ont permis de valider l'actionnement électrostatique en milieu liquide. Les tensions nécessaires au parcours de toute la distance entre les électrodes ont été mesurées, et confrontées en bonne concordance avec les résultats théoriques, dans l'air, l'IPA, l'eau déionisée et enfin l'eau du robinet.

De plus, l'actionnement dans des milieux diélectriques avec de fortes permittivités (comme l'eau) permet d'avoir des tensions d'actionnement inférieures comparées à celle obtenues sous vide ou dans l'air.

Cette étude permet donc d'envisager la conception de microsystèmes évoluant en environnement liquide.

La suite de ce travail concerne l'étude du comportement dynamique de leviers à section rectangulaire évoluant en environnement liquide. L'objectif étant de concevoir un capteur de force en milieu liquide pour des applications AFM. Deux types d'actionnement seront considérés, l'actionnement électrostatique et piézoélectrique.

1.3.2 Mode dynamique

1.3.2.1 Présentation du dispositif

Le dispositif testé est un levier en silicium polycristallin (PolySi) dont les parties structurales ont été encapsulées par du nitrure de silicium peu contraint (Si_xN_y pour l'isolation électrique en milieu liquide). L'actionnement se fait par le biais d'une différence de potentiel appliquée entre l'électrode enterrée (isolée du substrat par une couche de SiO_2 et Si_xN_y) et le silicium structural du levier. Ce dispositif est conçu par technique de micro-usinage de surface, dont le procédé de fabrication a été précisément détaillé dans le premier chapitre de ce manuscrit. Une représentation schématique du levier est présentée à la Figure 41.

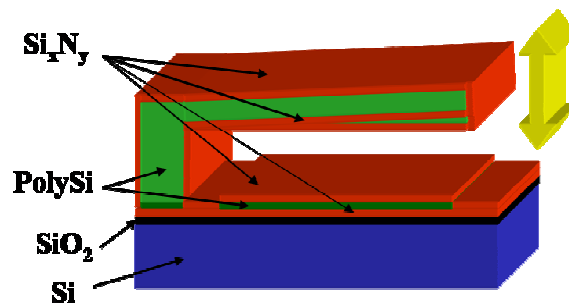


Figure 41 : Représentation schématique du levier à actionnement électrostatique.

Nous avons ainsi caractérisé une poutre encastree-libre (dont le procédé de fabrication est détaillé au paragraphe 3.3.3.3) en silicium polycristallin de $250\mu\text{m}$ de long, $30\mu\text{m}$ de large et de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur, encapsulée par 300nm de Si_xN_y . Ainsi le levier est composé de l'empilement de trois couches. Tout d'abord le Si_xN_y correspondant à l'isolation inférieure du levier, puis le PolySi structural et enfin le Si_xN_y de l'encapsulation supérieure. Comme nous l'avons vu pour le cas des leviers actionnés piézoélectriquement les calculs théoriques, permettant d'accéder aux paramètres de vibration du levier, doivent tenir compte des différents matériaux constituant le levier.

1.3.2.2 Courbes de résonance théoriques

La fréquence de résonance doit donc prendre en compte la nature des matériaux composant le levier. Ainsi, en utilisant la méthodologie de calcul décrite à l'organigramme de la Figure 14, le moment quadratique, et la largeur du levier doivent être remplacés par leurs expressions équivalentes en prenant le silicium polycristallin comme matériau de référence.

Ainsi la fréquence de résonance du mode fondamental dans le vide (en l'absence de dissipation) d'un levier à actionnement électrostatique devient :

$$f_{vide-élect} = \frac{3,52}{2\pi} \times \frac{1}{L^2} \sqrt{\frac{E_{PolySi} I}{\rho_{PolySi} t_{PolySi} + 2\rho_{Si_xN_y} t_{Si_xN_y}}} \quad \text{Eq36}$$

Où ρ_{PolySi} , et $\rho_{Si_xN_y}$ sont respectivement la densité volumique du silicium polycristallin et du nitrure de silicium, L est la longueur du levier, E_{PolySi} le module d'Young du matériau de référence (ici le silicium polycristallin), et I le moment quadratique équivalent. t_{PolySi} , et $t_{Si_xN_y}$ sont respectivement les épaisseurs de silicium polycristallin et de nitrure de silicium.

En utilisant cette expression de la fréquence de résonance dans le vide et en remplaçant la masse du levier par la masse du multicouches $m_{levier-élect} = (\rho_{PolySi} t_{PolySi} + 2\rho_{Si_xN_y} t_{Si_xN_y}) \times wL$, toute la modélisation, présentée dans le chapitre précédent, peut être utilisée pour évaluer le comportement du levier dans l'air et en milieu liquide. Les applications numériques utilisent les valeurs de masse volumique et de module d'Young du Tableau 15.

Matériaux	Mode de dépôt	Masse volumique (kg.m ⁻³)	Module d'Young (GPa)
Silicium polycristallin	LPCVD	2330	160±10*
Si _x N _y	LPCVD	2860	250±20*

Tableau 15 : Paramètres des matériaux utilisés dans l'actionnement électrostatique d'un levier en silicium polycristallin isolé avec du nitrure de silicium peu contraint. * Valeurs mesurées par nanoindentation dans notre laboratoire.

Cependant à la différence de la force piézoélectrique exercée sur le levier, la force électrostatique est non linéaire avec le déplacement. Ainsi la modélisation analytique présentée dans le chapitre 2 de ce manuscrit doit maintenant intégrer la non-linéarité de la force d'actionnement par rapport au déplacement $U(z)$ du levier. La résolution de l'équation du mouvement par le principe des moindres actions, présentée dans le chapitre précédent, ne permet pas de trouver une solution analytique simple²⁶. Cependant, une résolution numérique reste possible. Pour cela un programme sous MatlabTM permet de tracer la solution numérique de l'équation du déplacement $U(z)$ du levier, et ainsi d'accéder aux courbes de résonance théoriques. Le principe de résolution des équations du mouvement est détaillé en annexe de ce document.

²⁶ Il faut résoudre un système de deux équations couplées non linéaires à deux inconnues.

1.3.2.3 Caractérisations expérimentales

Le dispositif expérimental de caractérisation est présenté à la Figure 42. Il se compose d'un vibromètre laser à effet Doppler (Polytech OFV 353/OFV 3001) combiné avec une détection synchrone (EGG 5210). Les signaux d'alimentation sont générés par un générateur basse fréquence (HP 33120A). Deux micromanipulateurs (Suss Microtec PH100) permettent de prendre les connections directement sur le dispositif à caractériser. Un filtre passe haut à 2kHz (Krohn-Hite 3202) permet de filtrer le bruit basse fréquence. Ce dispositif expérimental a été mis en place par C. Granger responsable de l'équipe acoustique à l'ISEN²⁷. Ce dispositif expérimental, habituellement utilisé pour caractériser des dispositifs de taille macroscopique n'est pas particulièrement adapté à l'analyse de microstructures, en effet aucun microscope ou binoculaire n'est intégré sur le banc de test. Ainsi la focalisation du faisceau laser à l'extrémité du levier n'est pas précise. Pour cette raison les amplitudes de vibration du levier dans l'air et dans l'eau ont été normalisées par rapport au cas de l'actionnement dans l'air. En effet, nous ne pouvions pas précisément positionner le faisceau laser à l'extrémité du levier (où le déplacement est maximal) et ainsi mesurer la flèche dynamique du levier. Ces caractérisations ont été effectuées avant que le dispositif expérimental utilisé pour caractériser l'actionnement piézoélectrique ne soit à notre disposition.

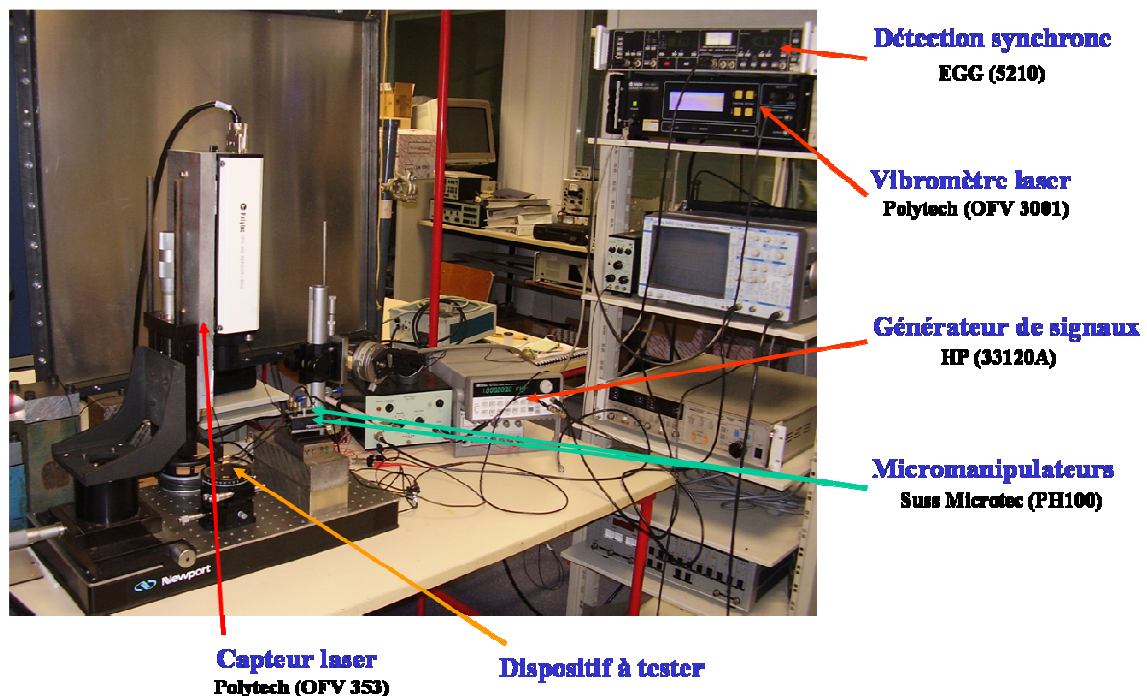


Figure 42 : Dispositif expérimental de caractérisations des leviers électrostatiques.

²⁷ Institut Supérieur d'Electronique et du Numérique de Lille.
187 / 296

Le levier de la Figure 34-(a) a été actionné dans l'air et dans l'eau avec le dispositif expérimental précédent et les conditions de mesure du Tableau 16. La détection synchrone a été réglée de manière à détecter le signal dans l'air et dans l'eau sans avoir à modifier les réglages. L'actionnement électrostatique en mode dynamique nécessite l'utilisation d'une tension alternative pour mettre en vibration le levier. Cependant une tension continue a été utilisée pour augmenter l'amplitude de vibration du levier. La structure a été tout d'abord actionnée en mode dynamique dans l'air, puis placée dans de l'eau du robinet en prenant garde de ne pas créer de ménisque « bombé » à la surface de l'eau qui entraînerait une perte du signal de détection (interface air-eau pour la détection laser).

Conditions expérimentales	Valeurs
Détection synchrone	
Nombre de points	100
Constante de temps de l'étage de sortie	300ms
Calibre	30mV
Tension d'actionnement	
Alternatif	1V
Continu	250mV

Tableau 16 : Conditions expérimentales de caractérisations des leviers électrostatiques.

La courbe de résonance, en amplitude, expérimentale a été superposée à la courbe théorique à la Figure 43. Ces courbes ont été normalisées par rapport à l'amplitude maximale obtenue lors de l'actionnement dans l'air, ainsi l'amplitude de vibration à la résonance dans l'air est unitaire.

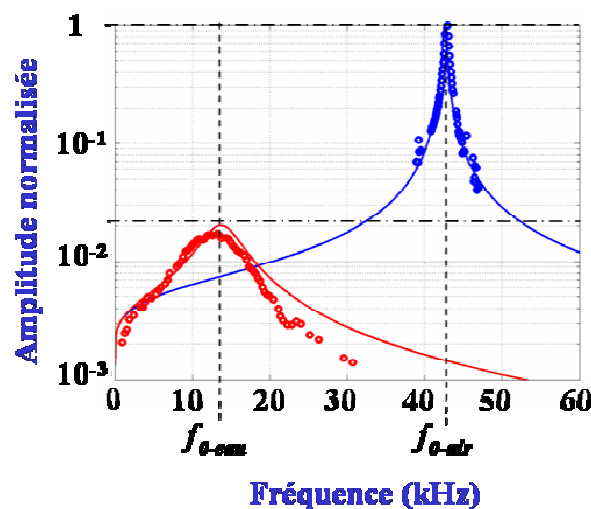


Figure 43 : Courbes de résonance théoriques et expérimentales dans l'air et dans l'eau pour le levier de la Figure 34-(a) [47].

Les valeurs expérimentales de fréquence de résonance et du coefficient de qualité sont extraites des courbes de résonance obtenues dans l'air et dans l'eau. Ces données permettent d'évaluer la masse et l'amortissement effectifs du levier.

Les mesures expérimentales permettent de confirmer le décalage de la fréquence de résonance (vers les basses fréquences), la diminution des amplitudes de vibration (d'un rapport $Q_{\text{air}}/Q_{\text{eau}}$), et la chute du coefficient de qualité lors de l'actionnement en milieu liquide comparé au cas de l'air [47]. Graphiquement, on remarque une bonne concordance entre la modélisation et les résultats expérimentaux. Plus précisément, l'écart entre les valeurs théoriques et expérimentales sur la position du pic de résonance et le coefficient de qualité sont présentés au Tableau 17.

	Fréquence de résonance en kHz			Coefficient de qualité			Amortissement effectif en $\text{kg}\cdot\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$			Masse effective en kg		
	Théorique	Testée	Ecart en %	Théorique	Mesuré	Ecart en %	Théorique	Mesuré	Ecart en %	Théorique	Mesurée	Ecart en %
Air	42,57	43,2	1,3	98,31	96	2,3	$9,6\times 10^{-8}$	$9,7\times 10^{-8}$	0,8	$3,5\times 10^{-11}$	$3,5\times 10^{-11}$	<0,5
Eau	13,77	12,7	7,9	3,19	3	5,9	$8,7\times 10^{-6}$	$9,1\times 10^{-6}$	4,8	$3,0\times 10^{-10}$	$3,2\times 10^{-10}$	4,9

Tableau 17 : Fréquence de résonance, coefficient de qualité, amortissement et masse effectifs théoriques et expérimentales dans l'air et dans l'eau pour un levier de $250\mu\text{m}$ de long, $30\mu\text{m}$ de large et épais de $2\mu\text{m}$.

La fréquence de résonance mesurée dans l'air est de 43,2kHz contre 12,7kHz dans le cas de l'eau. Cette diminution de la fréquence de résonance en milieu liquide, d'un facteur 3,5 dans notre cas, a pour origine l'augmentation de la masse effective du levier. En effet, elle est 8,5 fois plus importante dans l'eau que dans l'air en raison de la masse ajoutée par le liquide sur le levier (paragraphe 3.2.1 du chapitre précédent). Ces valeurs expérimentales sont en bonne concordance avec les valeurs issues de la modélisation analytique. En particulier, un écart de moins de 2% est obtenu pour l'actionnement dans l'air et un écart de l'ordre de 8% pour l'actionnement dans l'eau. Ces écarts peuvent être diminués en prenant en compte la géométrie réelle du levier. En effet, le levier a été fabriqué par micro-usinage de surface, ainsi sa section n'est pas exactement rectangulaire, les différentes gravures présentant un caractère isotropique modifiant la géométrie du levier. Les flancs du levier ne sont ainsi pas précisément verticaux mais plutôt incurvés comme le montre l'image MEB de la Figure 35.

Le coefficient de qualité expérimental dans l'air est de l'ordre de 96 tandis que dans l'eau il diminue à 3. Cette faible valeur explique la difficulté à extraire la courbe de résonance en milieu liquide. L'utilisation de la détection synchrone et la connaissance de la fréquence de résonance théorique ont été indispensables à la caractérisation du levier.

Dans le cas de l'actionnement électrostatique, le levier vibre à une distance de $2\mu\text{m}$ de la surface. Cette distance correspond à l'épaisseur de couche sacrificielle utilisée pour la libération du levier. Ainsi, l'amortissement calculé théoriquement et évalué expérimentalement ne représente pas directement les effets hydrodynamiques sur le levier. L'amortissement effectif tient aussi compte des effets de la proximité de la surface d'actionnement (voir paragraphe 3.1.3.2 du chapitre précédent) traduisant les effets de pincement de l'air et l'eau entre le levier et la surface en vis-à-vis (ici l'électrode enterrée).

Ce dispositif n'a pas été conçu pour s'intégrer directement dans l'AFM. En effet pour envisager un capteur de force adapté à l'AFM le levier devra être réalisé sur un substrat transparent, en s'inspirant des travaux de Bullen concernant l'actionnement électrostatique de leviers pour des applications de nanolithographie [42]. Ainsi la détection optique, des amplitudes de vibration, intégrée à l'AFM pourra être utilisée.

L'actionnement électrostatique a été caractérisé avec succès dans l'air et dans l'eau et confronté, en bonne concordance, avec la modélisation théorique. Ainsi actionner un levier en milieu liquide entraîne un décalage du pic de résonance vers les basses fréquences, une diminution du facteur de qualité et une réduction de l'amplitude de vibration (proportionnellement au rapport entre les coefficients de qualité). Ceci aussi bien dans le cas de l'actionnement électrostatique que piézoélectrique. La suite de ce chapitre va permettre de comparer les deux principes d'actionnement qui ont été caractérisés dans ce chapitre.

[1.4. Comparaison entre l'actionnement électrostatique et piézoélectrique](#)

L'actionnement électrostatique et piézoélectrique permettent tous les deux d'actionner en mode dynamique un levier de section rectangulaire dans un environnement sec ou en milieu liquide comme l'air et l'eau. Ceci a été vérifié théoriquement et expérimentalement dans ce manuscrit. Cependant ces deux principes d'actionnement diffèrent par la nature des matériaux les constituant. Le levier à actionnement électrostatique utilisé dans notre cas est constitué de silicium dopé (déposé par LPCVD) ayant une densité volumique plus faible et un module d'Young plus important que le PZT

(déposé par pulvérisation) utilisé pour l'actionnement piézoélectrique. Ainsi de par la nature de ces matériaux, l'actionnement électrostatique va permettre d'accéder à des fréquences de résonance plus importantes que dans le cas de l'actionnement piézoélectrique pour une même dimension de levier. Ainsi les fréquences de résonance pour l'actionnement électrostatique seront 2,3 fois plus importantes que celles de l'actionnement piézoélectrique.

Au point de vue de l'actionnement, la force électrostatique est proportionnelle au carré de la tension appliquée et dépend du déplacement $U(z)$ du levier (en $1/U(z)^2$) contrairement à l'actionnement piézoélectrique où la force dépend uniquement de la tension appliquée. De plus pour obtenir une même flexion du levier, une tension plus importante doit être appliquée dans le cas de l'actionnement électrostatique [53]. Ce qui conduit à avoir de plus petit déplacement pour l'actionnement électrostatique pour une même tension appliquée [54]. Ainsi du fait des tensions d'actionnement importantes, la partie conductrice de l'actionnement électrostatique doit être complètement isolée pour éviter les problèmes d'électrolyse en milieu liquide.

Cependant l'actionnement piézoélectrique nécessite lui une polarisation préalable du matériau, pour orienter le réseau cristallin du PZT, et rendre possible l'actionnement.

De plus le mode de dépôt du PZT par pulvérisation cathodique ne permet pas d'obtenir un matériau homogène notamment dans la taille des grains [20]. Ceci a pour conséquence d'altérer les propriétés de transduction du PZT. Ainsi le rendement ou la transduction de l'actionnement piézoélectrique est inférieure à celle de l'actionnement électrostatique.

Le vieillissement ou la fatigue mécanique des couches piézoélectrique est encore aujourd'hui non maîtrisée. L'actionnement électrostatique à lui déjà fait l'objet de plusieurs études [52].

Sachant que le but de cette étude est de concevoir un capteur AFM pour des applications en milieu liquide, le levier doit comporter une pointe effilée à son extrémité. L'actionnement piézoélectrique étant réalisé sur substrat SOI²⁸, la hauteur de la pointe²⁹ va donc dépendre de l'épaisseur de silicium monocristallin structurel du SOI (de grandes gammes d'épaisseurs sont disponibles, pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines de microns). Dans le cas de l'actionnement électrostatique, réalisé en silicium polycristallin, la pointe doit être réalisée dans l'épaisseur du matériau déposé. Ainsi comme l'épaisseur maximale de silicium polycristallin déposé par LPCVD est de l'ordre de 4 μ m, pour avoir un levier de 2 μ m d'épaisseur, la hauteur de la pointe ne pourra pas être plus importante que 2 μ m.

²⁸ Il peut aussi être fabriqué sur des wafers massifs en modifiant le procédé de fabrication.

²⁹ Le procédé de fabrication des pointes est décrit dans la suite de ce chapitre.

Ainsi pour obtenir des pointes de plus grandes tailles, l'architecture du levier doit être entièrement modifiée.

La comparaison entre ces deux principes d'actionnement est récapitulée dans le Tableau 18.

	Electrostatique	Piézoélectrique
Matériau	Silicium dopé	PZT
Fabrication	LPCVD	Pulvérisation
Module d'Young	160GPa	93GPa
Masse volumique	2330kg.m ⁻³	7300kg.m ⁻³
Force	% V ²	% V
Tension	$V_{elect} > V_{piézo}$ [53]	
Déplacement	$U(z)_{elect} < U(z)_{piézo}$ [54]	
Milieu liquide	Encapsulation	oui
Polarisation du matériau	Non	oui
Rendement, Couplage	++	-
Vieillessement, Fatigue	Connu [52]	Non maîtrisé
Intégration de la pointe	Petite pointe possible	oui

Tableau 18 : Comparaison entre l'actionnement électrostatique et piézoélectrique.

2 Conclusion

Pour concevoir un nanocapteur AFM évoluant en milieu liquide, deux principes d'actionnement du levier ont été discutés : l'actionnement électrostatique et piézoélectrique.

La première partie de cette étude a permis de caractériser des leviers à actionnement piézoélectrique intégré fabriqués par technique de micro-usinage de surface et de volume, le matériau piézoélectrique utilisé est une couche mince de PZT. Ces dispositifs, dont les dimensions ont été optimisées pour permettre un fonctionnement en milieu liquide ont été caractérisés dans l'air et dans l'eau, autant au point de vue des contraintes mécaniques, que de ses propriétés de vibration. Les courbes de résonance expérimentales obtenues par vibrométrie laser dans l'air et dans l'eau ont été comparées en bonne concordance avec les courbes théoriques issues de la modélisation analytique du second chapitre. Cette étude démontre la faisabilité d'utiliser l'actionnement piézoélectrique pour des applications en milieu liquide autant au point de vue de la compatibilité des tensions d'actionnement imposées par le milieu liquide que du point de vue des amplitudes de vibrations suffisantes pour une

détection optique. Ces leviers intégrant un actionnement piézoélectrique de type PZT en couche mince sont donc de bons candidats pour réaliser la fonction de capteur de force pour l'AFM en milieu liquide.

Dans un second temps, des leviers actionnés électrostatiquement dont les parties ont été caractérisés avec succès dans l'air et dans l'eau et confronté, en bonne concordance, avec la modélisation théorique. Ainsi actionner un levier en milieu liquide entraîne un décalage du pic de résonance vers les basses fréquences, une diminution du facteur de qualité et une réduction de l'amplitude de vibration (proportionnellement au rapport entre les coefficients de qualité de l'air et de l'eau). Ceci aussi bien dans le cas de l'actionnement électrostatique que piézoélectrique.

La dernière partie de ce manuscrit va être consacrée à la fabrication de pointes effilées qui vont être intégrées sur les leviers. Deux types de leviers vont être fabriqués. Un levier, sans actionnement, dont la pointe sera effilée par la croissance d'un nanotube de carbone. Ainsi qu'un levier avec un actionnement piézoélectrique dont la pointe sera effilée par des cycles d'oxydation et de désoxydation. Puis les dispositifs seront utilisés en AFM, pour imager différents types d'échantillons.

Références :

- [1] : W. Han, S. M. Lindsay, T. Jing, , “A magnetically driven oscillating probe microscope for operation in liquid“, Applied Physics Letters, Vol.69, No.26, 1996.
- [2] : E. Quandt, K. Seemann, “Fabrication and simulation of magnetostrictive thin-film actuators“, Sensor and Actuators A, Vol. 50, pp.105-109, 1995.
- [3] : D. Jendritza, J. Schröder, “Possible applications and limitations of piézolectric actuators in hydraulic systems“, Proceeding of International Conference On New actuators, Bremen, pp.138-143, 1994.
- [4] : Thèse d’Isabelle Roch, soutenue le 10 décembre 2001, Potentialité d’intégration des alliages à mémoire de forme en film mince dans les microsystèmes, Université des Sciences et des Technologies de Lille1.
- [5] : J. N. Zemel, “Future directions for thermal information sensors“, Sensors and Actuators A, Vol.56 pp.57-62, 1996.
- [6] : G. Greitmann, R. A. Buser, “Tactile microgripper for automated handling of microparts“, Sensor and Actuators A, Vol.53, pp.410-415, 1996.
- [7] : S. Fatikow, U. Rembold, *Microsystem Technology and Microrobotics*, Springer, Berlin, 1997.
- [8] : P. Krulevitch, A. P. Lee, P. B. Ransey, J. C. Trevino, J. Hamilton, M. A. Northrup, “Thin film shape memory alloy microactuators“, Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.5, pp.270-281, 1996.
- [9] : R. H. Wolf, A. H. Hewer, “TiNi films on silicon for MEMS applications“, Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.4, pp.206-212, 1996.
- [10] : H. Morgan, N. G. Green, *AC Electrokinetics : Colloids And Nanoparticles*, Research Studies Press LTD., 2003.

- [11] : T. L. Sounart, T. A. Michalske, K. R. Zavadil, “Frequency-Dependent Electrostatic Actuation in Microfluidic MEMS”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol.14, n°1, 2005.
- [12] : L. Castaner, J. Pons, R. Nadal-Guardia, A. Rodriguez, “Analysis of the extended operation range of electrostatic actuators by current-pulse drive”, *Sensors and Actuators A*, Vol. 90, pp. 181-190, 2001.
- [13] : E. K. Chan, R. W. Dutton, “Electrostatic micromechanical actuator with extended range of travel”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 9, pp. 321-328, 2000.
- [14] : K.R. Zavadil, M.A. Rising, and P.C. Galambos, “Limits of electrochemical processes at Si electrodes used at high field for aqueous microfluidic MEMS applications,” *Proc. Electrochemical Society Microfabricated Systems and MEMS VI*, Series PV2002- 6, Pennington, NJ, 2002, p. 144–152.
- [15] : <http://culturesciences.chimie.ens.fr/dossiers-reactivite-electrochimie-article-ElectrolyseEau.html>
- [16] : P. Curie, J. Curie, « Développement par compression de l’électricité polaire dans des cristaux hémédres à faces inclinées », *Comptes rendus des séances de l’Académie des Sciences de Paris*, vol.91, pp.295, 1880.
- [17] : J. Boujemâa, “Croissance de matériaux céramiques en couche mince par la méthode de pulvérisation cathodique : applications au PbTiO_3 et au PbLaTiO_3 “, Thèse : Génie des procédés, Université de Valenciennes, n°95VALE0012, 1995.
- [18] : G. Velu, “Croissance par pulvérisation cathodique et caractérisations électriques de couches minces ferroélectriques de PZT“, Thèse : Science des matériaux, Université des sciences de Valenciennes, N°98VALE0015, 1998.
- [19] : G. R. Fox, S.Trolier-McKinstry, S. B. Krupanidhi, L. M. Casas, “Pt/Ti/SiO₂/Si substrates“, *J. Mater. Res.*, Vol.10 N°6, pp.1508-1515, 1995.
- [20] : T. Haccart, “Elaboration et caractérisations de films minces pizoélectriques de PZT et de PNZT déposés sur silicium par pulvérisation cathodique. Intégration dans les microsystèmes“, thèse soutenue en décembre 2000 à l’Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis.

[21] : G. Vélu, D. Rèmeiens, “Electrical Properties of Sputtered PZT Films on Stabilized Platinum Electrode”, Journal of the European Ceramic Society, vol. 19, pp.2005-2013, 1999.

[22] : G. Vélu, D. Rèmeiens, “Dielectric and ferroelectric properties of Perovskite $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ films deposited by sputtering on Si substrate”, Microelectronics Reliability, vol.39, pp.241-250, 1999.

[23] : E. Dogheche, D. Rèmeiens, G. Velu, “Electrical and optical characterizations by prism-coupling method of PZT deposited in-situ by sputtering”, Surface Engineering Surface Instrumentation and Vacuum Technology, vol.66, pp.1-8, 2002.

[24] : T. Suzuki, I. Kanno, J. J. Loverich, H. Kotera, K. Wasa, “Characterization of $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ thin films deposited on stainless steel substrates by RF-magnetron sputtering for MEMS applications“, Sensors and Actuators A, vol.125, pp.382-386, 2006.

[25] : H. Ashraf, J. K. Bhardwaj, S. Hall, J. Hopkins, A. M. Hynes, I. Johnston, S. McAuley, G. Nicholls, L. Atabo, M. E. Ryan, S.C. Watcham, “Advances In Deep Anisotropic Silicon Etch For MEMS“, National Conference On Sensors And Microsystems, The Italian Association of Sensors and Microsystems, Italy, 2000.

[26] : www.stsystems.com.

[27] : T. Lida, T. Itoh, D. Noguchi, Y. Takano, ”Residual lattice strain in thin silicon-on-insulator bonded wafers: Thermal behaviour and formation mechanisms”, Journal of Applied Physics, vol.87, pp.675-681, 2000.

[28] : P. Delobelle, E. Fribourg-Blanc, O. Guillon, E. Cattan, D. Remiens, ”True Young modulus of $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ films measured by nanoindentation”, Applied Physics Letters, vol 85, pp. 5185-5187, 2004.

[29] : C. Lee, T. Itoh, R. Maeda, T. Suga, “Characterization of micromachined piezoelectric PZT force sensors for dynamic scanning force microscopy”, Review of Scientific Instruments, vol.65, pp.2091-2100, 1997.

- [30] : S. Arscott, S. Le Gac, C. Rolando, "A polysilicon nanoelectrospray-mass spectrometry source based on a microfluidic capillary slot", *Sensors and Actuators B*, vol.106, pp.741-749, 2005.
- [31] : J. B. Bureau, "Conception et réalisation d'un micro-capteur de force à base de jauges piézorésistives pour la caractérisation mécanique de cellules biologiques", Université de Lille1, Décembre 2006.
- [32] : W. Fang, J. A. Wickert, "Determining Mean and Gradient Residual Stresses in thin films using micromachined cantilevers", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.6, pp.301, 1996.
- [33] : M. Lagouge, "Conception de microsystèmes à base d'actionneurs en SU8 pour la manipulation de micro-objets en milieu liquide et transfert vers un milieu quasi-sec", Université de Lille1, Janvier 2006.
- [34] : F. Conseil, "Simulation, conception et réalisation d'un commutateur en technologie microsystème pour dispositifs logiques sécuritaires", Université de Lille1, Juin 2004.
- [35] : R. Herdier, D. Jenkins, M. Sulc, E. Dogheche, D. Remiens, "Laser Doppler vibrometry for evaluating the piezoelectric coefficient d_{33} on thin film", *Review of Scientific Instruments*, vol.77, 2006.
- [36] : A. W. McFarland, "Influence of surface stress on the resonance behaviour of microcantilevers", *Applied Physics Letters*, vol.87, n°053505, 2005.
- [37] : A. L. Kohlin, Ch. Wüthrich, D. V. Taylor, N. Setter, "Interferometric measurements of electric field-induced displacements in piezoelectric thin films", *Review Of Scientific Instruments*, vol.67, pp.1935-1941, 1996.
- [38] : J. W. Yi, W. Y. Shih, W. H. Shih, "Effect of length, width, and mode on the mass detection sensitivity of piezoelectric unimorph cantilevers", *Journal of Applied Physics*, vol.91, pp.1680-1686, 2002.
- [39] : Y. S. Yoon, S. H. Kim, S. J. Lee, H. K. Kim, M. J. Lee, "Fabrication and frequency response of dual-element ultrasonic transducer using PZT-5A thick film", *Sensors and Actuators A*, vol. 125, pp.463-470, 2006.

- [40] : G. Le Rhun, I. Vrejoiu, L. Pintilie, D. Hesse, M. Alexe, U. Gösele, “Increased ferroelastic domain mobility in ferroelectric thin films and its use in nano-patterned capacitors“, *Nanotechnology*, vol.17, pp.3154-3159, 2006.
- [41] : C. W. Baek, Y. K. Kim, Y. Ahn, Y. H. Kim, “Measurement of the mechanical properties of electroplated gold thin films using micromachined beam structures“, *Sensors and Actuators A*, vol. 117, pp.17-27, 2005.
- [42] : D. Bullen, C. Liu, “Electrostatically actuated dip pen nanolithography probe arrays“, *Sensors and Actuators A*, vol.125, pp.504-511, 2006.
- [43] : I. Revenko, R. Proksch, “Magnetic and acoustic tapping mode microscopy of liquid phase phospholipid bilayers and DNA molecules“, *Journal of Applied Physics*, vol.87, pp.526-533, 2000.
- [44] : B. Rogers, L. Manning, T. Sulchek, J. D. Adams, “Improving tapping mode atomic force microscopy with piezoelectric cantilevers“, *Ultramicroscopy*, vol.100, pp.267-276, 2004.
- [45] : Y. S. Kim, H. J. Nam, S. M. Cho, J. W. Hong, D. C. Kim, J. U. Bu, “PZT cantilever array integrated with piezoresistor sensor for high speed parallel operation of AFM“, *Sensors and Actuators A*, vol.103, pp.122-129, 2003.
- [46] : Y. C. Lin, T. Ono, M. Esashi, “Fabrication and characterization of micromachined quartz-crystal cantilever for force sensing“, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.15, pp.2426-2432, 2005.
- [47] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, “Electrostatic actuators operating in liquid environment: suppression of pull-in instability and dynamic response“, *Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, Stresa, Italy, pp.244-249, 2006.
- [48] : C. Millon, “Contribution à l’étude de procédés de réalisation de structures métal/PZT/métal sur silicium pour microsystèmes piézoélectrique », *INSA Lyon, Chap.2*, pp.56-58, Juillet 2003.
- [49] : Y. Kim, S.-H. Choo, “Measurements of residual stress in the thin film micro-gas sensors containing metallic layers“, *Thin Solid Films*, vol.394, pp.283-290, 2001.
- [50] : V. Branger; V. Pelosin, K. F. Badawi, P. Goudeau, “Study of the mechanical and microstructural state of platinum thin films“, *Thin Solid Films*, vol.275, pp.22-24, 1996.

- [51] : A. Iaia, C. Bernard, A.-S. Rollier, M. Faucher, A. M. Bonnot, L. Buchaillot, D. Mariole, V. Bouchiat, J. P. Aimé, “Greffage de nanotubes de carbone sur des champs de pointes AFM par CVD assisté filament chaud“, Microscopie à Sonde Locale, Anglet, France, 2005.
- [52] : O. Millet, “Vers une compréhension des mécanismes de défaillances des dispositifs microsystèmes“, Université de Lille1, décembre 2003.
- [53] : J. Olivares, E. Iborra, M. Clement, L. Vergara, J. Sangrador and A. Sanz-Hervás, “Piezoelectric actuation of microbridges using AlN”, *Sensors and Actuators A*, vol.123, pp.590-595, 2005.
- [54] : T. L. Sounart, T. A. Michalske, K. R. Zavadil, “Frequency-Dependent Electrostatic Actuation in Microfluidic MEMS”, *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol.14, n°1, 2005.
- [55] : C. M. Ho and Y. C. Tai, “Micro-electro-mechanical systems (MEMS) and fluid flows”, *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol.30, pp.579–612, 1998.
- [56] : S. D. Senturia, *Microsystem design*, Kluwer Academic Publishers, Massachusetts, 2001.
- [57] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, and L. Buchaillot, “Electrostatic actuators operating in liquid environment: Position control without pull-in effect”, *Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, Montreux, Suisse, pp.341-345, 2005.
- [58] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, « Actionneurs électrostatiques complètement isolés : fabrication, fonctionnement et caractérisation en milieu liquide », *Actes des conférences du 17^{ème} Congrès Français de Mécanique*, Troyes, France, n°359, 2005.
- [59] : A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, “Stability and Pull-in voltage of electrostatic parallel-plate actuators in liquid solutions”, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006.

- [60] : B. Legrand, A. S. Rollier, D. Collard, L. Buchaillot, "Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids", *Applied Physics Letters*, Vol. 88, n° 034105, 2006.
- [61] : B. Legrand, A. S. Rollier, L. Buchaillot, D. Collard, "Parallel Plate Electrostatic Actuators In Liquids: Displacement-Voltage Optimisation For Microfluidic Applications", *Proceeding of the 19th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, Istanbul, Turquie, 2006.
- [62] : W. Merlijn Van Spengen, R. Pues, R. Mertens, I. De Wolf, "A comprehensive model to predict the charging and reliability of capacitive RF MEMS switches", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.14, pp. 514-521, 2004.
- [63] : G. M. Rebeiz, *RF MEMS: Theory, Design, and Technology*, Wiley Editor, 2003.
- [64] : D. Collard, H. Fujita, H. Toshiyoshi, B. Legrand, L. Buchaillot, *Microsystem technology, Test and Reliability*, MIGAS'02, Editor J. Boussey, Hermes Lavoisier, Vol. 2, pp. 83-123, 2002.
- [65] : http://fr.wikipedia.org/wiki/M%C3%A9thode_de_Cardan
- [66] : M. D. Jnezic, D. F. Williams, V. Blaschke, A. Karamcheti, C. S. Chang, "Permittivity characterization of Low-*k* thin films from transmission-line measurements", *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, vol.51, pp. 132-136, 2003.
- [67] : S. M. Sze, *Physics of Semiconductor Devices*, 2nd Edition, Wiley Editor, 1981.
- [68] : G. J. Janz, R. P. T. Tomkins, *Nonaqueous Electrolytes Handbook: Volume1*, New-York: Academic, 1972.
- [69] : O. Degani, E. Socher, A. Lipson, T. Lejtner, D. J. Setter, S. Kaldor, Y. Nemirovsky, "Pull-in study of an electrostatic torsion microactuator", *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol.7, No.4, pp.373-379, 1998.
- [70] : R. Satter, F. Plötz, G. Wachutta, "Macromodeling of an Electrostatic Torsional Actuator", *Transducers'01*, Munich, 2001.

[71] : V. Agache, E. Quévy, D. Collard, L. Buchailot, “Stiction controlled locking system for three dimensional self assembled microstructures : Theory and experimental validation“, Applied Physics Letters, Vol.79, No.23, 2001.

[72] : S. Ijima, “Helical microtubules of graphite carbon“, Nature, vol.354, pp.56-58, 1991.

[73] : H. Dai, J. H. Hafner, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, R. E. Smalley, “Nanotubes as Nanoprobes for Scanning Probe Microscopy“, Nature, vol.384, pp.147-151, 1996.

[74] : S. S. Wong, E. Joselevich, A. T. Wolley, C. L. Cheung, C. M. Lieber, “Covalently functionalized nanotubes as nanometer sized probes in chemistry and biology“, Nature, vol.394, pp.52-55, 1998.

[75] : A M Bonnot, V Bouchiat, M Faucher, “Growth of carbon nanotubes from silicon substrate coated with thin bilayer of titanium and cobalt deposited by chemical vapour deposition comprises use of hot filament on silicon substrate precoated with bilayer“, Patent number : WO 2004 094690.

[76] : Y. Nakayama, S. Akita, “Nanoengineering of carbon nanotubes for nanotools“, New Journal of Physics, vol.5, pp.128.1-128.23, 2003.

[77] : L. Marty, V. Bouchiat, C. Naud, M. Chaumont, T. Fournier, A. M. Bonnot, “Schottky Barriers and Coulomb Blockade in Self-Assembled Carbon Nanotube FETs“, Nanoletters, vol.3, pp.1115-1118, 2003.

[78] : D. Ditzel, M. Faucher, A. Iaia, J. P. Aimé, S. Marsaudon, A. M. Bonnot, V. Bouchiat, G. Couturier, “Analysis of mechanical properties of single wall carbon nanotubes fixed at a tip apex by atomic force microscopy“, Nanotechnology, vol.16, pp.S73-S78, 2005.

[79] : D. Ditzel, S. Marsaudon, J. P. Aimé, C. V. Nguyen, G. Couturier, “Mechanical properties of a carbon fixed at the tip apex: A frequency-modulated atomic force microscopy study“, Physical Review B, vol.72, n°035445, 2005.

[80] : V. Agache, P. Bigotte. , B. Legrand , V. Senez , L. Buchailot , D. Collard, “Modeling and experimental validation of silicon Nanotip oxidation: towards a Nanoelectromechanical filter

application”, Procedure of the International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducer's03, Boston, June 07-12, IEEE, pp. 1287-1290, 2003.

[81] : R. Sandberg, W. Svendsen, K. Molhave, A. Boisen, “Temperature and pressure dependence of resonance in multi-layer microcantilevers“, Journal of Micromechanics and Microengineering, vol.15, pp.1454-1458, 2005.

[82] : L. Marty, A. Iaia, M. Faucher, V. Bouchiat, C. Naud, M. Chaumont, E. Di Muoio, T. Fournier, A. M. Bonnot, “Self-assembled single wall carbon nanotube field effect transistors and AFM tips prepared by hot filament assisted CVD”, Thin Solid Films, vol.501, pp.299-302, 2006.

[83] : A.-S. Rollier, C. Bernard, A. Iaia, D. Mariolles, A. M. Bonnot, L. Buchaillet, J. P. Aimé, “Wafer scale fabrication of Si tips for CNT tip grafting using the self assembled Hot Filament CVD technique”, Nanotechnology, 2006.

[84] : L. Marty, V. Bouchiat, A. M. Bonnot, M. Chaumont, T. Fournier, S. Decossas, S. Roche, “Batch processing of nanometer-scale electrical circuitry based in situ grown single-walled carbon nanotubes”, Microelectronic Engineering, vol.61-62, pp.485-489, 2002.

[85] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, “Microscopie de force dynamique : Partie A, Nanopointe oscillante à proximité d'une surface“, *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.

[86] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, “Microscopie de force dynamique : Partie B, FM-AFM et AM-AFM“, *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.

[87] : G. Couturier, R. Boisgard, L. Nony, J-P. Aimé, “Noncontact atomic force microscopy: Stability criterion and dynamical responses of the shift of frequency and damping signal”, review of Scientific Instruments, vol.74, n°5, pp.2726-2734, 2003.

[88] : T. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar, “Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity“, Journal of Applied Physics, vol.69, pp.668-673, 1991.

[89] : <https://www.veecoprobes.com>.

[90] : http://www.veeco.com/products/AFM_SPM/Metrology_and_Instrumentation/Dimension_3100/.

[91] : T. Heim, S. Preuss, B. Gerstmayer, A. Bosio, R. Blossey, “Deposition from a drop : morphologies of unspecifically bound DNA“, Journal of Physics Condensed Matter, vol.17, pp. 703-716, 2005.

[92] : B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J.P. Nys, V. Senez, D. Stievenard, “Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate”, Journal of Applied Physics, vol.91, pp.106-111, 2002.

FABRICATION ET CARACTERISATIONS DE LEVIERS ACTIFS INTEGRANT UNE POINTE EFFILEE POUR L'IMAGERIE AFM EN MILIEU LIQUIDE

1	CONCEPTION DE POINTES EFFILEES PAR UN NANOTUBE DE CARBONE	205
1.1	CROISSANCE DE NANOTUBE DE CARBONE	205
1.1.1	<i>Optimisation de la forme des pointes.....</i>	<i>206</i>
1.1.2	<i>Etude statistique sur la croissance des CNTs.....</i>	<i>210</i>
1.1.3	<i>Intégration de la pointe sur le levier.....</i>	<i>214</i>
1.2	CARACTERISATION MECANIQUE DU NANOTUBE DE CARBONE	217
1.2.1	<i>Courbes d'approche retrait.....</i>	<i>217</i>
1.2.2	<i>Qualité d'imagerie AFM.....</i>	<i>221</i>
2	IMAGERIE AFM.....	225
2.1	COURBES DE RESONANCE EN AFM	227
2.2	IMAGERIE AFM.....	230
2.3	ACTIONNEMENT EN MILIEU LIQUIDE	234
3	CONCLUSION.....	239

1 Conception de pointes effilées par un nanotube de carbone

Depuis la découverte des nanotubes de carbone (CNTs) par Ijima en 1991 [1], ces molécules cylindriques ont faits l'objet d'une recherche soutenue portant autant sur leurs propriétés mécaniques (faible diamètre, module d'Young élevé [5]) que physiques (transistor ultime [13]).

Les CNTs sont constitués de feuilles de graphites enroulées de manière concentriques et espacées de 0,6nm. Typiquement les nanotubes de carbone à mono-parois¹ (SWCNTs *Single Wall Carbon Nanotubes*) ont un diamètre compris entre 0,8 et 3nm. Le diamètre des nanotubes de carbone à multi-parois (MWCNTs *Multi Walls Carbon Nanotubes*) varie en fonction du nombre de feuilles de graphite enroulées² [7]. La longueur des CNTs fabriqués varie entre la dizaine de nanomètres et la centaine de microns. Ainsi en raison de ces propriétés géométriques les CNTs sont de très bons candidats pour l'AFM à résolution ultime [2] [3]. De plus, comme le graphite (plus exactement le carbone le constituant) est inerte, la pointe AFM est ainsi protégée des modifications chimiques provenant des interactions avec la surface.

Cependant, leur usage est encore limité par la difficulté de fabriquer des pointes nanotubes de façon standardisée (en terme de longueur et de diamètre) et reproductible. Dans cet esprit, une technique d'auto-assemblage de nanotubes de carbone monoparois, par dépôt chimique en phase vapeur assisté d'un filament chaud (HFCVD *Hot Filament Chemical Vapor Deposition*) [6] a été appliquée avec succès au greffage de nanotubes de carbone à l'apex de pointes en silicium [7]. Afin d'étudier les paramètres cruciaux régissant la croissance d'un nanotube ou d'un faisceau de nanotubes unique à l'apex de pointes en silicium, des champs de pointes ont été fabriqués pour réaliser une étude statistique [9]. Puis les propriétés mécaniques du nanotube ont été étudiées en intégrant la pointe effilée par le nanotube de carbone sur un levier. Des mesures de forces en AFM dynamique ont permis d'extraire la raideur du nanotube. La qualité d'imagerie a été mise en évidence sur une surface de graphite fraîchement clivée.

1.1 Croissance de nanotube de carbone

La croissance de Nanotubes de Carbone est réalisée au LEPES à Grenoble dans l'équipe d'Anne-Marie Bonnot.

Le bâti de synthèse par dépôt chimique en phase vapeur assisté d'un filament chaud (HFCVD) consiste en une enceinte connectée d'une part à un banc de pompage et d'autre part à des arrivées de gaz (méthane, hydrogène). Les substrats sont positionnés au centre de l'enceinte sur un support en

¹ Les SWCNTs sont constitués d'une seule feuille de graphite enroulée de manière concentrique dont le diamètre est compris entre 0,6 et 3nm.

molybdène. Le porte échantillon est chauffé par contact avec une résistance chauffante de graphite. A 1cm au-dessus du substrat, reposant sur deux supports de courant, se trouve un filament de tungstène de 0,3mm de diamètre chauffé par effet Joule à 2000°C. La température de dépôt au niveau du substrat quand elle est de l'ordre de 800°C. Le gaz précurseur est un mélange de méthane combiné avec de l'hydrogène [4]. La Figure 1 présente le dispositif expérimental de synthèse des nanotubes de carbone.

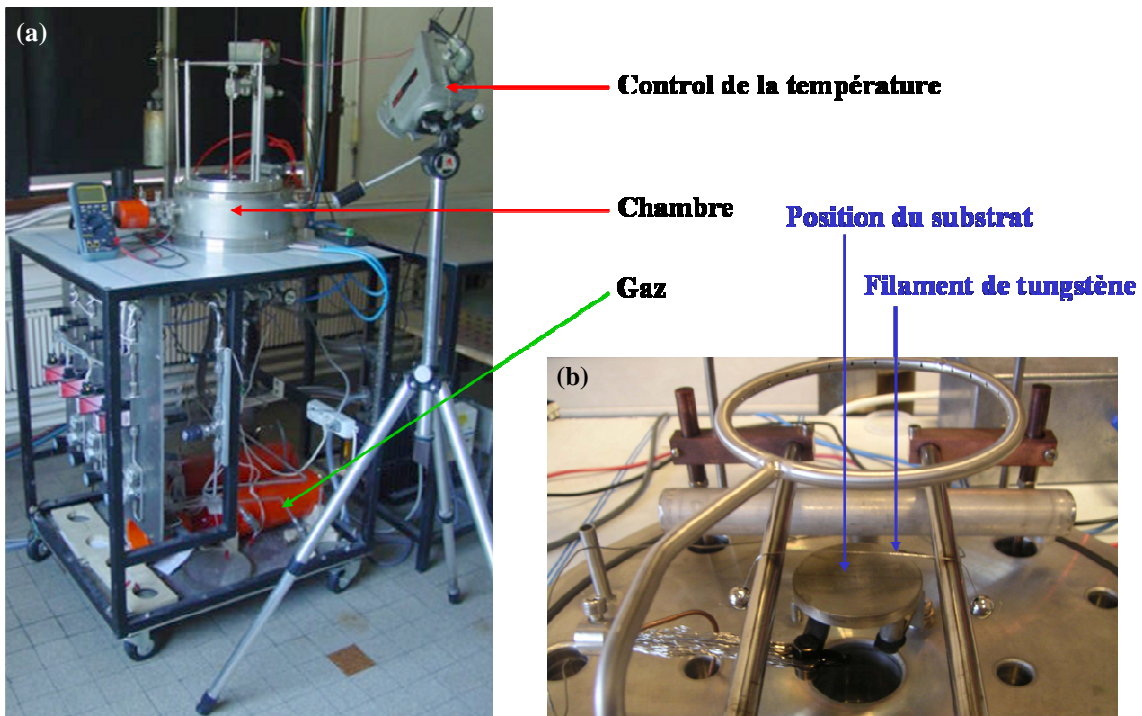


Figure 1 : (a) Dispositif expérimental de la synthèse de nanotubes de carbone. (b) Position du filament de tungstène et du substrat à l'intérieur de l'enceinte.

Pour favoriser la croissance catalytique de nanotubes de carbone, les substrats sont recouverts d'une fine couche de Cobalt de quelques nm (typiquement de 30 à 60nm) [11].

1.1.1 Optimisation de la forme des pointes

Actuellement le procédé de croissance permettant d'obtenir un unique nanotube de carbone à l'apex de pointes AFM commerciales est de l'ordre de 20% [12]. De plus la longueur des nanotubes obtenus n'est pas correctement maîtrisée. En effet, pour atteindre la résolution ultime en AFM, les nanotubes doivent avoir un diamètre le plus petit possible (inférieure à 5nm³) mais aussi une faible longueur

² Les MWCNTs sont typiquement composés de 12 à 32 parois pour un diamètre entre 10 et 20nm.

³ Ainsi les nanotubes doivent être monoparois ou à faibles nombres de parois, typiquement 2 ou 3 parois.

pour éviter les phénomènes d'adhésion sur la surface à imager [11]. Ainsi des champs de pointes, en silicium, à géométrie variable ont été fabriqués dans le but de déterminer les dimensions idéales de pointes favorisant la croissance d'un unique nanotube de carbone à son extrémité. La Figure 2 détaille le procédé de fabrication des nanopointes en silicium.

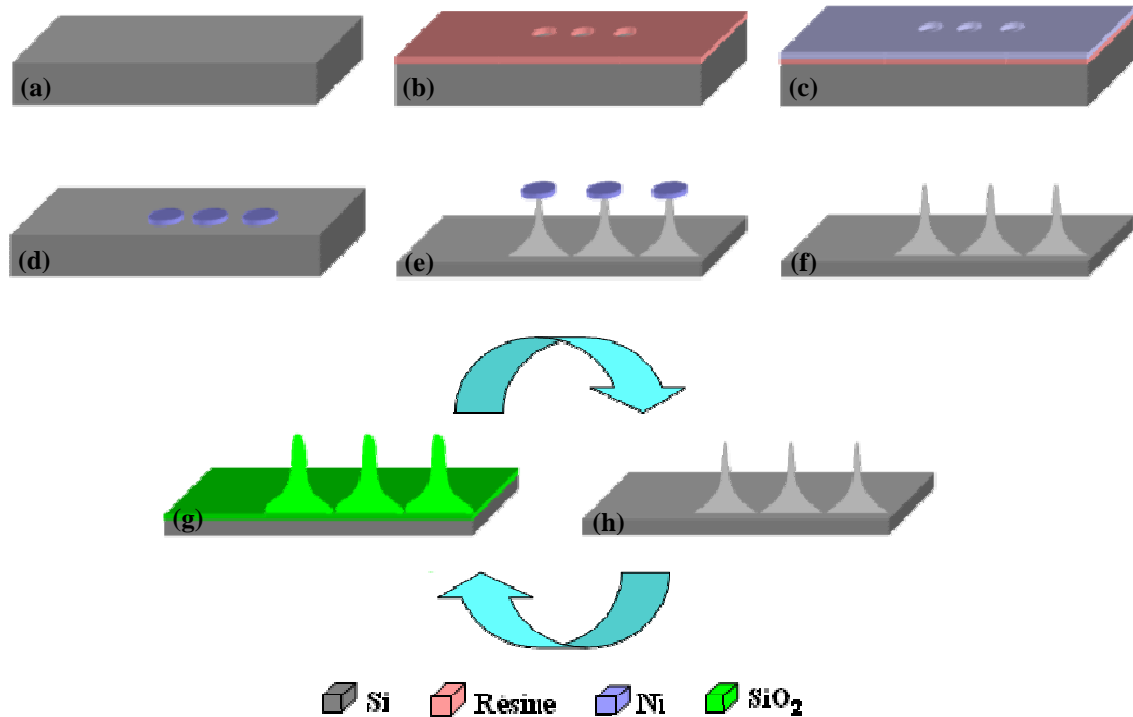


Figure 2 : Procédé de fabrication des Nano-pointes en Silicium. (a) Nettoyage du substrat. (b) Dépôt d'un bicouche de résine photosensible. (c) Dépôt de Ni. (d) Lift-off. (e) Gravure isotrope du Si. (f) Gravure chimique du masque en Ni. (g) Croissance d'oxyde thermique. (h) Désoxydation de la pointe. Les étapes (g) et (h) sont répétées jusqu'à l'obtention de l'effilage désiré.

Le procédé de fabrication débute par la Figure 2-(a) où le substrat 3pouces orienté (100) est nettoyé par gravure chimique humide. Un bicouche de résine photosensible est ensuite déposé, puis des trous circulaires sont ouverts dans la résine par photolithographie, Figure 2-(b). Une couche de 100nm de Nickel est ensuite déposée par évaporation, Figure 2-(c) et l'étape de *lift-off* permet de transférer le masque de Ni sur le substrat en silicium, Figure 2-(d). La gravure des piédestaux de silicium s'effectue alors à l'aide d'un plasma SF₆, O₂ et N₂. La durée de cette gravure est fixée par la calibration préalable de la vitesse de gravure verticale et latérale du silicium, Figure 2-(e) [9].

L'image MEB de la Figure 3-(a) présente une pointe gravée de manière isotrope à l'aide du masque en Ni. Il est intéressant de noter que le diamètre du masque circulaire en Ni correspond à la hauteur de la pointe obtenue. Ce masque est ensuite gravé chimiquement comme cela est schématiquement présenté à la Figure 2-(f). Une image MEB du champ de pointe après gravure isotrope des pointes et nettoyage du masque circulaire est présentée à la Figure 3-(b).

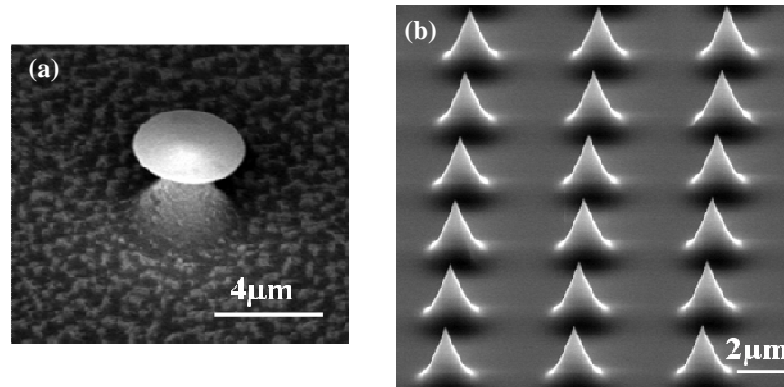


Figure 3 : (a) Image MEB d'une pointe avec le masque circulaire en Ni après l'étape de gravure isotrope. (b) Image MEB d'un champ de pointe après la gravure chimique du masque en Ni.

Les pointes obtenues doivent maintenant être effilées. Des cycles d'oxydation sèche à 1100°C, Figure 2-(g), et de gravure de l'oxyde formé dans une solution de HF, Figure 2-(h) permettent d'affiner l'apex des pointes pour obtenir des rayons de courbure de l'ordre de la dizaine de nanomètre.

La croissance d'oxyde thermique est non uniforme sur toute la pointe. L'épaisseur d'oxyde formée décroît à mesure que l'on se rapproche du sommet de la pointe car le rayon de l'interface Si/SiO₂ diminue, ce qui permet d'affiner la structure [9]. Le silicium est donc consommé moins rapidement au niveau des parties anguleuses de la pointe. Cependant, comme le montre l'image MEB de la Figure 4-(a), la croissance d'oxyde au niveau de l'apex, qui est la partie anguleuse de la structure, s'accumule en une « boule ». Le rayon de cette sphère d'oxyde correspond à l'épaisseur de SiO₂ formée. Une fois l'oxyde dissout dans une solution d'acide fluorhydrique, les pointes sont affinées et effilées, comme le montre l'image MEB de la Figure 4-(b).

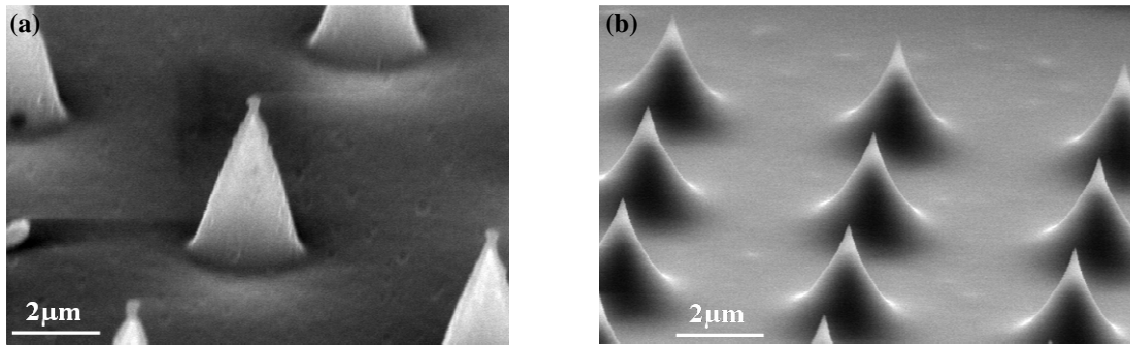


Figure 4 : (a) Image MEB d'un champ de pointes après la croissance d'oxyde thermique. Au niveau de l'apex de la pointe, la croissance d'oxyde forme une boule [9]. (b) Image MEB des pointes une fois l'oxyde retiré par procédé chimique.

Sachant que la hauteur des pointes dépend du diamètre du masque de gravure, en faisant varier le diamètre du masque en Nickel on va pouvoir obtenir différentes hauteurs de pointes et différents effilages sur un même substrat 3pouces. Ainsi, comme la vitesse de gravure du Si par SF₆, O₂ et N₂ est uniforme sur le wafer, pour les plus faibles diamètres de masques, la sous gravure va être très importante, ainsi les pointes seront moins hautes que prévu mais plus effilées.

Ainsi, nous avons réalisées des disques en Ni de diamètres compris entre 500nm et 4μm. La durée de la gravure isotrope du Silicium a été calibrée sur les disques de 4μm de diamètre de manière à ce que toutes les pointes soient effilées. La Figure 5 présente une image MEB des champs de pointes en fin de procédé de fabrication. Les pointes ont une hauteur comprise entre 300nm et 4μm pour un rayon de courbure à l'apex entre 7 et 20nm.

Le catalyseur de la croissance des nanotubes de carbone, du Cobalt dans notre cas⁴, est ensuite déposé sur tout le substrat par évaporation. La croissance de nanotubes de carbone est ensuite réalisée en suivant le protocole décrit au paragraphe 1.1.

⁴ L'épaisseur de Cobalt varie suivant le support, dans notre cas, elle est comprise entre 30 et 60nm.
209 / 296

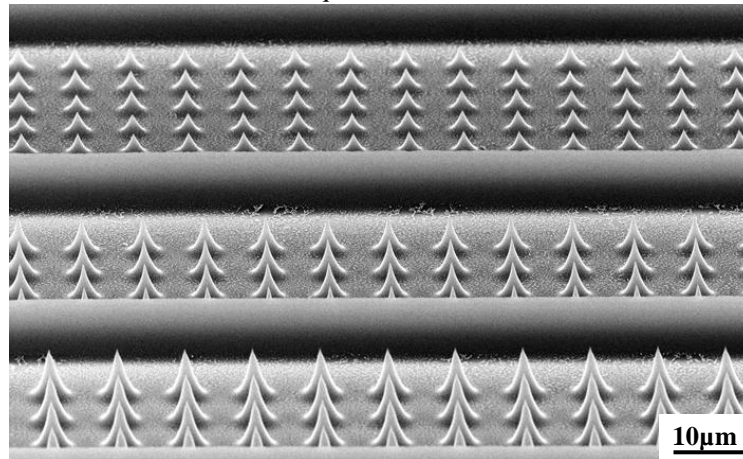


Figure 5 : Image MEB d'un champ de pointes en fin de procédé de fabrication.

Les champs de pointes obtenus vont permettre de réaliser une étude statistique à grande échelle sur la probabilité de croissance d'un unique nanotube de carbone à l'apex de chaque pointe.

1.1.2 Etude statistique sur la croissance des CNTs

L'étude statistique a été réalisée sur les champs de pointes issues du procédé de fabrication précédemment détaillé. La hauteur des pointes est comprise entre 300nm et 4 μ m pour un rayon de courbure à l'apex compris entre 7 et 20nm.

Tout d'abord, pour une même épaisseur de catalyseur de 30nm, le taux de greffage⁵ des CNTs est plus important dans le cas des pointes fabriquées par gravure isotrope (75%) que dans le cas des pointes AFM commerciales (20%) [12]. En effet, la forme des pointes que nous avons fabriquées est conique et non pyramidale, comme c'est le cas des pointes commerciales. Ainsi, les tubes restent « collés » par les forces de Van der Waals tout au long de la pointe sans pouvoir s'échapper, sauf lorsqu'ils arrivent à l'apex de la pointe. Pour les pointes commerciales, les tubes ont tendance à s'échapper lorsqu'il rencontre une arête de la pyramide, ce qui réduit considérablement la probabilité de retrouver un CNT à l'apex de ces pointes. Ceci est mis en évidence à la Figure 6-(a) où la croissance de nanotubes de carbone a été réalisée sur une pointe commerciale (Point Probe de Nanosensors). Il apparaît tout d'abord, qu'un nanotube est bien présent à l'apex de la pointe commerciale. Cependant, un autre nanotube pointe au niveau d'une des arêtes de la pointe pyramidale. Le principal avantage des pointes fabriquées par gravure isotrope est l'absence de facettes sur la pointe. Ainsi les nanotubes s'échappent principalement au niveau de l'apex de la pointe comme cela est présenté sur les images MEB des Figure 6-(b) et (c).

⁵ Le taux de greffage correspond à la présence d'un nanotube de carbone à l'apex de la pointe.

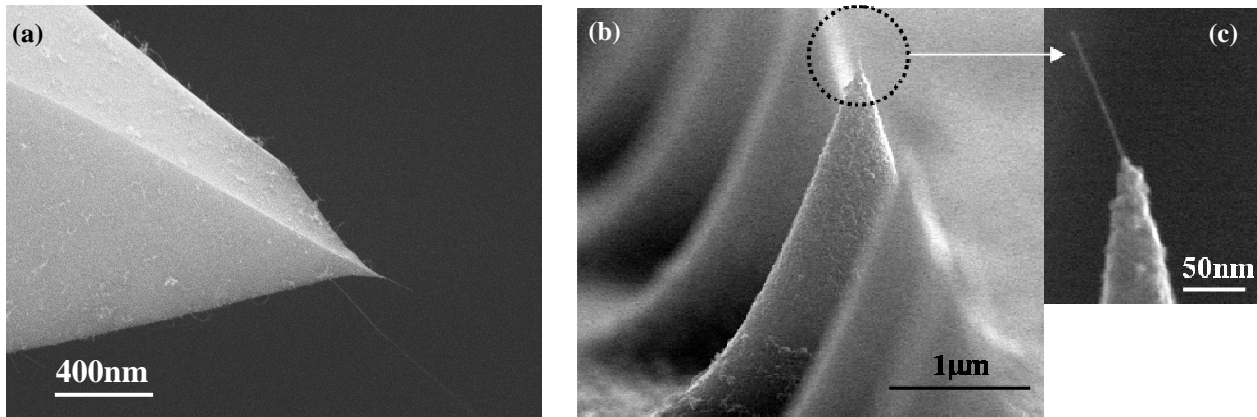


Figure 6 : (a) Image MEB d'une pointe commerciale (Point Probe de Nanosensors) après la croissance de CNTs. (b) Image MEB de pointes fabriquées par technique de gravure isotrope après croissance de CNTs par le même procédé de fabrication. (c) Gros plan de l'apex de la pointe.

A l'issue du procédé de croissance des nanotubes, les champs de pointes sont observés et imagés au MEB pour classer et compter les pointes possédant un nanotube de carbone⁶. Cette étude statistique, détaillée à la Figure 7, a été réalisée sur 700 pointes. Tout d'abord, 75% des pointes possèdent un CNT en bout de pointe, seul 25% des pointes n'ont pas de CNT. La Figure 7-(a) est une image MEB d'une pointe sans nanotube visible, on ne distingue que la présence du catalyseur. Le procédé de dépôt de nanotube de carbone est donc bien adapté à la géométrie des pointes coniques obtenue par gravure fluorée.

Plus en détail, les nanotubes formés ne prennent pas tous la même orientation et le même sens. En effet, sur les 75% de pointes possédant un CNT, 5% des nanotubes forment des boucles comme le montre l'image MEB de la Figure 7-(b). De plus, 10% des CNTs présentent un désalignement par rapport à l'apex de la pointe. Par exemple le nanotube peut sortir perpendiculairement au côté de la pointe comme à la Figure 7-(c) ou encore parallèlement à la direction de l'apex de la pointe comme à l'image MEB de la Figure 7-(d). Cependant, dans 59% des cas, le nanotube de carbone prend la direction privilégiée de l'apex de la pointe, ils peuvent ainsi être utilisés en AFM. Les images MEB des Figure 7-(f), (g) et (h) sont des exemples de pointes majoritairement obtenues. Le cas « idéal » pour l'imagerie AFM ultime représente 1% des cas. La Figure 7-(e) est une image MEB d'un nanotube ayant à la fois une faible longueur de 190nm (pour éviter les phénomènes d'adhésion

⁶ Comme la présence de nanotube de carbone est déterminée par imagerie MEB et que le diamètre des nanotubes monoparois est très fin (de 0,8 à 3nm), il est possible de « rater » un nanotube. La valeur du pourcentage de présence d'un nanotube est donc une valeur minimale.

capillaires avec la surface) et passant exactement au prolongement de l'apex de la pointe (pour solliciter uniquement le mode de « compression » du nanotube).

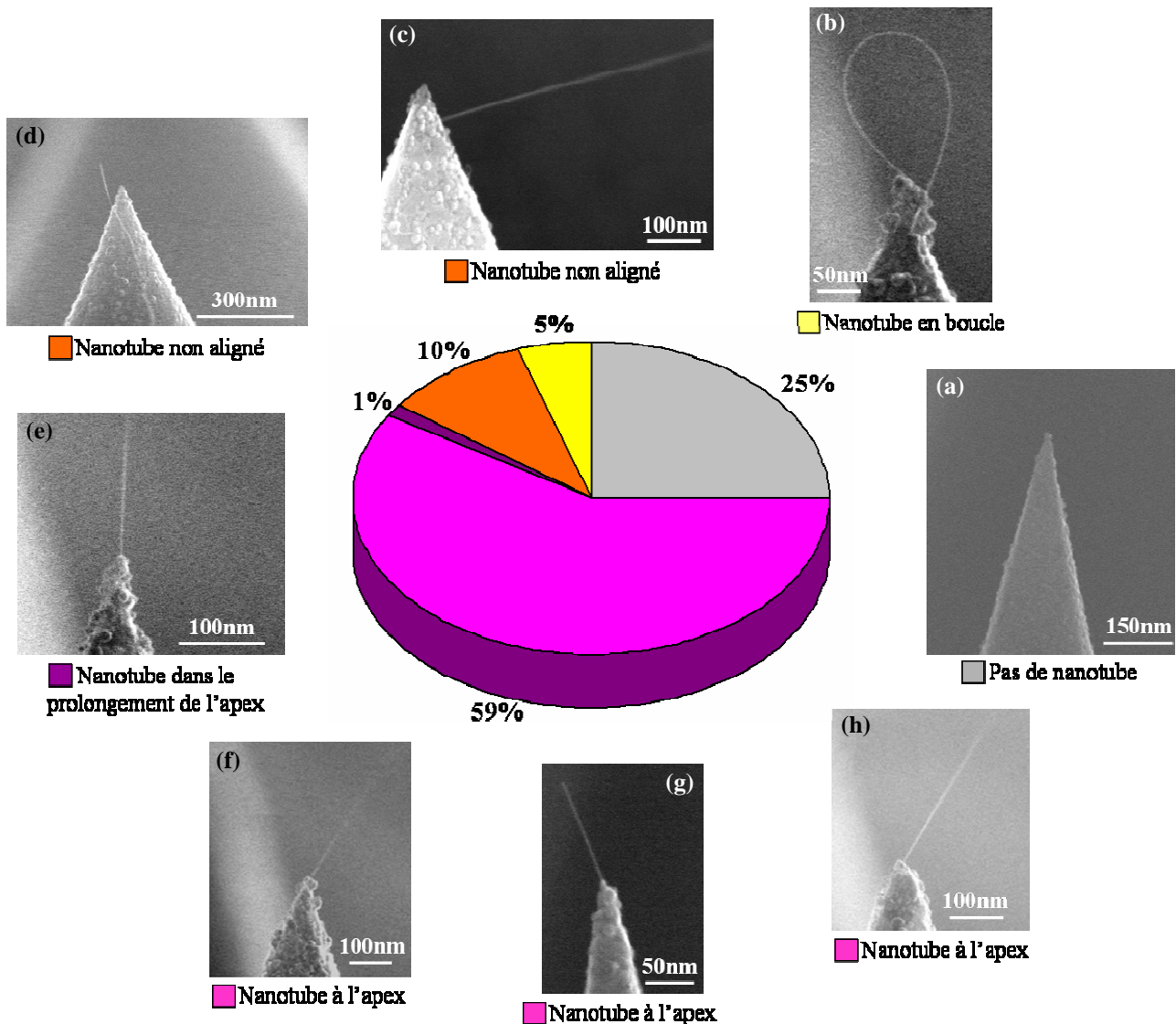


Figure 7 : Étude statistique sur la répartition des différentes configurations de croissance des nanotubes de carbone sur les champs de pointes fabriqués.

Cependant même si le nanotube de carbone n'est pas parfaitement dans le prolongement de la pointe, il est néanmoins possible de l'utiliser comme sonde AFM pour imager (si sa longueur est inférieure à 1µm). Les données obtenues deviennent, par contre, plus difficiles à interpréter notamment en raison des différents modes de flexion sollicités [11].

Pour que ces pointes affinées par un nanotube soient de bonnes sondes pour la Microscopie à Forme Atomique, leur longueur doit être donc contrôlée.

En effet, si la longueur du nanotube est supérieure à $1\mu\text{m}$, les forces de capillarité deviennent non négligeables et le nanotube adhère alors à la surface à imager [11].

Sur les 60% de pointes possédant un « bon » nanotube, c'est-à-dire un nanotube positionné dans le prolongement de l'apex de la pointe, la longueur des nanotubes obtenus est comprise entre 100nm et 1500nm. La Figure 8 présente un histogramme de répartition du nombre de nanotubes en fonction de leur longueur.

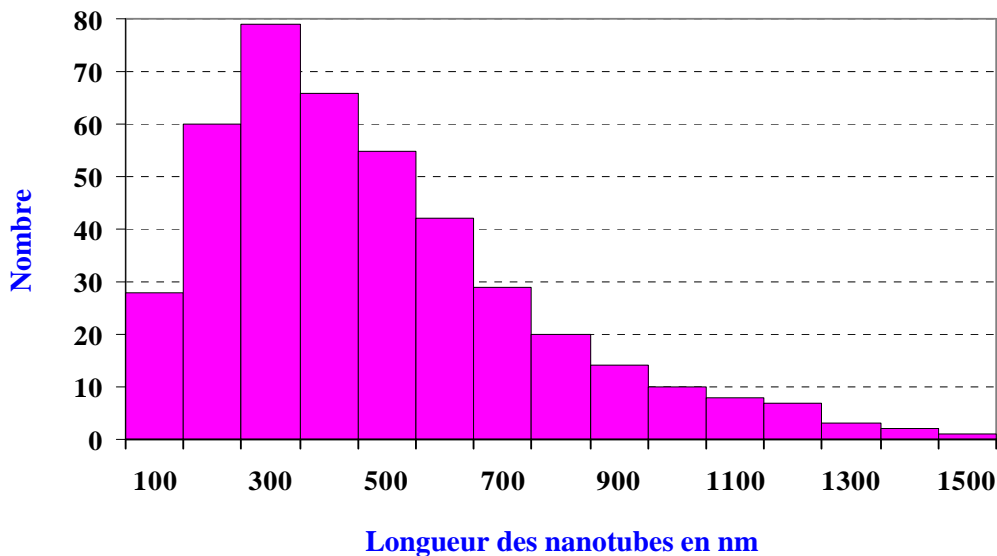


Figure 8 : Histogramme représentant le nombre de nanotubes de carbone en fonction de leur longueur. Les pointes prises en compte sont celles où le nanotube est positionné à l'apex de la pointe (en rose et mauve sur la figure précédente)⁷.

Ainsi 50% des pointes coniques en silicium possèdent un unique nanotube de carbone positionné dans le prolongement de l'apex de la pointe dont la longueur est comprise entre 100nm et 600nm. Ces pointes peuvent donc être utilisées en imagerie AFM. Ceci permet de valider à la fois le procédé de fabrication des pointes et le procédé de croissance des nanotubes de carbone.

De plus, il est intéressant de noter que les pointes, où la croissance de nanotube n'a pas eu lieu, comme sur la Figure 7-(a), peuvent à nouveau être traitées par croissance HFCVD.

Sachant que la réponse mécanique du nanotube de carbone est facilement obtenue par le contact entre l'extrémité du tube et une surface, la pointe effilée par un CNT va être intégrée sur un levier en

⁷ Merci à Anne-Marie et Charlotte pour toutes ces données expérimentales.
213 / 296

silicium pour extraire ses caractéristiques mécaniques. Ces dernières sont indispensables pour pouvoir interpréter correctement les images AFM.

1.1.3 Intégration de la pointe sur le levier

Cette étude va nous permettre de tester le comportement mécanique du nanotube mais aussi de caractériser ses qualités d'imagerie. Pour cela la pointe est intégrée sur un levier ancré à la partie massive du substrat dessiné avec des dimensions adaptées aux supports AFM commerciaux.

Le procédé de fabrication de ce nouveau levier à pointe-nanotube est schématiquement décrit à la Figure 9.

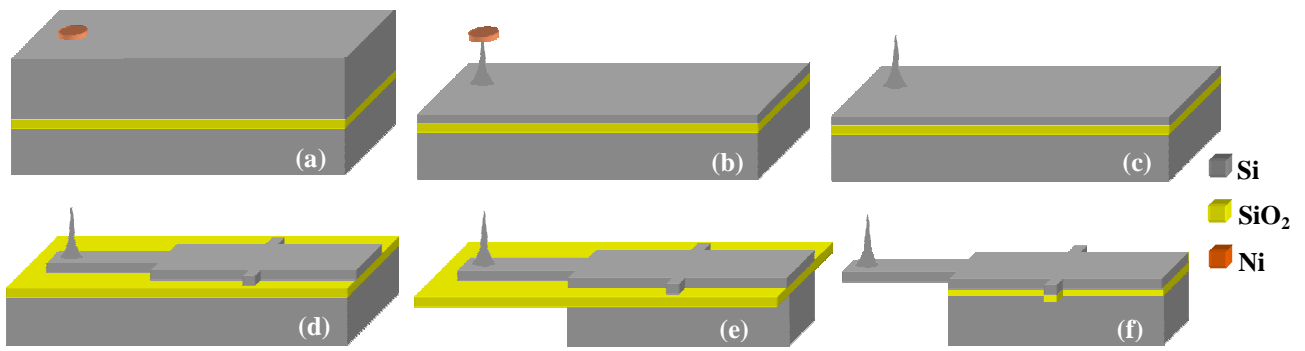


Figure 9 : Procédé de fabrication de nos leviers AFM.

Ce procédé de fabrication est réalisé sur un substrat SOI 3pouces orienté (100). La partie massive du SOI mesure 400 μm (sa résistivité est de l'ordre de 5 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ et dopé de type P). L'oxyde sacrificiel à une épaisseur de 500nm et la partie structurale est épaisse de 6 μm sa résistivité est de l'ordre de 5 $\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ (dopé de type N).

Les étapes de gravure de la pointe représentées aux Figure 9-(a), (b) et (c) sont identiques à celles décrites dans la section précédente. La hauteur de la pointe obtenue est de 4 μm de haut. Le levier et son support sont ensuite structurés dans les 2 μm du silicium structurel par gravure sèche fluorée. Cette étape est schématiquement représentée à la Figure 9-(d), le levier est ancré sur un support adaptable à l'AFM. Chaque dispositif est maintenu au substrat par des poutres de maintien pour en faciliter le clivage en fin de procédé de fabrication. Différentes dimensions de leviers sont fabriqués sur le même substrat. La longueur des leviers est comprise entre 15 et 200 μm et la largeur entre 5 et 20 μm , ce qui correspond à des raideurs de leviers comprises entre 0,4 et 150N.m $^{-1}$.

L'image MEB de la Figure 10-(a) est celle d'un levier de $15\mu\text{m}$ de large, $2\mu\text{m}$ d'épais et de $160\mu\text{m}$ de long. Le zoom de l'extrémité libre du levier, nous permet de voir la pointe de $4\mu\text{m}$ de haut. De plus, comme le levier a été structuré avec le procédé de gravure anisotrope Bosch, on distingue les différentes phases de gravure-passivation sur les flancs du levier.

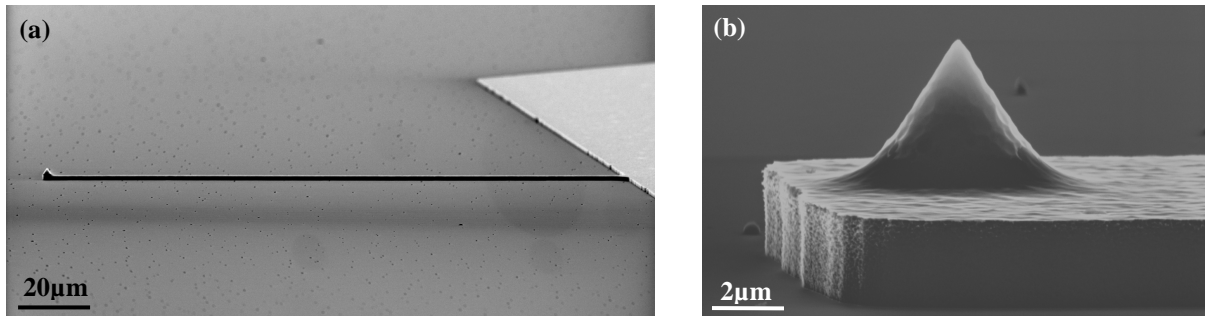


Figure 10 : (a) Image MEB d'un levier et de son support après leur étape de structuration par gravure fluorée. (b) Zoom sur l'extrémité du levier où se situe la pointe.

Une lithographie optique en face arrière du substrat avec une résine épaisse permet d'ouvrir des motifs pour usiner en volume le substrat⁸. La Figure 9-(e) est une représentation schématique de cette étape où la couche de 500nm d'oxyde est utilisée comme couche d'arrêt. Sur les images optiques des Figure 11-(a), (b) et (c) la couche d'arrêt en SiO_2 apparaît « gondolée » en raison du gradient de contrainte libéré lors de la gravure profonde.

La dernière étape, représenté à la Figure 9-(f), est la libération des leviers qui s'effectue par voie humide dans une solution d'acide fluorhydrique concentrée. La Figure 11-(d) est une image optique d'un levier libéré.

Les leviers sont alors détachés du substrat en appliquant une pression sur les poutres de maintien. Ils sont ensuite envoyés à Grenoble pour la suite du procédé de fabrication qui concerne la croissance HFCVD de nanotube de carbone à l'apex des pointes. Le procédé de croissance utilisé est celui qui a été décrit au paragraphe 1.1 de ce chapitre.

⁸ Cette étape d'usinage de volume est réalisée en utilisant le procédé de gravure profonde Bosch sur un bâti STS (Surface Technology Systems).

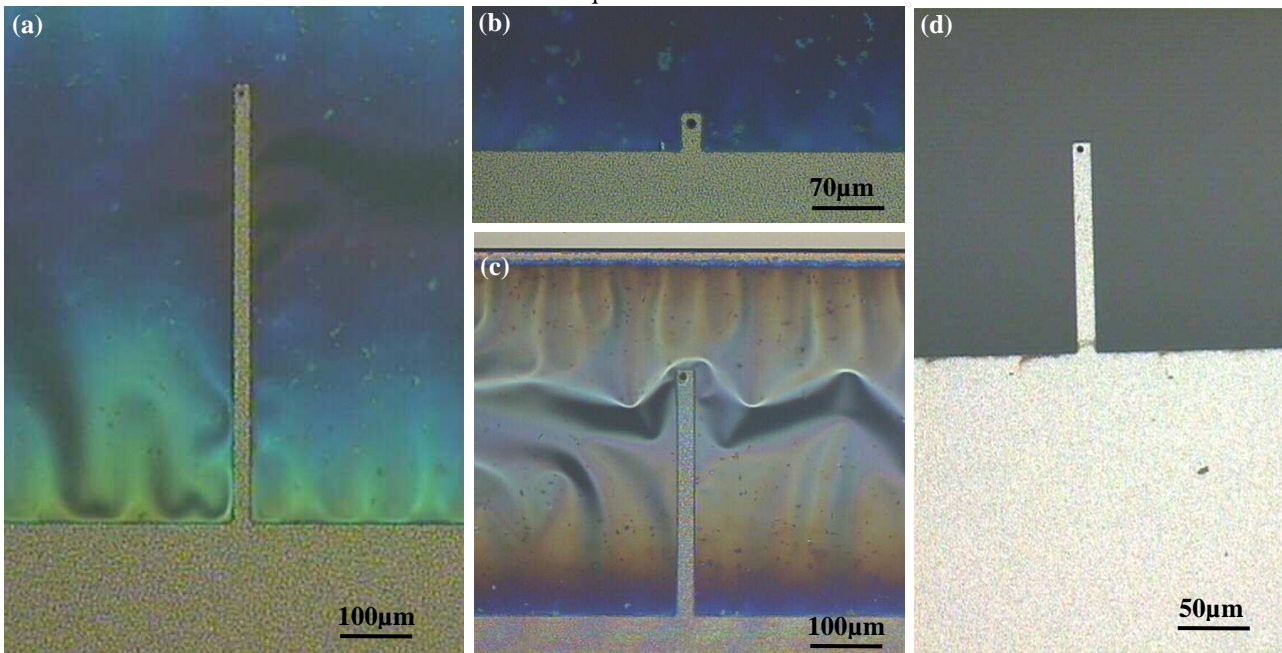


Figure 11 : (a), (b) et (c) Images optiques de leviers de différentes tailles après l'étape de gravure profonde arrêté sur la couche d'oxyde du SOI. (d) Image optique d'un levier après l'étape de libération.

La Figure 12 présente un échantillon d'images MEB obtenu en fin de procédé de fabrication des sondes AFM à nanotubes de carbone. Sur l'image de la Figure 12-(a) le levier de 100µm de long et de 20µm de large est ancré sur son support AFM. Le support est obtenu par gravure profonde du silicium qui est anisotrope, ce qui est confirmé par la verticalité des flancs de gravure. Le gros plan de l'apex de la pointe de la Figure 12-(b) permet de voir la parcourse du nanotube de carbone sur la pointe. Le nanotube s'échappe bien de l'extrémité de la pointe et sa longueur de 100nm est idéale pour l'imagerie AFM.

Un exemple du plus petit levier fabriqué (15µm de long et de 5µm de large) est présenté à la Figure 12-(c). Le nanotube présent à l'apex de la pointe, visible sur la Figure 12-(d), a une longueur de 800nm.

Etant donné que les dimensions géométriques du nanotube de carbone ne peuvent pas être précisément déduites des images MEB, une évaluation de leur diamètre, va être possible en accédant à la raideur mécanique du nanotube. Pour cela, le système, formé par le levier et la pointe à nanotube, va être caractérisé en AFM dynamique.

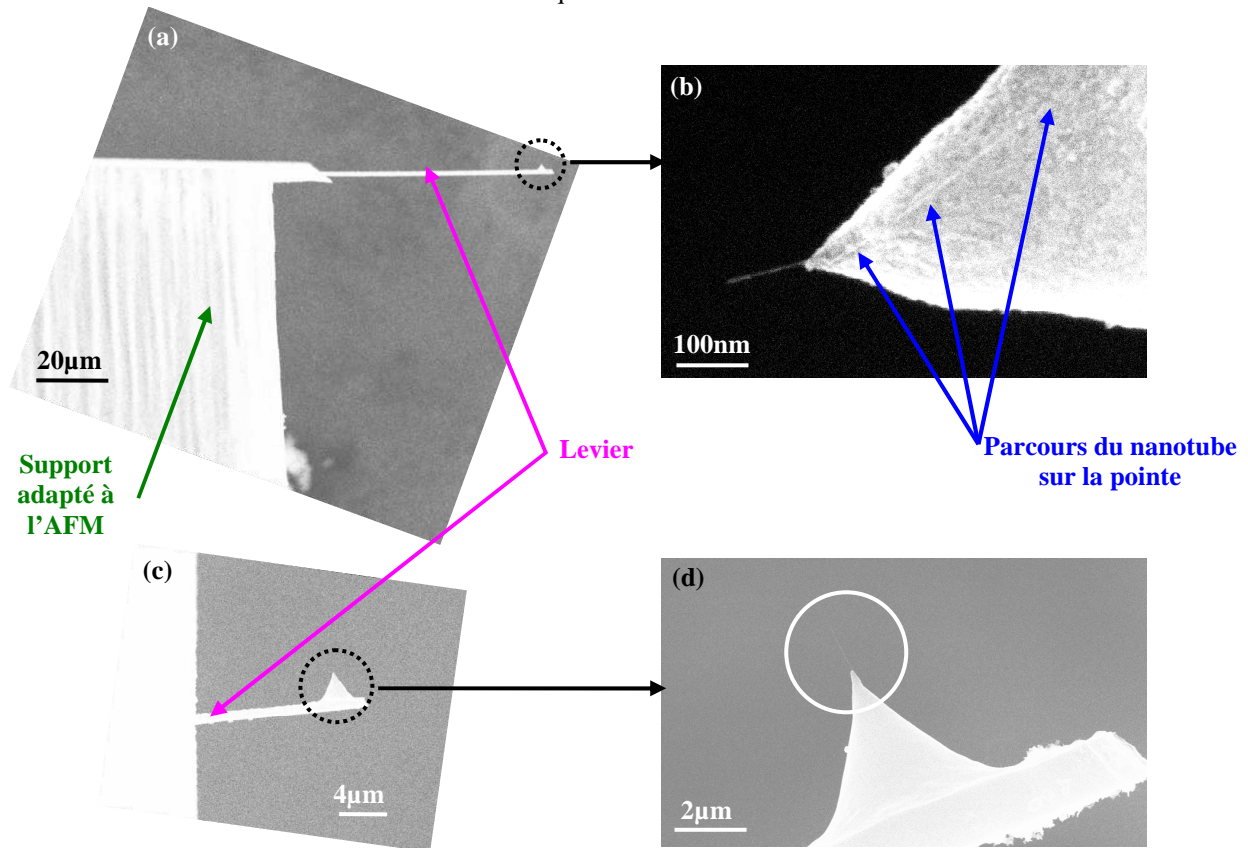


Figure 12 : (a) Image MEB d'un levier de 100μm de long, 20μm de large dont la pointe (b) est affinée par la croissance d'un nanotube de 100nm de long. (c) Image MEB d'un levier de 15μm de long et de 5μm de large dont la pointe (d) est prolongée par un nanotube de 800nm de long.

1.2 Caractérisation mécanique du nanotube de carbone

Les caractérisations expérimentales de cette sonde AFM à nanotube de carbone ont été effectuées à l'université de Bordeaux1 au Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne (CPMOH) dans l'équipe de Jean-Pierre Aimé avec la collaboration de Charlotte Bernard et Sophie Marsaudon.

1.2.1 Courbes d'approche retrait

L'AFM est utilisé en mode Modulation de Fréquence répulsif (FM *Frequency modulation*). La phase du résonateur est fixée à $-\pi/2$ et l'amplitude d'oscillation du levier, A , est maintenue constante. On mesure le déplacement de la fréquence de résonance du levier ainsi que l'amplitude d'excitation nécessaire pour maintenir constante l'amplitude d'oscillation du levier⁹. La fixation d'une valeur du

⁹ L'amplitude d'excitation du levier est fonction uniquement des pertes d'énergie de l'oscillateur en interaction. Le signal extrait de la boucle d'asservissement qui maintient l'amplitude d'oscillation constante est une mesure du coefficient d'amortissement du levier [14].

déplacement de fréquence permet d'asservir la distance entre la pointe et l'échantillon¹⁰. En FM-AFM répulsif ce décalage en fréquence est donc négatif [15].

Le dispositif AFM expérimental est présenté à la Figure 13. Il se compose d'une tête AFM NII (de chez Nanoscope Digital Instruments) dont l'électronique a été conçue pour travailler en FM-AFM répulsif [16].

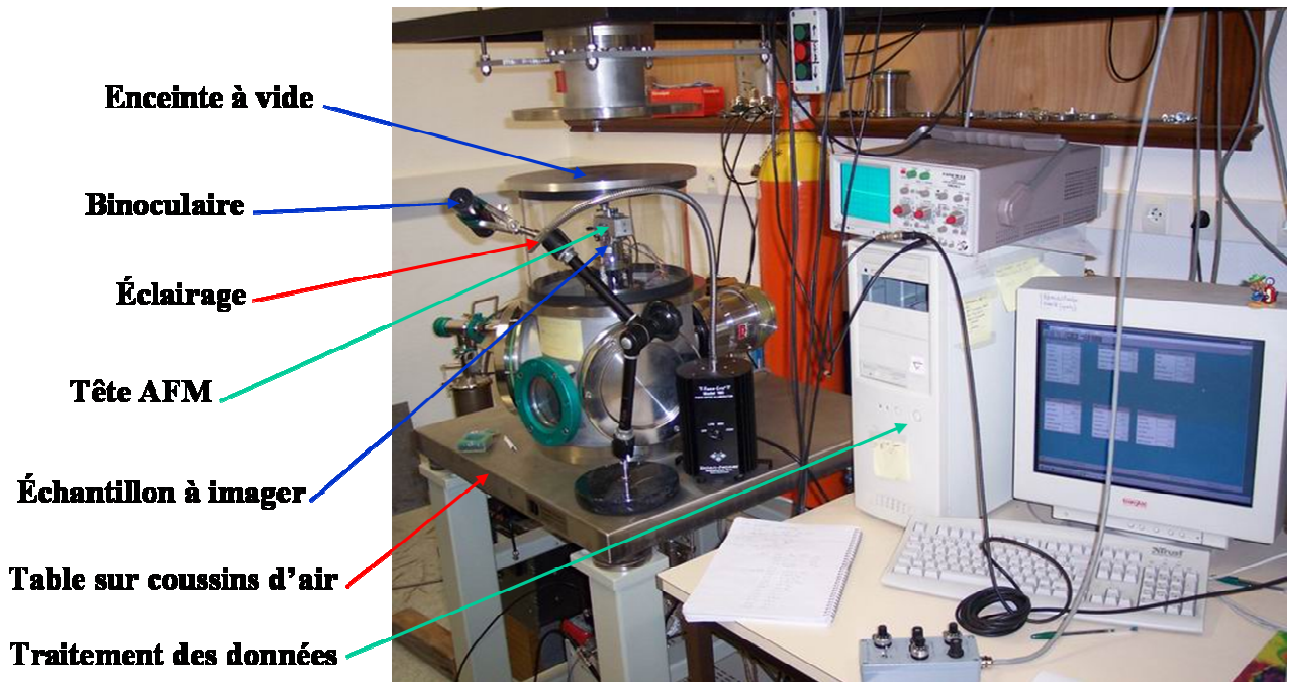


Figure 13 : Dispositif AFM de l'équipe de Jean-Pierre Aimé du CPMOH [16].

La réponse mécanique du nanotube de carbone été caractérisée en AFM par des courbes d'approche-retrait en modulation de fréquence. Les résultats expérimentaux sont présentés à la Figure 14-(a) où la variation de fréquence et l'amortissement sont tracés en fonction de la distance entre le nanotube et l'échantillon. Dans cette expérience la surface utilisée est une surface de graphite fraîchement clivée. L'image MEB de la Figure 14-(b) est un gros plan du nanotube étudié, il est fixé à l'apex d'une pointe conique en silicium de 4 μ m de haut et sa longueur est de 350nm. L'amplitude de vibration du levier de 280 μ m de long et 15 μ m de large est maintenue constante à 40nm.

¹⁰ Ce mode de fonctionnement est habituellement utilisé en ultra vide pour s'affranchir du temps de réponse de l'oscillateur imposé par la détection en amplitude [17].

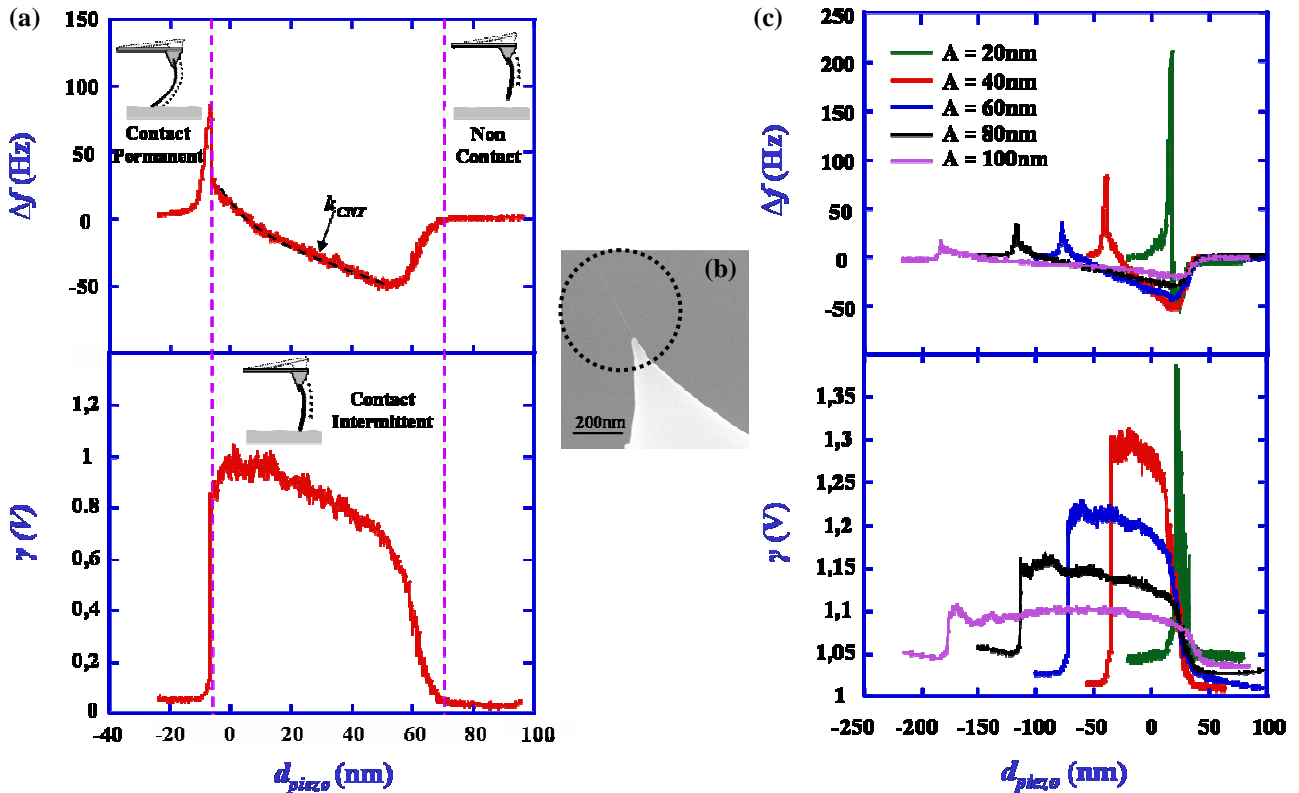


Figure 14 : (a) Décalage en fréquence et amortissement en fonction de la distance de la surface pour un levier de $280\mu\text{m}$ de long, $15\mu\text{m}$ de large, vibrant à une amplitude de 40nm . (b) Image MEB de l'apex de la pointe de $4\mu\text{m}$ de haut affilée par un nanotube de 350nm de long. (c) Décalage en fréquence et amortissement en fonction de la distance de la surface pour plusieurs amplitudes de vibration.

Les variations de fréquence et d'amortissement sont liées à l'interaction entre le nanotube de carbone et la surface de graphite. Trois zones peuvent être identifiées suivant le type de contact entre le nanotube et l'échantillon. Dans la première zone, le nanotube vibre loin de la surface, le décalage en fréquence et l'amortissement sont nuls, c'est le mode non contact. Si la distance, d_{piezo} , est diminuée le nanotube entre en interaction attractive avec la surface de graphite, ce qui se traduit par une diminution du décalage en fréquence et une augmentation de l'amortissement. Puis le décalage en fréquence augmente ce qui traduit un contact intermittent entre le nanotube et le graphite. Les interactions entre le nanotube et le graphite sont alors répulsives. La dernière zone correspond au cas du contact permanent entre le nanotube et la surface. L'amortissement a pratiquement disparu (la force d'adhésion n'intervient plus) et la force répulsive décroît du fait du glissement du nanotube sur la surface.

Dans la zone de contact intermittent, une modélisation analytique réalisée par Dietzel *et al.* permet de relier la raideur mécanique effective du nanotube de carbone k_{CNT} , à la raideur du levier k_{levier} , au décalage en fréquence de la zone de contact intermittent Δf , et à la fréquence de résonance du levier f_0 [7] :

$$k_{CNT} = k_{levier} \times \left[\left(\frac{\Delta f}{f_0} + 1 \right)^2 - 1 \right] \quad \text{Eq1}$$

Ce qui conduit à une raideur effective du nanotube de carbone de $0,0065\text{N.m}^{-1}$. Cependant il est difficile d'affirmer que cette raideur est uniquement due à la courbure du nanotube ou à son élongation (compression). Dietzel *et al.* soumettent l'hypothèse que la raideur en élongation du CNT (ou plus généralement les raideurs plus importantes que la raideur de courbure du CNT) n'ont un effet que lorsque le nanotube n'est pas collé à la surface [8]. Ainsi un changement notable apparaît dans les courbes de décalage en fréquence à la transition du mode contact intermittent au mode contact permanent. Nous pouvons donc supposer en première approximation que la raideur effective calculée précédemment est de la forme [7] :

$$k_{CNT} = \frac{E_{CNT} \times \pi \times r_{CNT}^4}{L_{CNT}^3} \quad \text{Eq2}$$

Où E_{CNT} , r_{CNT} et L_{CNT} sont respectivement le module d'Young ($E_{CNT} = 1\text{TPa}$), le rayon et la longueur du nanotube de carbone. En utilisant la valeur de la longueur du CNT déterminée par imagerie MEB qui est de 350nm , il est donc possible d'évaluer le rayon du nanotube de carbone. Ainsi le diamètre du CNT est de 3nm , ceci est un ordre de grandeur en raison de la détermination visuelle de la longueur du tube.

Pour mettre en évidence l'influence de l'amplitude de vibration du levier, la Figure 14-(c) présente les courbes d'approche-retrait expérimentales obtenues pour des amplitudes de vibration comprises entre 20 et 100nm .

Tout d'abord plus l'amplitude de vibration du levier est importante et plus le décalage en fréquence est faible. Ceci s'explique simplement par le fait que le levier est plus proche de la surface [8].

Il est intéressant de noter que la largeur de la zone de contact intermittent varie en fonction de l'amplitude de vibration du levier. En effet plus les amplitudes de vibration sont grandes et plus la

largeur de cette zone est importante. Les travaux de Dietzel *et al.* ont permis de démontrer qu'elle est égale au double de l'amplitude de vibration du levier [7] [8].

Ces courbes d'approche-retrait sont indispensables pour l'imagerie AFM. En effet, il est nécessaire de choisir un point de fonctionnement pour l'imagerie FM-AFM. Le point de fonctionnement est choisi dans la partie répulsive de la zone de contact intermittent. Ainsi, si d'importantes perturbations ont lieu, ou bien que la céramique piézoélectrique de l'AFM dérive brutalement (en raison de la régulation de l'amplitude qui doit être maintenue constante), la pointe à nanotube va automatiquement s'éloigner de la surface (car les forces sont répulsives), et non se rapprocher brutalement de la surface comme en mode attractif. Ce mode de fonctionnement permet donc d'éviter d'endommager le nanotube de carbone. De plus, au vu des courbes de la Figure 14-(c), les faibles amplitudes de vibration du levier seront privilégiées car elles correspondent à des décalages en fréquences plus importants (ce qui permet d'avoir une plus grande dynamique de mesures).

Pour évaluer les capacités d'imagerie d'une pointe avec nanotube (en terme de fixation du nanotube sur la pointe et de la qualité de l'image) une surface de graphite clivée a été imagée.

1.2.2 Qualité d'imagerie AFM

Une surface de graphite clivée a été imagée sous un vide de 10mbar avec un levier de 86µm de long, 15µm de large et épais de 2µm. L'image MEB du levier est présentée à la Figure 15-(a). L'apex de la pointe de 4µm de haut, visible à la Figure 15-(a), est prolongé par un nanotube de carbone long de 200nm. Avant d'imager, les courbes de résonance en amplitude et en phase sont enregistrées pour fixer notamment la phase à la résonance à $-\pi/2$. La fréquence de résonance sous atmosphère contrôlée en pression se met sous la forme

[10] :

$$f_{pression} = \frac{f_{vide}}{\sqrt{1 + \frac{\pi MPw}{4RT\rho h}}} \quad \text{Eq3}$$

Où M est la masse molaire de l'air, P la pression, R la constante des gaz et T la température. Ce qui correspond à une diminution de la masse équivalente du levier en fonction que la pression diminue. La fréquence de résonance dans le vide, f_{vide} , est calculée en incluant les pertes thermoélastiques et

dues aux ancrages (sous 10mbar, elles sont non négligeables) étudiées dans le second chapitre de ce manuscrit.

Les résultats expérimentaux (cercles rouges) sont superposés au modèle théorique (ligne bleue) à la Figure 15-(c). Ainsi, les données concordent à moins de 5% sur l'évaluation de la fréquence de résonance et le coefficient de qualité du levier.

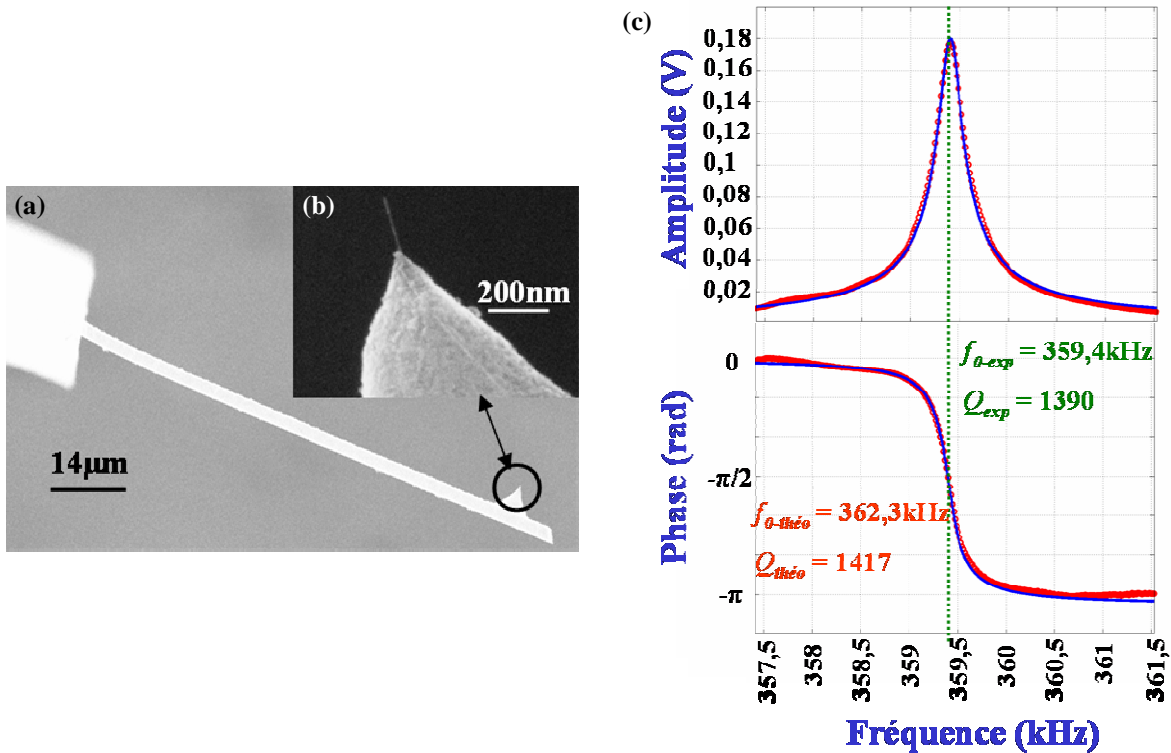


Figure 15 : (a) Image MEB du levier de 86µm de long, 15µm de large et épais de 2µm. (b) Gros plan du nanotube de carbone de 200nm de long fixée à l'apex de la pointe. (c) Courbes de résonance, en amplitude et en phase, théoriques (ligne bleue continue) et expérimentales (cercles rouges) sous 10mbar.

Après établissement du point de fonctionnement en mode FM-AFM par des courbes d'approche-retrait¹¹, le nanotube est engagé sur la surface de graphite. La vitesse de balayage est fixée à 0,1Hz et l'amplitude de vibration du levier à la résonance (359,4kHz) à 50nm.

Dans le but de tester la qualité d'imagerie du nanotube de carbone fixé sur la pointe en silicium, une image de 3µm×3µm est réalisée à la vitesse de 0,6µm.s⁻¹, ce qui correspond à une durée d'imagerie de 1h30. L'image en hauteur obtenue est présentée à la Figure 16-(a). Les plans de graphite clivés présentent un aspect original en forme de « fleur ». Des courbes d'approche-retrait réalisées après

l'imagerie permettent de s'assurer que le nanotube est toujours présent sur la pointe. Ainsi ceci démontre la bonne fixation du nanotube sur la pointe, ce qui traduit la bonne qualité du dépôt HFCVD.

Pour mettre en évidence l'avantage de ces pointes à nanotube, un profil en hauteur d'une marche de graphite est réalisé et comparé à celui obtenu avec une pointe commerciale AFM (sans nanotube). Les deux profils sont superposés à la Figure 16-(b). La marche de graphite est abrupte dans le cas de la pointe à nanotube, par contre celle de la pointe commerciale présente une pente induite par la convolution entre la pointe et la marche de graphite. Ceci met en évidence l'intérêt des nanotubes en imagerie AFM. Leur faible rayon de contact et leur grand rapport d'aspect permettent d'imager sans convolution garantissant ainsi une résolution latérale inférieure à 2nm.

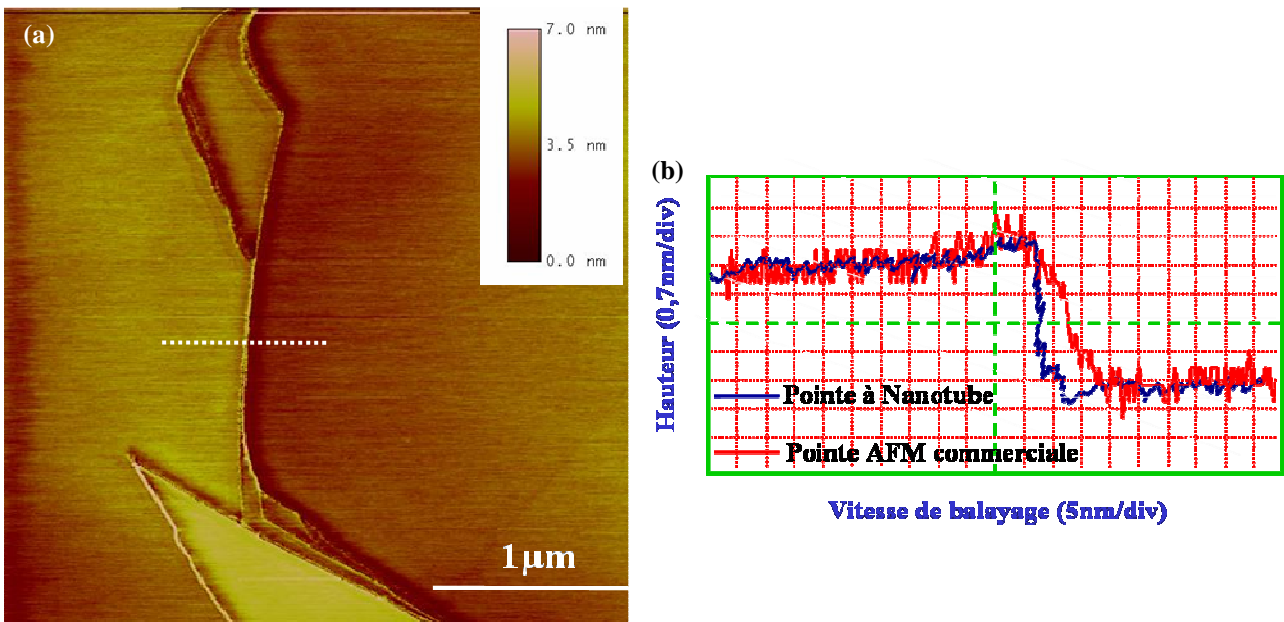


Figure 16 : (a) Image FM-AFM en hauteur d'une surface de graphite clivée à 0,1Hz sous 10mbar. (b) Profil en hauteur de la marche de graphite, correspondant au trait en pointillé sur (a), dans le cas de la pointe AFM à nanotube et d'une pointe AFM commerciale (sans nanotube).

Pour caractériser la qualité de la fixation du nanotube de carbone, la surface de graphite a été imagée à différentes vitesse de balayage comprises entre 3 et 18 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. La Figure 17 présente les images obtenues en hauteur, (a), en amortissement (b) et en déflexion (c). L'image de 3 \times 3 μm^2 est scannée de bas en haut. Dans un premier temps la vitesse de balayage est de 3 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ sur la première moitié de l'image correspondant à la zone (1) de la Figure 17. La vitesse est ensuite augmentée à 6 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, zone

¹¹ Les courbes d'approche-retrait permettent aussi de s'assurer de la présence du nanotube de carbone notamment en identifiant la présence des 3 zones représentant le type de contact entre le nanotube et la surface.

(2), puis $12\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, zone (3), et enfin $18\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, zone (4). Les dernières lignes, zone (5), sont imagées avec la même vitesse que le début de l'image soit $3\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Ainsi on remarque que plus la vitesse de balayage augmente et moins l'asservissement de l'AFM est performant. En effet, la qualité et la précision de l'imagerie sont dégradées. Ceci est visible aussi bien sur l'image en hauteur, que sur celle en amortissement et en déflexion.

Cependant plus la vitesse de balayage est importante et plus les contraintes entre le nanotube et la surface sont importantes, notamment en raison des frottements. Ainsi après avoir balayé la surface jusqu'à $18\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, lorsque la vitesse est diminuée au cas le plus favorable de $3\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, le système retrouve toute sa stabilité et sa précision. En effet, on ne remarque aucun décalage sur les plans de graphite sur les zones (1) et (5). Ceci permet de s'assurer de la bonne tenue du nanotube de carbone sur l'apex de la pointe, mais aussi de la stabilité du système.

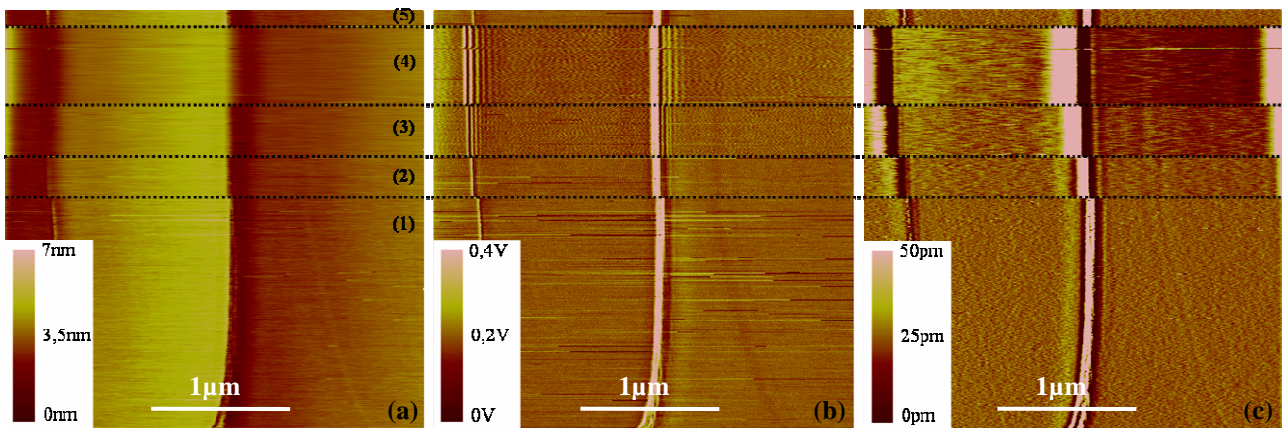


Figure 17 : Influence de la vitesse de balayage de la pointe à nanotube sur une surface de graphite en mode FM-AFM sous 10mbar. (a) Image en hauteur. (b) Image en amortissement. (c) Image en déflexion. Les zones (1), (2), (3), (4) et (5) correspondent respectivement aux vitesses de balayage de $3\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, $6\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, $12\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, $18\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $3\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.

Cette étude démontre la possibilité de fabriquer de manière reproductible des pointes AFM dont l'apex est prolongé par un unique nanotube de carbone avec un rendement de 60%. Les propriétés mécaniques de cette sonde à nanotube ont été étudiées en AFM en modulation de fréquence. Les qualités d'imagerie sur une surface de graphite ont été mises en évidence notamment au point de vue de la stabilité du système que de la qualité de la fixation du nanotube sur la pointe.

2 Imagerie AFM

Après avoir caractérisé mécaniquement le comportement dynamique des leviers dans l'air et en milieu liquide, les leviers doivent maintenant être intégrés au Microscope à Force Atomique. Dans cet objectif une pointe effilée a été intégrée à l'extrémité des leviers actionnés piézoélectriquement. Ces dispositifs ont été fabriqués en combinant le procédé de fabrication de la pointe décrit à la section 1.1.1 de ce chapitre avec celui correspondant à la réalisation des leviers à actionnement piézoélectrique décrit chapitre précédent. La Figure 18 récapitule l'enchaînement des étapes du procédé de fabrication réalisé sur un substrat SOI monocristallin identique à celui présenté au chapitre précédent.

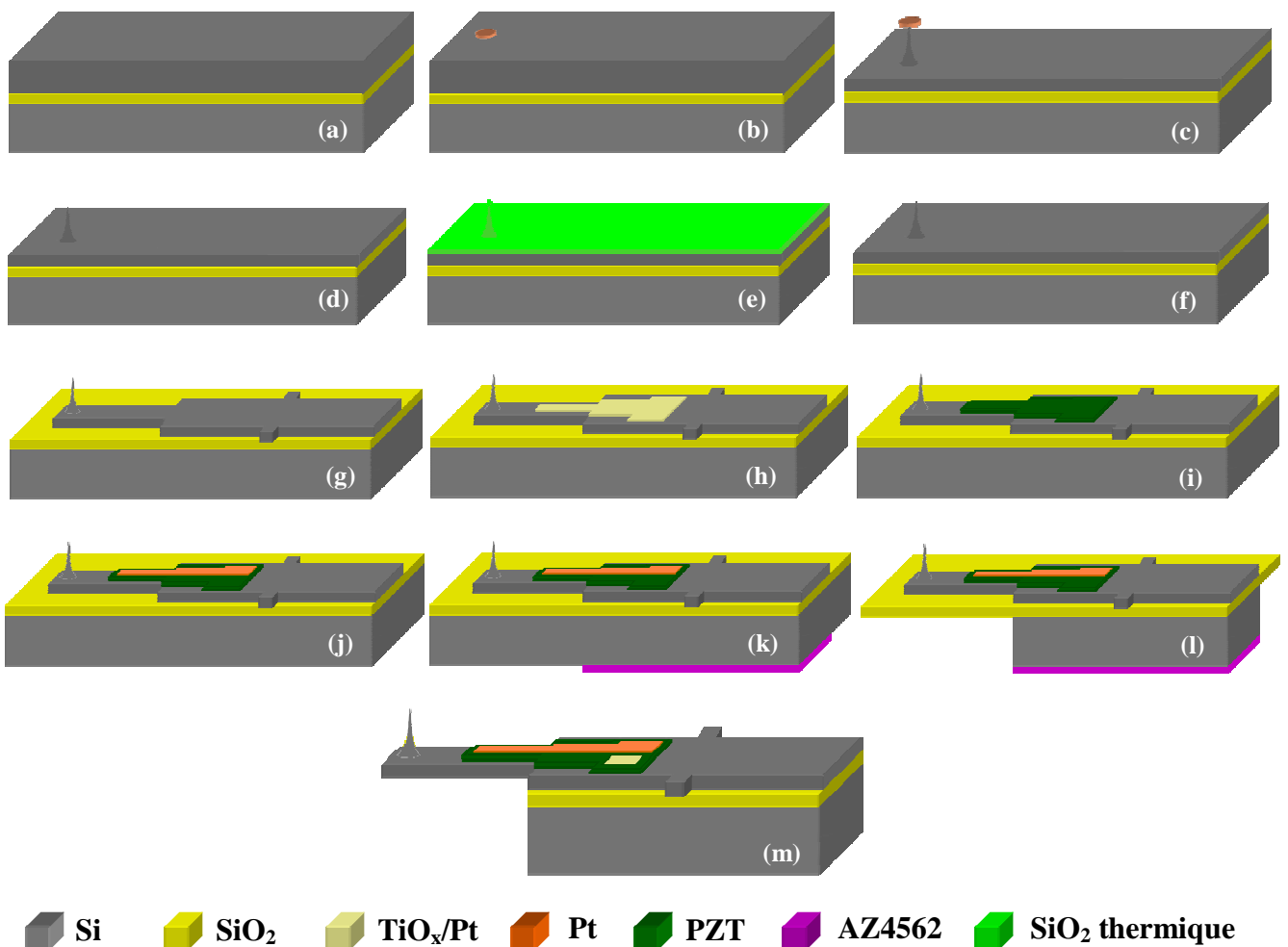


Figure 18 : Procédé de fabrication des leviers à actionnement piézoélectrique intégrant une pointe effilée à l'extrémité du levier

Les étapes (a), (b), (c) et (d) correspondent à la fabrication de la pointe en silicium de 2,5µm de haut.

La pointe est ensuite effilée par une oxydation thermique de 500nm, étape (e), puis désoxydée dans une solution d'acide fluorhydrique, étape (f). Le levier et les poutres de maintien (permettant la découpe de chaque dispositif) sont ensuite usinés sur une épaisseur de 2 μ m, étape (g). L'actionnement piézoélectrique proprement dit, correspondant aux étapes (h), (i) et (j) est réalisé par technique de *lift-off*. Les étapes (k), (l) et (m) permettent de libérer le levier et les poutres de maintien par gravure plasma.

Les leviers sont ensuite découpés du substrat 3pouces (en appliquant une légère pression au niveau des poutres de maintien) et connectés par soudure sur des supports AFM commerciaux¹² (de chez Digital Instruments). La Figure 19 présente des images MEB et optiques des leviers et du support AFM.

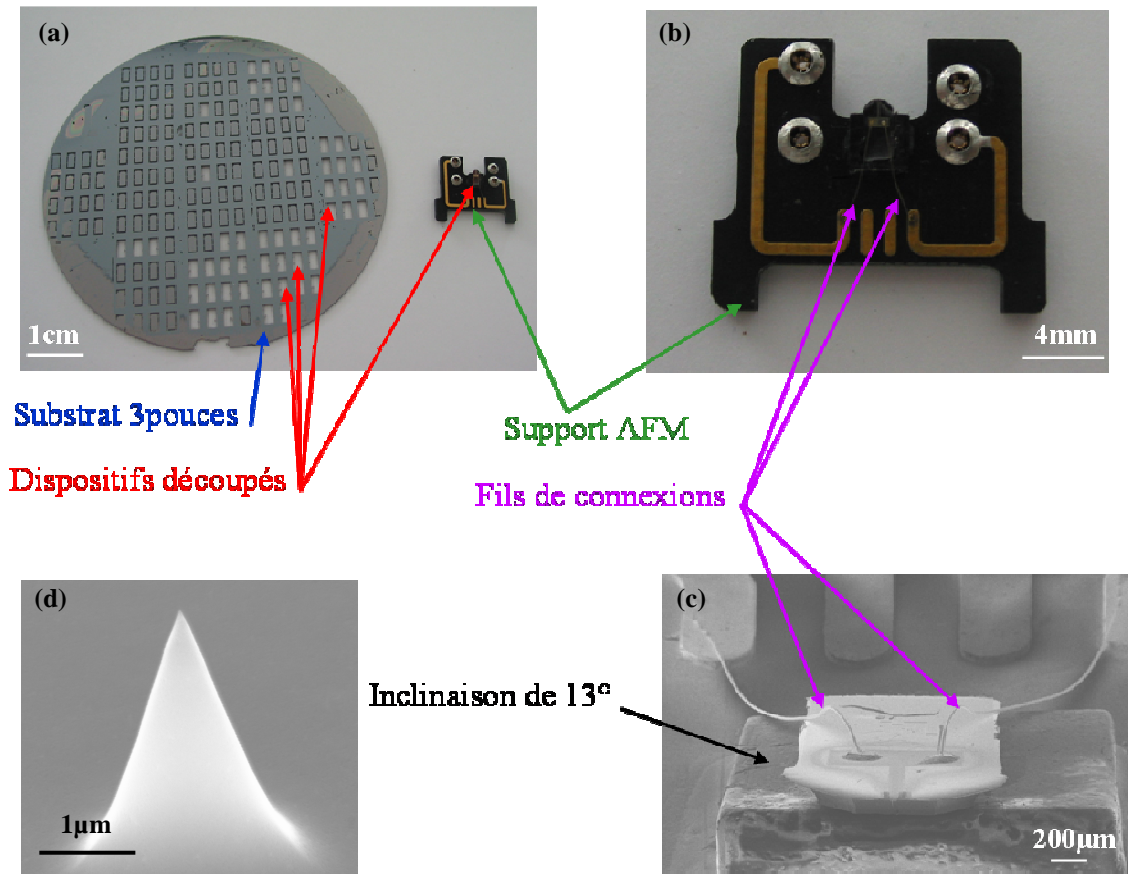


Figure 19 : (a) Image optique du substrat 3pouces dont des dispositifs ont été découpés pour être intégrés au support AFM. (b) Image optique du levier à actionnement piézoélectrique soudé aux pistes de connections du support AFM. (c) Image MEB du levier collé sur le plan incliné de 13° du support AFM. (d) Image MEB de la pointe intégrée à l'extrémité du levier.

¹² Le support de pointe AFM est un support de type "fast scan" Dimension™ de chez Digital instruments [18]. Ces supports AFM ne comportent pas de bimorphe piézoélectrique externe.

Une fois la connectique réalisée, les dispositifs sont polarisés sous 15V pendant 1h pour permettre l'actionnement à tension continue nulle¹³. Le support AFM contenant le levier actif et sa pointe effilée peut maintenant être intégré au Microscope à Force Atomique. L'AFM utilisé est un DimensionTM 3100 de chez Digital Instruments (Veeco Metrology [19]), dont une image est présentée à la Figure 20.

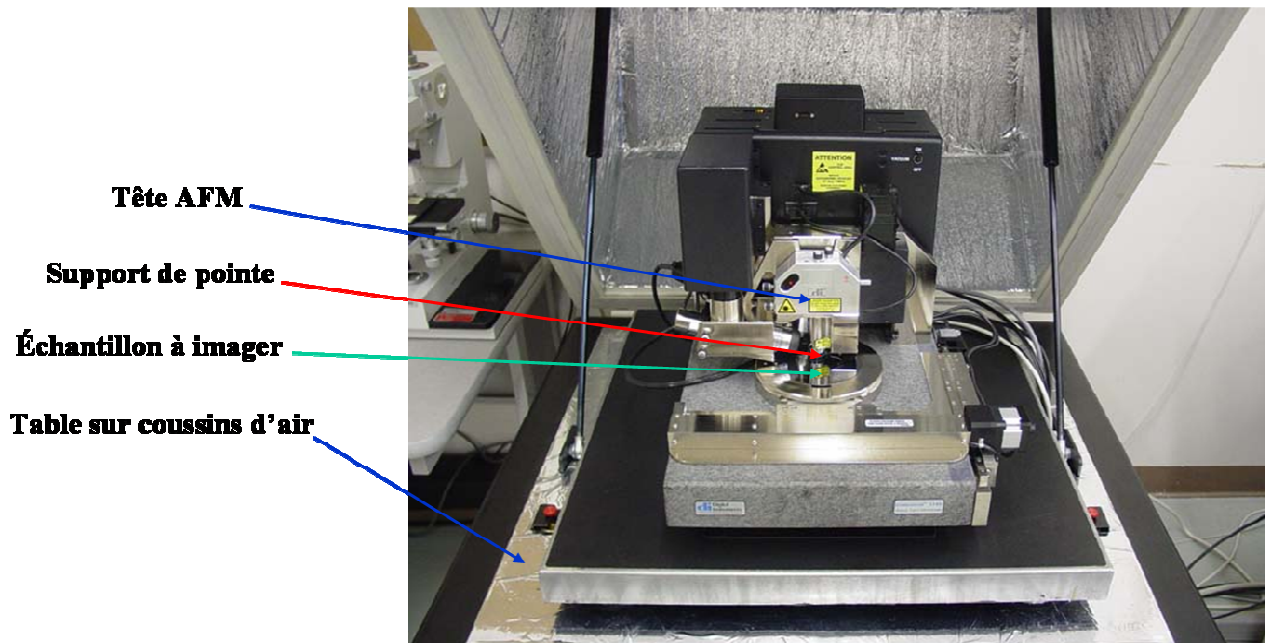


Figure 20 : Descriptif de l'AFM DimensionTM 3100 de chez Digital Instruments.

Avant de pouvoir imager en mode contact-intermittent, il est primordial de connaître les points de fonctionnement, en terme d'amplitude et de fréquence, de nos leviers. Dans cet objectif, les courbes de résonance vont être présentées. Puis nos dispositifs vont être mis en condition d'imagerie sur différents types d'échantillons.

2.1 [Courbes de résonance en AFM](#)

Une fois le faisceau laser positionné à l'extrémité du levier, Figure 21-(a), une première mesure consiste à tracer la courbe de résonance du levier, en amplitude et en phase, de manière à exciter le levier à sa fréquence de résonance. Pour cette mesure le levier vibre sans interaction, autrement dit, la distance z entre la pointe et la surface est de plusieurs millimètres, Figure 21-(b).

¹³ En effet, avec un AFM commercial l'utilisateur ne dispose que d'une tension alternative pour mettre en vibration le levier.

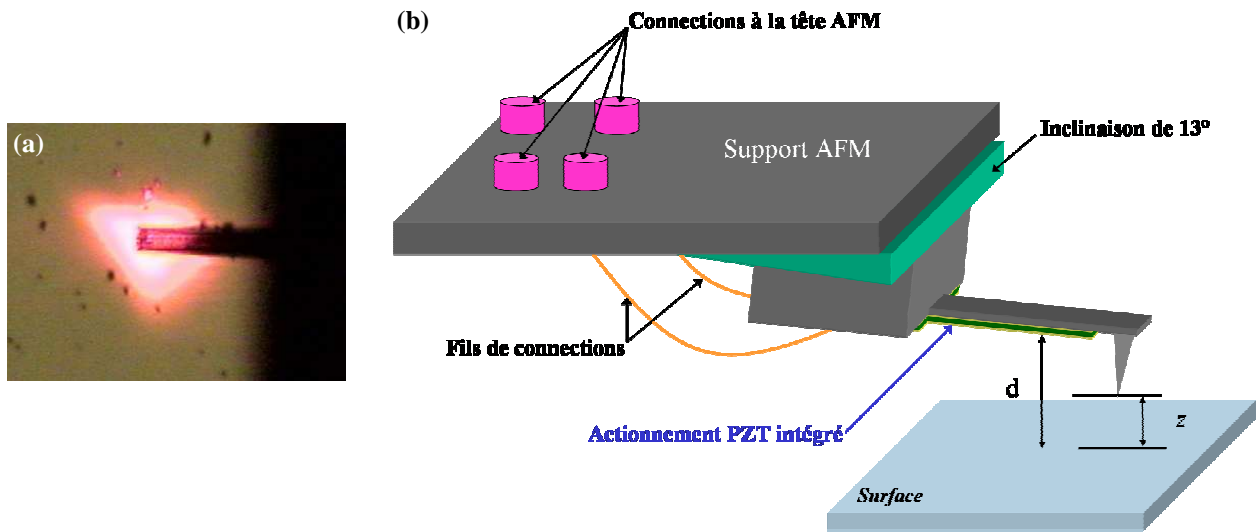


Figure 21 : (a) Image optique du faisceau laser focalisé sur l'extrémité du levier. (b) Schéma représentant le lever à actionnement intégré lorsque la pointe est approchée d'une distance z de la surface de l'échantillon.

La Figure 22 présente les courbes de résonance obtenues avec un levier de $130\mu\text{m}$ de long et $10\mu\text{m}$ de large¹⁴ dont l'excitation AFM est de 7000mV .

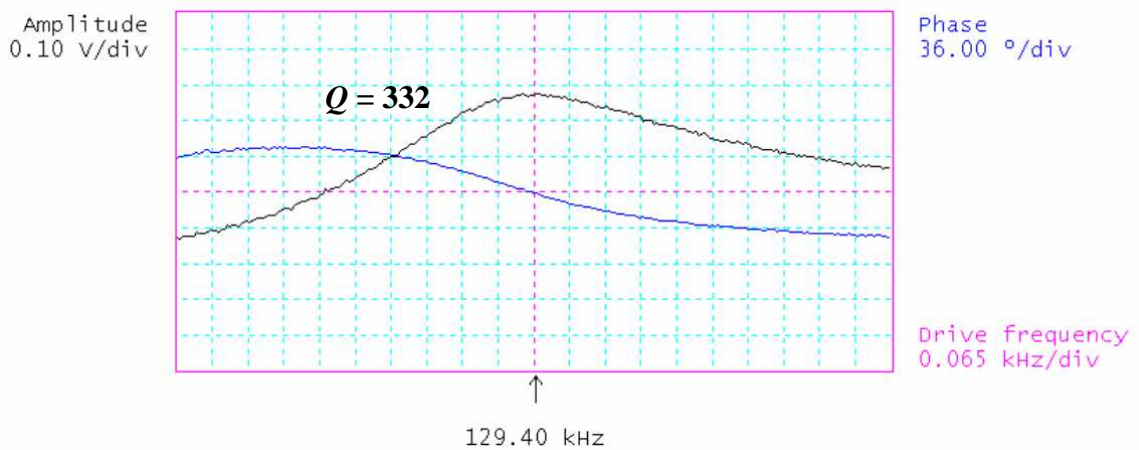


Figure 22 : Courbes de résonance en amplitude et en phase, dans l'air d'un levier à actionnement piézoélectrique intégré. La longueur du levier est de $130\mu\text{m}$ et sa largeur vaut $10\mu\text{m}$.

¹⁴ Uniquement la largeur et la longueur du levier seront indiquées. En effet, tous les leviers caractérisés sont composés de $2\mu\text{m}$ de silicium. L'actionnement piézoélectrique est constitué d'une électrode inférieure en TiO_x/Pt de 100nm , de 350nm de PZT et d'une électrode supérieure en Pt épaisse de 100nm .

La fréquence de résonance dans l'air est mesurée à 129,4kHz et son coefficient de qualité à -3dB à 332. Les valeurs issues de la modélisation analytique sont de 131,2kHz pour un facteur de qualité de 340, soit un écart respectif entre la modélisation et les mesures AFM de 1,3% et 2,3%. La modélisation analytique du second chapitre est donc en bonne concordance avec ces mesures expérimentales en AFM.

Pour connaître les amplitudes libres de vibration, il est nécessaire de calibrer le signal d'amplitude reçu par les photodiodes de l'AFM. Ceci se fait par le biais des courbes d'approche-retrait. L'amplitude libre d'oscillation du levier a ainsi été mesurée à 80nm avec une amplitude d'excitation de 7000mV.

A titre de comparaison, un levier a été actionné en utilisant l'actionnement externe de l'AFM. Pour cela un nouveau dispositif a été clivé du substrat 3pouces présenté à la Figure 19-(a). Il a été choisi de manière à ce que ses dimensions soient dans le même ordre de grandeur que le dispositif précédent. Sa longueur est de 135 μ m et sa largeur vaut 10 μ m. Les courbes de résonance en amplitude et en phase sont présentées à la Figure 23, la fréquence de résonance mesurée est de 120,18kHz (la valeur théorique est de 122kHz) et son coefficient de qualité, mesuré à -3dB, est de 300 (324 en théorie).

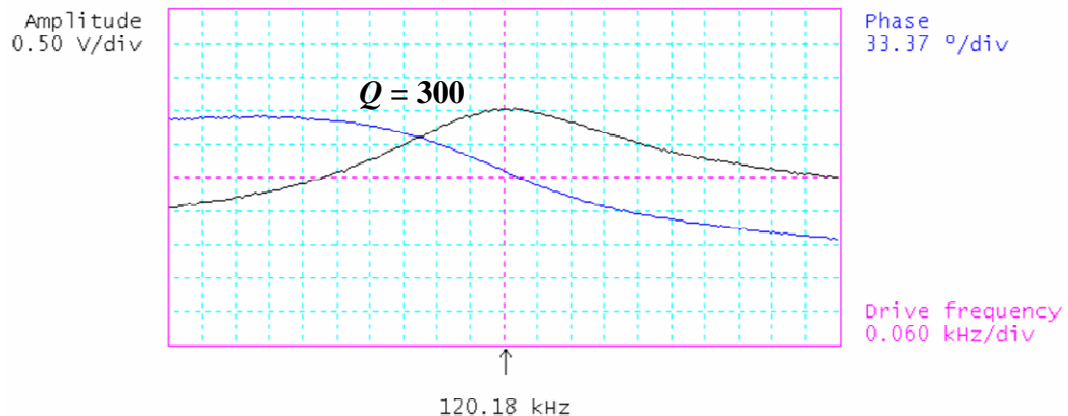


Figure 23 : Courbes de résonance en amplitude et en phase, dans l'air, d'un levier de 135 μ m de long et 10 μ m de large, actionné avec le bimorphe piézoélectrique externe de l'AFM.

L'amplitude de commande est de 1422mV et l'amplitude d'oscillation libre du levier a été évaluée à 62nm. Cette valeur d'excitation est 5 fois plus faible que celle utilisée pour actionner le levier à actionnement piézoélectrique intégré. En effet, dans le cas de l'actionnement externe, c'est un

bimorphe piézoélectrique qui met en mouvement le levier. L'épaisseur des couches piézoélectriques du bimorphe est plus importante que celle déposée en filme mince sur nos leviers. Ainsi comme le déplacement d'un matériau piézoélectrique est proportionnel à son épaisseur et à la tension alternative appliquée, à excitation identique des déplacements plus importants du matériau piézoélectrique sont obtenus pour l'actionnement externe de l'AFM dont les dimensions sont millimétriques. Cependant dans notre cas, l'actionnement est positionné directement sur le levier tandis que dans le cas du bimorphe AFM il est situé sous le support du levier. Il est donc difficile, de par leur position et la nature des couches d'actionnement, de comparer les deux principes d'actionnement en terme d'amplitude de vibration du levier.

Cette première étude de nos leviers en AFM nous a permis de valider et de calibrer l'excitation de nos leviers par AFM. Nos leviers à actionnement piézoélectrique intégrés peuvent ainsi être utilisés en AFM pour imager la topographie d'échantillons.

2.2 Imagerie AFM

Pour imager la surface d'un échantillon par AFM il faut choisir les points de fonctionnement du mode contact-intermittent. Le premier paramètre à définir est la fréquence de résonance du levier, ceci se fait par le biais des courbes de résonance en amplitude et en phase. Pour imager en mode contact-intermittent la fréquence de commande du levier est décalée vers les basses fréquences, comme cela est présenté à la Figure 24 où un levier de 52 μ m de long et 10 μ m de large est actionné à la fréquence de résonance de 812,62kHz (823kHz en théorie) avec un coefficient de qualité, mesuré à -3dB, de 1031 (1019 en théorie) puis décalé à 812,35kHz.

Le second point de fonctionnement, à régler par l'utilisateur, est l'amplitude d'excitation (*drive amplitude*), elle est choisie telle que les amplitudes de vibration du levier soient suffisantes pour extraire un pic de résonance lors des courbes de résonance en amplitude. Dans le cas du levier précédent à actionnement PZT intégré de 52 μ m de long, l'amplitude de commande a été fixée à 9000mV. Les amplitudes libres de vibrations du levier ont été mesurées à 38,5nm.

Après avoir défini les points de fonctionnement de l'AFM pour travailler en mode contact-intermittent, en terme de fréquence de travail et d'amplitude d'excitation, le levier peut maintenant être engagé sur la surface de l'échantillon pour en imager sa topographie.

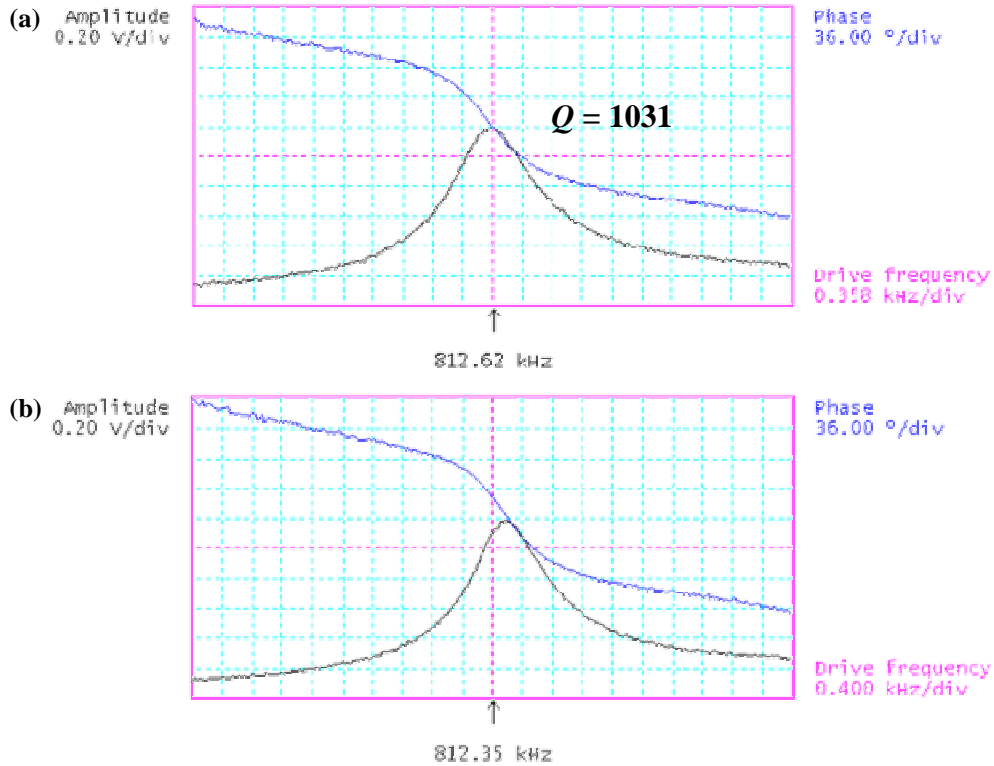


Figure 24 : Courbes de résonance en amplitude et en phase du levier de 52 μm de long et 10 μm de large à la fréquence de résonance du levier (a) et à la fréquence décalée de 5% (b)

Des îlots de silicium de taille nanométrique réalisés à partir de la couche superficielle de silicium d'un substrat SOI ont été imagés. Ces dispositifs ont été fabriqués par Djamilia Hourlier (Equipe Epitaxie et Physique des Hétérostructures de l'IEMN) depuis le procédé de fabrication développé par Bernard Legrand (Equipe Microsystèmes Silicium de l'IEMN) durant sa thèse [21].

Une image de 6 μm ×3 μm de l'échantillon d'îlots de silicium à une vitesse de balayage de 2 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ est présentée à la Figure 25-(a), l'image en trois dimensions correspondante est visible à Figure 25-(b).

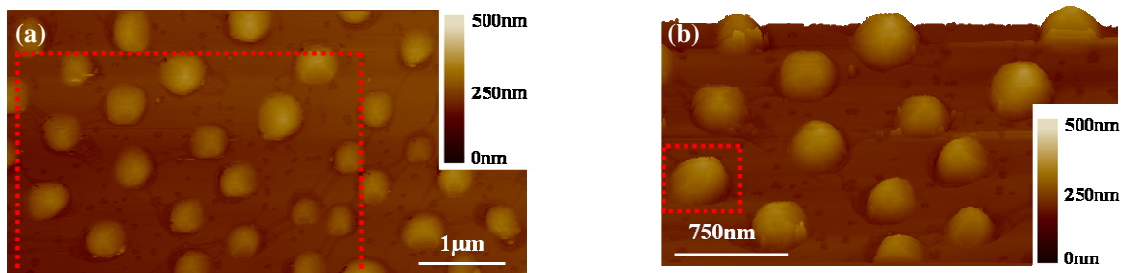


Figure 25 : (a) Image en hauteur de la topographie d'un échantillon d'îlots de silicium à la vitesse de 5 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. (b) Image en hauteur en 3 dimensions correspondant à la surface en pointillé de (a).

Tout d'abord l'image obtenue est stable ce qui permet de valider la qualité de notre levier à actionnement piézoélectrique intégré (pas de dérive de la fréquence de résonance). De plus les îlots apparaissent bien arrondis, ceci est mis plus précisément en évidence à la Figure 26-(a) où un gros plan en trois dimensions d'un îlot isolé est présenté. Le profil en hauteur de cet îlot est tracé à la Figure 26-(b).

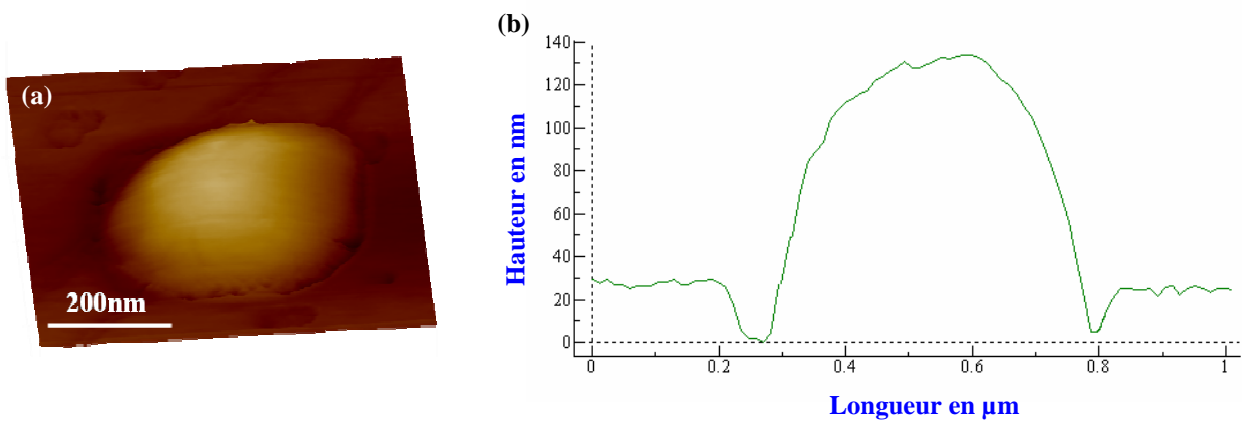


Figure 26 : (a) Image en hauteur en trois dimensions d'un îlot isolé (correspondant aux pointillés de la Figure 25-b). (b) Profil en hauteur de l'îlot.

La hauteur de l'îlot formé avec le silicium structural du substrat SOI est de l'ordre de 140nm. De plus, on remarque la présence d'un trou entourant l'îlot. Ceci est dû au procédé de fabrication. En effet, l'image MEB de la Figure 27 confirme l'image topographique obtenue en AFM.

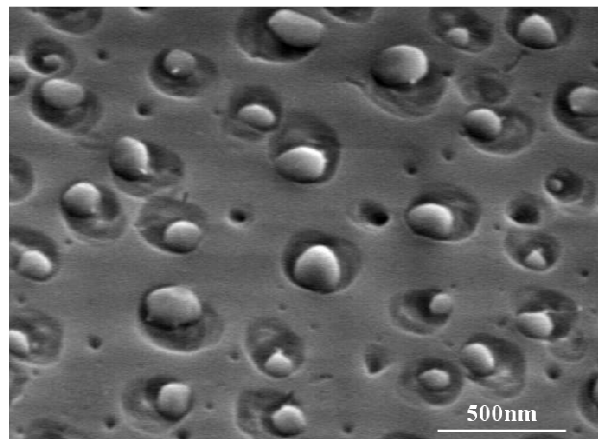


Figure 27 : Image MEB montrant des îlots de silicium réalisés à partir de la couche superficielle de silicium d'un substrat SOI.

Si la vitesse de balayage est augmentée à $5\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, l'image apparaît plus floue, comme le montre la Figure 28-(a). C'est une image en hauteur d'un autre endroit de l'échantillon où les îlots ne sont pas encore totalement formés, en effet le profil en hauteur de la Figure 28-(b) correspondant au trait en pointillé sur la Figure 28-(a) permet de mesurer la hauteur des îlots de silicium à 10,3nm.

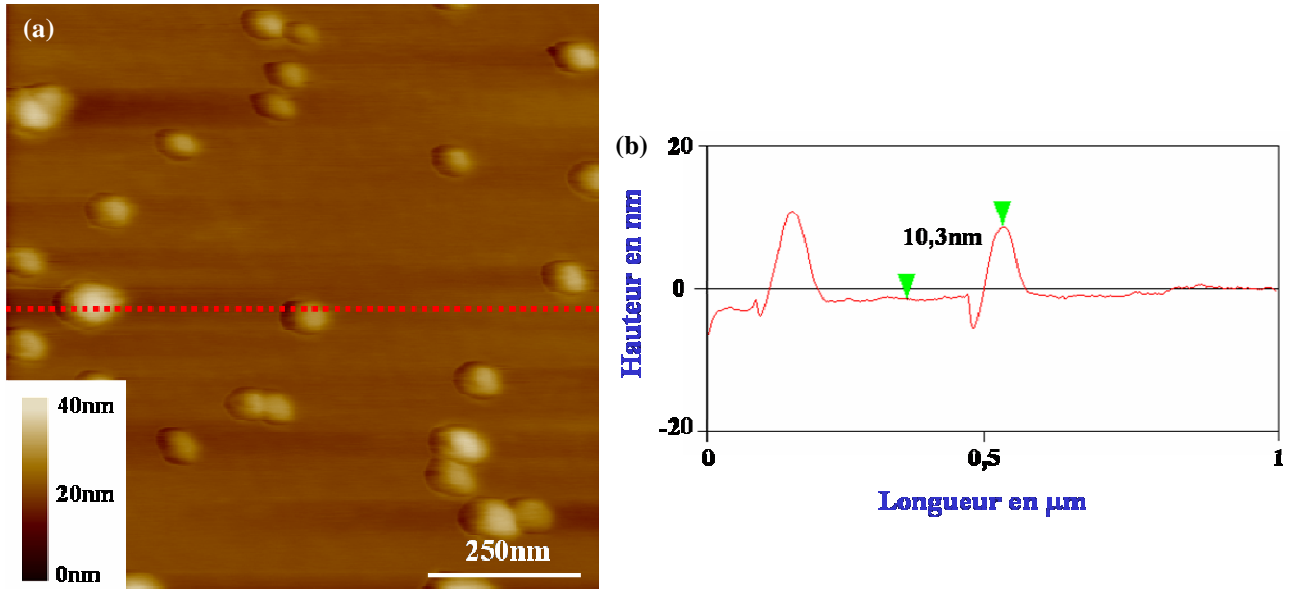


Figure 28 : (a) Image en hauteur à $5\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ d'îlots de silicium. (b) Profil en hauteur correspondant au trait en pointillé sur (a).

Après avoir imagé avec succès des îlots de silicium, le même levier à actionnement piézoélectrique intégré a été utilisé pour imager des brins d'ADN sur une surface d'octadecyltrichlorosilane (OTS). L'OTS permet de contrôler la conformation des brins d'ADN sur la surface de silicium [20]. Cet échantillon a été préparé par Thomas Heim (IEMN). Une image AFM de $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ est présentée à la Figure 29-(a), la vitesse de balayage est de 0,6Hz.

Les brins d'ADN sont parallèles entre eux, en raison du procédé de dépôt et de la surface d'OTS qui permet de fixer l'ADN sur la surface. Le profil en hauteur de la Figure 29-(b) permet de mesurer la hauteur des brins d'ADN qui est de l'ordre de 2,6nm. Cette valeur est en bonne concordance avec celle mesurée par Heim *et al.* [20].

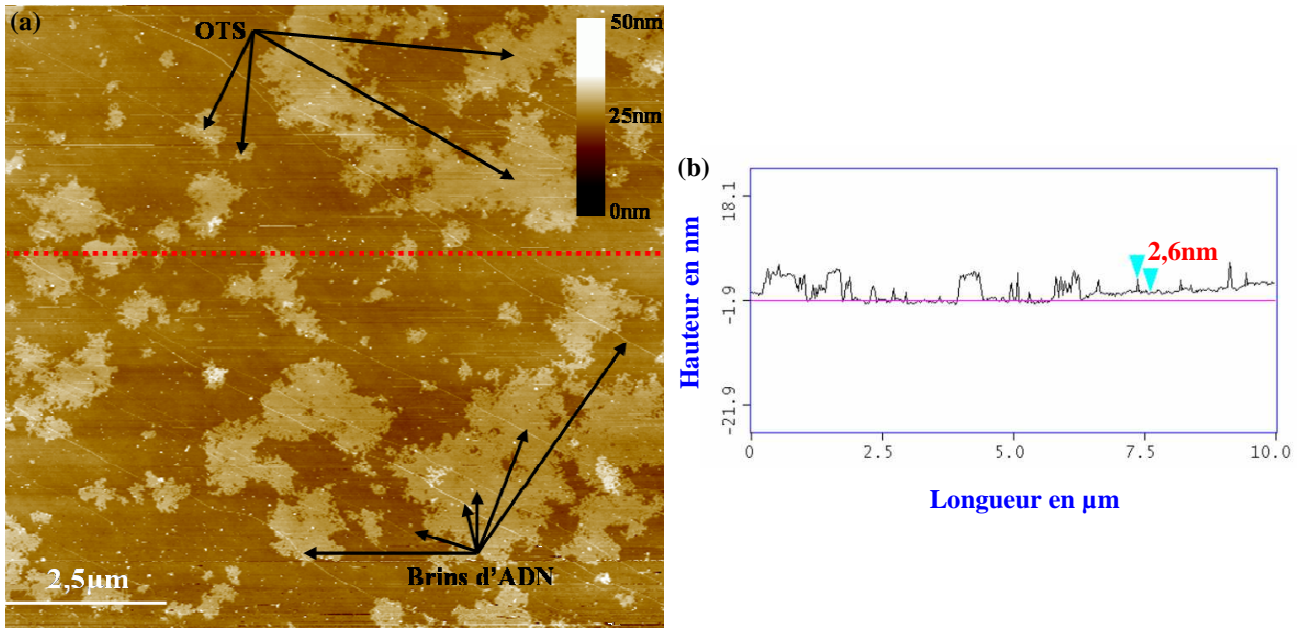


Figure 29 : (a) Image en hauteur à 0,6Hz de brins d'ADN sur une surface d'OTS. (b) Profil en hauteur correspondant au trait en pointillé sur (a).

Ces deux exemples d'imagerie AFM en mode contact-intermittent permettent de valider l'utilisation des leviers à actionnement piézoélectrique intégré fabriqués par technologie de micro-usinage de surface et de volume. De plus, la pointe de 2,5µm de haut positionnée en bout de levier possède un apex suffisamment effilé pour rendre compte de la topographie de la surface d'échantillons de taille nanomètre tels que des îlots de silicium ou des brins d'ADN. Le levier à actionnement PZT intégré a donc été complètement caractérisé par AFM dans l'air, autant au point de vue mécanique (courbes de résonance en amplitude et en phase) que concernant ses propriétés d'imagerie. La suite de cette étude concerne le fonctionnement en AFM de tels leviers en environnement milieu liquide.

2.3 Actionnement en milieu liquide

Avant de pouvoir imager en milieu liquide, il faut trouver les points de fonctionnement de nos leviers. La première étape consiste à trouver la fréquence de résonance du levier dans l'air, puis d'approcher progressivement le levier d'une goutte d'eau déposée sur une surface de verre. Le levier à actionnement intégré utilisé possède une longueur de 135µm et une largeur de 5µm, les courbes de résonance, dans l'air, sont réalisées sous 3000mV et présentées à la Figure 30. La fréquence de résonance mesurée est de 120,35kHz (contre 122kHz calculée depuis la modélisation analytique) et le coefficient de qualité à -3dB est de 250 (la valeur théorique est de 246).

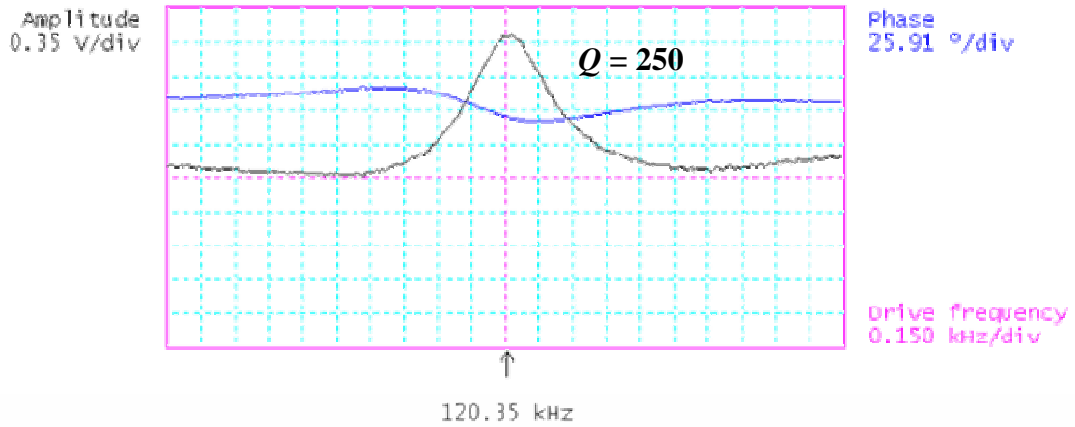


Figure 30 : Courbes de résonance en amplitude et en phase, dans l'air, du levier de 135 μ m de long et 5 μ m de large pour l'actionnement piézoélectrique intégré sous 3000mV.

Le levier est ensuite approché progressivement de la surface de verre où une goutte d'eau a été déposée. Une fois le levier immergé dans la solution d'eau, la fréquence de résonance chute vers les basses fréquences et l'amplitude de vibration du levier diminue d'un facteur Q_{air}/Q_{eau} (voir le chapitre précédent concernant la modélisation analytique). Pour stabiliser l'interface entre l'air et l'eau (c'est-à-dire avoir une interface plane et non "bombée"), une plaque de verre a été fixée au support AFM, comme le montre l'image optique de la Figure 31 et le schéma de la Figure 32.

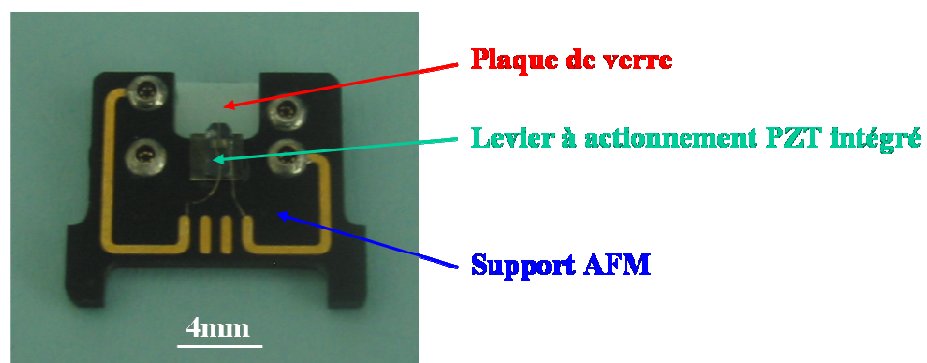


Figure 31 : Image optique du levier à actionnement piézoélectrique connecté au support AFM. Pour permettre l'imagerie en milieu liquide une plaque de verre a été fixée sur la face arrière du support.

Ainsi une quantité d'eau suffisante doit être déposée sur l'échantillon pour que l'eau immerge d'une part complètement le levier, mais aussi qu'elle soit en contact avec la plaque de verre. Ceci permet d'optimiser les chances de récupérer le signal laser réfléchi par le levier sur les photodiodes en évitant de travailler avec une interface entre l'air et l'eau instable.

Le levier est donc approché progressivement de la goutte d'eau jusqu'à ce que l'eau soit en contact avec le verre. Cependant lors de cette opération il est très difficile de garder un signal sur les photodiodes. En effet, la fréquence de résonance se décale en fonction que le levier entre en contact avec le liquide et les amplitudes de vibration diminuent. Ainsi il faut s'approcher dans le liquide en mode résonance (*sweep generic*), par pas successifs, pour suivre en temps réel l'évolution du comportement mécanique du levier. Cependant du fait de la faible raideur du levier utilisé, $k = 4,26\text{N.m}^{-1}$, le levier est très sensible aux mouvements du liquide, il se fléchit en fonction que le liquide se déplace. Il devient alors difficile de récupérer le faisceau laser sur les photodiodes.

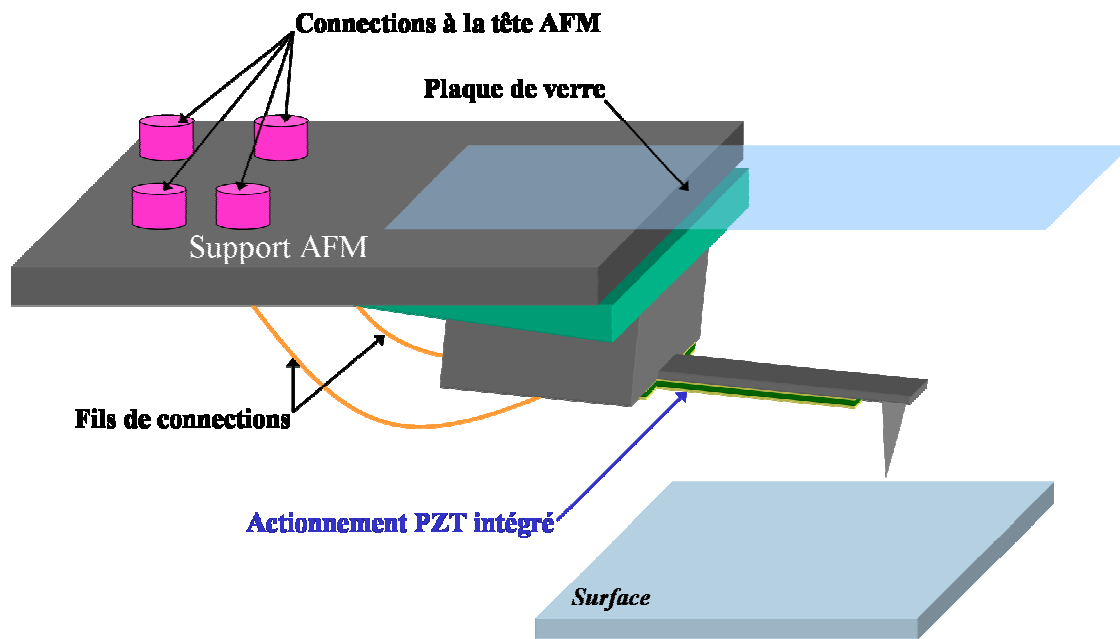


Figure 32 : Schéma permettant de localiser la plaque de verre sur le support AFM.

Nous avons quand même réussi à récupérer le signal sur les photodiodes de l'AFM pour obtenir les courbes de résonance, en amplitude et en phase, expérimentales dans l'eau. Les courbes d'amplitude et de phase en fonction de la fréquence sont présentées à la Figure 33-(a), elles ont été obtenues en appliquant la tension de commande maximale fournie par l'AFM qui est de 15V. Ainsi la fréquence de résonance mesurée dans une solution d'eau déionisée est de 86,21kHz, la modélisation théorique concorde bien avec cette mesure puisqu'elle est de 88kHz. Le coefficient de qualité mesurée à -3dB¹⁵ sur la courbe en amplitude expérimentale est de l'ordre de 5, tandis que la modélisation analytique nous donne 3,5. Pour s'assurer que les courbes de résonance correspondent bien à la vibration mécanique du levier, l'amplitude d'excitation de commande est réduite à 7176mV, les courbes de

¹⁵ En raison du faible coefficient de qualité, le calcul du coefficient de qualité à -3dB n'est pas très rigoureux, il permet cependant de donner un autre de grandeur.

résonance sont présentées à la Figure 33-(b). Ainsi l'amplitude de vibration du levier diminue bien avec la réduction de la tension d'excitation, ceci permet de justifier que les mesures correspondent bien à la résonance du levier. De plus, les fréquences de résonance sont en bonne concordance avec la modélisation analytique. Cependant il n'est pas possible de savoir précisément si la totalité du levier est bien immergée dans la solution d'eau, ce qui peut être la cause du décalage des "plateaux" de part et d'autre du pic de résonance.

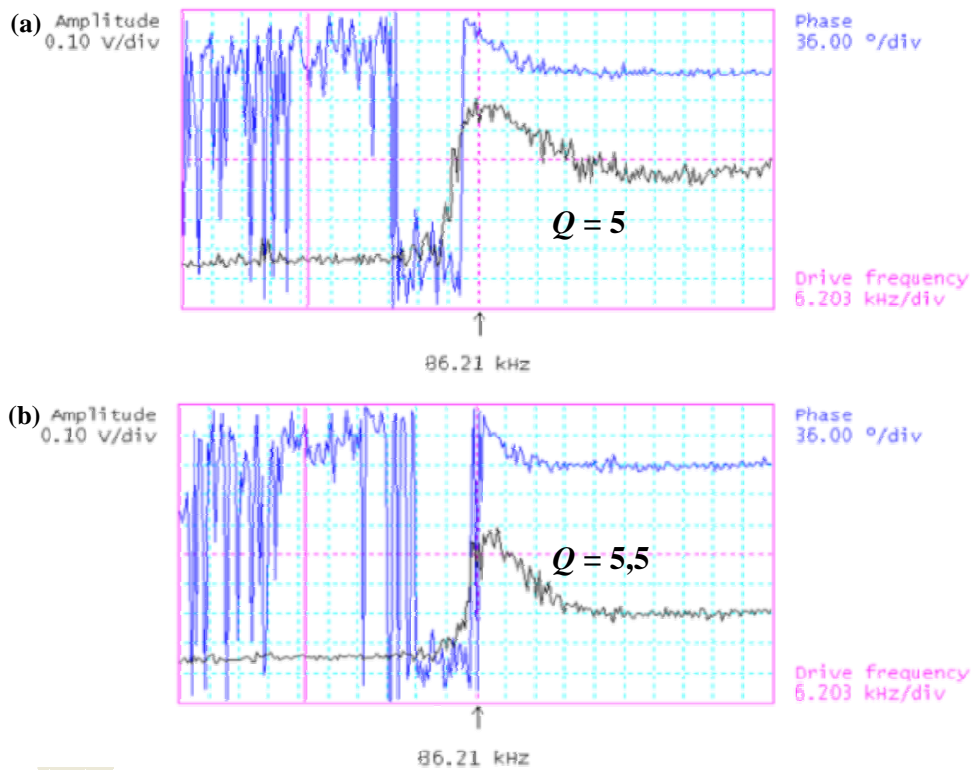


Figure 33 : Courbes de résonance en amplitude et en phase, dans l'eau, du levier de 135 μ m de long et 5 μ m de large pour l'actionnement piézoélectrique intégré sous (a) 15000mV et (b) 7176mV.

Après avoir obtenu les courbes de résonance en amplitude et en phase en milieu liquide, la distance z (entre la pointe et l'échantillon) est diminuée pour mettre la pointe en contact avec la surface de l'échantillon. Cependant, plus la distance z est diminuée et plus il est difficile de garder le faisceau laser réfléchi sur le levier dans les photodiodes. Ainsi, le signal a été "perdu" en approchant le levier de l'échantillon, le faisceau laser étant sorti des photodiodes. Nous n'avons donc pas réussi à obtenir le contact avec l'échantillon et ainsi d'imager en milieu liquide.

La distance z est alors augmentée pour sortir le levier du liquide. A sa sortie du milieu liquide, les courbes de résonance du levier sont mesurées dans l'air. La Figure 34 présente les courbes de résonance dans l'air, après le passage dans l'eau du levier. La fréquence de résonance mesurée à

100,69kHz et le coefficient de qualité de 192 sont inférieurs aux valeurs précédentes mesurées à la Figure 30. Le levier ne doit donc pas être totalement sec, un film d'eau peut le recouvrir et ainsi ajouter une masse supplémentaire au levier, réduisant ainsi sa fréquence de résonance et son coefficient de qualité. En utilisant la modélisation analytique présentée au second chapitre de ce manuscrit, il est possible de calculer la masse ajoutée sur le levier. Ainsi après la sortie du levier du milieu liquide, sa masse a augmentée de 40% par rapport à la masse du levier dans l'air ($m_{\text{levier-air}} = 7,38 \times 10^{-12} \text{kg}$ et $m_{\text{levier-air-après-eau}} = 10,6 \times 10^{-12} \text{kg}$), ce qui correspond à 19% de la masse du levier en milieu liquide ($m_{\text{levier-eau}} = 13,2 \times 10^{-12} \text{kg}$). Il reste donc une pellicule d'eau sur le levier. De plus il est intéressant de noter qu'une dissymétrie est toujours présente sur la courbe de résonance en amplitude. En effet, avant le pic de résonance, l'amplitude tend vers zéro, tandis qu'après la résonance l'amplitude minimale se stabilise à 0,1V. Cet effet est moins accentué qu'en milieu liquide où pour une excitation de 15V, le décalage entre les deux extrémités de la courbe de résonance était de 0,3V. Ainsi, l'actionnement en milieu liquide entraîne une dissymétrie dans la courbe de résonance du levier.

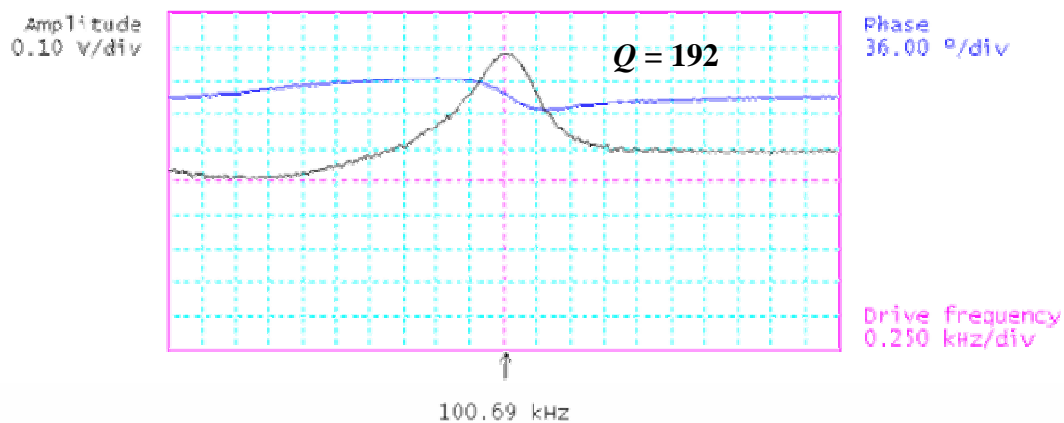


Figure 34 : Courbes de résonance en amplitude et en phase, dans l'air (après immersion dans l'eau) du levier de 135 μm de long et 5 μm de large pour l'actionnement piézoélectrique intégré sous 15000mV.

Ces premières mesures en milieu liquide permettent de valider d'une part le principe d'actionnement piézoélectrique intégré au levier et d'autre part de mettre en évidence la nécessité d'intégrer une détection propre au levier pour extraire ses amplitudes de vibration. En effet, la détection optique par faisceau laser de l'AFM n'est pas appropriée au travail en milieu liquide pour un utilisateur classique d'AFM.

3 Conclusion

Pour concevoir un nanocapteur AFM évoluant en milieu liquide, après avoir étudié deux voies technologiques d'intégration de l'actionnement directement sur le levier : l'actionnement électrostatique et piézoélectrique, cette étude a concerné l'intégration d'une pointe effilée à l'extrémité du levier. L'effilage de l'apex de la pointe a été obtenu de deux manières différentes soit par des cycles d'oxydation–désoxydation, soit par la croissance de nanotube de carbone à l'apex de la pointe.

L'effilage de l'apex de la pointe en silicium a été optimisé d'une part avec des cycles d'oxydation-désoxydation et d'autre part par la croissance de nanotube de carbone dans le prolongement de l'apex de la pointe. Afin d'étudier les paramètres cruciaux régissant la croissance d'un nanotube ou d'un faisceau de nanotubes unique à l'apex de pointes en silicium, des champs de pointes ont été fabriqués pour réaliser une étude statistique. Ainsi 50% des pointes coniques en silicium possèdent un unique nanotube de carbone positionné dans le prolongement de l'apex de la pointe dont la longueur est comprise entre 100nm et 600nm. Ces pointes peuvent donc être utilisées en imagerie AFM. Ceci a permis de valider à la fois le procédé de fabrication des pointes et le procédé de croissance des nanotubes de carbone. Puis les propriétés mécaniques du nanotube ont été étudiées en intégrant la pointe effilée par le nanotube de carbone sur un levier. Des mesures de forces en AFM dynamique ont permis d'extraire la raideur du nanotube et de mettre en évidence ses qualités d'imagerie sur une surface de graphite fraîchement clivée.

Après avoir caractérisé mécaniquement le comportement dynamique des leviers dans l'air et en milieu liquide, les leviers ont été intégrés au Microscope à Force Atomique. Dans cet objectif une pointe effilée a été intégrée à l'extrémité des leviers actionnés piézoélectriquement. Après avoir défini les points de fonctionnement de l'AFM pour travailler en mode contact-intermittent dans l'air, en terme de fréquence de travail et d'amplitude d'excitation, le levier a été engagé sur différents types d'échantillon pour en imager la topographie. Ces exemples d'imagerie AFM permettent de valider l'utilisation des leviers à actionnement piézoélectrique intégrés fabriqués par technologie de micro-usinage de surface et de volume. De plus, la pointe de 2,5 μ m de haut positionnée en bout de levier possède un apex suffisamment effilé pour rendre compte de la topographie de la surface d'échantillons de taille nanométrique tels que des îlots de silicium ou des brins d'ADN. Le levier à actionnement PZT intégré a donc été complètement caractérisé par AFM dans l'air, autant au point de vue mécanique (courbes de résonance en amplitude et en phase) que concernant ses propriétés d'imagerie. Les premières mesures en milieu liquide permettent de valider d'une part le principe

d'actionnement piézoélectrique intégré au levier et d'autre part de mettre en évidence la nécessité d'intégrer une détection propre au levier pour extraire ses amplitudes de vibration dans le but de faciliter l'utilisation des dispositifs en environnement liquide.

Références :

- [1] : S. Ijima, "Helical microtubules of graphite carbon", Nature, vol.354, pp.56-58, 1991.
- [2] : H. Dai, J. H. Hafner, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, R. E. Smalley, "Nanotubes as Nanoprobes for Scanning Probe Microscopy", Nature, vol.384, pp.147-151, 1996.
- [3] : S. S. Wong, E. Joselevich, A. T. Wolley, C. L. Cheung, C. M. Lieber, "Covalently functionalized nanotubes as nanometer sized probes in chemistry and biology", Nature, vol.394, pp.52-55, 1998.
- [4] : A M Bonnot, V Bouchiat, M Faucher, "Growth of carbon nanotubes from silicon substrate coated with thin bilayer of titanium and cobalt deposited by chemical vapour deposition comprises use of hot filament on silicon substrate precoated with bilayer", Patent number : WO 2004 094690.
- [5] : Y. Nakayama, S. Akita, "Nanoengineering of carbon nanotubes for nanotools", New Journal of Physics, vol.5, pp.128.1-128.23, 2003.
- [6] : L. Marty, V. Bouchiat, C. Naud, M. Chaumont, T. Fournier, A. M. Bonnot, "Schottky Barriers and Coulomb Blockade in Self-Assembled Carbon Nanotube FETs", Nanoletters, vol.3, pp.1115-1118, 2003.
- [7] : D. Ditzel, M. Faucher, A. Iaia, J. P. Aimé, S. Marsaudon, A. M. Bonnot, V. Bouchiat, G. Couturier, "Analysis of mechanical properties of single wall carbon nanotubes fixed at a tip apex by atomic force microscopy", Nanotechnology, vol.16, pp.S73-S78, 2005.
- [8] : D. Ditzel, S. Marsaudon, J. P. Aimé, C. V. Nguyen, G. Couturier, "Mechanical properties of a carbon fixed at the tip apex: A frequency-modulated atomic force microscopy study", Physical Review B, vol.72, n°035445, 2005.
- [9] : V. Agache, P. Bigotte. , B. Legrand , V. Senez , L. Buchaillet , D. Collard, "Modeling and experimental validation of silicon Nanotip oxidation: towards a Nanoelectromechanical filter application", Procedure of the International Conference on Solid State Sensors, Actuators and Microsystems, Transducer's03, Boston, June 07-12, IEEE, pp. 1287-1290, 2003.

- [10] : R. Sandberg, W. Svendsen, K. Molhave, A. Boisen, "Temperature and pressure dependence of resonance in multi-layer microcantilevers", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.15, pp.1454-1458, 2005.
- [11] : L. Marty, A. Iaia, M. Faucher, V. Bouchiat, C. Naud, M. Chaumont, E. Di Muccio, T. Fournier, A. M. Bonnot, "Self-assembled single wall carbon nanotube field effect transistors and AFM tips prepared by hot filament assisted CVD", *Thin Solid Films*, vol.501, pp.299-302, 2006.
- [12] : A.-S. Rollier, C. Bernard, A. Iaia, D. Mariolles, A. M. Bonnot, L. Buchaillet, J. P. Aimé, "Wafer scale fabrication of Si tips for CNT tip grafting using the self assembled Hot Filament CVD technique", *Nanotechnology*, 2006.
- [13] : L. Marty, V. Bouchiat, A. M. Bonnot, M. Chaumont, T. Fournier, S. Decossas, S. Roche, "Batch processing of nanometer-scale electrical circuitry based in situ grown single-walled carbon nanotubes", *Microelectronic Engineering*, vol.61-62, pp.485-489, 2002.
- [14] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, "Microscopie de force dynamique : Partie A, Nanopointe oscillante à proximité d'une surface", *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.
- [15] : J.-P. Aimé, R. Boisgard, G.Couturier, "Microscopie de force dynamique : Partie B, FM-AFM et AM-AFM", *Cours de l'école Nanosciences*, 2003.
- [16] : G. Couturier, R. Boisgard, L. Nony, J-P. Aimé, "Noncontact atomic force microscopy: Stability criterion and dynamical responses of the shift of frequency and damping signal", *review of Scientific Instruments*, vol.74, n°5, pp.2726-2734, 2003.
- [17] : T. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, D. Rugar, "Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity", *Journal of Applied Physics*, vol.69, pp.668-673, 1991.
- [18] : <https://www.veecoprobes.com>.
- [19] : http://www.veeco.com/products/AFM_SPM/Metrology_and_Instrumentation/Dimension_3100/.

[20] : T. Heim, S. Preuss, B. Gerstmayer, A. Bosio, R. Blossey, “Deposition from a drop : morphologies of unspecifically bound DNA“, Journal of Physics Condensed Matter, vol.17, pp. 703-716, 2005.

[21] : B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J.P. Nys, V. Senez, D. Stievenard, “Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate”, Journal of Applied Physics, vol.91, pp.106-111, 2002.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette étude a permis de mettre en évidence la problématique de l'utilisation de sondes microsystemes dans un environnement liquide pour des applications AFM.

Dans un premier temps, une modélisation analytique tenant compte des effets hydrodynamiques du liquide, des pertes mécaniques et de la proximité de la surface à imager a été développée afin d'améliorer la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu. Une telle approche s'est avérée utile pour proposer un dimensionnement conduisant à de meilleures performances de la nouvelle sonde AFM. Ceci a permis de mettre en évidence une diminution des dimensions du levier pour obtenir des fréquences de résonance élevées (>MHz) et des coefficients de qualité acceptables en milieu liquide (>10).

Deux principes d'actionnement du levier ont été mis en oeuvre : l'actionnement électrostatique et piézoélectrique. Pour l'actionnement électrostatique, une encapsulation des parties structurales de l'actionneur par des couches diélectriques a été optimisée pour éviter les phénomènes d'électrolyse de la solution. L'utilisation d'un signal haute fréquence permettant d'éviter l'écrantage du potentiel électrique a permis de caractériser avec succès les leviers à actionnement électrostatique en milieu liquide. Dans le cas des leviers à actionnement piézoélectrique, l'utilisation de la tension rémanente du PZT nous a permis d'actionner le levier à tension continue nulle évitant ainsi l'électrolyse de la solution (sans avoir à isoler électriquement le dispositif). Cette étude démontre qu'il est possible d'utiliser l'actionnement piézoélectrique et électrostatique pour des applications AFM en milieu liquide, tant du point de vue de la compatibilité des tensions d'actionnement imposées par le milieu liquide que du point de vue des amplitudes de vibrations qui restent suffisantes pour une détection optique.

La résolution latérale nanométrique de la sonde a été obtenue en intégrant une pointe extrêmement effilée à l'extrémité du levier. Deux voies technologiques ont été discutées pour effiler la pointe en silicium, la première consiste à réaliser des cycles d'oxydation-désoxydation et la deuxième est la croissance de nanotube de carbone dans le prolongement de l'apex de la pointe.

Afin d'étudier les paramètres cruciaux régissant la croissance d'un nanotube unique à l'apex des pointes en silicium, des champs de pointes ont été fabriqués pour réaliser une étude statistique. Ainsi, 50% des pointes coniques en silicium possèdent un seul nanotube de carbone positionné dans le prolongement de l'apex de la pointe dont la longueur est comprise entre 100 nm et 600 nm. Ces pointes munies d'un nanotube ont été caractérisées avec succès en AFM dynamique.

En raison de la température du dépôt par filament chaud, de l'ordre de 800°C au niveau du substrat, les nanotubes de carbone n'ont pas pu être intégrés aux leviers à actionnement piézoélectrique. En effet, le matériau piézoélectrique utilisé est un PZT déposé par pulvérisation cathodique qui cristallise à 250°C, ce procédé « froid » est incompatible avec la température de dépôt des nanotube de carbone.

Cependant cette technique de dépôt des nanotubes de carbone est tout à fait compatible avec le procédé de fabrication des leviers à actionnement électrostatique où les recuits atteignent 1100°C. Dans ce cas, pour déporter les électrodes enterrées de l'actionnement électrostatique, les électrodes seront positionnées de part et d'autre du levier pour produire le mouvement hors plan par effet de champ.

Les leviers à actionnement PZT, possédant une pointe effilée par des cycles d'oxydation-désoxydation, ont été complètement caractérisés par AFM dans l'air du point de vue mécanique (courbes de résonance en amplitude et en phase) et en exploitant leurs propriétés d'imagerie. Les premières mesures obtenues en milieu liquide permettent de valider d'une part le principe d'actionnement piézoélectrique du levier et d'autre part de mettre en évidence la nécessité d'intégrer une détection propre au levier pour extraire l'amplitude de vibration afin de faciliter l'utilisation des dispositifs en environnement liquide.

Ce travail a permis d'optimiser la fréquence de résonance, le coefficient de qualité et la raideur des leviers AFM pour des applications en milieu liquide. Des leviers intégrant une pointe effilée par un nanotube de carbone ainsi que des leviers intégrant un actionnement et une pointe effilée par cycles d'oxydation-désoxydation ont été fabriqués et caractérisés. Les perspectives à court terme de ce travail seront d'intégrer une pointe effilée par un nanotube de carbone sur un levier à actionnement électrostatique. L'intégration à cette sonde d'une détection sera ensuite étudiée en utilisant, par exemple, l'effet inverse de l'actionnement piézoélectrique.

L'ensemble de ce travail a concerné l'étude d'une seule architecture de sonde AFM qui est la configuration de poutre encastrée-libre. La modélisation analytique a permis de mettre en évidence que ce type de dispositif ne permet pas d'accéder à des coefficients de qualité >30 en milieu liquide. Ainsi pour atteindre de meilleures performances, il est nécessaire de s'orienter vers un autre mode de vibration, comme le mode de volume (ou de contour) qui permet de minimiser la quantité de fluide déplacé et ainsi d'accéder à des coefficients de qualité plus importants. Ceci fait partie du projet de recherche de Marc Faucher nouvellement arrivé dans le groupe "microsystèmes silicium" de l'IEMN.

ANNEXES

1.	CHAPITRE 1	247
1.1.	ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE – DEPLACEMENT EN FONCTION DE LA TENSION	247
1.2.	ACTIONNEUR EN TORSION.....	250
1.3.	PROCEDE DE FABRICATION ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE	256
2.	CHAPITRE 2	260
2.1	DEMONSTRATION DU PRINCIPE DES MOINDRES ACTIONS.....	260
2.2	MODEL DE NAVIER-STOKES 3D	262
2.3	SCRIPT MATLAB	264
3.	CHAPITRE 3	275
3.1	PROCEDE DE FABRICATION DES LEVIERS PIEZOELECTRIQUE.....	275
3.2	CALCUL DES CONTRAINTES PIEZOELECTRIQUES.....	279
3.3	MODELISATION DU COMPORTEMENT DYNAMIQUE D’UN LEVIER ELECTROSTATIQUE.....	282
3.4	PROCEDE DE FABRICATION DES CHAMPS DE POINTES EN SILICIUM	287
3.5	PROCEDE DE FABRICATION DES LEVIERS EN PZT INTEGRANT UNE POINTE EFFILEE	290
4.	LISTE DES PUBLICATIONS	296

1. CHAPITRE 1

1.1. Actionnement Electrostatique – Déplacement en fonction de la tension

Il est intéressant de connaître le déplacement de la partie mobile de l'actionneur en fonction de la tension appliquée.

L'équation de la courbe $x(V)$: pour $V < V_{\text{effondrement}}$ (ou pour $V < V(x=g)$ dans le cas où il n'y a pas d'instabilité) se calcul d'après l'équation donnant l'équilibre des forces :

$$F_{\text{élect}}(V \leq V_{\text{effondrement}}) + F_{\text{méca}} = 0 \quad \Leftrightarrow \quad \frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times V^2}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + (g - x) \right]^2} = k \times x \quad \text{Eq1}$$

$$\Leftrightarrow \quad \frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times V^2}{k} = x \times \left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + (g - x) \right]^2$$

Pour simplifier l'équation on introduit la variable regroupant les paramètres technologiques des couches diélectriques :

$$T = \frac{t_1}{\epsilon_1} + \frac{t_2}{\epsilon_2} \quad \text{Eq2}$$

L'équation précédente devient :

$$\frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon_{r1} \times S \times V^2}{k} = x \times [\epsilon T + (g - x)]^2 \quad \text{Eq3}$$

$$= x^3 - 2x^2 \times (\epsilon T + g) + x \times (\epsilon T + g)^2$$

L'équation à résoudre se met sous la forme :

$$\boxed{\frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times V^2}{2k} = x^3 - 2x^2 \times (\epsilon T + g) + x \times (\epsilon T + g)^2} \quad \text{Eq4}$$

C'est une équation du 3^{ème} degré, pour la résoudre un changement de variable

$x = X + \frac{2 \times (\epsilon T + g)}{3}$ permet de se ramener à une équation du type (approche de Ferro et Cardan

et Bombelli) :

$$X^3 + pX + q = 0 \quad \text{Eq5}$$

$$\text{Avec } p = -\frac{(\varepsilon T + g)^2}{3} \text{ et } q = \frac{2}{27} \times (\varepsilon T + g)^3 - \frac{\varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V^2}{2k}$$

Soit $X = u + v$, u^3 et v^3 sont solutions de l'équation :

$$X^2 + qX - \frac{p^3}{27} \tag{Eq6}$$

L'équation (6) est équivalente à l'équation équivalente à (5). Le calcul du discriminant va permettre de trouver les solutions :

$$\Delta = q^2 + 4\frac{p^3}{27} \tag{Eq7}$$

Cas où le discriminant est nul

$$\underline{\Delta = 0} \text{ alors } V = V_{\text{pull-in}} = \sqrt{\frac{8 \times k \times [\varepsilon \times T + g]^3}{27 \times \varepsilon_0 \varepsilon \times S}}$$

Les solutions de l'équation sont alors de la forme :

$$\begin{cases} X_1 = -\sqrt{-\frac{p}{3}} \\ X_2 = \sqrt{-\frac{p}{3}} \\ X_3 = \frac{3q}{p} \end{cases} \text{ d'où } \begin{cases} X_1 = -\frac{(\varepsilon \times T + g)}{3} \\ X_2 = \frac{(\varepsilon \times T + g)}{3} \\ X_3 = \frac{18 \times (\varepsilon \times T + g)}{27} \end{cases} \text{ d'où } \begin{cases} x_1 = \frac{(\varepsilon \times T + g)}{3} \\ x_2 = \varepsilon \times T + g \\ x_3 = \frac{4 \times (\varepsilon \times T + g)}{3} \end{cases}$$

On retrouve bien le déplacement correspondant à la tension d'effondrement.

Cas où le discriminant est positif

Ce cas correspond à $V > V_{\text{effondrement}}$. Il n'est donc pas étudié.

Cas où le discriminant est négatif

$\Delta < 0$ équivalent à $V < V_{\text{effondrement}}$.

L'équation (6) admet 3 solutions d'où :

$$\left\{ \begin{array}{l} u_k = \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \left[\cos\left(\frac{t+2k\pi}{3}\right) + i \times \sin\left(\frac{t+2k\pi}{3}\right) \right] \\ v_k = \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \left[\cos\left(\frac{t+2k\pi}{3}\right) - i \times \sin\left(\frac{t+2k\pi}{3}\right) \right] \\ k \in \{1,2,3\} \quad \text{et} \quad t = \arccos\left(\frac{-q}{2 \times \sqrt{\frac{-p^3}{27}}}\right) \end{array} \right. \quad \text{Eq8}$$

L'équation (5) admet 3 solutions avec $X_k = u_k + v_k$, donc les solutions sont réelles :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_1 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t}{3}\right) \\ X_2 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t+2\pi}{3}\right) \\ X_3 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t+4\pi}{3}\right) \end{array} \right. \quad \text{Eq9}$$

Le changement de variable $x = X + \frac{2 \times (\varepsilon T + g)}{3}$ permet d'obtenir les solutions de l'équation de départ (24) :

$$\left\{ \begin{array}{l} x_1 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t}{3}\right) + \frac{2 \times (\varepsilon_1 T + b)}{3} \\ x_2 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t+2\pi}{3}\right) + \frac{2 \times (\varepsilon_1 T + b)}{3} \\ x_3 = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t+4\pi}{3}\right) + \frac{2 \times (\varepsilon_1 T + b)}{3} \end{array} \right. \quad \text{Eq10}$$

La solution x_1 donne un déplacement négatif ce qui ne peut pas être retenue physiquement. La solution x_3 ne respecte pas la condition initiale $x(V=0)=0$ mais à pour valeur $x(V=0)=b$.

L'unique solution physiquement acceptable à l'équation (4) est la solution x_2 :

$$x(V) = 2 \times \sqrt{\frac{-p}{3}} \times \cos\left(\frac{t+2\pi}{3}\right) + \frac{2 \times (\varepsilon_1 T + b)}{3} \quad \text{pour } V < V_{\text{effondrement}}.$$

1.2. Actionneur en torsion

L'actionneur en torsion se compose d'un plateau d'actionnement électrostatique soutenu par des poutres encastrées soumises à des moments de torsion [1]. La Figure 1 est une représentation schématique des trois parties de l'actionneur en torsion.

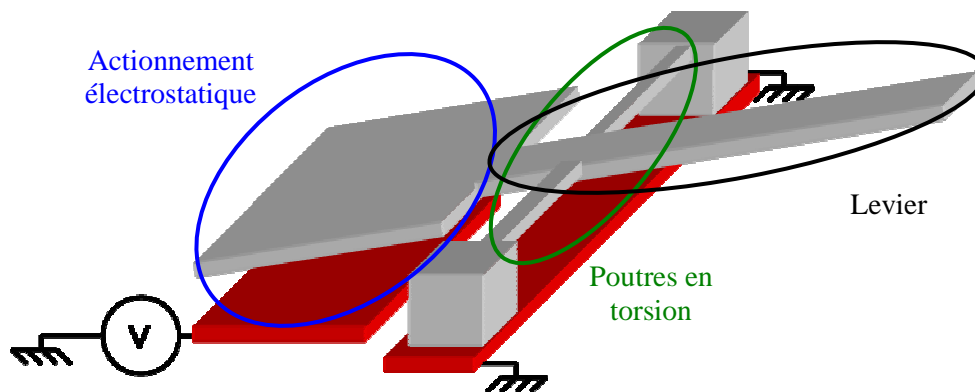


Figure 1 : L'actionneur en torsion se compose d'une partie d'actionnement électrostatique, des poutres soumises à des moments de torsion et d'un levier pour amplifier la déflexion.

Actionnement électrostatique en torsion

L'actionnement électrostatique crée entre le plateau mobile et l'électrode enterrée est un mouvement qui n'est pas parfaitement verticale mais incliné d'un angle θ par rapport à l'axe horizontal. La Figure 2 est un schéma représentant l'actionnement.

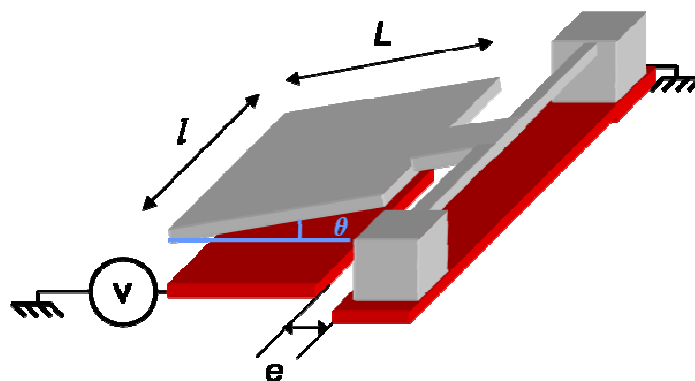


Figure 2 : Vue schématique de l'actionneur en torsion.

Soit respectivement l et L la longueur et la largeur de du plateau, e la distance entre les électrodes,

α la déflexion maximale du plateau en butée, ε la permittivité diélectrique du milieu d'actionnement, k le coefficient de raideur en torsion d'un des deux poutres de maintien.

Lorsque l'on applique une tension V à l'électrode enterrée, une attraction électrostatique se crée selon le principe de Coulomb. L'actionneur se trouve alors sous influence capacitive dépendante de l'angle de rotation θ du dispositif :

$$C = \frac{\varepsilon l}{\theta} \ln\left(\frac{\alpha + \theta}{\alpha + \gamma\theta}\right) \text{ où } \gamma = \frac{e}{L} \text{ et } \alpha = \frac{2d}{L} \quad \text{Eq11}$$

Une force électrostatique est alors induite et elle conduit à la création d'un moment électrostatique [2] [3] :

$$M_{\text{élect}} = \frac{1}{2} V^2 \frac{\partial C}{\partial \theta} = \frac{1}{2} V^2 \frac{\varepsilon l}{\theta^2} \left[-\ln\left(\frac{\alpha + \theta}{\alpha + \gamma\theta}\right) + \frac{\theta}{\alpha + \theta} - \frac{\gamma\theta}{\alpha + \gamma\theta} \right] \quad \text{Eq12}$$

Ce moment responsable du déplacement de la plaque supérieure de l'actionneur entraîne la torsion des poutres de maintien et la rotation de la structure mobile.

Actionnement mécanique en torsion

A l'équilibre, les normes des moments électrostatique et mécanique se compensent :

$$M_{\text{élec}} = M_{\text{méca}} \text{ avec } M_{\text{méca}} = 2k\theta \quad \text{Eq13}$$

On obtient ainsi une équation reliant le coefficient de raideur en torsion k des poutres de maintien et les divers paramètres de l'actionneur [4]:

$$\frac{1}{2} V^2 \frac{\varepsilon l}{\theta^2} \left[-\ln\left(\frac{\alpha + \theta}{\alpha + \gamma\theta}\right) + \frac{\theta}{\alpha + \theta} - \frac{\gamma\theta}{\alpha + \gamma\theta} \right] = 2k\theta \quad \text{Eq14}$$

Ainsi on obtient l'expression de la tension :

$$V = \sqrt{\frac{4k\theta^3}{\varepsilon l \times \left[-\ln\left(\frac{\alpha + \theta}{\alpha + \gamma\theta}\right) + \frac{\theta}{\alpha + \theta} - \frac{\gamma\theta}{\alpha + \gamma\theta} \right]}} \quad \text{Eq15}$$

Pour caractériser cet actionnement électrostatique, il est intéressant de déterminer les tensions d'effondrement et de séparation de la structure mobile. Cependant, il n'est pas possible de calculer leur expression analytiquement car l'équation régissant la tension, $V(\theta)$, est transcendante. Une résolution graphique permet, néanmoins, d'apprécier ces tensions, pour cela on représente l'évolution des moments en fonction de l'angle θ .

Applications numériques :

$l = 180\mu\text{m}$, $L = 192\mu\text{m}$, $d = 2\mu\text{m}$, $e = 170\mu\text{m}$, $\alpha = 0.0208\text{rad}$, $\gamma = 0.8854$, $\epsilon_{\text{air}} = 1 \times 8.85 \times 10^{-12} \text{F.m}^{-1}$,
 $k = 3.26 \times 10^{-9} \text{N.m.rad}^{-1}$.

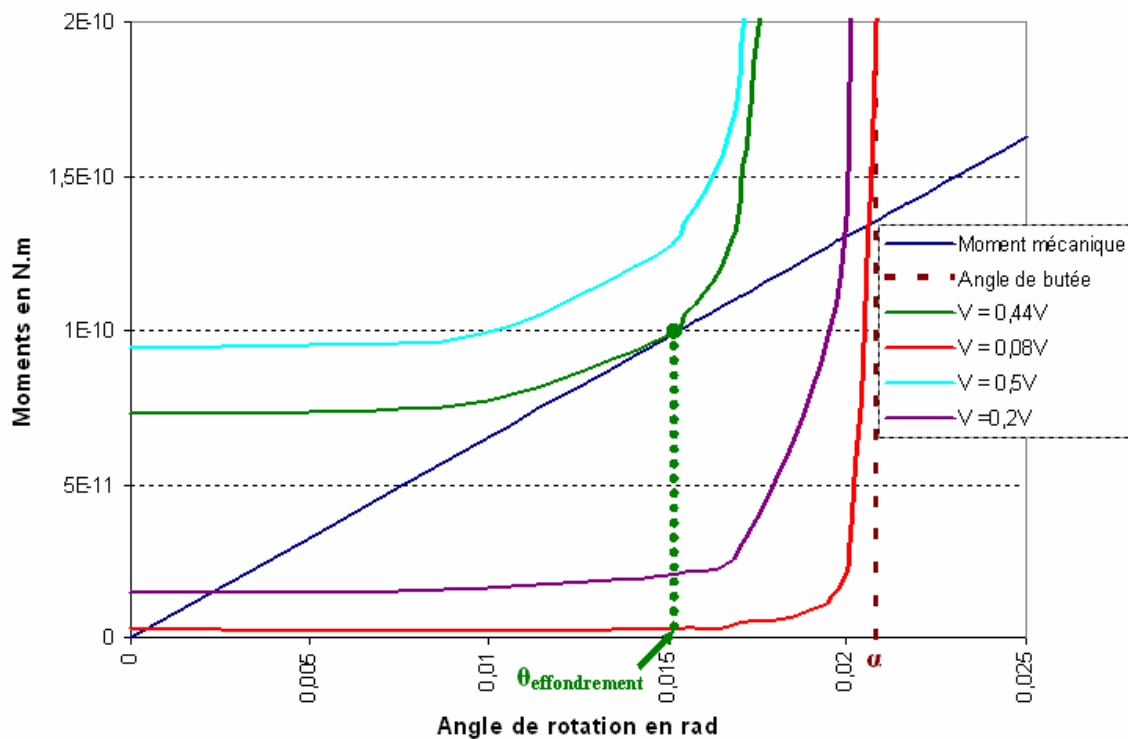


Figure 3 : Caractéristique moment –angle de rotation de l'actionneur électrostatique en torsion.

Lorsque le moment électrostatique devient supérieur au moment mécanique, on se trouve dans la configuration de « l'effondrement », c'est à dire que la structure mobile vient, sans transition, en contact avec l'électrode enterrée. La tension d'effondrement est celle pour laquelle le moment électrostatique est tangent en un point au moment mécanique (en bleu sur la Figure 3), on en déduit ainsi l'angle et la tension d'effondrement. La polarisation doit ensuite être réduite pour permettre la séparation du plateau mobile, c'est la tension de séparation, elle correspond à un

moment électrostatique inférieur au moment mécanique sauf aux deux points d'équilibre stable et instable où il y a intersection entre les deux courbes. L'équilibre stable se trouve à l'angle maximum de rotation, α , où la structure est en butée (en violet sur le graphique précédent). Par exemple avec ces applications numériques précédentes, les tensions d'effondrement et de séparation sont respectivement de 0,44V et 0,08V. L'angle d'inclinaison correspondant à l'effondrement est de 0,015rad.

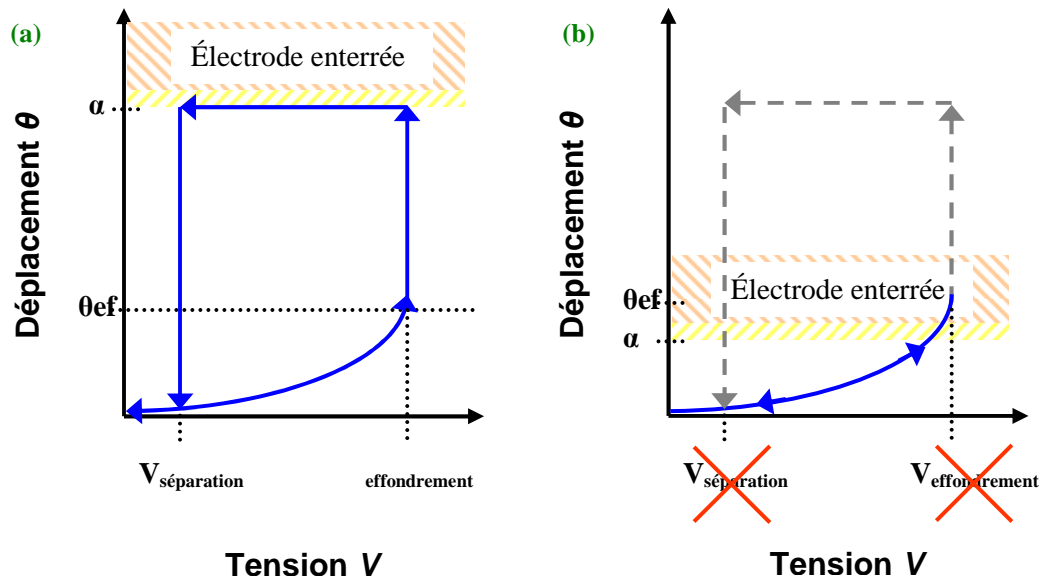


Figure 4 : Schémas de la caractéristique du déplacement en fonction de la tension. (a) cas où le phénomène d'effondrement se produit. (b) cas où le déplacement est contrôlable sur toute la distance entre les électrodes.

Ainsi le comportement de l'actionnement en torsion est semblable à celui de l'actionnement à plaques parallèles. Ils possèdent les mêmes tensions caractéristiques. La Figure 4, représente la vue schématique du déplacement en fonction de la tension appliquée.

Dimensionnement des poutres de torsion

Les paramètres effectifs des poutres de maintien, qui permettent le mouvement de torsion, peuvent être déterminés à partir de la formule tirée de la référence [5] :

$$D_{tors} = \frac{wh^3}{2^4} \times \left\{ \frac{16}{3} - 3.36 \frac{h}{w} \left(1 - \frac{h^4}{12w^4} \right) \right\} \text{ où } w \geq h \quad \text{Eq16}$$

$$l_{poutre} = \frac{D_{tors} E \theta}{2M_{méca} (1 + \nu)} \quad \text{Eq17}$$

Avec G le module l'élasticité ($G_{PolySi} = 60\text{GP}$), E le module d'Young ($E_{PolySi} = 160\text{GPa}$), ν le coefficient de Poisson ($\nu_{PolySi} \approx 0,2$), h , w et l_{poutre} respectivement, l'épaisseur, la largeur et la longueur de la poutre.

Pour $h = 2\mu\text{m}$ et $w = 5\mu\text{m}$ et $V = 0,44\text{V}$ et $\theta = \alpha = 0,015\text{rad}$, on obtient :

$$M_{méca} = 6,55 \times 10^{-8} \text{ N.m}$$

$$D_{tors} = 9,975 \times 10^{-24} \text{ N.m.rad}^{-1}$$

$$l_{poutre} = 534 \mu\text{m}$$

Le levier

Il est intéressant de pouvoir visualiser le déplacement de l'actionneur à l'aide du microscope, pour cela il faut amplifier le mouvement en ajoutant à la structure un levier. Ainsi on peut observer un déplacement hors plan.

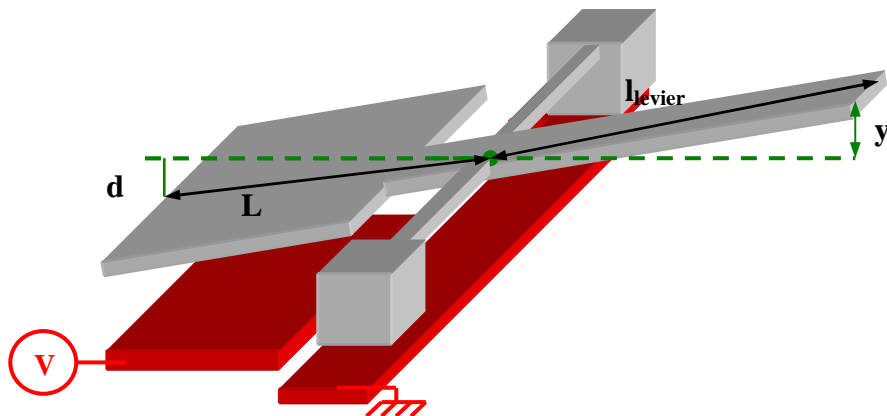


Figure 5 : Schéma de l'actionneur électrostatique en torsion avec le levier.

D'après le théorème de Thalès :

$$\frac{L}{d} = \frac{l_{levier}}{y} \quad \text{Eq18}$$

Pour avoir un déplacement hors plan de $y = 2,5 \times d = 5\mu m$: $l_{levier} = \frac{yL}{d} = 480\mu m$

La largeur va être choisi telle que la raideur du levier permette un mouvement sans déformation, c'est à dire $L_{levier} = 80\mu m$ (ce qui correspond à $k_{levier} = 0.232N.m^{-1}$).

Références :

- [1] : H.Toshiyoshi, "Micro Opto Electro Mecanical System and their applications", http://toshi.fujita3.iis.u-tokyo.ac.jp/research_project/optical_MEMS/1_Introduction.pdf, pp.140-148, 1999
- [2] : O.Degani, E.Socher, A.Lipson, T.Lejtner, D.J.Setter, S.Kaldor, Y.Nemirovsky, "Pull-in study of an electrostatic torsion microactuator", Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.7, No.4, pp.373-379, 1998
- [3] : R.Satter, F.Plötz, G.Wachutta, "Macromodeling of an Electrostatic Torsional Actuator", Transducers'01, Munich, 2001
- [4] : H.Toshiyoshi, H.Fujita, "Electrostatic micro torsion mirrors for an optical switch matrix", Journal of Microelectromechanical Systems, Vol.5, No.4, pp.231-237, 1996
- [5] : Warren C.Young, "Roark's, formulas for stress and strain", International edition, 1989

1.3. Procédé de fabrication actionnement électrostatique

Le procédé de fabrication est un procédé dit « chaud », c'est à dire que certaines étapes sont réalisées à des températures supérieures à 450°C, inspiré du procédé SDA (Scratch Drive Actuator) qui avait fait l'objet d'un transfert de technologie du LIMMS vers l'IEMN en 1997.



a) Nettoyage HF de la tranche de silicium pendant 30 s.

Oxydation sèche de la tranche :

Débit : 2,5 slm de O₂, Température : 1100°C, Epaisseur : 3500 Å.

Croissance de nitrure de silicium peu contraint :

Débit : 20 sccm de SiH₂Cl₂ et 10 sccm de NH₃, Température: 800°C, Pression : 100 mT, Epaisseur : 1000 Å.

Dépôt de polysilicium dopé :

Débit : 50 sccm de SiH₄ et 10 sccm de PH₃/H₂, Température: 700°C, Pression : 100 mT, Epaisseur : 3500 Å.

b) 1^{ère} photolithographie : transfert du masque négatif, n°0.

Dépôt de résine positive photosensible (S 1818) sur la tranche :

Accélération : 2500 tr.min⁻², Vitesse : 2500 tr.min⁻¹, Durée :12 sec, Recuit : 110°C durant 1min.

La photolithographie est réalisée dans le MA750 :

Durée d'exposition 5 sec.

Développement de la résine (MF 319) :

Temps de révélation : 20 sec. Rinçage à l'eau.

Recuit pour durcir la résine :

Durée :3 min, température : 120°C.

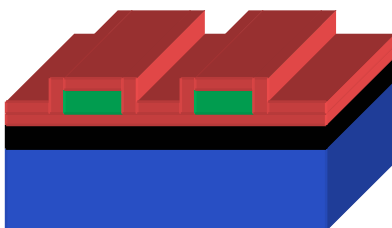
Gravure sèche RIE du polysilicium (contacts électriques) :

Débit :20 sccm de SF₆, Puissance : 50 W, Pression : 20 mT, Durée : 3 min.

Nettoyage des résidus de résine par plasma O₂ et piranha :

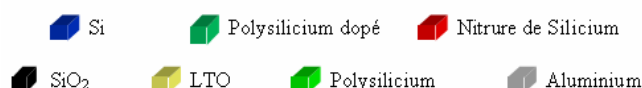
Débit :20 sccm de O₂, Puissance : 300 W, Pression : 200 mT, Durée : 200 s.

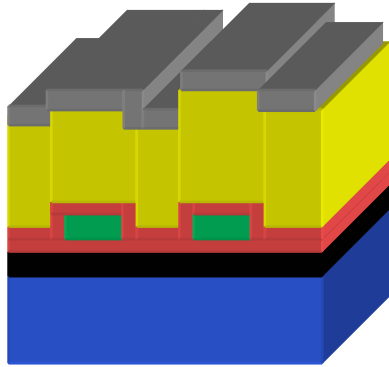
Pourcentage : 50% H₂O₂ et 50% H₂SO₄, Durée :20min. Rinçage abondant à l'eau déshydratée (DI).



c) Dépôt de nitrure de silicium faiblement contraint pour l'isolation des électrodes enterrées :

Débit : 20sccm de SiH₂Cl₂, 10sccm de NH₃, Température : 800°C, Pression : 100mT, Epaisseur :3000Å.





d) Dépôt d'oxyde sacrificiel : LTO (Low Temperature Oxide) par LPCVD :

Débit : 150 sccm de O₂, 25 sccm de N₂ et 70 sccm de SiH₄, Pression : 150 mT, Epaisseur : 2 μm.

Dépôt d'Aluminium par pulvérisation cathodique (bâti Plassys) pour protéger la tranche lors de la gravure :

Débit : 10 sccm de Ar, Puissance : 100W, Durée : 4min, Epaisseur : 100nm.

e) 2^{ème} photolithographie : transfert du masque n°1 positif.

Dépôt de résine positive (S 1818) sur le wafer :

Accélération : 2500 tr.min⁻², Vitesse : 2500 tr.min⁻¹, Durée : 12 sec, Recuit : 110°C durant 1min.

Exposition dans le MA750 :

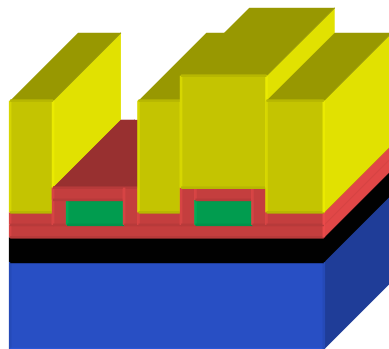
Durée d'exposition 5 sec.

Révélation de la résine (MF 319) :

Temps de révélation : 20 sec. Puis rinçage à l'eau.

Recuit pour durcir la résine :

Durée : 3 min, température : 120°C.



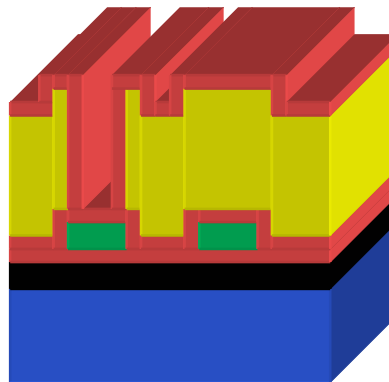
Gravure de l'Aluminium est réalisé avec du BE 7.1 :

Trempage successif dans le BE 7.1 et dans l'eau.

Gravure RIE des contacts : Recette as-polyd

Débit : 40 sccm de CF₄, 40 sccm de CHF₃, Pression : 50 mT, Puissance : 125 W, Durée : 1h18s.

On nettoie les résidus de résine en utilisant un plasma O₂ et du piranha.



f) Dépôt de nitrure peu contraint, par LPCVD, pour l'isolation électrique des structures mobiles :

Débit : 20 sccm de SiH₂Cl₂, 10 sccm de NH₃, Température : 800°C, Pression : 100 mT, Epaisseur : 3000 Å.

g) 3^{ème} photolithographie : transfert du masque n°2 positif.

Dépôt de résine positive (S 1818) sur la tranche :

Accélération : 2500 tr.min⁻², Vitesse : 2500 tr.min⁻¹, Durée : 12 sec, Recuit : 110°C durant 1 min.

Exposition dans le MA750 :

Durée d'exposition 4,5 sec.

Révélation de la résine (MF 319) :

Temps de révélation : 18 sec. Rinçage à l'eau.

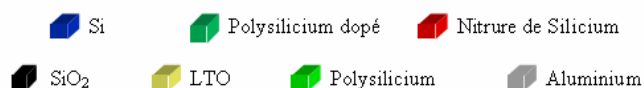
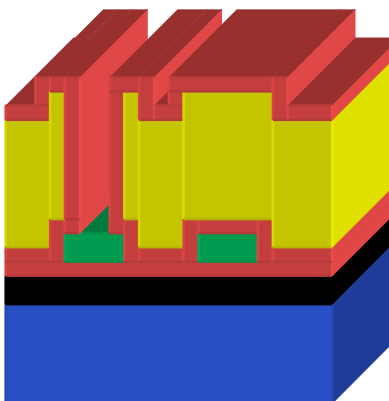
Recuit pour durcir la résine :

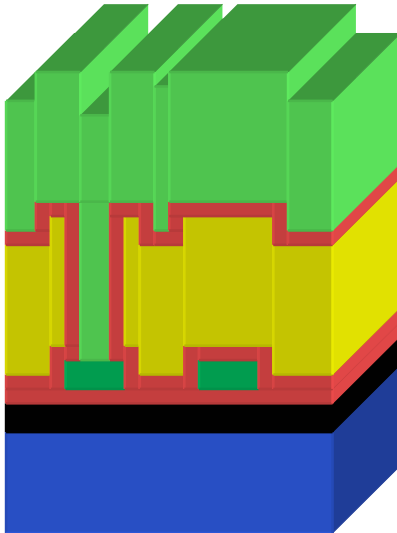
Durée : 3 min, température : 120°C.

Ouverture des contacts électriques par RIE :

Débit : 40 sccm de CF₄, 40 sccm de CHF₃, Pression : 50 mT, Puissance : 125 W, Durée : 1h15min (9,5osc).

La résine est ensuite nettoyée avec de l'acétone, des ultrasons et du piranha.





h) Dépôt de $2\mu\text{m}$ de polysilicium non dopé par LPCVD :
Débit : 80 sccm de SiH_4 , Pression : 200 mT, Température : 585°C ,
Épaisseur : $2\mu\text{m}$.

Dépôt d'une couche de PSG LTO pour doper le polysilicium :

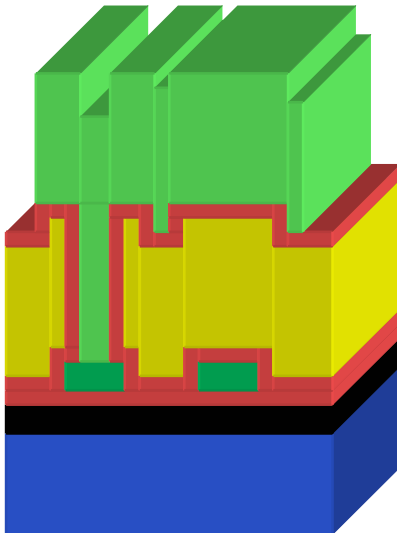
Débit : 20 sccm de SiH_4 , 100 sccm de O_2 , 10 sccm de PH_3/SiH_4 ,
Pression : 200 mT, Température : 410°C , Épaisseur : $1\mu\text{m}$.

Recuit pour favoriser la diffusion des dopants dans le polysilicium :

Température : 1100°C , Durée : 1 h.

On enlève ensuite le PSG LTO :

HF à 50%, Durée : 2 min. Rinçage.



i) 4^{ème} photolithographie : transfert du masque n°3.

Dépôt de résine positive (S 1818) sur la tranche :

Accélération : $2500\text{ tr}\cdot\text{min}^{-2}$, Vitesse : $2500\text{ tr}\cdot\text{min}^{-1}$, Durée : 12 sec,
Recuit : 110°C durant 1 min.

Exposition dans le MA750 :

Durée d'exposition 5 sec.

Ou Exposition dans le MA6 :

Durée d'exposition 4 sec en vacuum pour diminuer taille motifs.

Révélation de la résine (MF 319) :

Temps de révélation : 20 sec. Puis rinçage à l'eau.

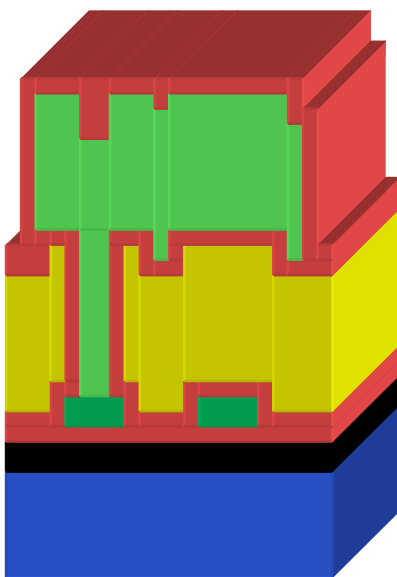
Recuit pour durcir la résine :

Durée : 3 min, température : 120°C .

Gravure RIE de la couche structurale :

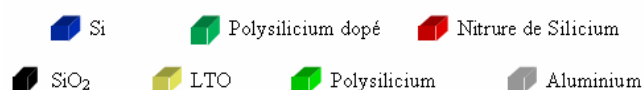
Débit : 25 sccm de SF_6 , et 2 sccm de O_2 , Pression : 50 mT, Puissance : 125 W.

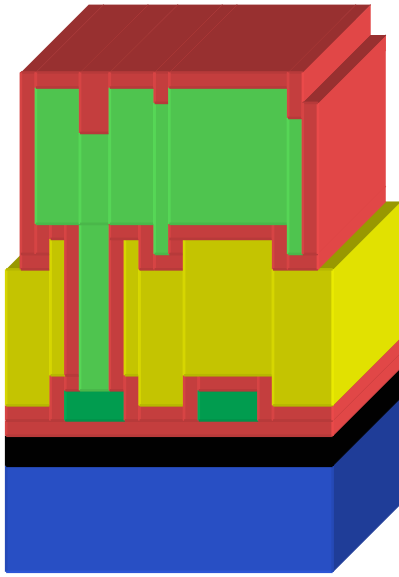
La résine est ensuite nettoyée avec de l'acétone, des ultrasons et du piranha.



j) Dépôt de nitrure de silicium faiblement contraint :

Débit : 20 sccm de SiH_2Cl_2 , 10 sccm de NH_3 , Température : 800°C ,
Pression : 100 mT, Épaisseur : 3000 \AA .





k) 5^{ème} photolithographie : transfère du masque n°3.
Délimitation de la structure en gravant le nitrure superflu.

Dépôt de résine positive (S 1818) sur le wafer :

Accélération : 2500tr.min⁻², Vitesse : 2500 tr.min⁻¹, Durée :12 sec, Recuit : 110°C durant 1min.

Exposition dans le MA750 :

Durée d'exposition 5sec.

Ou Exposition dans le MA6 :

Durée d'exposition 4sec en vaccum.

Révélation de la résine (MF 319) :

Temps de révélation : 20sec. Puis rinçage à l'eau.

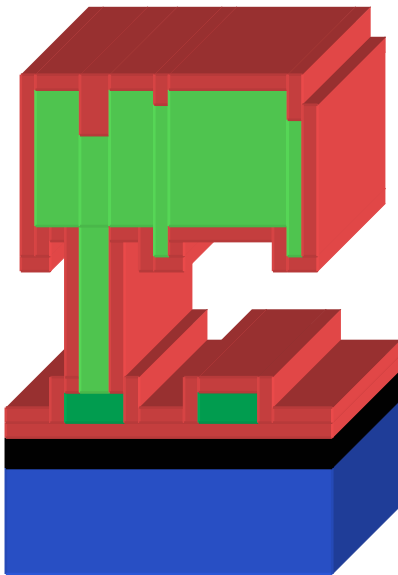
Recuit pour durcir la résine :

Durée :3 min, température : 120°C.

Gravure RIE du nitrure : Recette memb4.

Débit : 40sccm de CF₄, 40sccm de CHF₃ , Pression : 50mT, Puissance : 125W, Durée 13min.

On nettoie les résidus de résine en utilisant de l'acétone, des ultrasons et du piranha.



l) Recuit pour relaxer les contraintes mécaniques des différentes couches :

Température : 1100°C, Durée : 3 h.

La dernière étape du procédé de fabrication constitue en la libération de la structure, on effectue le « releasing », c'est à dire la libération de la structure mobile :

HF à 50% , Durée : 25 min. Rinçage EDI puis alcool. Séchage incliné à 75°C pdt 15min.

2. CHAPITRE 2

2.1 Démonstration du principe des moindres actions

Soit S l'action exercée sur la poutre, S est l'intégrale par rapport à z de la fonction Lagrangienne L_0 . L_0 dépend du déplacement hors plan du levier $U(z,t)$, de sa dérivée partielle par rapport à z , $\dot{U}(z,t)$ et du temps t .

$$\begin{aligned}
 \delta S &= \delta \int_{z_1}^{z_2} L_0(U_i, \dot{U}_i, t) dz \\
 &= \int_{z_1}^{z_2} \delta L_0(U_i, \dot{U}_i, t) dz \quad \text{Linéarité de l'intégrale} \\
 &= \int_{z_1}^{z_2} \left[\sum_i \frac{\partial L_0}{\partial U_i} \delta U_i + \sum_i \frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \delta \dot{U}_i \right] dz \quad \text{pas de terme } \frac{\partial L_0}{\partial t} \delta t \text{ car les variations sont à temps constant} \\
 &= \int_{z_1}^{z_2} \left[\sum_i \frac{\partial L_0}{\partial U_i} \delta U_i + \sum_i \frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \frac{d(\delta U_i)}{dz} \right] dz \quad \text{car } \dot{U}_i = \frac{dU_i}{dz}
 \end{aligned}$$

Il faut maintenant intégrer par partie le second terme de l'intégrale :

$$\begin{aligned}
 \int_{z_1}^{z_2} \frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \frac{d(\delta U_i)}{dz} dz &= \left[\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \delta U_i \right]_{z_1}^{z_2} - \int_{z_1}^{z_2} \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) \delta U_i dz \\
 &= - \int_{z_1}^{z_2} \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) \delta U_i dz
 \end{aligned}$$

En effet, les trajectoires doivent obéir aux mêmes conditions initiales et finales, ainsi $\delta U_i(z_1) = \delta U_i(z_2) = 0$. La variation de l'action S devient :

$$\begin{aligned}
 \delta S &= \int_{z_1}^{z_2} \sum_i \frac{\partial L_0}{\partial U_i} \delta U_i dz - \int_{z_1}^{z_2} \sum_i \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) \delta U_i dz \\
 &= \int_{z_1}^{z_2} \sum_i \left[\frac{\partial L_0}{\partial U_i} - \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) \right] \delta U_i dz
 \end{aligned}$$

Le principe des moindres actions consiste à trouver l'action S extrémale (les forces doivent être conservatives ¹⁾), ainsi :

Sinon $\delta S = Q_i$

$$\delta\mathcal{S} = 0 \quad \Rightarrow_{\delta U_i \text{ indépendants}} \quad \frac{\partial L_0}{\partial U_i} - \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) = 0 \quad (1 \leq i \leq n)$$

Ou encore :

$$\delta\mathcal{S} = 0 \quad \Rightarrow_{\delta U_i \text{ indépendants}} \quad \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial L_0}{\partial \dot{U}_i} \right) - \frac{\partial L_0}{\partial U_i} = 0 \quad (1 \leq i \leq n)$$

En effet, les U sont indépendants les uns des autres, aucune contraintes ne les relie. Cette condition correspond au degré de liberté du système.

2.2 Model de Navier-Stokes 3D

Se modèle tient compte du mouvement de vibration transverse du levier en environnement liquide.

Hypothèses :

- $t \ll w \ll L$.
- Les amplitudes de vibration $A_n(\omega)$ sont plus petites que n'importe quel paramètre géométrique de la poutre.
- Le terme convectif est négligé devant le terme de transition.
- Le fluide est incompressible² : ρ reste constant pour chaque particule.

L'équation de mouvement de Navier-Stokes pour des fluides newtonien³ se met sous la forme :

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad} \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \quad \text{Eq19}$$

Où \vec{v} est le champ de vitesse, \vec{p} le champ de pression hydrodynamique avec $\vec{p} = \frac{\vec{F}_{hydro}}{A}$.

Les paramètres sont ceux définis dans le ableau 1 , et comme le fluide est incompressible :

$$\text{div} \vec{v} = 0 \quad \text{Eq20}$$

Soit $\vec{v} = (v_x, v_y, v_z)_{Ox, Oy, Oz}$ on obtient donc un système de 4 équations :

$$\begin{cases} \frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{\partial v_y}{\partial y} + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0 & \Leftrightarrow \text{div} \vec{v} = 0 \\ \rho \left[\frac{\partial v_x}{\partial t} + v_x \frac{\partial v_x}{\partial x} + v_y \frac{\partial v_x}{\partial y} + v_z \frac{\partial v_x}{\partial z} \right] = -\frac{\partial p}{\partial x} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_x}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_x}{\partial z^2} \right] & \Leftrightarrow / Ox \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad} \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \\ \rho \left[\frac{\partial v_y}{\partial t} + v_x \frac{\partial v_y}{\partial x} + v_y \frac{\partial v_y}{\partial y} + v_z \frac{\partial v_y}{\partial z} \right] = -\frac{\partial p}{\partial y} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_y}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_y}{\partial z^2} \right] & \Leftrightarrow / Oy \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad} \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \\ \rho \left[\frac{\partial v_z}{\partial t} + v_x \frac{\partial v_z}{\partial x} + v_y \frac{\partial v_z}{\partial y} + v_z \frac{\partial v_z}{\partial z} \right] = -\frac{\partial p}{\partial z} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_z}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial z^2} \right] & \Leftrightarrow / Oz \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad} \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \end{cases}$$

Les 4 équations sont couplées, il y a 4 inconnus.

² Un milieu est dit incompressible si, quelles que soient les conditions qui lui sont imposées ou les actions exercées sur lui, le taux de dilatation volumique est nul en chaque point et à tout instant. La masse volumique en un point reste constante lorsqu'on suit ce point dans son mouvement.

³ Un fluide newtonien est un fluide ayant une relation linéaire entre le gradient de vitesse et la contrainte de cisaillement.

De plus le terme convectif $(\vec{v} \cdot \text{grad}) \vec{v}$ peut-être négligé devant le terme de transition $\frac{\partial \vec{v}}{\partial t}$ car les amplitudes de vibration $A_n(\omega)^4$ sont faibles devant les dimensions géométriques du levier [1] [2] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{\partial v_y}{\partial y} + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0 \\ \rho \left[\frac{\partial v_x}{\partial t} \right] = -\frac{\partial p}{\partial x} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_x}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_x}{\partial z^2} \right] \\ \rho \left[\frac{\partial v_y}{\partial t} \right] = -\frac{\partial p}{\partial y} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_y}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_y}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_y}{\partial z^2} \right] \\ \rho \left[\frac{\partial v_z}{\partial t} \right] = -\frac{\partial p}{\partial z} + \eta \left[\frac{\partial^2 v_z}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial z^2} \right] \end{array} \right. \Leftrightarrow \begin{array}{l} \text{div} \vec{v} = 0 \\ / Ox \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \\ / Oy \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \\ / Oz \quad \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \end{array}$$

Un outil de résolution par éléments finis de type FemlabTM permet de résoudre numériquement ce système d'équation.

[1] : A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, J-P. Aimé, « Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids », Journal of applied physics, vol 97, pp. 1-6, 2005.

[2] : T. Naik, E. K. Longmire, S. C. Mantell, “Dynamic response of a cantilever in liquid near a solid wall”, Sensors and Actuators A, vol.102, pp.240-254, 2003.

⁴ Typiquement les amplitudes de vibration sont de l'ordre d'une centaine de nanomètre.

2.3 Script Matlab

% Script Matlab : Modélisation de la Fonction Hydrodynamique

```
clear all;
format long e
```

%Model de Sader

%variables

```
rho = 997; %Masse volumique du milieu ici de l'eau en kg/m3
w = 5e-6; %Largeur du levier en m
etha = 8.86e-4; %Viscosité cinématique de l'eau en kg/m.s
frequence = 10000:10000:1000000000; %Fréquence en Hz
omega = 2*pi.*frequence ; %Pulsation de vibration du levier
Re = rho.*power(w,2).*omega./(4*etha);%Nombre de Reynolds
```

%fonction de bessel modifiée d'ordre 2

```
K0 = besselk(0,-i.*sqrt(i.*Re));
K1 = besselk(1,-i.*sqrt(i.*Re));
```

%Fonction hydrodynamique d'une poutre de section circulaire

```
Gamma_circ = 1+((4*i./(sqrt(i.*Re))).*(K1./K0));
```

%Fonction hydrodynamique d'une poutre de section rectangulaire

%Fonction de correction OMEGA

```
t = log10(Re);
```

Annexes

```
Num = 0.91324-(0.48274*t)+(0.46842.*t.^2)-(0.12886*t.^3)+(0.044055*t.^4)-(0.0035117*t.^5)+(69.085e-5*t.^6);
Den = 1-0.56964*t+0.48690*t.^2-0.13444*t.^3 +0.045155*t.^4-0.0035862*t.^5 +69.085e-5*t.^6;

OMEGA_r = Num./(Den);
OMEGA_i = (-0.024134-0.029256.*t+0.016294.*t.^2-0.00010961.*t.^3+0.000064577.*t.^4-0.000044510.*t.^5)./(1-
0.59702.*t+0.55182.*t.^2-0.18357.*t.^3+0.079156.*t.^4-0.014369.*t.^5+0.0028361.*t.^6);
OMEGA = OMEGA_r + i.*OMEGA_i;

Gamma_rectangulaire = OMEGA.*Gamma_circ;
Gamma_rectangulaire_R= real(Gamma_rectangulaire);
Gamma_rectangulaire_I = imag(Gamma_rectangulaire);

%Courbe de la fonction hydrodynamique de Sader
figure (1)
semilogx(frequence, Gamma_rectangulaire_R, '-r',frequence,Gamma_rectangulaire_I,'--b','LineWidth',1)
hold on;
axis([10000 1000000000 0 7.5])

%Model de Maali

delta = (2.*etha./(rho.*omega)).^(1/2);
beta = power(w,2)./(2.*delta.^2);

Gamma_rect_Maali_R = 1.0553+3.7997*delta/w;
Gamma_rect_Maali_I = 3.8018*delta/w+2.7364*power(delta/w,2);
```



```

%Superposition de la fonction hydrodynamique de Maali sur le graphe de celle de Sader
%Insertion de points sur la courbe de Maali
point = [1e4 1.5e4 2.5e4 5e4 1e5 1.5e5 2.5e5 5e5 1e6 2.5e6 5e6 1e7 2.5e7 5e7 1e8 2.5e8 5e8 1e9]
omega_point = 2*pi.*point;
Re_point = rho.*power(w,2).*omega_point./(4*etha);
delta_point = (2.*etha./(rho.*omega_point)).^(1/2);
beta_point = power(w,2)./(2.*delta_point.^2);
Gamma_rect_Maali_R_point = 1.0553+3.7997*delta_point/w;
Gamma_rect_Maali_I_point = 3.8018*delta_point/w+2.7364*power(delta_point/w,2);

semilogx(point,Gamma_rect_Maali_R_point,'or')
hold on;
semilogx(point,Gamma_rect_Maali_I_point,'*b')

%Fonction hydrodynamique : écart entre les models de Sader et Maali

difference_R = Gamma_rectangulaire_R-Gamma_rect_Maali_R;
difference_I = Gamma_rectangulaire_I-Gamma_rect_Maali_I;
figure(2)
axis([10000 10000000000 -0.06 0.06])
semilogx(frequence,difference_R,'r',frequence,difference_I,'--b','LineWidth',1)

```

%Script Matlab : Calcul théorique de la fréquence, du facteur de qualité, de la masse globale et de l'amortissement à la résonance mécanique dans l'air et l'eau.

```
clear all;
format long e
```

%Variables

```
E = 160e9;           %Module d'Young du silicium
E_2 = 93e9;         %Module d'Young du PZT
E_3 = 168e+9;       %Module d'Young Pt

rho_air = 1.18;     %Densité volumique de l'air
rho_eau = 997;      %Densité volumique de l'eau
rho_levier = 2330;  %Densité volumique du silicium
rho_2 = 7400;       %Densité volumique du PZT
rho_3 = 21400;      %Densité volumique du Pt

etha_air = 1.86e-5; %Viscosité de l'air en kg/m.s
etha_eau = 8.59e-4; %Viscosité de l'eau en kg/m.s

nu = 0.25;          %Coefficient de Poisson du silicium

L = 135e-6;         %Longueur du levier
w = 5e-6;           %Largeur du levier
t = 2e-6;           %Epaisseur de silicium
t2 = 350e-9;        %Epaisseur de PZT
t3 = 80e-9;         %Epaisseur de Pt

alpha = 13*pi/180;  %Angle d'inclinaison du levier
d = 2e-6;           %Distance entre le levier et la surface
```

%Moment quadratique du levier (tri_couche)

```
EIx_tri = 1/3*(E*t^3+E_2*t2^3+E_3*t3^3)+E_3*t2^2*t3+E_3*t2*t3^2-1/(4*(E*t+E_2*t2+E_3*t3))*(E^2*t^4-
2*E*t^2*(E_2*t2^2+E_3*t3^2+2*E_3*t2*t3)+E_2^2*t2^4+E_3^2*t3^4+4*E_3^2*t2^2*t3^2+4*E_2*E_3*t2^3*t3+4*E_3^2*t2*t3^3+4*
E_3^2*t2^2*t3^2);
```

%Fréquence de résonance dans le vide sans dissipation

```
f0 = 3.52/(2*pi)*1./(L.^2)*((EIX_tri)/(rho_levier*t+rho_2*t2+2*rho_3*t3))^(1/2) %Fréquence dans le vide
omega = 2*pi.*f0; %Pulsation dans le vide
```

%Raideur du levier

```
k_statique = 3*EIX_tri*w/(power(L,3)); %Raideur statique du levier
k_levier0 = 1.875104^4*EIX_tri*w/(power(L,3)) %Raideur équivalente à la résonance
k_levier1 = 4.694091^4*EIX_tri*w/(power(L,3)); %Raideur équivalente à la 1ère harmonique
```

%Evaluation de la fréquence de résonance dans l'air et dans l'eau sans effet dissipatif - modélisation de Chu

```
f0_air_chu = f0/sqrt(1+(pi*rho_air*w)/(4*(rho_levier*t+rho_2*t2+rho_3*t3))); %Fréquence de résonance dans l'air
omega_air_chu = 2*pi*f0_air_chu; %Pulsation de résonance dans l'air
```

```
f0_eau_chu = f0/sqrt(1+(pi*rho_eau*w)/(4*(rho_levier*t+rho_2*t2+rho_3*t3))); %Fréquence de résonance dans l'eau
omega_eau_chu = 2*pi*f0_eau_chu; %Pulsation de résonance dans l'eau
```

%Model de Maali fonction hydrodynamique

```
delta_air = (2*etha_air/(rho_air*omega_air_chu))^(1/2); %Coefficient de la fonction hydro
beta_air = power(w,2)/(2*delta_air^2); %Coefficient de la fonction hydro
```

```
delta_eau = (2*etha_eau/(rho_eau*omega_eau_chu))^(1/2); %Coefficient de la fonction hydro
beta_eau = power(w,2)/(2*delta_eau^2); %Coefficient de la fonction hydro
```

```
Gamma_rect_Maali_R_air = 1.0553+3.7997*delta_air/w; %Partie réelle de la fonction hydro
Gamma_rect_Maali_I_air = 3.8018*delta_air/w+2.7364*power(delta_air/w,2); %Partie imaginaire de la fonction hydro
```

```
Gamma_rect_Maali_R_eau = 1.0553+3.7997*delta_eau/w; %Partie réelle de la fonction hydro
Gamma_rect_Maali_I_eau = 3.8018*delta_eau/w+2.7364*power(delta_eau/w,2); %Partie imaginaire de la fonction hydro
```

%Masse effective dans l'air et dans l'eau

```
m_vide = rho_levier*L*w*t+rho_2*L*w*t2+2*rho_3*t3*L*w; %Masse du levier
meffective_air = pi/4*rho_air*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_R_air+ m_vide %Masse ajoutée par l'air sur le levier
meffective_eau = pi/4*rho_eau*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_R_eau+ m_vide %Masse ajoutée par l'eau sur le levier
```

%Fréquence de résonance dans l'air et dans l'eau avec effet dissipatif - model de Maali

```
f0_air_maali=f0/sqrt((meffective_air)/(m_vide)); %Fréquence de résonance dans l'air
f0_eau_maali=f0/sqrt((meffective_eau)/(m_vide)); %Fréquence de résonance dans l'eau
```

%Facteur d'amortissement a la résonance

Annexes

```
gamma_air = pi/4*rho_air*omega_air_chu*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_I_air; %Amortissement dû à l'air
gamma_eau = pi/4*rho_eau*omega_eau_chu*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_I_eau; %Amortissement dû à l'eau

gamma_air_int =
pi/4*rho_air*omega_air_chu*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_I_air+etha_air*L*power(w,3)*(2*d+alpha*L)/(2*power(d,2)*power((d+alpha*L),2)); %Amortissement dû à l'air et à la proximité de la surface
gamma_eau_int =
pi/4*rho_eau*omega_eau_chu*power(w,2)*L*Gamma_rect_Maali_I_eau+etha_eau*L*power(w,3)*(2*d+alpha*L)/(2*power(d,2)*power((d+alpha*L),2)); %Amortissement dû à l'eau et à la proximité de la surface

%Facteur de qualité dû aux pertes hydro loin de la surface
Q_air = meffective_air*omega_air_chu/gamma_air; %Coefficient de qualité du aux pertes hydrodynamique dans l'air
Q_eau = meffective_eau*omega_eau_chu/gamma_eau; %Coefficient de qualité du aux pertes hydrodynamique dans l'eau

%Facteur de qualité air du aux pertes hydro avec effet proximité de surface
Q_air_int = meffective_air*omega_air_chu/gamma_air_int;
Q_eau_int = meffective_eau*omega_eau_chu/gamma_eau_int;

%Coefficient de qualité correspondant aux pertes dues aux ancrages
Q_ancrage = 4.34*(L/(t+t2+t3))^3;

%Coefficient de qualité du aux pertes thermoélastiques
T=300; %Température
Cp=713; %Capacité calorifique
alpha_T=2.3e-6; %Coefficient d'expansion thermique
khi=40000; %Conductivité thermique
Qthermo_air =
rho_levier*Cp/(E*alpha_T^2*T)*(1+((omega_air_chu*rho_levier*Cp*t^2)/(khi*pi^2))^2)/(omega_air_chu*rho_levier*Cp*t^2/(khi*pi^2)); %Coefficient de qualité du aux pertes thermoélastiques dans l'air
Qthermo_eau =
rho_levier*Cp/(E*alpha_T^2*T)*(1+((omega_eau_chu*rho_levier*Cp*t^2)/(khi*pi^2))^2)/(omega_eau_chu*rho_levier*Cp*t^2/(khi*pi^2)); %Coefficient de qualité du aux pertes thermoélastiques dans l'eau

%Coefficient de qualité total
Q_total_air = Q_ancrage*Q_air_int*Qthermo_air/(Q_ancrage*Q_air_int+Q_air_int*Qthermo_air+Q_ancrage*Qthermo_air)
Q_total_eau = Q_ancrage*Q_eau_int/(Q_ancrage+Q_eau_int)

%Amortissement effectif total
gamma_total_air = meffective_air*2*pi*f0_air_maali/Q_total_air;
gamma_total_eau = meffective_eau*2*pi*f0_eau_maali/Q_total_eau;
%Fréquence de résonance tenant compte de tous les effets dissipatifs
```

Annexes

```
f_complete_air = sqrt(-  
1/2*(gamma_total_air/(2*pi*meffective_air))^2+f0^2*sqrt(1/4*(gamma_total_air/(2*pi*meffective_air*f0))^4+(m_vide/mef  
fective_air)^2))
```

```
f_complete_eau = sqrt(-  
1/2*(gamma_total_eau/(2*pi*meffective_eau))^2+f0^2*sqrt(1/4*(gamma_total_eau/(2*pi*meffective_eau*f0))^4+(m_vide/mef  
fective_eau)^2))
```

%Script Matlab : Représentation de l'amplitude et de la phase d'un levier de section rectangulaire dans l'air et en milieu liquide dans le cas d'une approximation harmonique déphasée

```

clear all;
format long e

%Variables
E = 160e9;           %Module d'Young du silicium
E_2 = 93e9;         %Module d'Young du PZT
E_3 = 168e9;       %Module d'Young Pt

rho_air = 1.18;     %Densité volumique de l'air
rho_eau = 997;      %Densité volumique de l'eau
rho_levier = 2330;  %Densité volumique du silicium
rho_2 = 7400;       %Densité volumique du PZT
rho_3 = 21400;      %Densité volumique du Pt

etha_air = 1.86e-5; %Viscosité de l'air en kg/m.s
etha_eau = 8.59e-4; %Viscosité de l'eau en kg/m.s

nu = 0.25;          %Coefficient de Poisson du silicium

L = 10e-6:0.5e-6:300e-6;; %Longueur du levier
w =5e-6;            %Largeur du levier
t =2e-6;            %Epaisseur de silicium
t2 = 350e-9;       %Epaisseur de PZT
t3 = 80e-9;        %Epaisseur de Pt

alpha = 13*pi/180;  %Angle d'inclinaison du levier
d =2e-6;            %Distance entre le levier et la surface

%Moment quadratique du levier (tri_couche)
EIx_tri = 1/3*(E*t^3+E_2*t2^3+E_3*t3^3)+E_3*t2^2*t3+E_3*t2*t3^2-1/(4*(E*t+E_2*t2+E_3*t3))*(E^2*t^4-
2*E*t^2*(E_2*t2^2+E_3*t3^2+2*E_3*t2*t3)+E_2^2*t2^4+E_3^2*t3^4+4*E_3^2*t2^2*t3^2+4*E_2*E_3*t2^3*t3+4*E_3^2*t2*t3^3+4*
E_3^2*t2^2*t3^2);

%Fréquence de résonance dans le vide sans dissipation
f0_tri = 3.52/(2*pi)*1./(L.^2)*((EIx_tri)/(rho_levier*t+rho_2*t2+rho_3*t3))^(1/2);

```

```
omega = 2*pi.*f0_tri;
```

%Evaluation de la fréquence de résonance dans l'air et dans l'eau sans effet dissipatif - modélisation de Chu

```
f0_air_chu = f0_tri./sqrt(1+(pi*rho_air*w)./(4*(rho_levier*t+rho_2*t2+rho_3*t3)));
omega_air_chu = 2*pi*f0_air_chu;
```

```
f0_eau_chu= f0_tri./sqrt(1+(pi*rho_eau*w)./(4*(rho_levier*t+rho_2*t2+rho_3*t3)));
omega_eau_chu = 2*pi*f0_eau_chu;
```

%Model de Maali fonction hydrodynamique

```
delta_air = (2*etha_air./(rho_air.*omega_air_chu)).^(1/2);
beta_air = power(w,2)./(2*delta_air.^2);
```

```
delta_eau = (2*etha_eau./(rho_eau.*omega_eau_chu)).^(1/2);
beta_eau = power(w,2)./(2*delta_eau.^2);
```

```
Gamma_rect_Maali_R_air = 1.0553+3.7997.*delta_air/w;
Gamma_rect_Maali_I_air = 3.8018.*delta_air/w+2.7364.*(delta_air./w).^2;
```

```
Gamma_rect_Maali_R_eau = 1.0553+3.7997.*delta_eau./w;
Gamma_rect_Maali_I_eau = 3.8018.*delta_eau./w+2.7364.*(delta_eau./w).^2;
```

%Masse effective dans l'air et dans l'eau

```
m_vide = rho_levier.*L.*w.*t+rho_2.*L.*w.*t2+rho_3.*L.*w.*t3;
meffective_air = pi/4.*rho_air.*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_R_air+ m_vide;
meffective_eau = pi/4.*rho_eau.*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_R_eau+ m_vide;
```

%Fréquence de résonance dans l'air et dans l'eau avec effet dissipatif - model de Maali

```
f0_air_maali=f0_tri./(((meffective_air)./(m_vide)).^(1/2));
f0_eau_maali=f0_tri./(((meffective_eau)./(m_vide)).^(1/2));
```

%Facteur d'amortissement a la résonance

```
gamma_air = pi/4.*rho_air.*omega_air_chu.*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_I_air;
gamma_eau = pi/4.*rho_eau.*omega_eau_chu.*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_I_eau;
```

```
gamma_air_int =
pi/4.*rho_air.*omega_air_chu*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_I_air+etha_air.*L*power(w,3).*(2*d+alpha.*L)./(2.*power
(d,2).*(d+alpha.*L).^2);
```

```
gamma_eau_int =
pi/4.*rho_eau.*omega_eau_chu*power(w,2).*L.*Gamma_rect_Maali_I_eau+etha_eau.*L*power(w,3).*(2*d+alpha.*L)./(2.*power
(d,2).*(d+alpha.*L).^2);
```

%Facteur de qualité dû aux pertes hydro loin de la surface

```
Q_air = meffective_air.*omega_air_chu./gamma_air;
Q_eau = meffective_eau.*omega_eau_chu./gamma_eau;
```

%Facteur de qualité air du aux pertes hydro avec effet proximité de surface

```
Q_air_int = meffective_air.*omega_air_chu./gamma_air_int;
Q_eau_int = meffective_eau.*omega_eau_chu./gamma_eau_int;
```

%Coefficient de qualité correspondant aux pertes dues aux ancrages

```
Q_ancrage = 4.34.*(L./(t+t2+t3)).^3;
```

%Coefficient de qualité du aux pertes thermoélastiques

```
T=300;
Cp=713;
alpha_T=2.3e-6;
khi=40000;
Qthermo_air =
rho_levier.*Cp./(E.*alpha_T^2.*T).*(1+((omega_air_chu.*rho_levier.*Cp.*t^2)./(khi*pi^2)).^2)./(omega_air_chu.*rho_levier.*Cp.*t.^2./khi*pi^2));
Qthermo_eau =
rho_levier.*Cp./(E.*alpha_T^2.*T).*(1+((omega_eau_chu.*rho_levier.*Cp.*t^2)./(khi*pi^2)).^2)./(omega_eau_chu.*rho_levier.*Cp.*t.^2./khi*pi^2));
```

%Coefficient de qualité total

```
Q_total_air =
Q_ancrage.*Q_air_int.*Qthermo_air./(Q_ancrage.*Q_air_int+Q_air_int.*Qthermo_air+Q_ancrage.*Qthermo_air);
Q_total_eau = Q_ancrage.*Q_eau_int./(Q_ancrage+Q_eau_int);
```

%Amortissement effectif total

```
gamma_total_air = meffective_air.*2*pi.*f0_air_maali./Q_total_air;
gamma_total_eau = meffective_eau.*2.*pi.*f0_eau_maali./Q_total_eau;
```

%Fréquence de résonance tenant compte de tous les effets dissipatifs

```
f_complete_air = (-
1/2.*(gamma_total_air./(2.*pi.*meffective_air)).^2+f0.^2.*(1/4.*(gamma_total_air./(2.*pi.*meffective_air.*f0)).^4+(m
_vide./meffective_air).^2).^1/2).^1/2);
omega_air_int = 2*pi.*f_complete_air;
```



```

f_complete_eau = (-
1/2.*(gamma_total_eau./(2.*pi.*meffective_eau)).^2+f0.^2.*(1/4.*(gamma_total_eau./(2.*pi.*meffective_eau.*f0)).^4+(m
_vider./meffective_eau).^2).^2).^2).^2).^2);
omega_eau_int = 2*pi.*f_complete_eau;

%Résolution de l'équation du mouvement avec formalisme lagrangien dans le cas d'une solution harmonique déphasée
F0_air = omega_air_int.*gamma_total_air;      %Coefficient de normalisation de l'amplitude dans l'air
F0_eau = F0_air;

A_air = F0_air./(meffective_air.^2.*(omega.^2-omega_air_int.^2).^2+(gamma_total_air.*omega).^2).^2).^2).^2);
A_eau = F0_eau./(meffective_eau.^2.*(omega.^2-omega_eau_int.^2).^2+(gamma_total_eau.*omega).^2).^2).^2).^2);

phase_air = -atan((omega.*gamma_total_air)./(meffective_air.*(-omega.^2+omega_air_int.^2)));
for i=1:length(phase_air)
    if phase_air(i)>0
        phase_air(i)= phase_air(i)-pi;
    end
end

phase_eau = -atan(omega.*gamma_total_eau./(meffective_eau.*(-omega.^2+omega_eau_int.^2)));
for i=1:length(phase_eau)
    if phase_eau(i)>0
        phase_eau(i)= phase_eau(i)-pi;
    end
end

%Superposition des données expérimentales dans l'air
experimental_air =xlsread('resonance');
experimental_air_frequence = experimental_air(:,6);
experimental_air_amplitude = experimental_air(:,8);

%Superposition des données expérimentales dans l'eau
experimental_eau =xlsread('resonance');
experimental_eau_frequence = experimental_eau(:,2);
experimental_eau_amplitude = experimental_eau(:,4);
figure(1)
grid on;
plot(experimental_air_frequence,experimental_air_phase ,'or','LineWidth',2)
hold on;
plot(frequence,phase,'LineWidth',3)
hold off;

```

3. CHAPITRE 3

3.1 Procédé de fabrication des leviers piézoélectrique



1) Nettoyage du substrat

Immersion dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée BE7:1.

Durée de trempage : 1 min.

Rinçage EDI. Rinçage dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

Nettoyage au Pirhaña (50% H₂SO₄, 50% H₂O₂) :

Durée d'immersion fixée par la fin de la réaction exothermique.

Rinçage abondant à la pissette d'Eau déionisée (EDI).

Immersion dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

Immersion dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée BE7:1.

Durée de trempage : 1 min.

Rinçage EDI. Rinçage dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

2) Lithographie optique n°1

Structuration du levier et des poutres de maintien.

Tournette TP6000.

Enduction :

Enduction S1818, Vitesse 2500tr./min ; Accélération 2500tr./min² ; Temps 12 sec.

Recuit plaque :

Température : 110°C, durée : 1 min.

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 4sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

MIF 319 pur, durée : 25-35sec. Rinçage pissette EDI 15 sec

Recuit :

Température : 120°C, durée : 3 min.

Epaisseur : 1,6µm.



3) Gravure RIE du silicium

Gravure du levier et des poutres de maintien.

Bâtit de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : SF₆ = 20 sccm, O₂ = 5 sccm, Puissance 150 W, Pression 100 mT.

Tension d'autopolarisation = 276 V. Laser sur oxyde.

Vitesse de gravure : 120nm/min.

4) Gravure RIE des résidus de résine

Nettoyage des résidus de résine :

Débit : O₂ = 30 sccm, Puissance 300 W Pression 50 mT.

Tension d'autopolarisation = 860 V Temps 30sec.



5) Lithographie optique n°2

Définition de l'électrode inférieure

Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction S1818 :

*Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ;**Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.*

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

*MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rinçage**pisette EDI 30 sec**Epaisseur : 3µm.***6) Dépôt de l'électrode inférieure TiO_x/Pt**

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.

Dépôt par pulvérisation cathodique de TiO_x :*10nm.*

Dépôt par pulvérisation cathodique de Pt :

*90nm.***7) Lift-off de l'électrode inférieure**

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG

*30min avec agitation. Rinçage : Alcool.***8) Lithographie optique n°3**

Définition de la couche de PZT

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction S1818 :

*Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ;**Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.*

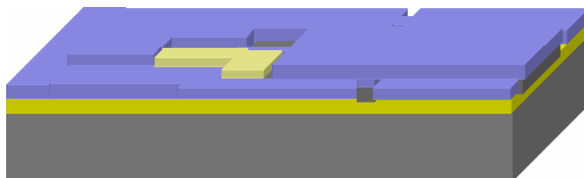
Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

*MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rinçage**EDI 30 sec**Epaisseur : 3µm.*

9) Dépôt de PZT

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.
 Dépôt par pulvérisation cathodique de PZT :
350nm.

**10) Lift-off du PZT**

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG
30min avec agitation
 Rincage :
Alcool.

11) Lithographie optique n°4

Définition l'électrode supérieure
Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :
*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec.*

Enduction PMGI SF11 :
*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction PMGI SF11 :
*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

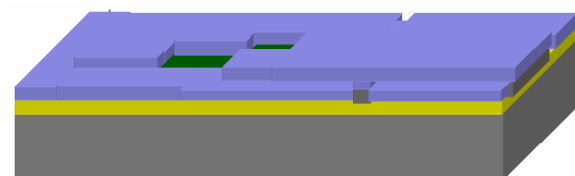
Enduction S1818 :
*Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ;
 Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.*

Aligneur :
Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :
Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :
*MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rinçage
 EDI 30 sec*

Epaisseur : 3µm.

**12) Dépôt de Pt**

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.
 Dépôt par pulvérisation cathodique de PZT :
100nm.

13) Lift-off de l'électrode supérieure

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG
30min avec agitation
 Rincage :
Alcool.



14) Lithographie optique n°5

Ouverture en face arrière

Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ; Temps 40 sec.

Enduction AZ 4562 :

Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ; Temps 40 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min. Repos pour hydratation résine 15min.

Enduction AZ 4562 :

Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ; Temps 40 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min. Repos pour hydratation résine 30min.

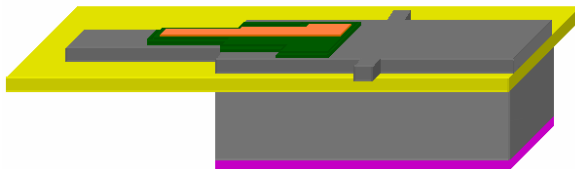
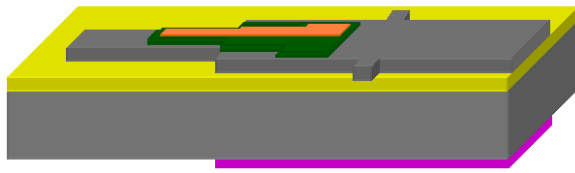
Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 30sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

*Az351B/EDI (1/3), durée : 1min15 avec agitation.**Rinçage EDI 30 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.**Épaisseur : 16µm.***15) Gravure Deep RIE face arrière**

Usinage de volume du levier.

Procédé Bosch.

Gravure anisotrope. Arrêt sur la couche d'oxyde

Vitesse de gravure : 5µm/min.

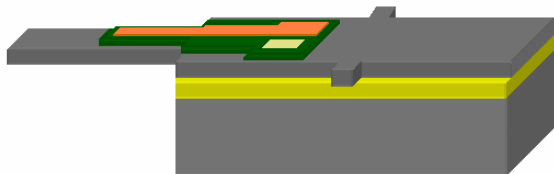
16) Gravure RIE face arrière de l'oxyde

Gravure des 500nm d'oxyde en face arrière.

Bâtir de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : CF₄ = 40 sccm, CHF₃ = 40 sccm, Puissance 125 W, Pression 50 mT.**17) Gravure RIE des résidus de résine**

Nettoyage des résidus de résine :

*Débit : O₂ = 30 sccm, Puissance 300 W Pression 50 mT.**Tension d'autopolarisation = 860 V Temps 30sec.*

3.2 Calcul des contraintes piézoélectriques

Lorsqu'on dépose deux matériaux de contraintes résiduelles différentes, on observe une déformation de l'ensemble due aux contraintes intrinsèques de chaque couche prise séparément. Cette déformation entraîne la flexion du levier. Dans cette flexion, il apparaît que la partie située à l'intérieur de la courbure est comprimée, et que la partie située la plus à l'extérieur est tendue. Il existe donc un chemin, appelée fibre neutre, parcourant la poutre tel qu'on n'y observe ni tension ni compression. La position de cette fibre neutre permet de calculer la contrainte associée à la flexion (ou flèche) du levier.

Dans le cas de l'actionnement piézoélectrique, quatre couches sont empilées : le silicium du levier, le PZT et ces deux électrodes d'actionnement. Chaque couche possède une épaisseur et un module d'Young différent. La méthodologie consiste à choisir une couche de référence, ici le silicium, et d'assimiler les autres couches à une couche du même matériau que le matériau de référence, mais dont la largeur est proportionnelle au rapport des modules d'Young. Ainsi la largeur équivalente de chaque couche, w_i , se met sous la forme :

$$w_i = w_{Si} \times \frac{E_i}{E_{Si}} \quad \text{Eq21}$$

Où l'indice $i \in [1,2,3]$ représente chaque couche de l'empilement piézoélectrique. La position de la fibre neutre sur l'axe O_z se met sous la forme :

$$\bar{S} = \frac{\sum_{i=1}^3 z_i w_i t_i}{\sum_{i=1}^3 w_i t_i} \quad \text{Eq22}$$

Où les z_i sont les coordonnées suivant O_z des fibres neutres de chaque couches (donc les milieux de chaque couche) et les A_i les surfaces des sections droites de chaque couche.

Le calcul complet tenant compte des électrodes d'actionnement, $\bar{S}_{Si/Pt/PZT/Pt}$, est de la forme :

$$\bar{S}_{Si/Pt/PZT/Pt} = \frac{\frac{t_{Si}^2}{2} + [2t_{Si} + 2t_{Pt} + t_{PZT}] \times \frac{E_{Pt}}{E_{Si}} \times t_{Pt} + \left[t_{Si} + t_{Pt} + \frac{t_{PZT}}{2} \right] \times \frac{E_{PZT}}{E_{Si}} \times t_{PZT}}{t_{Si} + \frac{E_{PZT}}{E_{Si}} \times t_{PZT} + 2 \times \frac{E_{Pt}}{E_{Si}} \times t_{Pt}} \quad \text{Eq23}$$

La position de la fibre neutre permet de calculer le moment quadratique équivalent I de la structure :

$$I = \sum_{i=0}^3 I_i + w_i t_i (z_i - \bar{S})^2 \quad \text{Eq24}$$

Le développement du calcul nous donne :

$$\begin{aligned} I = w_{Si} \times & \left\{ \frac{t_{Si}^3}{12} \times \left(1 + 2 \times \frac{E_{Pt}}{E_{Si}} + \frac{E_{PZT}}{E_{Si}} \right) + t_{Si} \left(\frac{t_{Si}}{2} - \bar{S} \right)^2 \right. \\ & + \frac{E_{Pt} t_{Pt}}{E_{Si}} \times \left[2t_{Si}^2 + \frac{5}{2} t_{Pt}^2 + 4t_{Si} t_{Pt} + 2\bar{S}^2 - 2\bar{S}(2t_{Si} + 2t_{Pt} + t_{PZT}) + t_{PZT}^2 + 2t_{PZT} \left(t_{Si} + \frac{3}{2} t_{Pt} \right) \right] \\ & \left. + \frac{E_{PZT} t_{PZT}}{E_{Si}} \left(t_{Si} + t_{Pt} + \frac{t_{PZT}}{2} - \bar{S} \right)^2 \right\} \quad \text{Eq25} \end{aligned}$$

Le couple induit sur le levier est la somme des contributions de chaque couche constituant le levier :

$$M = M_{Si} + M_{Pt1} + M_{PZT} + M_{Pt3} \quad \text{Eq26}$$

Le couple induit par la couche de silicium monocristallin, M_{Si} dépend de la contrainte résiduelle (contrainte initiale σ_{0-Si} et un gradient de contrainte σ_g) du silicium :

$$M_{Si} = w_{Si} \times \left(\frac{t_{Si}}{2} - \bar{S} \right) \times \left[\sigma_{0-Si} t_{Si} + \frac{\sigma_g}{2} (t_{Si}^2 - 2t_{Si} \bar{S}) \right] \quad \text{Eq27}$$

Dans le cas du levier réalisé en silicium polycristallin, le couple induit ne dépend que de la contrainte initiale du silicium polycristallin, σ_{0-poly} , car il n'a pas de gradient de contrainte :

$$M_{Si-poly} = \sigma_{0-Poly} w_{Si} t_{Si} \times \left(\frac{t_{Si}}{2} - \bar{S} \right) \quad \text{Eq28}$$

La contribution du couple appliqué par l'électrode inférieure est proportionnelle à la contrainte initiale σ_{Pt} :

$$M_{Pt1} = \sigma_{Pt} w_{Pt} t_{Pt} \times \left(t_{Si} + \frac{t_{Pt}}{2} - \bar{S} \right) \quad \text{Eq29}$$

La contribution du couple appliqué par la couche de PZT dépend de la contrainte initiale σ_{PZT} :

$$M_{PZT} = \sigma_{PZT} w_{PZT} t_{PZT} \times \left(t_{Si} + t_{Pt} + \frac{t_{PZT}}{2} - \bar{S} \right) \quad \text{Eq30}$$

La contribution du couple appliqué par l'électrode supérieure dépend de la contrainte initiale σ_{Pt} :

$$M_{Pt3} = \sigma_{Pt} w_{Pt} t_{Pt} \times \left(t_{Si} + t_{PZT} + \frac{3t_{Pt}}{2} - \bar{S} \right) \quad \text{Eq31}$$

La couple total appliqué à la poutre est égal à la somme des couples précédent :

$$M = \sigma_{Si} w_{Si} t_{Si} \times \left(\frac{t_{Si}}{2} - \bar{S} \right) + \sigma_{Pt} w_{Pt} t_{Pt} \times \left(2t_{Si} + 2t_{Pt} + t_{PZT} - 2\bar{S} \right) + \sigma_{PZT} w_{PZT} t_{PZT} \times \left(t_{Si} + t_{Pt} + \frac{t_{PZT}}{2} - \bar{S} \right) \quad \text{Eq32}$$

Il est ainsi possible d'accéder à la flèche du levier due aux contraintes initiales en utilisant la relation :

$$F_l = \frac{ML^2}{2E_{Si}I} \quad \text{Eq33}$$

Où L est la longueur du levier et E_{Si} le module d'Young du silicium que nous avons choisi comme matériau de référence.

3.3 Modélisation du comportement dynamique d'un levier électrostatique

Cette partie détaille la résolution de l'équation du mouvement du levier dans le cas de l'actionnement électrostatique. L'équation du mouvement $z(t)$ issue de la modélisation d'Euler-Bernoulli d'un levier actionné électrostatiquement se met sous la forme :

$$m^* \frac{d^2 z(t)}{dt^2} = -kz(t) - \gamma^* \frac{dz(t)}{dt} + F_{elect} \quad \text{Eq34}$$

Où m^* et γ^* sont la masse et l'amortissement effectif tenant compte des effets hydrodynamiques et dissipatifs. k est la raideur du levier et F_{elect} la force électrostatique qui met en vibration le levier.

En notation Lagrangienne, l'équation du mouvement devient :

$$L(z, \dot{z}, t) = \frac{1}{2} m^* \dot{z}(t)^2 - \left[\frac{1}{2} kz(t)^2 - E_{elect} \right] + z(t) \dot{z}(t) [\gamma^*] \quad \text{Eq35}$$

Le terme $\dot{z}(t)$ correspond à la dérivée de $z(t)$ par rapport à t , la variable est soulignée pour indiquer que le calcul s'effectue sur le contour physique et ainsi ne varie pas durant les calculs.

Ainsi le Lagrangien du système en régime forcé et avec dissipation est la somme⁵ de l'énergie potentielle $\frac{1}{2} kz^2$, de l'énergie cinétique $\frac{1}{2} m^* \dot{z}^2$, de l'énergie de dissipation $z(t) \dot{z}(t) [\gamma^*]$ et de l'énergie nécessaire pour entretenir les oscillations E_{elect} .

Pour appliquer le principe des moindres actions, le Lagrangien est moyenné sur une période :

$$\langle L \rangle = \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} L dt = \frac{1}{2} m^* \langle \dot{z}^2 \rangle - \frac{1}{2} k \langle z^2 \rangle + [\gamma^*] \langle z \dot{z} \rangle + \langle E_{elect} \rangle \quad \text{Eq36}$$

Pour résoudre le système, il faut trouver une fonction d'essai, $Z_{essai}(t)$ dont la résolution par le principe des moindres actions va satisfaire les équations d'Euler-Lagrange.

⁵ La fonction de Lagrange est une fonction additive: $L(z, \dot{z}, t) = \underbrace{L_0}_{\text{Régime-libre}} + L_{\text{Régime-forcé}} + L_{\text{dissipation}}$.

La fonction d'essai considérée est une fonction harmonique déphasée de type $Z(t) = A \cos(\omega t + \phi)$. Ainsi la dérivée est de la forme $\dot{Z}_2(t) = -A\omega \sin(\omega t + \phi)$.

Pour calculer le Lagrangien moyen, il est nécessaire de détailler le calcul de l'énergie électrostatique. Elle se met sous la forme :

$$E_{elect} = -\frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times V^2}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + (g - z) \right]} \quad \text{Eq37}$$

Où g est la distance entre les électrodes, z le déplacement de la partie mobile, S la surface des électrodes, t_1 (resp. t_2) l'épaisseur de la couche diélectrique 1 (resp. 2), ϵ_1 (resp. ϵ_2) la permittivité de la couche 1 (resp. 2) et ϵ la permittivité du milieu entre les deux électrodes, Figure 6.

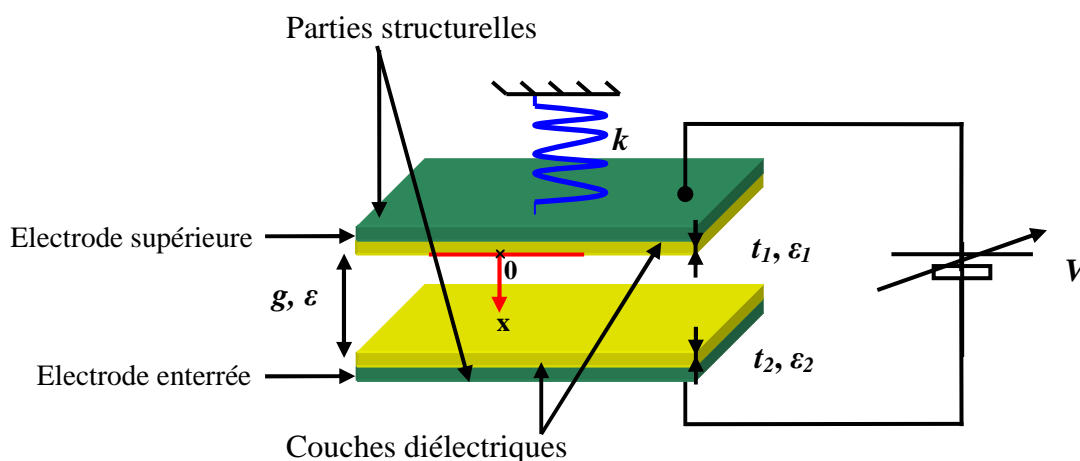


Figure 6 : Schéma de l'actionnement électrostatique à plaques parallèles.

Or la tension appliquée est de la forme : $V = V_0 + V_1 \cos(\omega t)$. Ainsi l'énergie devient :

$$E_{elect} = -\frac{1}{2} \times \frac{\epsilon_0 \epsilon \times S \times [V_0^2 + 2V_0 V_1 \cos(\omega t) + V_1^2 \cos^2(\omega t)]}{\left[\frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + g - A \cos(\omega t) \right]} \quad \text{Eq38}$$

L'énergie moyenne est donc de la forme :

$$\langle E_{elect} \rangle = -\frac{1}{2} \times \epsilon_0 \epsilon \times S \times \left\{ V_0^2 \times \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \frac{1}{[B - A \cos(\omega t)]} dt + 2V_0 V_1 \times \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \frac{\cos(\omega t)}{[B - A \cos(\omega t)]} dt + V_1^2 \times \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \frac{\cos^2(\omega t)}{[B - A \cos(\omega t)]} dt \right\} \quad \text{Eq39}$$

$$\text{Où, } B = \frac{t_1 \epsilon}{\epsilon_1} + \frac{t_2 \epsilon}{\epsilon_2} + g.$$

L'énergie moyenne est donc la somme de trois termes :

$$\langle E_{elect} \rangle = -\frac{1}{2} \times \epsilon_0 \epsilon \times S \times \{ V_0^2 \times \langle E_1 \rangle + 2V_0 V_1 \langle E_2 \rangle + V_1^2 \langle E_3 \rangle \} \quad \text{Eq40}$$

Les calculs de $\langle E_1 \rangle$, $\langle E_2 \rangle$ et $\langle E_3 \rangle$ sont développés ci-dessous :

$$\langle E_1 \rangle = 0 \quad \text{Eq41}$$

$$\langle E_2 \rangle = \cos(\phi) \times \left[\frac{B - \sqrt{B^2 - A^2}}{A \sqrt{B^2 - A^2}} \right] \quad \text{Eq42}$$

$$\langle E_3 \rangle = - \left[\frac{A^2 \cos^2(\phi) + B^2 - A^2 - 2B^2 \cos^2(\phi) - B \sqrt{B^2 - A^2} + 2B \cos^2(\phi) \sqrt{B^2 - A^2}}{A^2 \sqrt{B^2 - A^2}} \right] \quad \text{Eq43}$$

L'application du principe des moindres actions sur l'énergie moyenne conduit aux équations :

$$\delta \mathcal{S} = 0 \Leftrightarrow \begin{cases} \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{A}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{\phi}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \quad \begin{matrix} \Rightarrow \\ A \text{ et } \phi \text{ indépendants de } t \end{matrix} \quad \begin{cases} \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases}$$

Ainsi pour résoudre ce système il faut détailler le calcul de chaque partie du lagrangien, notamment celui de l'énergie moyenne qui est la somme de trois énergies moyennes $\langle E_1 \rangle$, $\langle E_2 \rangle$ et $\langle E_3 \rangle$. Comme $\langle E_1 \rangle = 0$, nous allons développer le calcul de la dérivée partielle de $\langle E_2 \rangle$ et $\langle E_3 \rangle$ par rapport aux variables A et ϕ :

$$\frac{\partial \langle E_2 \rangle}{\partial A} = -\cos(\phi) \times \left[\frac{B^3 - 2A^2B - B^2\sqrt{B^2 - A^2} + A^2\sqrt{B^2 - A^2}}{A^2(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right] \quad \text{Eq44}$$

$$\frac{\partial \langle E_2 \rangle}{\partial \phi} = -\sin(\phi) \times \left[\frac{B - \sqrt{B^2 - A^2}}{A\sqrt{B^2 - A^2}} \right] \quad \text{Eq45}$$

$$\frac{\partial \langle E_3 \rangle}{\partial A} = - \left\{ \frac{\cos^2(\phi) [4B^4 - 6A^2B^2 - 4B^3\sqrt{B^2 - A^2} + 4A^2B\sqrt{B^2 - A^2} + A^4] + 2B^3\sqrt{B^2 - A^2} - 2A^2B\sqrt{B^2 - A^2} - 2B^4 + 3A^2B^2 - A^4}{A^3(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right\}$$

$$\frac{\partial \langle E_3 \rangle}{\partial \phi} = -2 \cos(\phi) \sin(\phi) \times \left[\frac{2B^2 - 2B\sqrt{B^2 - A^2} - A^2}{A^2\sqrt{B^2 - A^2}} \right]$$

Ainsi l'application du principe des moindres actions sur le lagrangien par rapport à la variable A devient :

$$\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = \frac{1}{2} m^* A (\omega^2 - \omega_0^2) - \left[\gamma + \frac{\eta w^3}{g^3} \right] \frac{A \omega \sin(\phi - \phi)}{2}$$

$$+ \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_0 V_1 \cos(\phi) \times \left[\frac{B^3 - 2A^2B - B^2\sqrt{B^2 - A^2} + A^2\sqrt{B^2 - A^2}}{A^2(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right]$$

$$+ \frac{1}{2} \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_1^2 \times$$

$$\left\{ \frac{\cos^2(\phi) [4B^4 - 6A^2B^2 - 4B^3\sqrt{B^2 - A^2} + 4A^2B\sqrt{B^2 - A^2} + A^4] + 2B^3\sqrt{B^2 - A^2} - 2A^2B\sqrt{B^2 - A^2} - 2B^4 + 3A^2B^2 - A^4}{A^3(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right\}$$

On pose $A = \underline{A}$ et $\phi = \underline{\phi}$, l'équation précédente devient :

$$\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = \frac{1}{2} m^* A (\omega^2 - \omega_0^2)$$

$$+ \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_0 V_1 \cos(\phi) \times \left[\frac{B^3 - 2A^2B - B^2\sqrt{B^2 - A^2} + A^2\sqrt{B^2 - A^2}}{A^2(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right]$$

$$+ \frac{1}{2} \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_1^2 \times$$

$$\left\{ \frac{\cos^2(\phi) [4B^4 - 6A^2B^2 - 4B^3\sqrt{B^2 - A^2} + 4A^2B\sqrt{B^2 - A^2} + A^4] + 2B^3\sqrt{B^2 - A^2} - 2A^2B\sqrt{B^2 - A^2} - 2B^4 + 3A^2B^2 - A^4}{A^3(B^2 - A^2)^{\frac{3}{2}}} \right\}$$

L'application du principe des moindres actions sur le lagrangien par rapport à la variable ϕ est :

$$\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = \left[\gamma + \frac{\eta w^3}{g^3} \right] A \underline{A} \omega \frac{\cos(\underline{\phi} - \phi)}{2} + \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_0 V_1 \sin(\phi) \times \left[\frac{B - \sqrt{B^2 - A^2}}{A \sqrt{B^2 - A^2}} \right] + \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_1^2 \times \cos(\phi) \sin(\phi) \times \left[\frac{2B^2 - 2B\sqrt{B^2 - A^2} - A^2}{A^2 \sqrt{B^2 - A^2}} \right]$$

On pose $A = \underline{A}$ et $\phi = \underline{\phi}$:

$$\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = \frac{1}{2} \left[\gamma + \frac{\eta w^3}{g^3} \right] A^2 \omega + \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_0 V_1 \sin(\phi) \times \left[\frac{B - \sqrt{B^2 - A^2}}{A \sqrt{B^2 - A^2}} \right] + \varepsilon_0 \varepsilon \times S \times V_1^2 \times \cos(\phi) \sin(\phi) \times \left[\frac{2B^2 - 2B\sqrt{B^2 - A^2} - A^2}{A^2 \sqrt{B^2 - A^2}} \right]$$

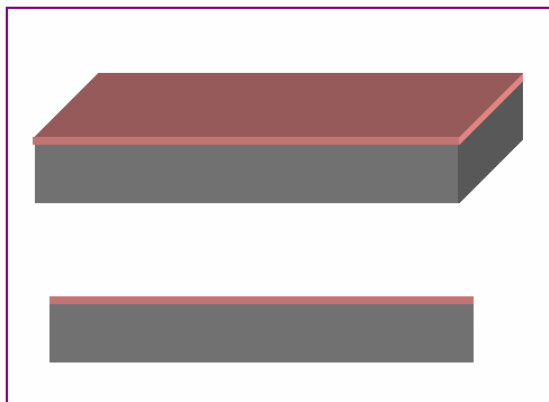
Nous avons donc à résoudre un système de deux équations couplées non linéaires à deux inconnues A et ϕ :

$$\delta \mathcal{S} = 0 \Leftrightarrow \begin{cases} \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{A}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{d}{dt} \left(\frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \dot{\phi}} \right) - \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \quad \begin{matrix} \Leftrightarrow \\ A \text{ et } \phi \text{ indépendants de } t \end{matrix} \quad \begin{cases} \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial A} = 0 \\ \frac{\partial \langle L \rangle}{\partial \phi} = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \text{function1} = 0 \\ \text{function2} = 0 \end{cases}$$

Une résolution numérique de ce système est possible à l'aide du logiciel MatlabTM. Pour cela, il faut trouver pour chaque pulsation le couple (A, ϕ) solution du système précédent. Plusieurs couples peuvent être des couples solutions. Cependant une seule solution est "physiquement" acceptable ($A \in [1 \times 10^{-10}, 2 \times 10^{-6}]$ et $\phi \in [-\pi, 0]$).

Cependant notre méthode de résolution est longue et laborieuse. Elle demande à être optimisée autant du point de vue de l'implémentation que du temps de calcul. Ainsi le programme MatlabTM ne sera pas exposé dans ce manuscrit. Ceci n'a pas été approfondi car nous n'avons eu qu'un seul dispositif à caractériser en environnement liquide, ainsi une seule courbe théorique à été nécessaire pour confronter la modélisation analytique aux résultats expérimentaux. Cependant les expressions théoriques restent valables, c'est uniquement le principe de résolution qui doit être optimisé.

3.4 Procédé de fabrication des champs de pointes en silicium



1) Nettoyage du substrat

Nettoyage au Pirhaña (50% H₂SO₄, 50% H₂O₂) :

Durée d'immersion fixée par la fin de la réaction exothermique.

Rinçage abondant à la pissette d'Eau déionisée (EDI).

Immersion dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

Immersion dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée BE7:1.

Durée de trempage : 1 min.

Rinçage EDI. Rinçage dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

2) Lithographie électronique n°1

Masque 1, définition des trous circulaire.

Recuit plaque :

Température : 110°C, Durée : 5 min.

Enduction :

Tournette TP6000 avec Capot (dédiée aux résines électroniques).

Procédé bi-couche contact ohmique : CopoEL 13% et PMMA 8,5.

Enduction Résine Copo EL 13% (MAA 8,5) :

Vitesse 2900tr./min ; Accélération 1000tr./min² ;

Temps 12 sec.

Épaisseur : 668nm.

Recuit plaque :

Température : 80°C, Durée : 1 min.

Puis étuve à 170°C, Durée : 30min.

Refroidissement :

Température : 20°C, air ambient, Durée : 10 min.

Enduction Résine PMMA 495K 3% :

Vitesse 3400tr./min ; Accélération 1000tr./min² ;

Temps 12 sec.

Épaisseur : 630Å.

Recuit plaque :

Température : 80°C, Durée : 1 min.

Puis étuve à 170°C, Durée : 30min.

Refroidissement :

Température : 20°C, air ambient, Durée : 10 min.

Masqueur électronique :

Leica EBP5000+.

Écriture électronique :

Dose 250 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$, Courant 43nA, Résolution 50 nm., Tension 50 keV.

Solution de révélation :

Mélange MIBK / IPA (1/2 = 30 ml / 60 ml), Agitation 150 tr/min, durée : 2 min.

Révélation dans bain MIBK / IPA :

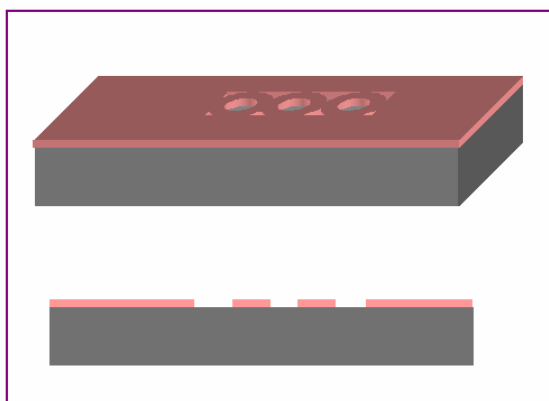
Durée : 1min, Agitation 110 tr/min.

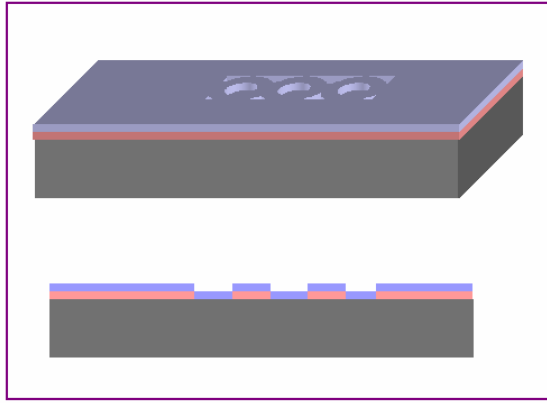
Immersion bain IPA, Durée : 30 sec, Agitation

110 tr/min, Rinçage pissette IPA 5 sec.

Séchage sous azote.

Épaisseur : 720nm.





3) Dépôt de Nickel par évaporation

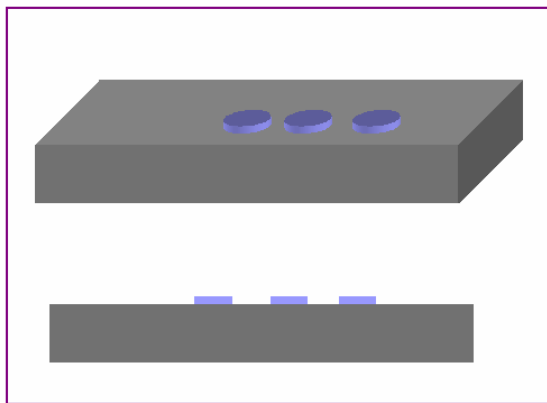
Dépôt d'une couche de Nickel pour masquage du silicium lors de la gravure des piédestaux de silicium.

Bâti d'évaporation :

MECA2000(Custum).

Dépôt :

100nm (150eV, 1min30sec).



4) Lift-off masque Nickel

Sorbonne de chimie pour solutions.

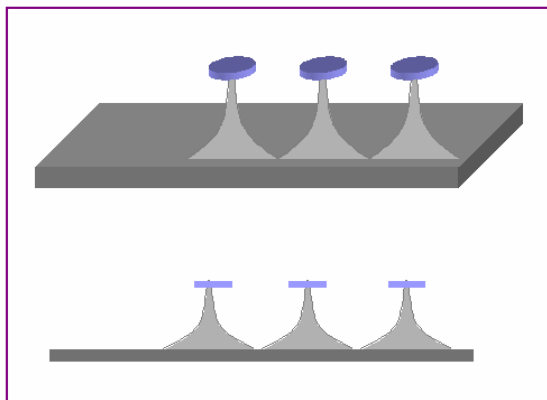
Bain d'acétone avec Ultrasons (puissance 40W).

Rinçage à la pissette d'acétone.

Rinçage à la pissette d'IPA.

Rinçage à l'eau DI.

Séchage.



5) Gravure RIE

Gravure des piédestaux de silicium.

Selon l'état du bâti, un nettoyage de la chambre est requis (plasma O_2).

Etape critique qui fixe : hauteur, rayon de courbure à l'apex des pointes.

Bâtis de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : $SF_6 = 12$ sccm, $O_2 = 10$ sccm, $N_2 = 10$ sccm,

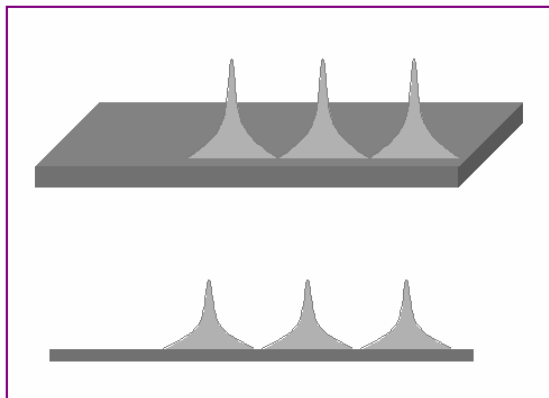
Puissance 50 W, Pression 25 mT.

Tension d'autopolarisation = 180 V, Temps 50min (déterminé par la largeur et la hauteur des pointes, a contrôlé au MEB toute les 10min).

Accord Impédance automatique ou $C1 = 66$ et $C2 = 83$.

Epaisseur marche après gravure Ni/Si = $3,6\mu m$.

Vitesse de gravure $1\mu m/min$.



6) Gravure chimique masque Ni + polymères, résidus organiques, et couche de passivation SiO_xF_y

Nettoyage de polymères, et couche de passivation SiO_xF_y , qui aurait pu se former pendant la gravure RIE du silicium.

Sorbonne de chimie.

Bain pirhana : $\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{H}_2\text{O}_2$ 1 : 1.

Durée fixée par le fin de la réaction, soit environ 30-45min.

Rinçage EDI.

Bain azoté 15min.

Séchage par centrifugation.

7) Gravure chimique oxyde

Gravure de l'oxyde qui a pu croître du faite de la réaction dans le bain de piranha.

Sorbonne de chimie.

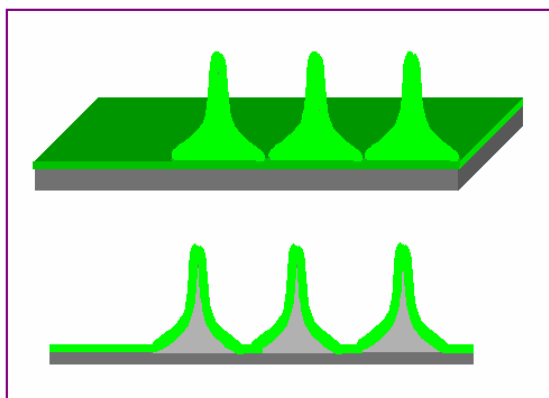
Solution de BE7 : 1

Durée : moins de 1min.

Rinçage EDI.

Bain azoté 15min.

Séchage par centrifugation.



8) N Cycles d'oxydation thermique (ambiance sèche ou humide) et gravure chimique de l'oxyde

a) Oxyde pour effiler les piédestaux de silicium.

Four :

Four d'oxydation Tempress Amtech 4''.

Gaz :

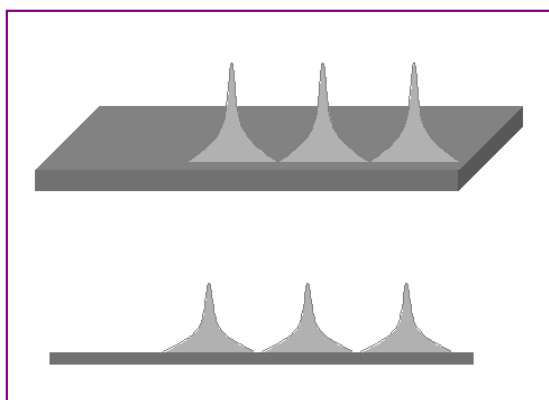
Débit : $\text{O}_2 = 2,5\text{slm}$, Température = 1100°C , Durée = 6h30min.

Épaisseur : 350nm.

b) Gravure chimique de l'oxyde thermique.

Répétition de l'étape n°16 avec le temps d'immersion dans le BE7 : 1 ajusté en fonction de l'épaisseur de l'oxyde.

Remarque : le nombre de cycles, ainsi que les paramètres d'oxydation sont déterminés en fonction de la fréquence visée du résonateur : angle d'ouverture des pointes, et rayon de courbure au sommet. L'ajustement des paramètres d'oxydation s'effectue selon le modèle d'oxydation des pointes.



3.5 Procédé de fabrication des leviers en PZT intégrant une pointe effilée



1) Nettoyage du substrat

Immersion dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée BE7:1.

Durée de trempage : 1 min.

Rinçage EDI. Rinçage dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

Nettoyage au Pirhaña (50% H₂SO₄, 50% H₂O₂) :

Durée d'immersion fixée par la fin de la réaction exothermique.

Rinçage abondant à la pissette d'Eau déionisée (EDI).

Immersion dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.

Immersion dans une solution d'acide fluorhydrique tamponnée BE7:1.

Durée de trempage : 1 min.

Rinçage EDI. Rinçage dans bain d'eau azoté 15 min.

Séchage par centrifugation.



2) Lithographie optique n°1

Définition du masque circulaire.

Tournette TP6000.

Enduction d'un bicouche LOR10A et S1818 :

Enduction LOR 10A, capot fermé : Vitesse

3000tr./min ; Accélération 2500tr./min² ; Temps

10 sec. Puis capot ouvert : Vitesse 1000tr./min ;

Accélération 1000tr./min² ; Temps 8 sec. Puis S1818 :

Vitesse 2500tr./min ; Accélération 2500tr./min² ;

Temps 12 sec.

Recuit plaque :

Température : 110°C, durée : 1 min.

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 8sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

MIF 319 pur, durée : 1min. Rinçage pissette EDI

15 sec

Recuit :

Température : 110°C, durée : 3 min.

Epaisseur : 1,6µm.



3) Dépôt de Nickel par évaporation

Dépôt d'une couche de Nickel pour masquage du silicium lors de la gravure des piédestaux de silicium.

Bâti d'évaporation :

MECA2000(Custum).

Dépôt :

100nm (150eV, 1min30sec).



4) Lift-off masque Nickel

Sorbonne de chimie pour solutions.

Bain de Remover PG avec Ultrasons.

Rinçage à la pissette d'acétone.

Rinçage à la pissette d'IPA.

Rinçage à l'eau DI.

Séchage.



5) Gravure RIE

Gravure des piédestaux de silicium.

Selon l'état du bâti, un nettoyage de la chambre est requis (plasma O_2).

Etape critique qui fixe : hauteur, rayon de courbure à l'apex des pointes.

Bâtiment de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : $SF_6 = 12$ sccm, $O_2 = 10$ sccm, $N_2 = 10$ sccm, Puissance 50 W, Pression 25 mT.

Tension d'autopolarisation = 180 V, Temps 50min (déterminé par la largeur et la hauteur des pointes, contrôlé au MEB toute les 10min).

Accord Impédance automatique ou C1 = 66 et C2 = 83.

Epaisseur marche après gravure Ni/Si = 3,6 μ m.

Vitesse de gravure 1 μ m/min.

6) Gravure chimique masque Ni + polymères, résidus organiques, et couche de passivation SiO_xF_y

Nettoyage de polymères, et couche de passivation SiO_xF_y , qui aurait pu se former pendant la gravure RIE du silicium.

Sorbonne de chimie.

Bain pirhana : H_2SO_4 / H_2O_2 1 : 1.

Durée fixée par le fin de la réaction, soit environ 30-45min.

Rinçage EDI.

Bain azoté 15min.

Séchage par centrifugation.



7) Gravure chimique oxyde

Gravure de l'oxyde qui a pu croître du faite de la réaction dans le bain de piranha.

Sorbonne de chimie.

Solution de BE7 : 1

Durée : moins de 1min.

Rinçage EDI.

Bain azoté 15min.

Séchage par centrifugation.



8) N Cycles d'oxydation thermique (ambiance sèche ou humide) et gravure chimique de l'oxyde

a) Oxyde pour effiler les piédestaux de silicium.

Four :

Four d'oxydation Tempress Amtech 4''.

Gaz :

Débit : $O_2 = 2,5$ slm, Température = 1100°C, Durée = 6h30min.

Epaisseur : 500nm.

b) Gravure chimique de l'oxyde thermique.

Répétition de l'étape n°16 avec le temps d'immersion dans le BE7 : 1 ajusté en fonction de l'épaisseur de l'oxyde.



9) Lithographie optique n°2

Structuration du levier et des poutres de maintien.
Tournette TP6000.

Enduction :

Enduction S1805, Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2500tr./min² ; Temps 10 sec.

Recuit plaque :

Température : 110°C, durée : 1 min.

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 4sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

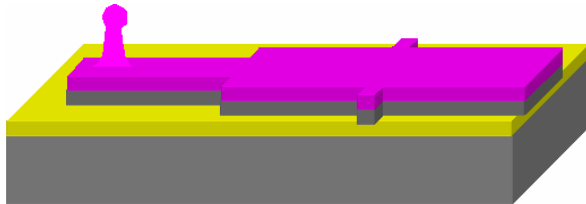
Révélation :

MIF 319 pur, durée : 25-35sec. Rinçage pissette EDI 15 sec

Recuit :

Température : 120°C, durée : 3 min.

Epaisseur : 4µm.



10) Gravure RIE du silicium

Gravure du levier et des poutres de maintien.

Bât de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : SF₆ = 20 sccm, O₂ = 5 sccm, Puissance 150 W, Pression 100 mT.

Tension d'autopolarisation = 276 V. Laser sur oxyde.

Vitesse de gravure : 120nm/min.

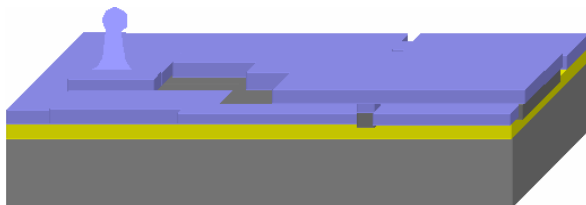


11) Gravure RIE des résidus de résine

Nettoyage des résidus de résine :

Débit : O₂ = 30 sccm, Puissance 300 W Pression 50 mT.

Tension d'autopolarisation = 860 V Temps 30sec.



12) Lithographie optique n°3

Définition de l'électrode inférieure

Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ; Temps 20 sec.

Enduction PMGI SF11 :

Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ; Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.

Enduction PMGI SF11 :

Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ; Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.

Enduction S1818 :

Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ; Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

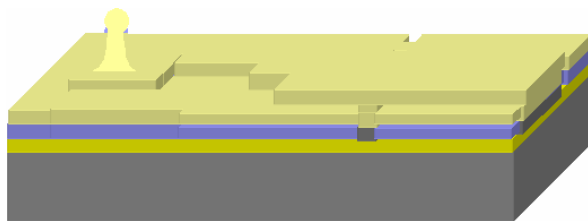
Exposition :

Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rinçage pissette EDI 30 sec

Epaisseur : 3µm.



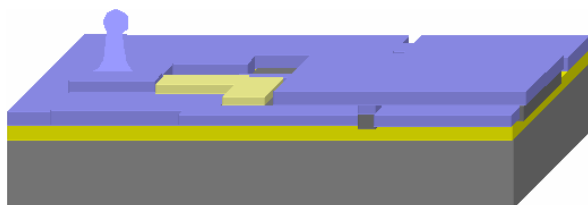
13) Dépôt de l'électrode inférieure TiO_x/Pt

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.
 Dépôt par pulvérisation cathodique de TiO_x :
10nm.
 Dépôt par pulvérisation cathodique de Pt :
90nm.



14) Lift-off de l'électrode inférieure

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG
30min avec agitation. Rincage : *Alcool.*



15) Lithographie optique n°4

Définition de la couche de PZT

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;
 Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction S1818 :

*Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ;
 Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.*

Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

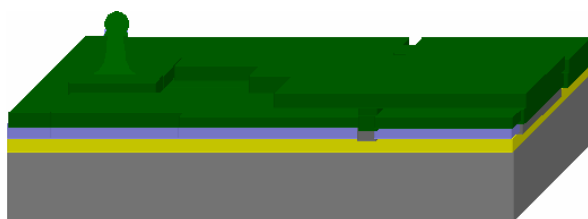
Exposition :

Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

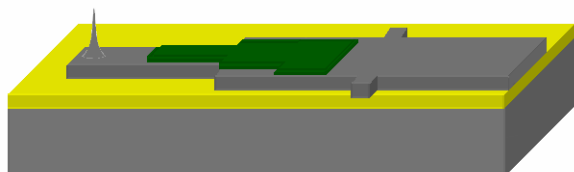
*MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rincage
 EDI 30 sec*

Epaisseur : 3µm.



16) Dépôt de PZT

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.
 Dépôt par pulvérisation cathodique de PZT :
350nm.



17) Lift-off du PZT

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG
30min avec agitation
 Rincage :
Alcool.

18) Lithographie optique n°5

Définition l'électrode supérieure

Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction PMGI SF11 :

*Vitesse 2000tr./min ; Accélération 2000tr./min² ;**Temps 20 sec. Recuit plaque : 170°C, durée : 5 min.*

Enduction S1818 :

*Vitesse 2500tr./min ; Accélération 3000tr./min² ;**Temps 12 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.*

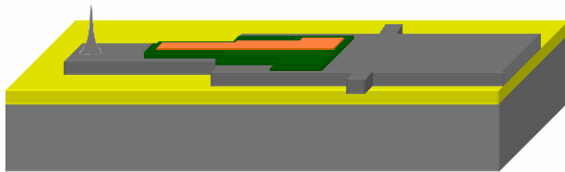
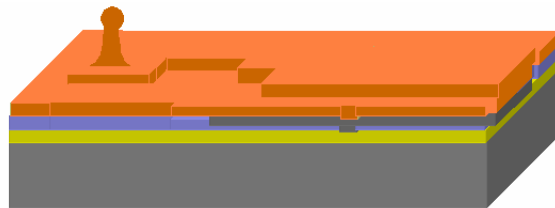
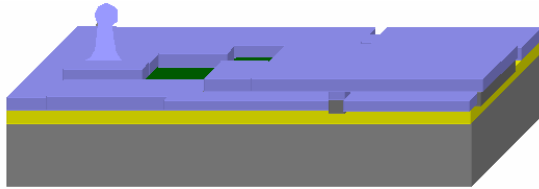
Aligneur :

Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 5sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

*MIF 319 pur, durée : 4min15 avec agitation. Rinçage**EDI 30 sec**Epaisseur : 3µm.***19) Dépôt de Pt**

Dépôt réalisé dans l'équipe de D. Remiens.

Dépôt par pulvérisation cathodique de PZT :

*100nm.***20) Lift-off de l'électrode supérieure**

Développement de la résine dans une solution chimique de EBRPG

30min avec agitation

Rincage :

*Alcool.***21) Lithographie optique n°6**

Ouverture en face arrière

Tournette TP6000.

Enduction promoteur d'adhérence HMDS :

*Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ;**Temps 40 sec.*

Enduction AZ 4562 :

*Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ;**Temps 40 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.**Repos pour hydratation résine 15min.*

Enduction AZ 4562 :

*Vitesse 3000tr./min ; Accélération 4000tr./min² ;**Temps 40 sec. Recuit plaque : 110°C, durée : 3 min.**Repos pour hydratation résine 30min.*

Aligneur :

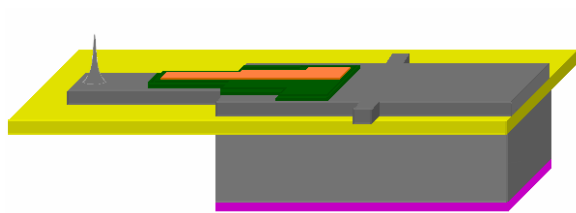
Suss MicroTec MA6 / BA6.

Exposition :

Durée : 30sec (hard contact). Puissance 8mW/cm²

Révélation :

*Az351B/EDI (1/3), durée : 1min15 avec agitation.**Rinçage EDI 30 sec. Recuit plaque : 110°C, durée :**3 min.**Epaisseur : 16µm.*



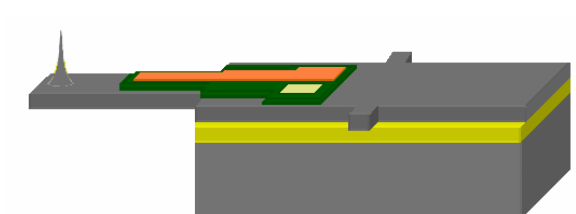
22) Gravure Deep RIE face arrière

Usinage de volume du levier.

Procédé Bosch.

Gravure anisotrope. Arrêt sur la couche d'oxyde

Vitesse de gravure : 5 μ m/min.



23) Gravure RIE face arrière de l'oxyde

Gravure des 500nm d'oxyde en face arrière.

Bâtiment de gravure :

Oxford PlasmaLab 80 Plus.

Gaz :

Débit : CF₄ = 40 sccm, CHF₃ = 40 sccm, Puissance 125 W, Pression 50 mT.

24) Gravure RIE des résidus de résine

Nettoyage des résidus de résine :

Débit : O₂ = 30 sccm, Puissance 300 W Pression 50 mT.

Tension d'autopolarisation = 860 V Temps 30sec.

4. Liste des publications

Colloques nationaux :

A.Iaia, C. Bernard, **A.-S. Rollier**, M. Faucher, A. M. Bonnot, L. Buchaillot, D. Mariolle, V. Bouchiat, J. P. Aimé, « Greffage de nanotubes de carbone sur des champs de pointes AFM par CVD assisté filament chaud », Microscopie à Sonde Locale, Anglet, France, 2005.

A.-S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, « Actionneurs électrostatiques complètement isolés : fabrication, fonctionnement et caractérisation en milieu liquide », Actes des conférences du 17^{ème} Congrès Français de Mécanique, Troyes, France, n°359, 2005.

Symposiums internationaux à comité de lecture et avec proceedings :

A.-S. Rollier, C. Bernard, A. Iaia, D. Mariolles, A. M. Bonnot, L. Buchaillot, J. P. Aimé, “Wafer scale fabrication of Si tips for CNT tip grafting using the self assembled Hot Filament CVD technique” GDR-E and Nano-E on Science and application of Nanotube, Houffalize, Belgique, 2005.

A.-S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, and L. Buchaillot, “Electrostatic actuators operating in liquid environment: Position control without pull-in effect”, Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, Montreux, Suisse, pp.341-345, 2005.

A.-S. Rollier, B. Legrand, D. Deresmes, M. Lagouge, D. Collard, L. Buchaillot, “Tensile stress determination in silicon nitride membrane by AFM characterization”, Proceeding of the 13th International Conference on Solid-state sensors, Actuators and Microsystems, Séoul, Corée, pp.828-831, 2005.

B. Legrand, **A.-S. Rollier**, L. Buchaillot, D. Collard, “Parallel Plate Electrostatic Actuators In Liquids: Displacement-Voltage Optimisation For Microfluidic Applications”, Proceeding of the 19th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Istanbul, Turquie, 2006.

A.-S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, « Electrostatic actuators operating in liquid environment: suppression of pull-in instability and dynamic response », Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, Stresa, Italy, pp.244-249, 2006.

A.-S. Rollier, C. Bernard, S. Marsaudon, A.-M. Bonnot, M. Faucher, J.-P. Aimé, D. Collard, L. Buchaillot, « High yield grafting of carbon nanotube on ultra-sharp silicon nanotips : Mechanical characterization and AFM imaging », Proceeding of the 20th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Kobe, Japon, 2007.

Revues internationales à comité de lecture

B. Legrand, **A.-S. Rollier**, D. Collard, L. Buchaillot, “Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids”, Applied Physics Letters, Vol. 88, n° 034105, 2006.

Cet article a été sélectionné dans le numéro du 30 janvier 2006 dans le journal “Virtual Journal of Nanoscale Science & Technology”.

A.-S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, “Stability and Pull-in voltage of electrostatic parallel-plate actuators in liquid solutions”, Journal of Micromechanics and Microengineering, vol.16, pp.794-801, 2006.

A.-S. Rollier, C. Bernard, A. Iaia, D. Mariolles, A. M. Bonnot, L. Buchaillot, J. P. Aimé, “Wafer scale fabrication of Si tips for CNT tip grafting using the self assembled Hot Filament CVD technique”, Nanotechnology, 2006. En cours.

Communications

A-S Rollier, V. Agache, B. Legrand, D. Collard, H. Fujita, L. Buchaillot, “1.1 GHz Silicon blade nano-electromechanical resonator featuring 20 nm gap lateral transducers”, Symposium on design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS, Montreux, Suisse, pp.26-31, 2005.

A-S Rollier, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot, “Electrostatic actuators operating in liquid environment: Static and Dynamic Studies”, Journée Doc-MEMS, IEMN, France, Décembre, 2005.