



**HAL**  
open science

## Développement d'une platine de déplacements nanométriques pour la réalisation d'un Microscope à Force Atomique (AFM) rapide

Laurent Mazonq, Lucien Schwab, Nicolas Mauran, Denis Lagrange, Xavier  
Dollat, Bernard Legrand

### ► To cite this version:

Laurent Mazonq, Lucien Schwab, Nicolas Mauran, Denis Lagrange, Xavier Dollat, et al.. Développement d'une platine de déplacements nanométriques pour la réalisation d'un Microscope à Force Atomique (AFM) rapide. [Rapport Technique] LAAS-CNRS. 2019. hal-03603368

**HAL Id: hal-03603368**

**<https://hal.science/hal-03603368>**

Submitted on 9 Mar 2022

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Développement d'une platine de déplacements nanométriques pour la réalisation d'un Microscope à Force Atomique (AFM) rapide



OPTO-MECHANICALLY TRANSDUCED MEMS PROBES  
FOR HIGH SPEED AFM

Date : 03/07/2019

Auteurs : L. MAZENQ, L. SCHWAB, N. MAURAN,  
D. LAGRANGE, X. DOLLAT, B. LEGRAND

## Index des sigles, acronymes et abréviations

ADN	Acide DésoxyriboNucléique
AFM	Atomic Force Microscope
ANR	Agence Nationale pour la Recherche
ANDRA	Agence Nationale pour la gestion des Déchets RadioActifs
ARN	Acide RiboNucléique
ATP	Adénosine TriPhosphate
CNRS	Centre National de la Recherche Scientifique
CEA	Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives
CPB	CoPolymères à Blocs
DF	Film Sec ( <i>Dry Film</i> )
DWL	Lithographie par Ecriture Directe ( <i>Direct Writing Lithography</i> )
FIB	Sonde Ionique Focalisée ( <i>Focus Ion Beam</i> )
FPGA	Réseau de Portes Programmables in situ ( <i>Field Programmable Gate Array</i> )
HS AFM	Microscope à Force Atomique rapide ( <i>High Speed AFM</i> )
IEMN	Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie
ILC	Contrôle d'Apprentissage Interactif ( <i>Interactive Learning Control</i> )
LAAS	Laboratoire d'Analyse et d'architecture des Systèmes
LDV	Vibrométrie Laser ( <i>Laser Doppler Vibrometry</i> )
LETI	Laboratoire d'Electronique et de Technologie de l'Information
MEB	Microcope Electronique à Balayage
MEMS	MicroSystème Electro-Mécanique ( <i>Micro Electro Mechanical System</i> )
MPC	Compensation par Mouvement Prédicatif ( <i>Movement Predictive Compensation</i> )

MPQ	laboratoire Matériaux et Phénomènes Quantiques
OBD	Détection par Faisceau Optique ( <i>Optical Beam Detection</i> )
PALM	Microscopie de localisation photo-activée ( <i>Photo-Activated Localization Microscopy</i> )
PPF	Rétroaction Positive ( <i>Positive Position Feedback</i> )
PSI	Interférométrie par décalage de Phase ( <i>Phase Shift Interferometry</i> )
PS-PMMA	PolyStyrène - Poly(MéthAcrylate de Méthyle)
PST	Détection Sensible de Position ( <i>Position Sensitive Detection</i> )
PTZ	Scanner de tube piézo ( <i>Piezo Tube Scanner</i> )
PZT	Titano-Zirconate de Plomb
SEM	Microscope Electronique à Balayage ( <i>Scanning Electronic Microscope</i> )
SNOM	Microscope optique en champ proche ( <i>Scanning Near field Optical Microscope</i> )
SOI	Silicium Sur Isolant ( <i>Silicon On Insulator</i> )
STM	Microscope à effet tunnel ( <i>Scanning Tunneling Microscope</i> )

## Table des matières

Index des sigles, acronymes et abréviations .....	2
Table des matières .....	4
Introduction : .....	6
I Etude bibliographique et enjeu pour l'imagerie rapide .....	8
I.1 Principe : .....	9
II.1.1 Historique : .....	10
I.2 Le Microscope à Effet Tunnel (STM): .....	12
I.3 Le Microscope à Force Atomique : .....	13
I.4 Contexte international de l'imagerie AFM rapide : .....	21
II.4.1 L'AFM d'Ando : .....	21
II.4.2 Descriptif des travaux de J. Fleming [12]: .....	26
II.4.3 Descriptif des travaux de M.S. Rana [13]: .....	27
II.4.4 Travaux de l'équipe de Vladimir Aksyuk [14]: .....	28
I.5 Equipements AFM rapides commerciaux : .....	29
II.5.1 Présentation du « Fastscan » de Bruker : .....	29
II.5.2 Pointes commerciales : .....	31
I.6 Contexte national : .....	32
II.6.1 Travaux de l'équipe de S. Gauthier (CEMES) [16] : .....	33
II.6.2 E. Lesniewska, l'Institut Carnot de Bourgogne [18]: .....	36
II.6.3 Apport des MEMS, travaux réalisés par l'IEMN Lille [19]: .....	38
II Choix technologiques du projet Olympia : .....	42
II.1 Contexte du stage : .....	42
II.2 Nouvelles sondes opto-mécaniques : .....	44
II.2.1 Procédé de fabrication des pointes réalisées au CEA-LETI : .....	45
II. 3 Platine de déplacements X, Y, Z : .....	46

II.4 Asservissement : .....	47
II.    5 Environnement : .....	49
III  Développement de la platine de déplacements nanométriques : .....	50
III.1 Conception : .....	50
IV.1.1 Approche de la sonde : .....	50
IV.1.2 Intégration du système piezo : .....	52
III.2 Description et caractérisation du Picocube .....	53
III.3 Description et caractérisation du bloc piezo Z rapide : .....	57
IV.3.1 Méthode de collage : .....	58
IV.3.2 Présentation des céramiques piézoélectriques PICMA .....	62
IV.3.3 Caractérisations des blocs piézos Z rapide assemblés : .....	66
III.4 Analyse de la résonance observée : .....	71
III.5 Amélioration du système : .....	76
IV.5.1 Comparaison des méthodes d'assemblage : .....	76
IV.5.2 Caractérisation système complet : .....	77
IV.5.3 Amélioration de la méthode de collage: .....	78
IV.5.4 Excitation simultanée des 2 céramiques : .....	92
IV.5.5 Utilisation d'un matériau viscoélastique : .....	93
IV  Imageries AFM rapides : .....	94
IV.1 Premiers résultats en microscopie à effet tunnel : .....	94
IV.2 Premières observations AFM avec une sonde MEMS : .....	95
IV.3 Intégration des sondes optomécaniques Olympia : .....	96
V.3.1 Courbes d'approche–retrait moyen du système piézo : .....	96
IV.4 Mise en asservissement de la pointe : .....	98
Conclusion : .....	100

## Introduction :

La Microscopie à Force Atomique (AFM) et plus généralement, les microscopies en champ proche, sont des techniques d'analyse de surface à l'échelle nanoscopique.

Inventé il y a une trentaine d'année par G. Binnig [\[1\]](#), l'AFM est aujourd'hui un outil incontournable dans les nanosciences et nanotechnologies. Sa lenteur d'acquisition, de l'ordre de quelques minutes par image, est néanmoins problématique pour l'observation et l'analyse des phénomènes rapides et dynamiques, en biologie par exemple.

Le projet Olympia a pour objectif de lever ce verrou limitant les performances et l'utilisation de l'instrument. Il s'agit de développer de nouveaux types de sondes ainsi que les éléments d'instrumentation et de contrôle capables d'exploiter pleinement le potentiel de ces nouvelles générations de sondes pour l'AFM rapide.

Le travail s'inscrit dans cette démarche afin de concevoir, fabriquer puis caractériser le système de déplacements nanométriques de l'échantillon et l'adapter à un AFM « rapide ».

# I Etude bibliographique et enjeu pour l'imagerie rapide

La microscopie en champ proche, dont fait partie la microscopie à force atomique, est une technique d'analyse de surface par balayage d'une sonde très fine assimilée à une pointe. Le déplacement de cette sonde au voisinage de l'objet permet de reconstituer la topographie point par point au moyen du signal d'interaction pointe-surface.

Cette technique de caractérisation des matériaux est née en 1981 avec l'invention du microscope à effet tunnel (STM) par des chercheurs d'IBM, Gerd Binnig et Heinrich Rohrer, qui ont reçu en 1986 le prix Nobel de physique pour cette invention [\[1\]](#).

La résolution spatiale obtenue pour l'observation des surfaces par cette méthode est inférieure à l'Angström, ce qui est impossible à obtenir avec un microscope optique classique, indépendamment du grossissement employé. En microscopie optique, la résolution spatiale est limitée par le phénomène de diffraction à quelques centaines de nanomètres au mieux.

En effet, sur un microscope optique conventionnel, les parties les plus importantes sont l'objectif et la lentille. L'objet est éclairé par réflexion ou transmission et l'objectif capte la lumière diffractée par l'objet pour en reconstituer une image. Le pouvoir de résolution est donc limité au caractère ondulatoire de la lumière et la diffraction par l'objectif. Le critère de Rayleigh interdit de séparer deux points de l'objet plus rapprochés que la demi-longueur d'onde. En lumière visible, le pouvoir séparateur est théoriquement de l'ordre de  $0,25\mu\text{m}$ , et en pratique de l'ordre du micromètre.

La microscopie en champ proche permet donc une analyse plus précise qu'en microscopie classique. Cette méthode est devenue un instrument incontournable pour le développement des nanosciences et nanotechnologies depuis près de 30 ans.



## I.1 Principe :

En 1981, Binnig et Rohrer inventent le microscope électronique à effet tunnel (STM pour Scanning Tunneling Microscope).

Leur découverte va provoquer un renouveau de la recherche en microscopie et donner naissance à de nombreux microscopes fondés sur un principe complètement nouveau en exploitant les phénomènes d'interaction en champ proche. On peut considérer que leur invention puis celle du microscope à force atomique en 1985 (Atomic Force Microscope) marquent la naissance d'une nouvelle microscopie : la microscopie à sonde locale ou en champ proche.

La grande originalité de la microscopie en champ proche est de s'affranchir du régime de propagation de la lumière, et donc des limites de résolution qu'il impose, en plaçant la sonde à proximité immédiate de l'échantillon [2].

Dans un microscope en champ proche, la sonde détecte une grandeur physique caractéristique de son interaction avec l'échantillon comme le courant tunnel, les forces de surface, le champ électromagnétique...

Dans ces conditions, la résolution latérale de l'image dépend principalement de la forme de la sonde et de la distance pointe-échantillon.

Cette sonde est placée à une distance  $d$  de l'ordre de quelques nanomètres de la surface de l'échantillon. Elle est solidaire d'un dispositif qui guide son déplacement. Grâce à un système de céramiques piézoélectriques, elle peut être très précisément déplacée par rapport à l'échantillon dans les trois dimensions de l'espace :  $Ox$ ,  $Oy$  dans le plan de la surface et  $Oz$  verticalement à celle-ci.

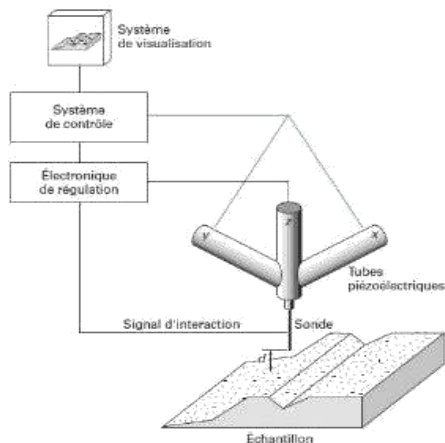


Figure 1 Schéma de principe d'un microscope à sonde locale

**En balayant la sonde parallèlement à la surface de l'échantillon, il est alors possible de détecter les variations de la grandeur physique sondée et d'en dresser ainsi une cartographie. Ceci est à la base de toute microscopie en champ proche.**

Toutefois, dans ces conditions de fonctionnement, en l'absence de contrôle, la sonde, qui est très proche de l'échantillon, pourrait heurter lors du balayage la surface étudiée, endommageant de manière irréversible la pointe et/ou la surface. C'est pour remédier à cet inconvénient que dans un tel microscope un **système d'asservissement ajuste en permanence la distance pointe surface  $d$** , le plus souvent dans le but de maintenir constante la grandeur physique mesurée au cours du balayage. Le contact mécanique direct entre la pointe et l'échantillon est ainsi évité.

L'emploi de sondes en forme de pointe permet d'obtenir une bonne résolution latérale : en effet, en raison de la très forte décroissance des interactions en fonction de la distance  $d$  à l'échantillon, seule l'ultime extrémité de la pointe sonde interagit notablement avec les atomes de la surface. **Un paramètre de contrôle du microscope apparaît alors : la consigne de régulation de l'interaction entre la pointe et la surface.**

Pour une meilleure compréhension de cette technique et ses applications, nous allons rappeler le contexte historique avant de décrire les 3 grandes familles de microscope en champ proche :

- **Le microscope à effet tunnel** (STM pour Scanning Tunneling Microscope).
- **Le microscope à force atomique** (AFM pour Atomic Force Microscope).
- **Le microscope optique en champ proche** (SNOM pour Scanning Near-field Optical Microscope).

### **II.1.1 Historique :**

- **1928, description du principe par E. H. Synge:**

La microscopie optique à sonde locale aurait pu naître 50 ans plus tôt. Le principe est décrit dans un article précurseur d'E.H. Synge en 1928 [\[3\]](#).

Dans cet article, l'auteur suggérait d'améliorer la résolution des microscopes optiques en utilisant une nano-ouverture percée dans un écran métallique pour aller sonder, à quelques nanomètres de distance, le champ proche au voisinage de l'objet.

Dans une lettre à Einstein, il envisageait d'utiliser une pointe en quartz métallisée à son extrémité comme sonde optique, ce qui est pratiquement la solution adoptée aujourd'hui pour les microscopes optiques en champ proche (SNOM).

Les premières expériences ne sont réalisées qu'en 1972 et, pour des raisons technologiques, elles ont lieu en ondes radio puis en infrarouge, mais elles utilisent la première configuration de Syngé : la sonde est une ouverture dans un écran métallique. Il faut attendre l'invention du STM pour qu'apparaissent peu après les premières réalisations dans le domaine optique.

• **1981, invention du STM puis 1985, l'AFM:**

Faisant suite à l'invention du Microscope à Effet Tunnel (STM) inventé en 1981 par Binnig et Gerber, les deux physiciens conçoivent en 1985 le premier microscope à force atomique (AFM), figure 11. Ces deux microscopes seront décrits plus en détails dans les parties suivantes.



Figure 2 Gerd BINNIG [9]



Figure 3 Premier Microscope à Force Atomique [10]

• **1983, premier microscope optique (SNOM) en champ proche:**

Parallèlement, le premier microscope optique en champ proche a été réalisé en 1983 par D. Pohl travaillant lui aussi dans le laboratoire de Binnig et Rohrer.

Les premiers essais sont effectués avec la configuration de Syngé : la sonde optique est une nano-ouverture dans un écran métallique plan. Mais cette solution souffre de graves inconvénients : il est impossible de déplacer un plan à quelques nanomètres de la surface d'un objet sans avoir de collisions.

La microscopie optique en champ proche (SNOM) va vraiment se développer quand les expérimentateurs vont avoir l'idée d'utiliser, comme sonde optique, une pointe très fine. En 1984, une pointe de 30 nm de rayon de courbure est réalisée en attaquant chimiquement un cristal de quartz.

Dès 1985, on démontre que les techniques de microscopie en champ proche peuvent vaincre le critère de Rayleigh et on annonce une résolution de  $\lambda/20$  soit 30 nm. En 1995, des images montrant des détails de 1 nm ont été obtenues grâce à un microscope en champ proche d'un type nouveau : la sonde ne servant ni à éclairer, ni à détecter le champ proche.

Les premières vraies applications sont publiées en 1992 par Betzig et Trautman. Depuis, les publications démontrant les diverses possibilités d'applications de la microscopie optique en champ proche se sont multipliées. Betzig et son équipe ont été récompensés en 2014 par le prix Nobel de Chimie pour le travail sur la microscopie PALM (photo-activated localization microscopy).

## I.2 Le Microscope à Effet Tunnel (STM):

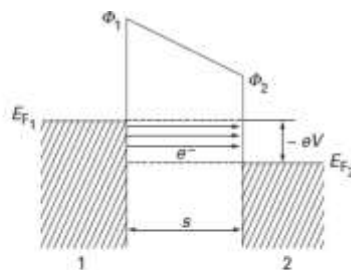
L'effet tunnel désigne la propriété que possède un objet quantique, comme un électron, de traverser une barrière de potentiel même si son énergie est inférieure à l'énergie minimale requise pour franchir cette barrière.

Dans un microscope à effet Tunnel STM, on place une pointe métallique en vis à vis de la surface conductrice ou semi-conductrice à étudier à une distance de l'ordre du nanomètre. Sous l'effet d'une polarisation pointe-surface, un courant électrique apparaît, résultant du passage d'électrons entre la pointe et la surface par effet Tunnel.

Ce courant varie de façon exponentielle en fonction de la distance  $d$  séparant la pointe de l'échantillon, avec une longueur caractéristique de quelques dixièmes de nanomètres.

La figure ci-dessous présente un diagramme énergétique de la barrière de potentiel constituée par deux électrodes planes métalliques séparées par une distance d'isolant et entre lesquelles on a appliqué une tension  $V$ . Dans ce modèle, le courant tunnel  $I$  résulte de toutes les transitions électroniques depuis les états électroniques occupés d'une électrode vers les états électroniques inoccupés de même énergie de l'électrode en regard.

Figure 4 Principe des interactions pointes – surface [5]



$e$  charge de l'électron ( $1,6 \times 10^{-19}$  C)  
 $E_{F1}, E_{F2}$  énergie des niveaux de Fermi des électrodes 1 et 2  
 $\phi_1, \phi_2$  travaux de sortie des 2 électrodes

La tension négative  $V$  appliquée à l'électrode 1 provoque le passage d'électrons  $e^-$  depuis les états occupés (partie hachurée) vers les états électroniques vacants de l'électrode 2 : ces transitions sont symbolisées par des flèches. L'application d'une tension de signe opposé intervertit le rôle des électrodes et les transitions électroniques s'effectuent de 2 vers 1

Pour des faibles tensions et à température nulle, le calcul du courant  $I$  conduit à l'expression suivante :

$$I = aV \exp(-k \cdot s)$$

avec  $a$  et  $k$  des constantes,  
 $V$ , la tension appliquée,  
 $s$ , la distance sonde échantillon,

La dépendance exponentielle du courant tunnel explique l'extrême sensibilité du microscope à effet tunnel à la topographie. La résolution atomique est couramment obtenue, toutefois, l'utilisation du STM est limitée aux surfaces conductrices ou semi-conductrices.

Afin d'atteindre la précision nécessaire, l'échantillon à analyser est positionné par un système asservi utilisant des céramiques piézoélectriques.

En 1990, le microscope à effet tunnel a notamment permis à des chercheurs d'IBM d'écrire et d'observer les premières lettres de l'histoire des nanotechnologies en disposant 35 atomes de xénon sur une surface de nickel, ces 35 atomes dessinant les trois lettres IBM, figure 13.

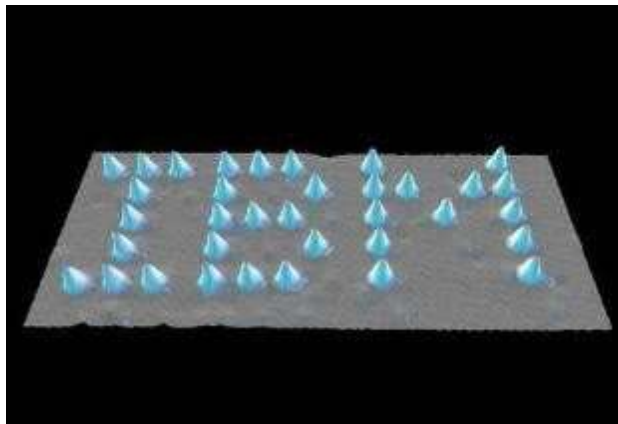


Figure 5 Atomes de xénon déposés par un microscope à effet tunnel [\[9\]](#)

### I.3 Le Microscope à Force Atomique :

En combinant les principes du microscope à effet tunnel et du stylet profilométrique, Binnig et son équipe démontrent la possibilité d'imager, à l'air libre, la surface d'échantillons conducteurs ou non, avec une résolution latérale de  $30 \text{ \AA}$  et une résolution verticale inférieure à  $1 \text{ \AA}$ .

L'AFM est basée sur la mesure d'une interaction de force entre un stylet et la surface étudiée. Le capteur de force est un ressort-lame (stylet) encastré à une extrémité et muni d'une pointe à l'autre extrémité, il est également appelé « cantilever ». Les forces d'interaction modifient la déflexion, la torsion statique ou encore la fréquence de résonance du stylet. La mesure des déformations du « cantilever » dans les microscopes AFM actuels s'effectue, le plus souvent, grâce à la déviation d'un faisceau lumineux (diode laser) réfléchi par l'extrémité du stylet, méthode proposée dès 1988 par G. Meyer et N. Amer.

Le développement de cette technique a été rapide aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'en milieu industriel. Des tâches de contrôle sur des lignes de production sont couramment effectuées à l'aide de ce dispositif relativement simple à mettre en œuvre. La majorité des utilisateurs cherche à obtenir la topographie de la surface et diverses informations morphologiques ; en balayant le « cantilever » sur la surface, on obtient l'image AFM recherchée.

Mais on s'est très vite aperçu qu'il était possible avec le même instrument de proposer des situations originales de « physique au nanomètre ».

• **Principe :**

Un schéma typique d'un microscope à force atomique est présenté sur la figure suivante. Une pointe miniature, fixée à l'extrémité d'un levier (cantilever), est amenée à proximité de la surface de l'échantillon. Celui-ci est placé sur une platine de déplacement assurant le balayage XY et le contrôle de la distance pointe-surface en Z. Le déplacement relatif de la pointe par rapport à l'échantillon donne soit une cartographie de la grandeur mesurée, soit une surface d'« iso grandeur », si une boucle d'asservissement ajuste la hauteur de l'échantillon pour maintenir constante la grandeur mesurée [6].

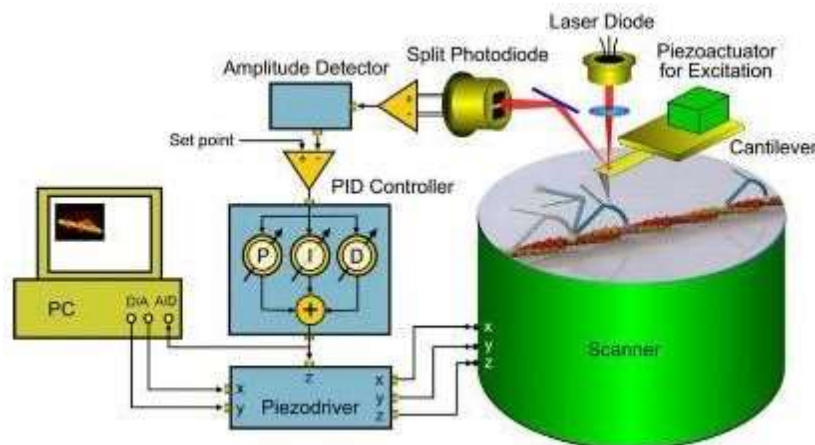


Figure 6 Schéma du principe d'un AFM en mode oscillant [4]

Une pointe AFM peut être statique ou mise en mode oscillant. Dans ce dernier cas, on peut faire vibrer le cantilever grâce à une pastille piézo-électrique en contact avec son support. Un exemple particulier de fixation de cantilever est présenté sur la figure suivante. Par ailleurs, une cale piézo-électrique assure le déplacement  $Z$  et permet d'ajuster finement la distance pointe-échantillon et est utilisée pour asservir l'amplitude de vibration du cantilever.

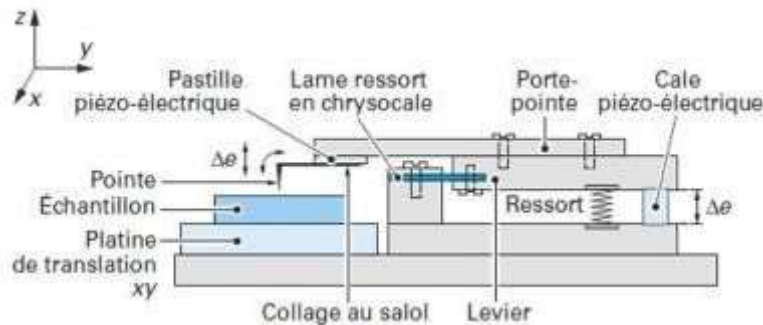


Figure 7 Schéma d'un support de pointe AFM [5]

Suivant la configuration adoptée, on distingue globalement deux modes de fonctionnement principaux pour l'AFM : **statique** (continu) ou **dynamique** (oscillant).

**La force d'interaction** est en premier lieu due aux **forces répulsives** de contact entre les atomes de la pointe AFM et ceux de la surface, mais aussi aux **forces attractives** comme les forces de Van der Waals à courte portée, les forces capillaires, ou les forces électrostatiques à plus longue portée. L'AFM est également sensible à d'autres types de forces selon des traitements particuliers de la pointe comme par exemple la force magnétique.

Grâce à une boucle d'asservissement, on peut obtenir des images de « hauteur », qui correspondent à une force d'interaction constante. Donnant, en première approximation, des résultats fidèles à la topographie de l'échantillon étudié, cette méthode fournit donc des informations difficiles à obtenir par d'autres techniques de microscopie [6].

- **Modes de fonctionnement :**

Selon que la pointe est en contact avec la surface ou non, qu'elle travaille à la résonance du cantilever ou à fréquence nulle, on obtient des modes opératoires et d'imagerie différents.

- **Mode statique ou mode contact :**

Les courbes de force peuvent être obtenues expérimentalement. Sans faire vibrer le cantilever, on fait varier la position verticale  $z$  de l'échantillon et on enregistre les déflexions du cantilever. Une courbe schématique est montrée sur la figure ci-dessous : on y a porté la déflexion



du stylet  $\alpha$  en fonction de la hauteur de l'échantillon  $Z_{éch}$ . On remarque que les trajets aller vers le contact (de gauche à droite) sont différents.

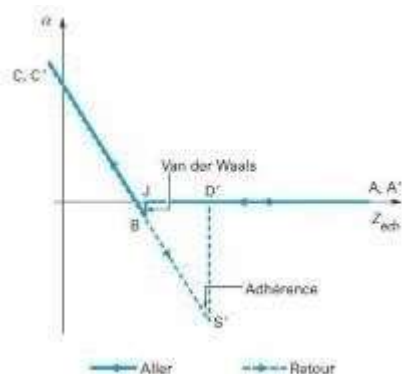


Figure 8 Courbe schématique de la descente du stylet [5]

L'adhésion se manifeste ici par une hystérésis sur la courbe de force (figure 16). En effet, quand on approche la pointe et l'échantillon, les forces de Van der Waals provoquent l'effondrement du levier sur la surface (« snap in » ou saut de contact). Puis la pointe entre en contact et une force de répulsive s'applique progressivement à l'approche de l'échantillon comme décrit dans la figure ci-dessous [10]. Quand on retire la pointe, les forces d'adhésion, typiquement de capillarité lorsqu'on travaille à pression atmosphérique, maintiennent le contact entre la pointe et la surface, jusqu'au décollage de celle-ci par rupture du ménisque formé entre la pointe et la surface. Cela permet de mesurer les forces d'adhésion.

Lors du fonctionnement de l'AFM en mode contact, le cantilever est placé en contact avec la surface, on règle la distance pointe-surface sur une consigne de force répulsive.

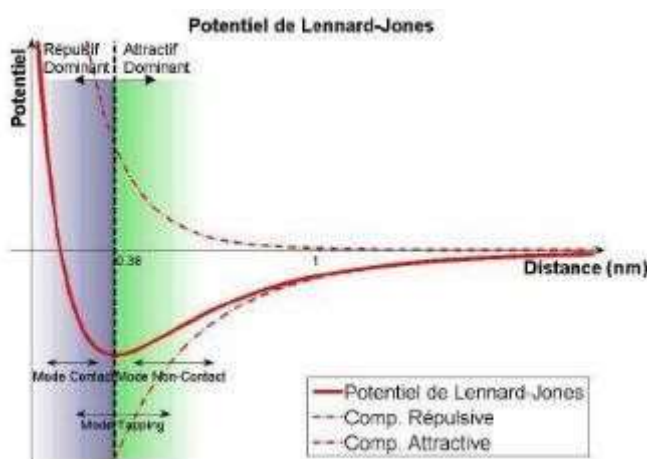


Figure 9 Forces appliquées sur le stylet en fonction de la distance [10]

#### ▪ Mode dynamique : contact intermittent ou tapping mode :

L'utilisation du mode « Tapping » par rapport au mode par contact est tout d'abord moins destructeur pour la pointe et l'échantillon. Quel que soit l'environnement, l'endommagement de



la pointe et de l'échantillon est réduit en raison de la diminution drastique des forces de friction par l'intermittence du contact.

Le cantilever est excité afin d'osciller verticalement avec une fréquence proche de sa fréquence de résonance au moyen d'un support piézoélectrique. Cette excitation peut également être réalisée avec un champ magnétique (avec une pointe magnétique), une pointe piézoélectrique ou un faisceau laser (excitation thermomécanique).

L'amplitude de cette oscillation varie habituellement de quelques nm à 200 nm. La fréquence et l'amplitude du signal de mesure sont maintenues constantes. Lorsque la pointe se rapproche de la surface, le gradient des forces de Van der Waals, interactions dipôle-dipôle, des forces répulsives, des forces électrostatiques... interagit avec la pointe et provoque une modification de l'amplitude, de la phase et/ou de la fréquence de l'oscillation de la pointe.

#### ▪ **Mode dynamique ou mode oscillant : mode non contact**

**En mode sans contact**, la pointe du cantilever n'est donc jamais en contact répulsif avec la surface de l'échantillon. Le cantilever oscillant à sa fréquence de résonance est placé entre quelques nanomètres (<10 nm) et quelques pico mètres au-dessus de l'échantillon.

Les forces attractives de Van der Waals agissent à des distances de 1 à 10 nm au-dessus de la surface en diminuant la fréquence de résonance de la poutre sous l'effet du gradient de force. Cette diminution de la fréquence de résonance est compensée par le système d'asservissement qui maintient l'amplitude ou la fréquence d'oscillation constante. La mesure de la distance à chaque point de données permet au logiciel de numérisation de construire une image topographique de la surface de l'échantillon.

En mode sans contact, la pointe n'est pas dégradée par l'échantillon (et réciproquement) puisqu'elle n'est jamais en contact répulsif avec celui-ci. C'est pourquoi ce type de mesure est préférable pour les analyses d'échantillons souples, par exemple des échantillons biologiques et films minces organiques.

Dans le cas d'échantillons rigides, les images acquises en mode contact, contact intermittent et non contact donnent des résultats similaires. Toutefois, ces mesures peuvent être perturbées en présence de liquides présents dans l'échantillon.

### • Pointe de l'AFM :

Le cantilever et la pointe constituent une partie essentielle de l'instrument. En raison de la complexité de leur fabrication, les cantilevers sont en général achetés auprès de sociétés commerciales, bien que quelques équipes ont utilisé avec succès des fils de platine ou de tungstène recourbés et dont l'extrémité a subi une attaque chimique.

Plusieurs caractéristiques sont recherchées :

- Extrémité de pointe très fine (quelques nanomètres de rayon de courbure) pour une bonne résolution latérale ;
- Fréquence de résonance grande (quelques dizaines de kilohertz) devant les fréquences caractéristiques d'acquisition ;
- Raideur déterminée : faible ( $\sim 0,01 \text{ N.m}^{-1}$  pour une bonne sensibilité en force ou pour éviter d'endommager la surface en mode contact) ou forte ( $\sim 100 \text{ N.m}^{-1}$  pour des expériences de nano-indentation ou pour un fonctionnement à fréquence élevée en mode oscillant).

Ces contraintes imposent une miniaturisation du cantilever.

Pour obtenir de tels objets, on utilise en général des techniques de fabrication issues des microtechnologies silicium dérivées de l'industrie des composants électroniques.

Les dispositifs ainsi réalisés sont donc, le plus souvent, en silicium ou en nitrure de silicium, matériaux couramment mis en œuvre par ces techniques. Pour des expériences d'indentation, de rayure ou des mesures de résistance de contact, on utilise parfois des pointes de diamant de profil particulier.

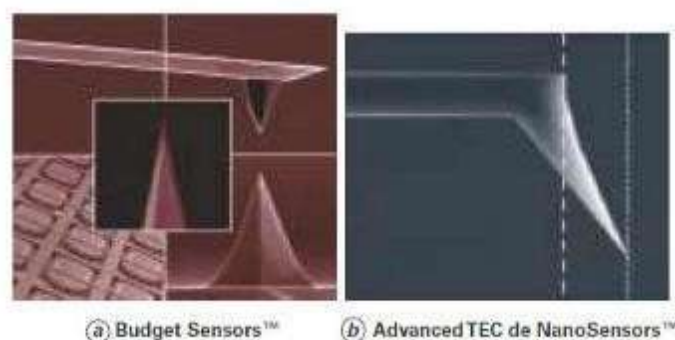


Figure 10 Exemples de pointes AFM

La figure ci-dessus présente des cantilevers usuels micro-fabriqués et deux images en microscopie électronique à balayage (MEB) de la pointe associée. La figure 18a montre un exemple de cantilever de chez Budget Sensors™. La figure 18b montre une nouvelle pointe Advanced TEC de NanoSensors™ dont l'extrémité tétraédrique dépasse l'extrémité du levier pour permettre un réglage plus aisé.

La longueur des cantilevers est de 100 ou 200 $\mu\text{m}$ , leur épaisseur est d'une fraction de micromètre. Leur forme est soit rectangulaire, soit en forme de V. Les raideurs sont, suivant les géométries, comprises entre 0,01 et quelques centaines de  $\text{N.m}^{-1}$ . Les pointes ont en général un rayon de courbure typique dans la gamme de 2 à 50 nm. [8]

- **Acquisition des signaux :**

- **Mesures du déplacement de la pointe :**

La méthode la plus courante pour les mesures de déflexion de la pointe est la méthode de déviation de faisceau. Dans ce procédé décrit dans le figure 19, un faisceau laser provenant d'une diode à semi-conducteur est réfléchi par l'arrière et recueilli par un Détecteur Sensible à la Position (PSD) constitué de deux photodiodes dont le signal de sortie est recueilli par un amplificateur différentiel.

Le déplacement angulaire est mesuré par les photodiodes (la différence entre les signaux des photodiodes) et est proportionnel à la déviation du levier. La sensibilité de la méthode de déviation de faisceau est très élevée, un plancher de bruit de l'ordre de 10  $\text{fm}/\sqrt{\text{Hz}}$  peut être obtenu en routine dans un système bien conçu.

La popularité relative de la méthode de déviation de faisceau peut être expliquée par sa grande sensibilité et un fonctionnement simple. D'autre part, les cantilevers ne nécessitent pas de contacts électriques ou d'autres traitements spéciaux et peuvent donc être fabriqués relativement bon marché.

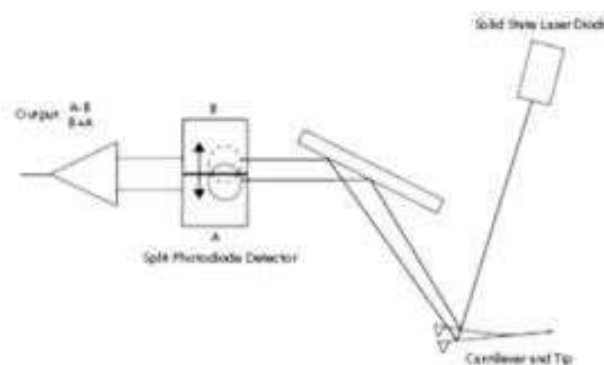


Figure 11 AFM détection de déviation de faisceau [9]

- **Environnement :**

L'AFM peut être utilisé sous vide, sous atmosphère contrôlée ou en milieu liquide. Il est cependant nécessaire de prévoir une bonne isolation acoustique et mécanique (vibrations). Suivant les situations et les performances recherchées, un caisson acoustique, une table anti-vibrations ou une table optique sont nécessaires. Des tables suspendues sont parfois utilisées. Pour le travail en milieu liquide, l'échantillon et le cantilever baignent dans le milieu.

- **Stabilité :**

Une bonne stabilité thermique et hygrométrique est nécessaire pour éviter les dérives : certains cantilevers sont recouverts d'une couche réfléchissante métallique, ce sont donc des bilames très sensibles aux variations des conditions ambiantes. Cette propriété est utilisée dans certaines situations pour détecter des réactions catalytiques.

De la même façon, les dilatations des pièces qui forment la tête AFM peuvent être gênantes. Il n'est en général pas nécessaire de travailler dans une enceinte régulée, mais quelques précautions élémentaires sont souvent utiles par rapport aux variations de température, mais également des vibrations mécaniques et acoustiques de l'environnement.

- **Taille des données relatives à l'acquisition des images :**

Il convient de rappeler la taille des données recueillies quand on acquiert des images. L'AFM a une résolution latérale typique de l'ordre de quelques nanomètres. Si on désire enregistrer une image AFM, de topographie de surface, par exemple de  $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$  avec un pas de déplacement (en  $x$  ou  $y$ ) de la platine de 10 nm, la dimension de l'image est de  $10^8$  pixels. Comme chaque pixel est codé sur une dizaine d'octets, pour traduire la tension enregistrée sur la photodiode à quatre quadrants et restituer la topographie, l'image obtenue représente 200 Mo ! Un compromis doit donc être trouvé entre le pas de déplacement, qui fixe la résolution de l'image, et la taille de la zone imagée.

Des images de 512 pixels x 512 pixels, codées sur deux octets, occupent plus de 0,5 Mo. Sur des images de ce type représentant un champ de 100  $\mu\text{m}$ , la taille du pixel est d'environ 200 nm.

## I.4 Contexte international de l'imagerie AFM rapide :

La microscopie à force atomique (AFM), est une technique d'analyse de surface à l'échelle nanoscopique. La technique est aujourd'hui un outil incontournable dans les nanosciences et nanotechnologies. Néanmoins, sa faible vitesse d'acquisition est une limitation importante pour l'observation et l'analyse des phénomènes rapides en biologie par exemple [11].

L'AFM fait face à ce verrou non résolu depuis plus de 20 ans alors même que les besoins d'imagerie rapide jusqu'à la cadence vidéo se font de plus en plus pressants (Ando, 2008). D'une part, parce que certaines structures nanométriques isolées doivent être repérées sur de larges surfaces avant d'être caractérisées plus en détails. D'autre part, l'imagerie rapide à plusieurs images par seconde donne accès à l'observation directe de phénomènes dynamiques à la nano-échelle, comme l'a montré T. Ando et son équipe [4].

### II.4.1 L'AFM d'Ando :

Le HS-AFM 1.0, modèle Ando a été le premier instrument d'acquisition AFM en vitesse rapide et **constitue une véritable percée en terme d'expérimentation**. L'équipe d'Ando utilise les plus petits leviers AFM fabriqués par la société Olympus. Elle travaille à différents niveaux sur l'optimisation de l'instrument : conditions de mise en œuvre, signal, asservissement, applications ; les résultats obtenus sont uniques de par le monde.

Figure 20 Microscope HS AFM d'Ando [4]

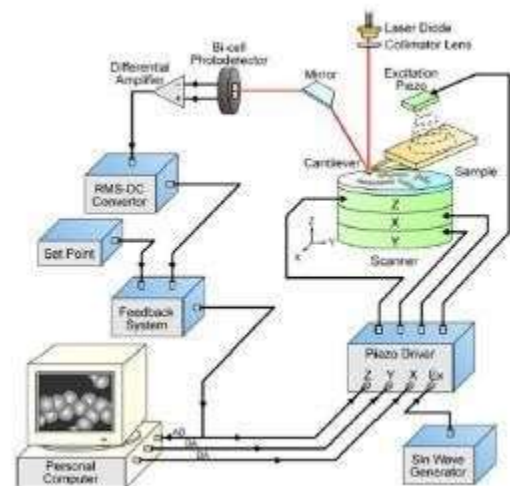


Figure 12 Présentation schématique du HS-AFM d'Ando [4]

- **Développement des pointes:**

Différents types de sondes rectangulaires à base de nitrure de silicium ont été développées avec la société Olympus. Les cantilevers les plus grands ont une fréquence de résonance de 3,5MHz dans l'air et 1,2MHz dans l'eau.

Les sondes sont fabriquées par Olympus. Elles ont une forme en « bec d'oiseau » avec une pointe d'un rayon de courbure d'une vingtaine de nanomètres. Cette pointe est réalisée par métallisation par évaporation à canon à électrons. Le procédé de gravure pour l'affinage de la sonde peut se faire sous vide par gravure plasma  $O_2$  ou  $N_2$ .

De même, le nouveau système de détection (OBD) mesure la déflexion de la pointe avec une meilleure sensibilité. Ce système permet de focaliser sur les cantilevers un laser au moyen d'un objectif 20x. L'amplitude des oscillations des cantilevers est mesurée par transformée de fourrier.

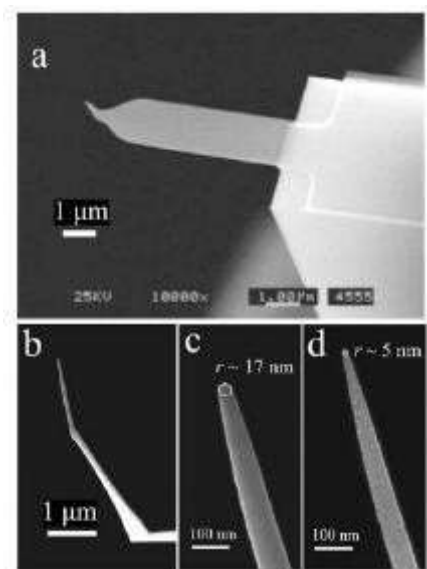


Figure 13 Différents types de pointes AFM [4]

- **Système de déplacement :**

Des travaux sont conduits sur le système de déplacement. En effet, la fréquence des déplacements de la céramique piézo en Z est très élevée et crée des oscillations entraînant non seulement une distorsion des images, mais aussi des vibrations du support et de l'actionneur.

**Une façon de réduire ce problème est d'introduire et exciter simultanément un second actuateur piézo. Les forces induites par le second piézo sont opposées au premier et contrent les vibrations parasites.**

Ce système illustré dans la figure ci-dessous permet des déplacements de  $2\mu\text{m}$ . Sa fréquence de résonance est de  $170\text{kHz}$ .

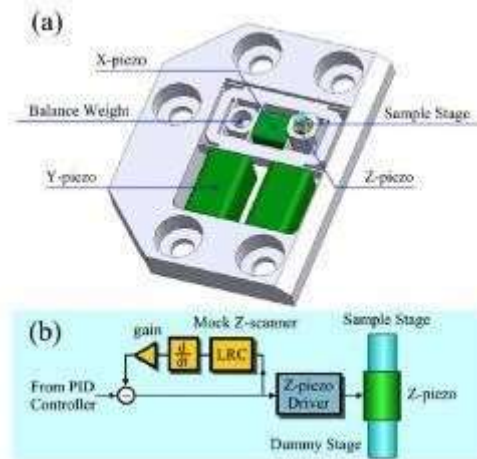


Figure 14 Vues schématiques du système de déplacement piezo d'Ando [4]

• **Mesure du signal:**

Au lieu de faire osciller la pointe en contact intermittent avec la surface, les mesures sont réalisées avec des amplitudes d'oscillations très proches de l'oscillation libre.

L'effet parachute est compensé par un nouveau contrôleur PID qui adapte automatiquement le gain en fonction de l'amplitude de vibration.

L'instrumentation est étudiée afin d'avoir un temps de réponse le plus faible possible.

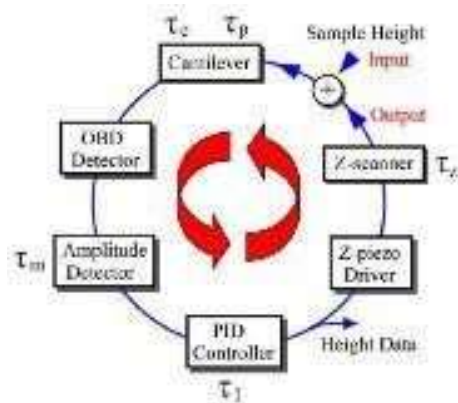


Figure 15 Représentation de l'asservissement du système pièzo [4]

- **Applications biologiques:**

Il s'agit d'observer les changements structurels et les interactions dynamiques entre les molécules. Les protéines motrices ou moteurs protéiques sont des complexes biologiques très sophistiqués capables de convertir l'énergie chimique (hydrolyse de l'ATP) en travail par modification de leur conformation.

Il en existe quatre groupes : les myosines associées aux filaments d'actine, les kinésines et les dynéines associées aux microtubules et enfin les enzymes se déplaçant sur l'ADN ou l'ARN (ARN polymérase). Comprendre le mécanisme de fonctionnement de ces complexes n'est pas simple ; il faut connaître leur action physiologique (microscopie optique et étude biochimique), leur structure atomique (cristallographie), la cinétique d'hydrolyse de l'ATP (étude biochimique), la dynamique structurelle en action et enfin la relation entre tous les précédents points. La dynamique est le point le plus complexe à étudier.

Le comportement de la myosine V se déplaçant le long des filaments d'actine est principalement étudié par microscopie optique. Ainsi, il a été découvert l'utilité de l'ATP dans le déplacement ; la myosine demeure cependant invisible par cette voie d'observation et a donc été visualisée en microscopie électronique dans un état figé. **Le nouvel outil développé par Ando a permis de visualiser directement le déplacement de la myosine sur l'actine, comme décrit dans le schéma ci-dessous. Les observations réalisées avec l'AFM rapide d'Ando [11] ont donc prouvé les spéculations concernant le mouvement de cette protéine.**

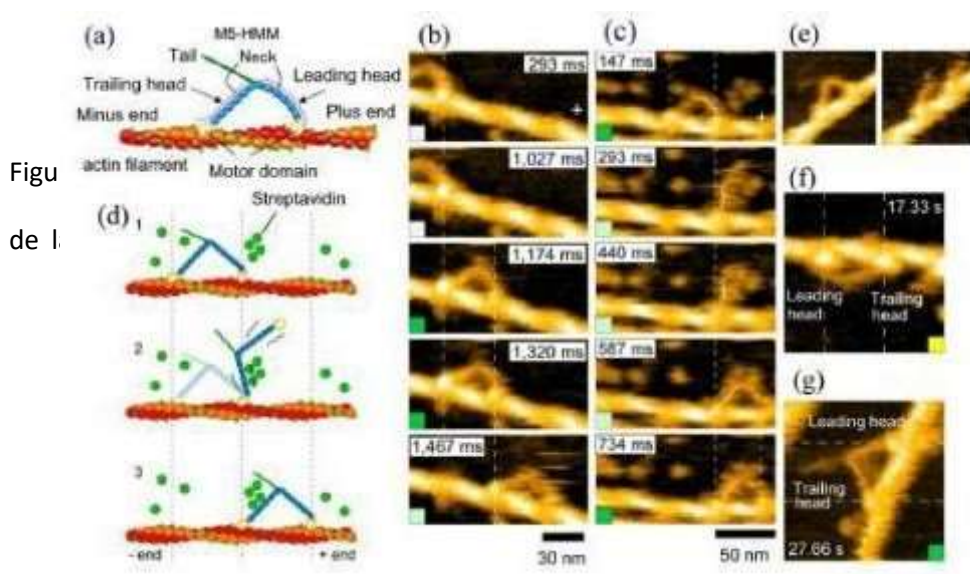


Figure 16 Représentation du mouvement de la myosine V [4]



Sur le plan international, à l' image des équipes d' Ando, plusieurs équipes ont réalisés des travaux très importants dans le domaine comme en témoigne la carte ci-dessous. Nous allons faire une analyse rapide de certains de leurs travaux.

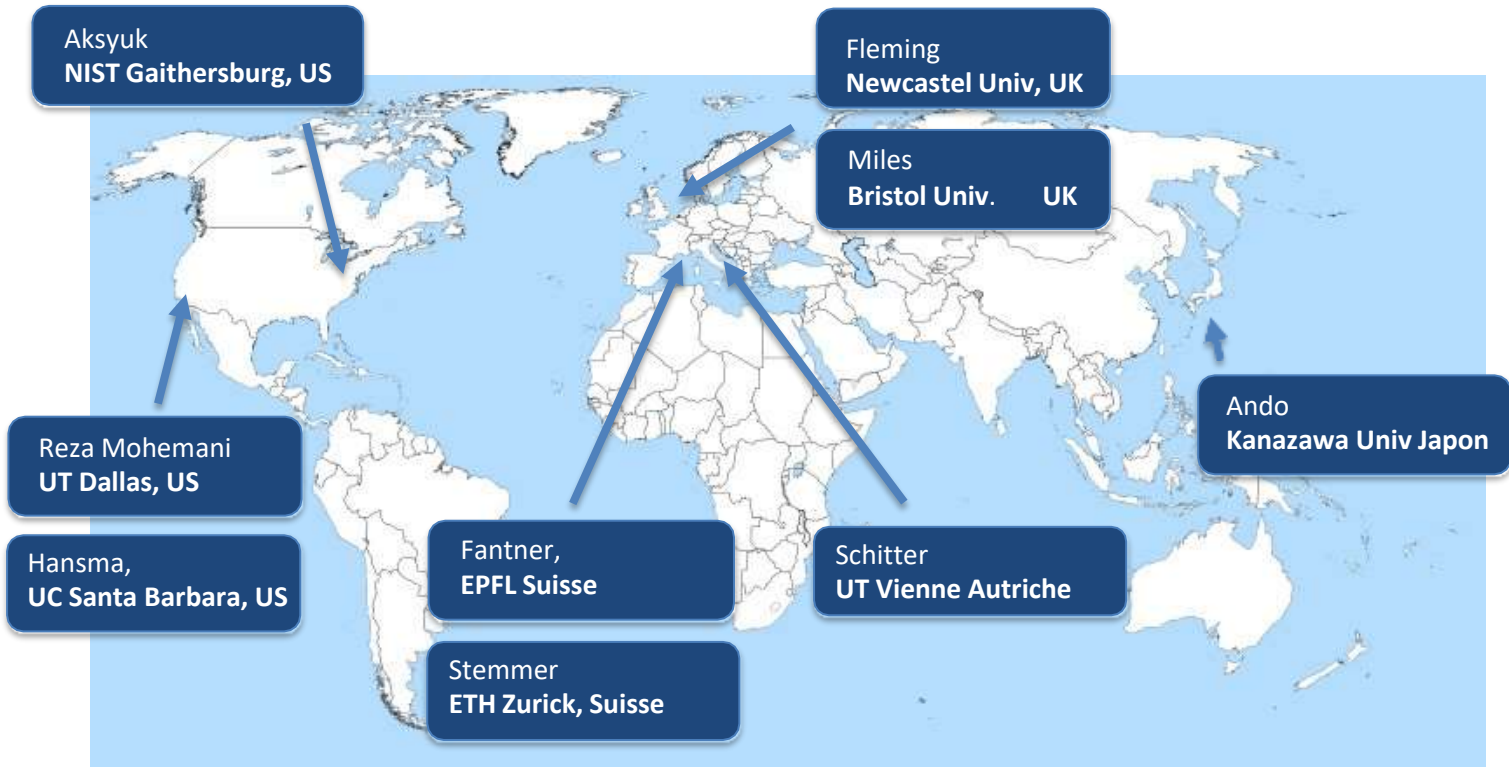


Figure 17 Différentes équipes travaillant sur l'AFM rapide dans le monde

## II.4.2 Descriptif des travaux de J. Fleming [12]:

L'équipe de Fleming publie en 2010 des travaux reprenant le système avec le double piezo monté Z proposé par Ando.

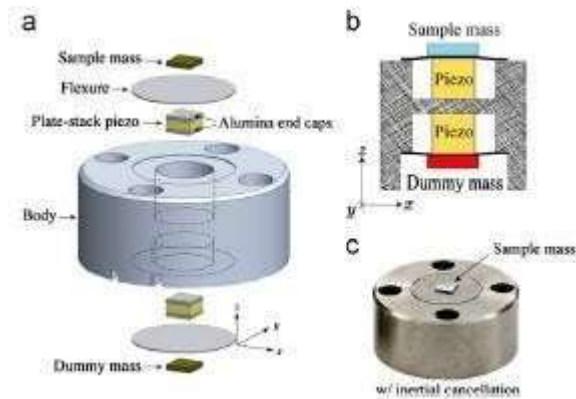


Figure 18 Assemblage et photographie du système piezo Z [12]

En modifiant le balayage par une trajectoire sinusoïdale plutôt qu'une trajectoire triangulaire conventionnelle, le nouveau mode de scan permet d'augmenter la fréquence d'acquisition de 1Hz à 200Hz.

A ces vitesses, un système de positionnement en Z ne permet pas d'assurer des mesures correctes sur les topographies très rugueuses. Un nouveau système a donc été placé pour un asservissement rapide du piezo Z passé de 83Hz à 67KHz, permettant une acquisition de 800 fois plus rapide qu'avec un équipement conventionnel : le temps d'acquisition est passé de 3 min à 1sec.

L'instrumentation et l'acquisition de l'image ont été développées sur LabVIEW.

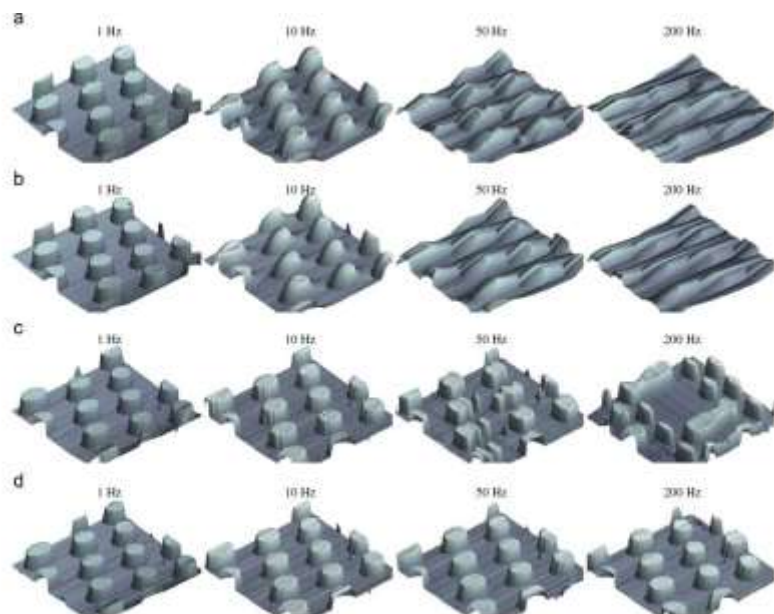


Figure 19 Comparaison des performances [12]

Fig. 9. A comparison of imaging performance with different scanning and vertical feedback techniques. The sample is a BudgetSensors HS-1004HC calibration grating imaged in constant-force contact-mode scan with a range of  $20 \times 20 \mu\text{m}$ . The feature height is 116 nm. (a) Standard vertical feedback with triangular scanning, (b) standard vertical feedback with sinusoidal scanning, (c) high-speed vertical feedback with triangular scanning, and (d) high-speed vertical feedback with sinusoidal scanning.

### II.4.3 Descriptif des travaux de M.S. Rana [13]:

L'étude porte sur le comportement des piezos dont la fonction est de déplacer l'échantillon sous la pointe lors du balayage X, Y et l'asservissement en position Z afin de maintenir la distance pointe surface constante.

Cependant, à haute la vitesse de déplacement le système PTS (Piezo Tube Scanner) n'a pas une réponse linéaire, a une réponse avec de l'hystérésis et est soumis à des modes de résonance qui se traduisent par la vibration du système.



Figure 20 HS AFM développé par l'équipe de Rana [13]

Pour améliorer la performance de l'AFM, des techniques ont permis un meilleur contrôle et une meilleure stabilité du PTS : positive position feedback (PPF), interactive Learning control (ILC) et mouvement predictive compensation (MPC).

Les hystérésis sont modélisées par un complexe Preisach pour concevoir un dispositif réduction des hystérésis. Cependant, ce système produit des distorsions dans les images numérisées à des fréquences élevées car il ne corrige pas les mesures pour amortir le mode de résonance. Un système de calcul compense l'effet de fluage et le balayage type Cycloid permet des mesures plus rapides et moins déformées par tous les effets qu'avec un balayage en mode « zig-zag ».

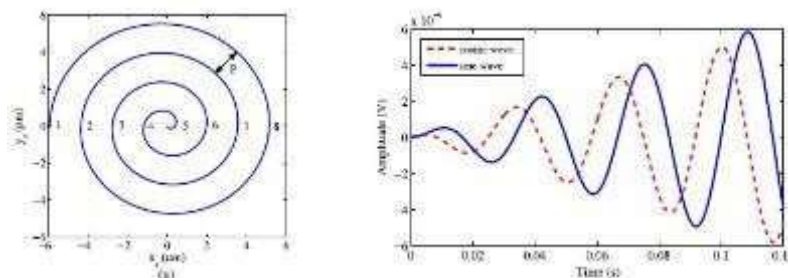


Figure 21 Mapping du nouveau balayage proposé par Rana [13]

L'utilisation du balayage en spirale couplé au contrôle MPC et au filtre coupe bande permettent une imagerie rapide. Les résultats expérimentaux indiquent que les mesures sont plus stables en dynamiques avec ces nouvelles techniques.

## II.4.4 Travaux de l'équipe de Vladimir Aksyuk [14]:

Ce projet porte sur la fabrication de Microsystème Opto Electromécaniques dont le mouvement du cantilever ultrasensible permet de nombreuses applications pour la détection de masse, de force, de résonance magnétique ou encore pour de la détection optique.

L'équipe a en effet réussi à réduire la taille du cantilever à des dimensions nanométriques au moyen des technologies conventionnelles de microélectronique (lithographie e-beam, gravure isotrope du silicium, etc.). Ce procédé technologique améliore la sensibilité du cantilever pour des applications en microscopie à force atomique.

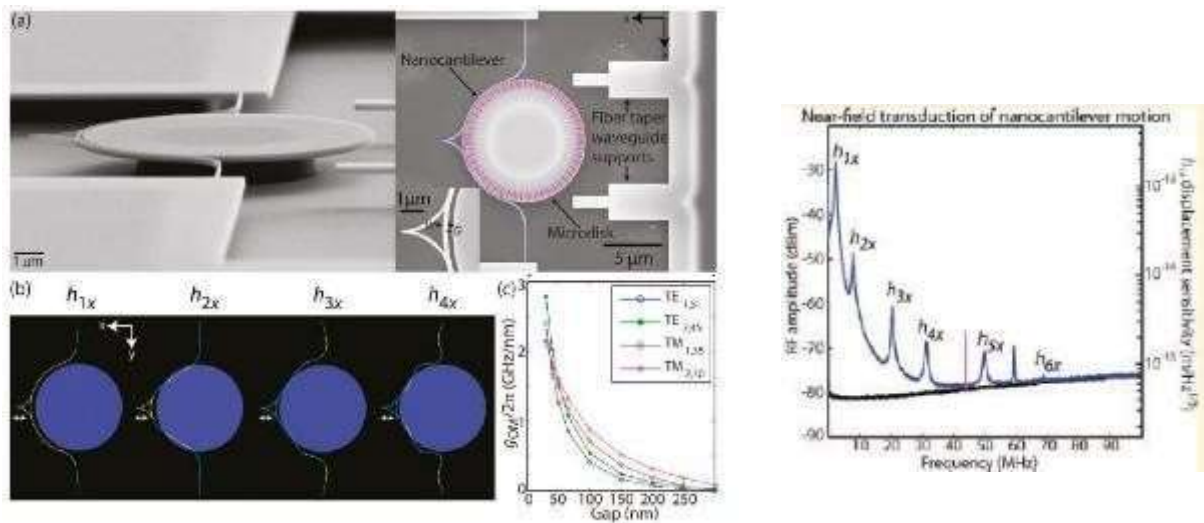


Figure 22 Images SEM et mesures des fréquences de résonance [14]

Ici, l'équipe a réussi à réaliser une transduction optique sensible dans une cavité monolithique constituée d'une pointe très fine et séparée d'un micro-disque par un intervalle nanométrique.

Le facteur de qualité de ce dispositif est de  $Q \approx 105$ . L'excitation thermique du cantilever le fait vibrer à des fréquences de plusieurs mégahertz avec une sensibilité de déplacement de  $\approx 4.4 \cdot 10^{-16} \text{ m} / (\text{Hz})^{1/2}$  et une bande passante  $> 1 \text{ GHz}$ . Le montage est décrit dans le schéma ci-dessous.

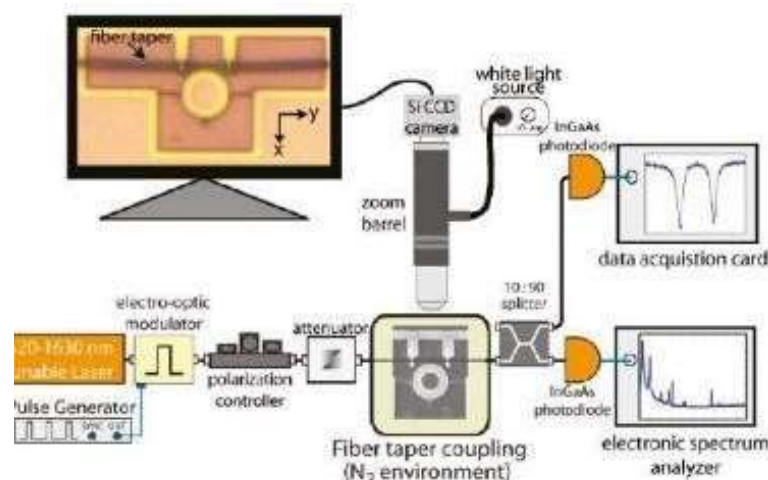


Figure 23 Schéma du dispositif de Aksyuk [14]

## I.5 Equipements AFM rapides commerciaux :

Les avancées des développements dans le domaine de l'AFM rapide ont permis la réalisation de nombreux prototypes d'équipements. Dans cette partie, nous allons rappeler les spécifications techniques de l'HS-AFM d'Ando qui est le premier outil à dépasser le stade de prototype.

Nous verrons que certains fabricants commencent à proposer des outils similaires. Par exemple, la bande passante des pointes de l'équipement Bruker Fastscan est plus élevée que 60KHz. Nous ferons également un comparatif des différents types de pointes commerciales proposées pour l'AFM rapide.

### II.5.1 Présentation du « Fastscan » de Bruker :

La société Bruker commercialise des AFM conventionnels. Depuis 20011, elle propose l'équipement Fastscan qui est capable d'imager avec à une image par seconde.



Figure 24 Modèle AFM Bruker Fastscan [15]

Le Fastscan reprend le modèle des AFM classiques

#### • Cantilever :

La pointe a une fréquence de résonance de 1.3MHz dans l'air et entre 250kHz à 500kHz dans les liquides.

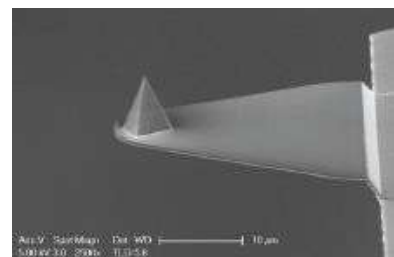


Figure 25 Pointe de l'AFM Bruker Fastscan [15]



- **Système de déplacement :**

Le balayage au moyen de platine de déplacements est à 2,7KHz selon les axes X et Y ce qui permet d’imager une image de 100 lignes par seconde.

La figure ci-dessous représente les mouvements hors du plan inférieurs à 3nm sur 30µm et les mesures dynamiques d’amplitude en X et Y stables jusqu’à 2KHz.

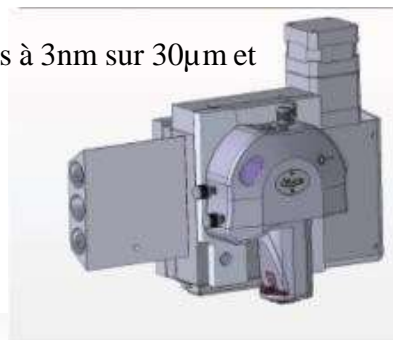


Figure 26 Tête du Bruker Fastscan

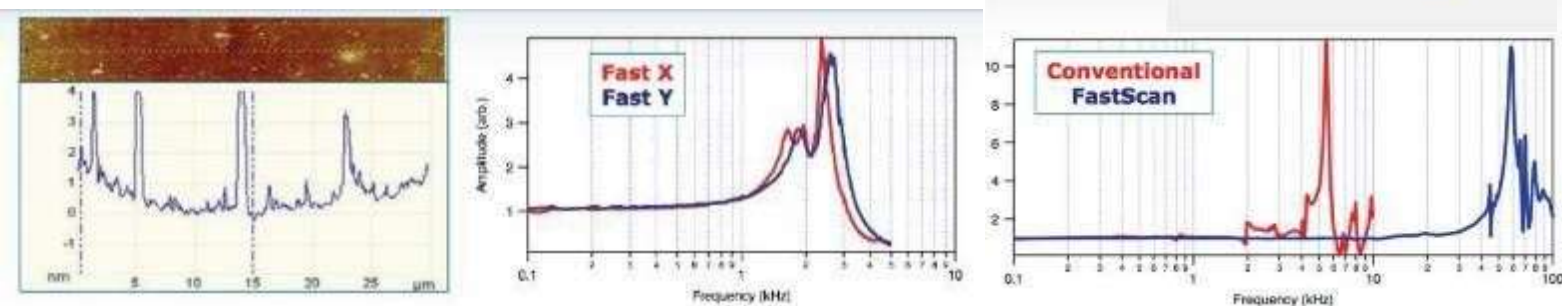


Figure 27 Mesures statiques a) et dynamiques b) déplacements en X Y et c) [15]

La résonance Z du système de déplacement est supérieure à 60KHz (voir figure ci-dessus) ce qui permet des mesures à 50KHz sur une gamme de mesures jusqu’à 3µm maximum.

- **Spécifications des deux équipements :**

Appareil :	Bruker Fastscan	RIBM Modèle Ando
<b>X, Y Scan Size (en µm)</b>	35 x 35 (30µm min)	0,7 x 0,7
<b>Résolution X, Y (en pm)</b>	20	Pas d’information
<b>Z Scan Size (en µm)</b>	3	0.4
<b>Résolution Z (en pm)</b>	30	Pas d’information
<b>Système de déplacement X, Y, Z</b>	Piezo PI Nanoscope	Piezo
<b>Fréq. résonance pointe (Hz)</b>	1,4MHz (Air)	3,5MHz (Air)
<b>Taille de la pointe (rayon)</b>	5nm	10nm
<b>Méthode de détection</b>	OBD	OBD
<b>Acquisition (image/sec)</b>	1	12.5

Tableau 1 Tableau comparatif des systèmes AFM rapides commerciaux

## II.5.2 Pointes commerciales :

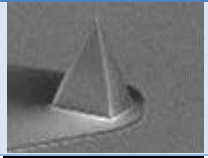
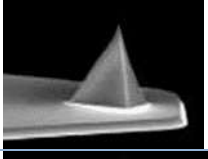
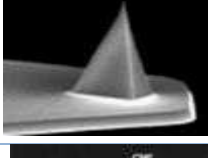



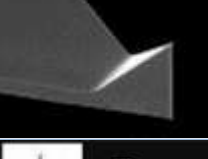
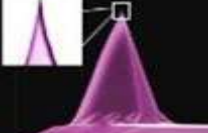
Fabricant ref	Constante de raideur :	Fréq. de resonance : (en Hz)	Pointe : R. de courbure (en nm)	Pointe : Matériau	Image
<b>Bruker Fastscan A</b>	17	1400	5	Nitruure de Si.	
<b>Bruker Scanasyst Fluid+</b>	0,7	150	2	Nitruure de Si.	
<b>Bruker 0,35 SNL-10 A</b>	0.35	65	2	Nitruure de Si.	
<b>Olympus Biolever BL-AC10FS-A2</b>	0.1	1500	7	Nanofibre carbone	
<b>Olympus Biolever BL-AC10DS-A2</b>	0,1	1500	24	Nitruure de Si	
<b>Olympus Biolever OMCL-AC55TS-B3</b>	85	1600	7	Silicium dopé N	
<b>Nanoworld Arrow UHF</b>	/	2000	10	Silicium dopé	
<b>Nanoworld USC FS K30</b>	30	7000	10	Carbone (HDC/DLC)	
<b>Asylum Asyelec-02</b>	42	3000	28	Silicium	
<b>Nanoscience ACT-SS-10</b>	40	300	2	Silicium	

Tableau 2 Tableau comparatif des pointes commerciales

## I.6 Contexte national :

Les activités de recherche sur l'HS-AFM ont été menées par différentes équipes dans le monde depuis les années 1990. Beaucoup d'équipes ont repris les avancées majeures et l'outil développé par l'équipe d'Ando, particulièrement en France notamment, dans le cadre de projets ANR PNANO HS-NANOBIO-IMAGING et PCV HS-BIO-AFM où le microscope d'Ando a été amélioré au niveau de la vitesse d'exécution, des pointes nano et l'intégration de microscopie par fluorescence pour la caractérisation de protéines.

Ces laboratoires sont souvent cités pour leurs travaux dans le domaine de l'AFM rapide pour l'imagerie biologique : l'équipe du Pr Éric Lesniewska de l'Institut Carnot de Bourgogne à Dijon, l'équipe du Dr. Pierre-Emmanuel Milhiet du CBS de Montpellier et l'équipe du Dr. Simon Scheuring de l'Inserm U1006 à Marseille.

D'autres équipes ont davantage orienté leurs études dans le développement de l'instrumentation : l'équipe NAM6 de M. Faucher sur l'IEMN à Lille, les équipes de J.P. Salvetat CRPP et J.P. AIME CBMN sur Bordeaux ainsi que les équipes de S. Gauthier au CEMES (ANR NANOSENS) et **B. Legrand au LAAS (ANR Olympia) à Toulouse** pour lequel nous décrivons les choix technologiques dans la partie suivante.

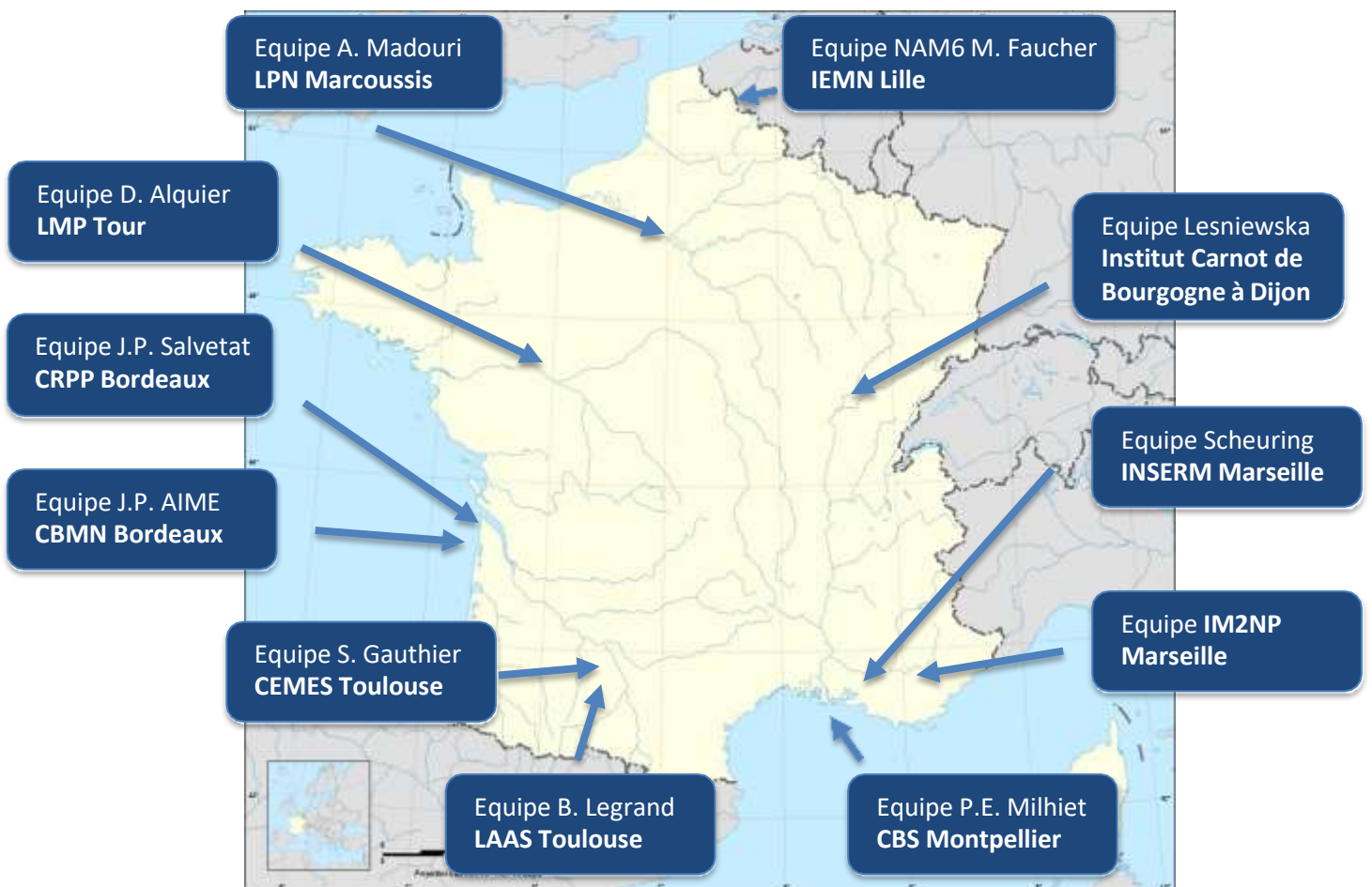


Figure 28 Cartographie des programmes d'HS-AFM en France :



## II.6.1 Travaux de l'équipe de S. Gauthier (CEMES) [16] :

Dans le cadre du projet ANR Nanosens avec le LPN Marcoussis, IM2NP Marseille, Novasic Le Bourget, CHREA Valbonne et LMP Tours, l'équipe a développé des pointes type cantilever en carbure de silicium pour de la microscopie à force atomique haute fréquence sur une puce avec excitation et détection intégrés [12].

La déflexion de la pointe est détectée par une variation de la piezo-résistance de pistes métalliques intégrées sur la pointe. L'oscillation de la pointe est réalisée par excitation thermo mécanique au moyen d'autres pistes métalliques présentes sur la pointe.

### • Développements des pointes en SiC:

Les couches en SiC ont été développées au CHREA avec le support de la société NovaSiC impliquée dans le projet. Les équipes de M. Zielinski ont étudié l'influence des conditions d'élaboration sur les propriétés mécaniques (module de Young). La figure ci-dessous représente des cantilevers élaborés avec différents flux de silane injecté pendant la montée en température entre la carbonisation et la croissance.

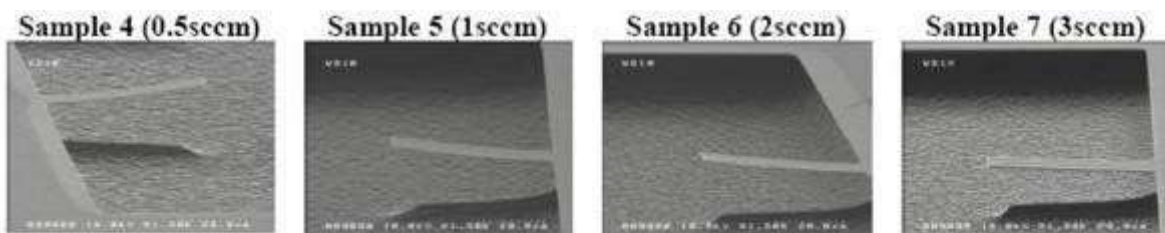


Figure 29 Images SEM de cantilevers élaborés avec différents flux de silane [16]

### • Travaux sur la microfabrication des cantilevers :

D'autres travaux sont menés sur le procédé de fabrication au niveau de la lithographie au moyen de masque « dur » et l'étape de gravure plasma isotrope. Le procédé de fabrication des pointes avec l'excitation et la détection intégrées est réalisé conjointement entre A. Madouri du LPN Marcoussis et l'équipe de Daniel Alquier sur la plateforme Greman du LMP sur TOUR.

Les pointes ont été réalisées avec les techniques d'élaboration et de mise en forme des matériaux en salle blanche. Les figures suivantes représentent les dimensions du cantilever en SiC libéré (35 $\mu$ m en longueur et 6 $\mu$ m en largeur).

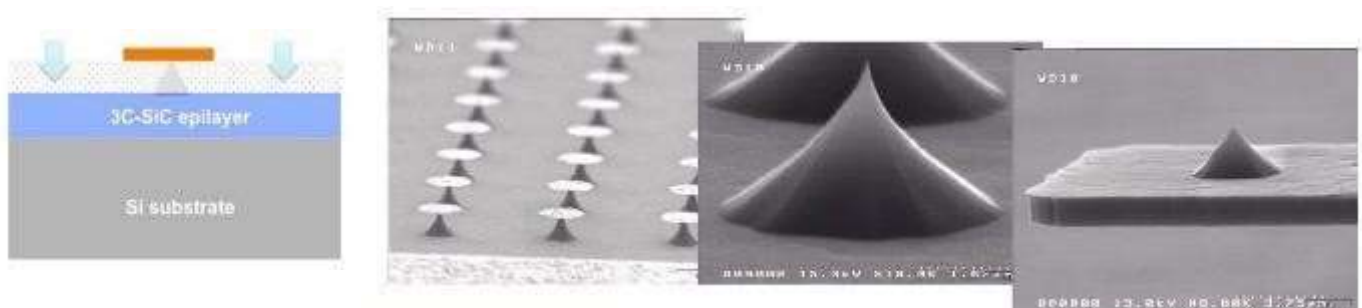


Figure 30 pointes en SiC fabriquées avec les procédés de microfabrication [16]



• **Observations par microscopie à effet tunnel :**

Les observations ci-dessous ont été réalisées avec l’outil développé par le consortium. Elles représentent des molécules de castarphene adsorbée sur du Cuivre (1 1 1) imagées avec l’outil par effet tunnel à basse température et par AFM en mode sans contact. Les deux techniques permettent d’observer la molécule à des résolutions atomiques.



Figure 33 Observations STM de la molécule adsorbée

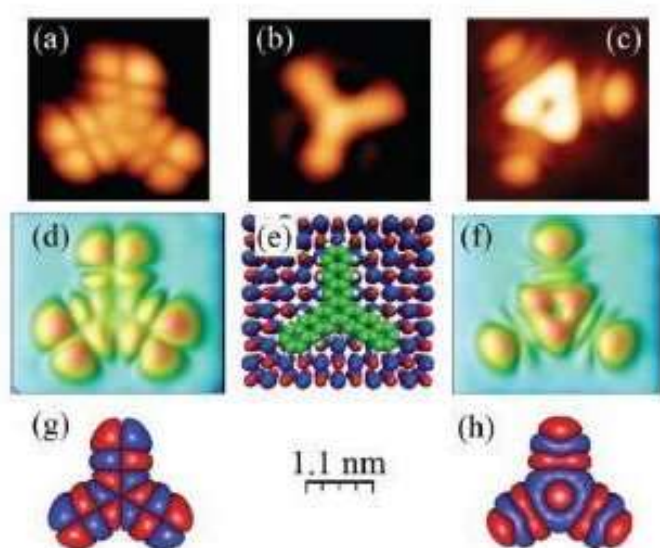


Figure 5. (a-c) Constant-current STM images of a DS molecule adsorbed on NaCl/Cu(111). Imaging conditions: (a)  $I_t = 2$  pA,  $V_t = -2.7$  V, (b)  $I_t = 3$  pA,  $V_t = 1.1$  V, (c)  $I_t = 3$  pA,  $V_t = 1.6$  V. (d) and (f) Calculated images from the model shown in (e). (g) and (h) HOMO and LUMO of the free molecule calculated for an electron density of  $10^{-5}$  Å<sup>-3</sup>. The scale is the same for all the images.

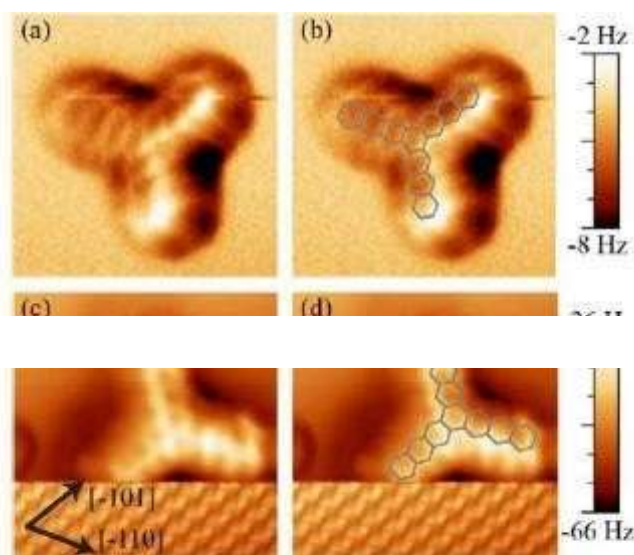


Figure 3. Constant-height images of the frequency shift over a DS molecule adsorbed on Cu(111) obtained with two different tips. Size:  $3 \times 3$  nm. Imaging conditions: (a) and (b)  $V_t = -800$  mV,  $A = 100$  pm. (c) and (d)  $V_t = 0$  V,  $A = 30$  pm.

Figure 34 Observations STM. G et h, modèles calculés des molécules

## II.6.2 E. Lesniewska, l'Institut Carnot de Bourgogne [18].:

Un prototype de microscope à force atomique à haute-vitesse a été développé en partenariat avec l'équipe du Professeur T. Ando à l'Université de Kanazawa (Japon). Le professeur étant une référence dans le domaine, son microscope a été installé à l'institut Carnot de Dijon dans le cadre d'un projet ANR PNANO 2008 HS nanobio-Imaging. L'outil permet l'observation en AFM rapide à des vitesses de balayage identiques aux vitesses vidéo : 25-50 images/s, en milieu liquide.

Le dispositif prévoit plusieurs améliorations : nouvelle boucle d'asservissement, domaines de balayage augmentés. La haute résolution est, quant à elle, assurée par des leviers miniaturisés munis de sur-pointes en carbone. Parallèlement à l'innovation du microscope en lui-même, des modules complémentaires ont été développés : module pousse seringue et module chauffant.

Le potentiel de ce prototype, développé dans le cadre d'un programme, montre des chocs thermiques sur une petite protéine : la protéine sHsp Lo18. L'utilisation des techniques de microscopie couplée à des études biochimiques sur ce modèle protéique a permis d'appréhender l'effet des surfaces sur l'adsorption et la dynamique des complexes biologiques.

Les figures suivantes représentent le principe de fonctionnement du système et l'intégration des éléments.

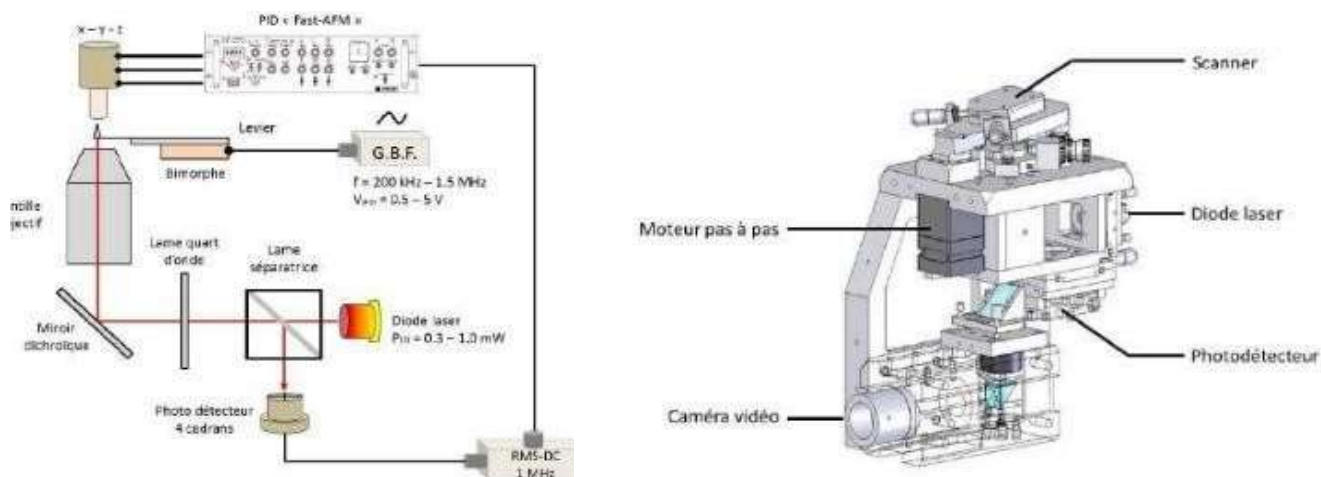


Figure 35 Principe et plan de l'outil développé [18]

La conception mécanique du microscope est différente de celle des microscopes AFM commerciaux. La configuration est inversée et l'échantillon se déplace au-dessus d'un ensemble levier-pointe. La figure suivante représente la partie mécanique permettant l'asservissement en position Z du substrat, cette partie est composée de 2 piezos. Les travaux de professeur Ando ont démontré une meilleure précision sur le positionnement du substrat car les deux piezos sont en opposition, ceci annule les effets d'inertie et permet d'éviter les modes d'excitation parasites du montage.

L'observation de myosine V a été obtenue à douze images par seconde avec un balayage de 240 nm.

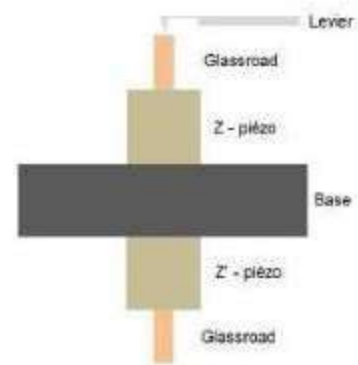


Figure 36 Nouveau système de déplacement piezo Z rapide développé par Ando



### II.6.3 Apport des MEMS, travaux réalisés par l'IEMN Lille [19]:

Les MicroSystèmes ElectroMécaniques (MEMS) en silicium offrent de larges possibilités de géométries et de modes de vibration. Ils intègrent des transductions électromécaniques et bénéficient des techniques rodées de la microfabrication collective sur silicium. La conception d'un résonateur MEMS destiné à la microscopie AFM nécessite de prendre en compte les critères énoncés précédemment afin de déterminer une géométrie adaptée.

L'IEMN-CNRS-Lille a une solide expérience dans le domaine des résonateurs MEMS [19]. L'équipe NAM6 développe de nouveaux types de sondes en forme d'anneau vibrant sur le mode elliptique. Elle est présentée sur la Figure 48 ci-dessous.

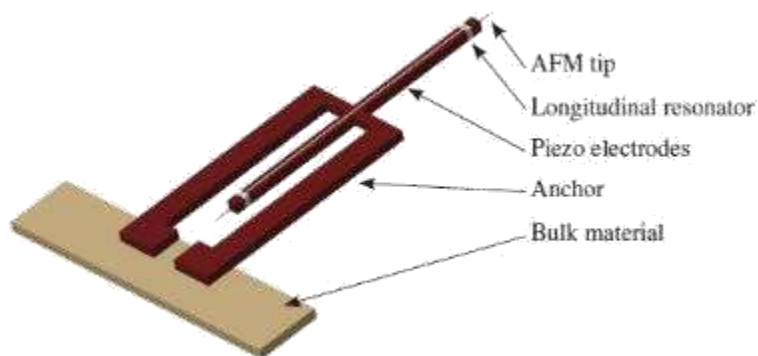


Figure 37 Exemple de sonde AFM dite Kolibri sensor

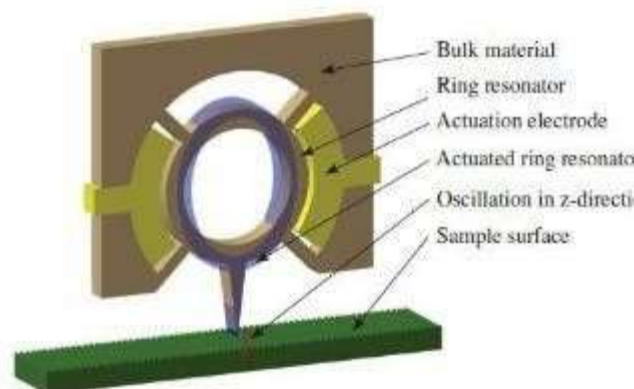


Figure 38 Sondes MEMS AFM développées par l'IEMN [19]

La fréquence de résonance de 100 MHz est atteinte pour un diamètre de 20  $\mu\text{m}$ , ce qui ne pose pas de difficultés particulières de fabrication.

La technologie choisie fait appel à des substrats de type SOI, dont les épaisseurs de la couche structurale et de la couche d'oxyde enterrée sont respectivement de 5 et 2  $\mu\text{m}$ . La figure suivante décrit schématiquement les étapes de réalisations technologiques qui font appel à 7 niveaux de photolithographie.

La définition des structures, y compris les électrodes capacitives, est obtenue par un procédé de gravure profonde du silicium. Une gravure de la face arrière permet de définir les supports des sondes et d'exposer l'apex de la pointe. La libération des structures vibrantes est effectuée en fin de procédé par la gravure de la couche d'oxyde enterrée dans une solution d'acide fluorhydrique. Les pointes des dispositifs sont obtenues par une combinaison d'un masque de lithographie désorienté et d'une gravure humide anisotrope du silicium. Cela conduit à une gravure autolimitée qui conduit à un apex de rayon de courbure nanométrique, typiquement inférieur à 10 nm. [11]

• **Procédé de fabrication:**

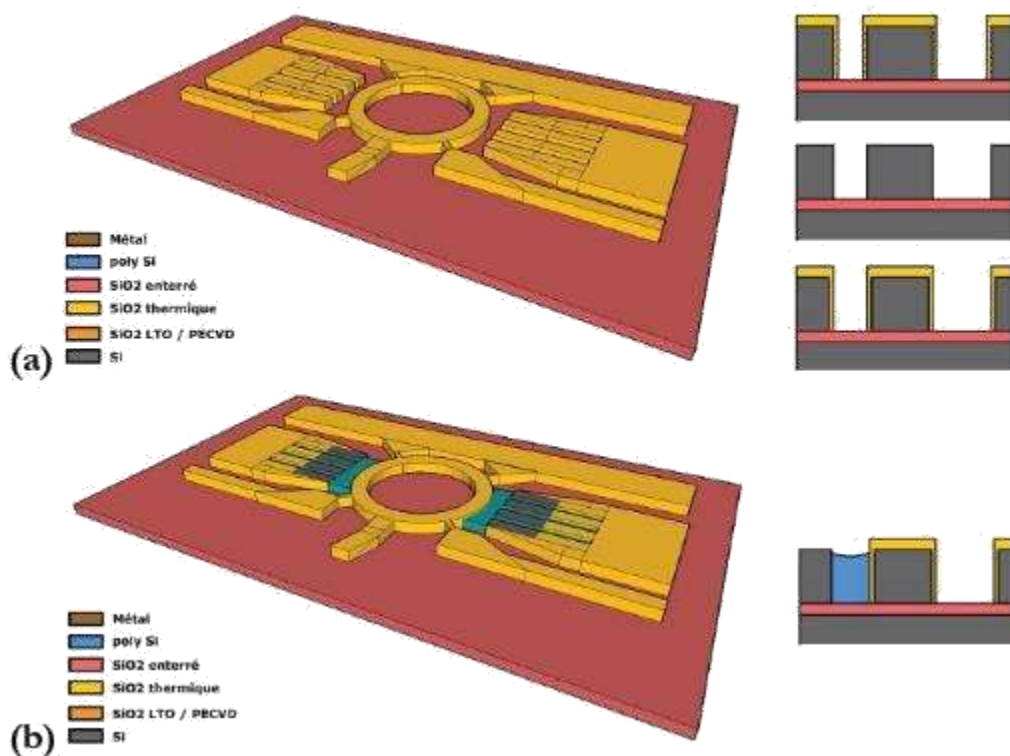


Figure 39 Description du procédé technologique [11]

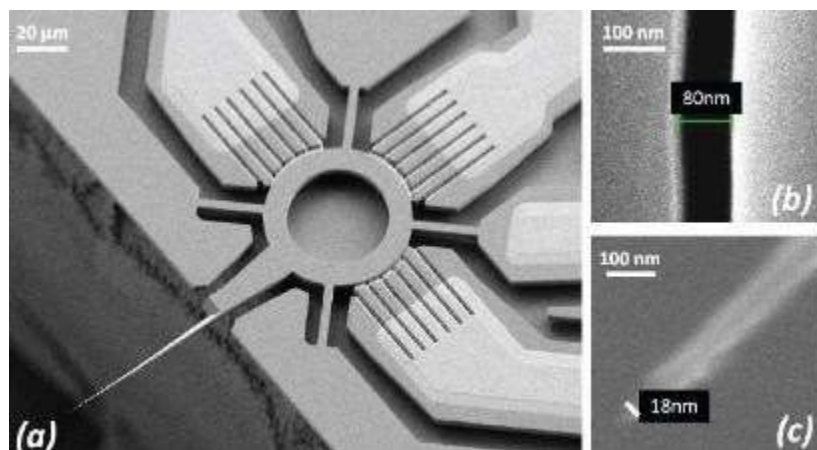


Figure 40 Image MEB des sondes MEMS AFM fabriquées à l'IEMN [11]

La Figure ci-dessous montre la vue d'ensemble du dispositif expérimental AFM réalisé à l'IEMN.

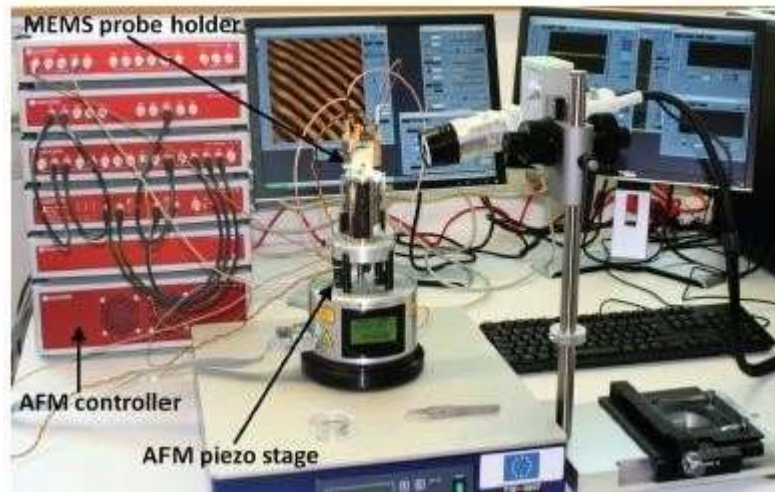


Figure 41 Vue d'ensemble du dispositif AFM [11].

Il est composé d'une base commerciale de microscope Multimode de la société Bruker-Veeco qui comporte en particulier les déplacements XYZ de l'échantillon. Cette base est associée à un contrôleur électronique de la société Specs-Nanonis. Il comporte toutes les interfaces nécessaires au pilotage du microscope, à savoir la démodulation du signal de sonde à l'aide d'une détection synchrone, une boucle d'asservissement de la distance entre la pointe de la sonde et la surface de l'échantillon, et les amplificateurs à haute tension nécessaires au pilotage des déplacements XYZ de l'échantillon.

Afin d'accueillir les sondes AFM à base de MEMS, la tête du microscope destinée à l'utilisation des leviers standards, est remplacée par un support de sonde dédié. Ce support permet le positionnement vertical de la sonde AFM MEMS et les connexions électriques [11].

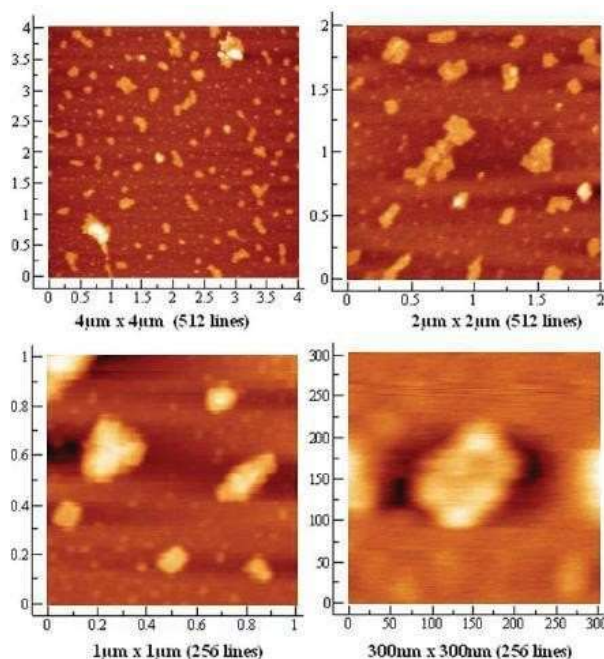


Figure 42 Images AFM d'origamis d'ADN de 2nm de hauteur [11]



La figure ci-dessus illustre des observations faites sur des origamis d'ADN. Ce sont des brins d'ADN artificiels qui, une fois fabriqués, se replient selon leur programmation pour former des motifs géométriques bidimensionnels ou tridimensionnels. Des origamis d'ADN bidimensionnels sont déposés sur une surface de mica. Idéalement, ils prennent la forme de carrés d'environ de 100 nm de côté pour une épaisseur de 2 nm. Cependant, il arrive qu'ils se recouvrent, formant des empilements moins bien définis. L'AFM est utilisé en asservissement d'amplitude avec une amplitude libre de 0,2 nm pour une fréquence de résonance de 10,9 MHz.

La figure donne un aperçu des résultats sur ces échantillons avec 4 images pour 4 niveaux de zoom. Le scan le plus grand fait  $4 \times 4 \mu\text{m}^2$  et permet d'observer l'homogénéité de l'échantillon, la répartition des origamis sur la surface et les agglomérats. Ces mêmes accumulations d'origamis sont visibles sur les zooms suivants avec les scans de  $2 \times 2 \mu\text{m}^2$  et  $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ . Une dernière image montre un origami unique sur un scan de  $300 \times 300 \text{ nm}^2$ .

Nous avons décrit les spécificités et contraintes techniques pour la conception et la réalisation d'un AFM rapide, **nous allons à présent expliquer les choix technologiques pris sur le projet Olympia pour développer l'AFM rapide dans lequel ce stage s'inscrit.**

## II Choix technologiques du projet Olympia :

### II.1 Contexte du stage :

L'AFM est un instrument fortement interdisciplinaire dans sa technique. Son principe est basé sur une **sonde vibrante constituée d'un résonateur micromécanique doté d'une pointe en interaction** avec l'échantillon à analyser. Les perturbations du signal de la sonde sont exploitées pour **asservir la distance en Z entre la pointe et la surface**. Des **nano-positionneurs piézoélectriques sont chargés du balayage XY** nécessaire à l'obtention de l'image.

Pour les développements d'AFM rapide, l'acquisition d'images à haute vitesse passe nécessairement par une **augmentation de des performances et de la bande passante de trois éléments clefs de l'AFM : la sonde vibrante, le nano-positionneur piézo-électrique Z et le système d'asservissement de l'interaction pointe- surface**.

L'**originalité du projet Olympia est basée sur de nouvelles sondes à actionnement et détection opto-mécanique**. La fréquence de résonance de ces nouvelles sondes, à 100MHz permet d'étendre la bande passante de mesure [17].

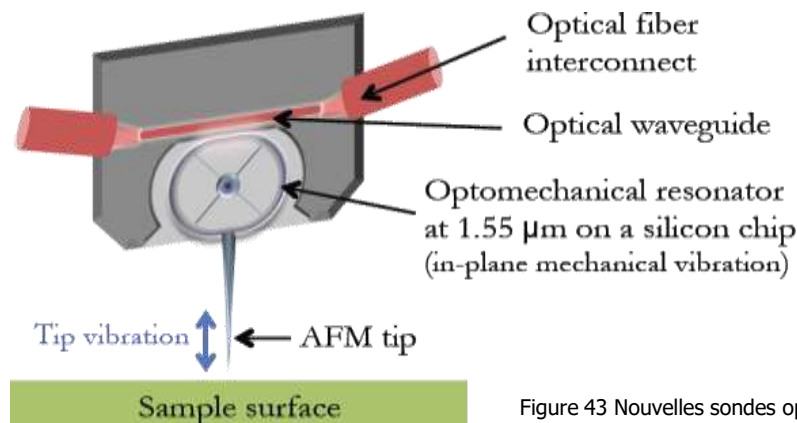


Figure 43 Nouvelles sondes opto-mécaniques [17]

Afin d'exploiter le plein potentiel de ces nouvelles sondes pour l'AFM rapide, il est nécessaire de développer dans le cadre du stage toute l'instrumentation : **le système de déplacement de nano-positionnement XYZ** et le système de traitement du signal.

Nous visons sur le stage une application d'imagerie de **100nm de côté à 10 images par seconde avec la résolution moléculaire**, l'instrument doit être doté d'une **bande passante de 100 kHz** (Annexe 1).

Il s'agit donc de développer dans le cadre du projet et du stage :

- Une **pointe AFM** à actionnement et détection opto-mécanique avec une **fréquence de résonance de 100MHz**,
- Un **nano-positionneur Z rapide** avec une course de **2µm** et une bande passante à **100kHz**,
- Intégrable sur une **platine** de déplacements nanométriques pour le balayage **XY**, avec une **course de 5µm**,
- Un **système d'asservissement** de l'interaction pointe-surface offrant une **bande passante de 100 kHz**,
- Les algorithmes de contrôle adaptés à l'imagerie AFM à haute vitesse et aux spécificités de ces nouvelles sondes en termes de fréquence de résonance et de physique de l'interaction pointe-surface.

De tels éléments ne sont pas disponibles dans les équipements AFM commerciaux (Bruker, Asylum, RIBM) et/ou ne permettent pas l'intégration des nouvelles générations de sonde à haute fréquence.

				<b>Bruker FastScan probe</b>	<b>SPECS Kolibri sensor</b>	<b>Vmicro probe</b>	<b>Olympia probe</b>
Frequency	$f$	$MHz$		1.4	1	13	<b>100</b>
Stiffness	$k$	$N/m$		10	540 000	198 000	<b>40 000</b>
Quality factor	$Q$	$in\ air$		200	27 000	760	<b>1000</b>
Thermomechanical noise displacement	$A_{th}$	$f\ m/\sqrt{Hz}$	$\sqrt{\frac{2k_B T Q}{\pi f k}}$	200	10	0.9	<b>0.8</b>
Thermomechanical noise force	$F_{th}$	$f\ N/\sqrt{Hz}$	$\sqrt{\frac{2k_B T k}{\pi f Q}}$	9	220	229	<b>30</b>
Relaxation time	$r$	$\mu s$	$\frac{Q}{f}$	140	27 000	60	<b>10</b>
Bandwidth	$BW$	$kHz$	$\frac{1}{r}$	7.1	0.04	16.6	<b>100</b>

Tableau 3 Tableau comparatif des pointes AFM rapides [17]

Ces développements nécessitent une collaboration interdisciplinaire entre les domaines de l'AFM, de la physique des surfaces et des interactions, des microsystèmes, de la conception et de la fabrication mécanique, de l'électronique numérique rapide et analogique bas bruit, de la programmation temps réel, du contrôle et de l'asservissement.

Les travaux sont conduits par différentes équipes des laboratoires partenaires sur le projet Olympia : Le CEA-LETI à Grenoble, MPQ Paris, l'IEMN Lille et le LAAS-CNRS Toulouse. Les développements sont menés sur tous les éléments que constitue le microscope : la sonde, **la platine de déplacement nanométrique (qui constitue ma contribution dans le cadre du stage)** et système de traitement du signal.

## II.2 Nouvelles sondes opto-mécaniques :

Les micro-résonateurs opto-mécaniques font l'objet d'études depuis environ 10 ans. En effet, les développements des procédés de fabrication à des dimensions nanométriques ouvrent la voie à la réalisation de composants type micro-nano-systèmes électromécaniques (MNEMS) à haut facteur de qualité. Les interactions opto-mécaniques sont suffisantes pour déplacer le MNEMS par des forces de radiations ou d'électrostriction et détecter des déplacements sub-femtométriques [17].

Le principe de fonctionnement de la détection opto-mécanique est le suivant : l'élément mécanique mobile est placé dans le plan d'un guide optique. Le déplacement mécanique de la pointe modifie la fréquence de résonance du résonateur et la modification de sa fréquence modifie la réflexion ou la transmission du signal optique passant dans le guide optique. L'intérêt de cette méthode est sa sensibilité, la résolution est inférieure à  $10^{-16} \text{m}/\sqrt{\text{Hz}}$ .

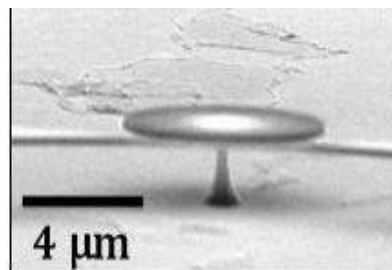


Figure 44 Micro-résonateur fabriqué sur substrat SOI [17]

Ces **sondes AFM pour l'imagerie rapide** sont obtenues avec les partenaires **CEA-LETI** et l'IEMN qui développent au moyen d'outils de micro fabrication ce type de dispositifs.

## II.2.1 Procédé de fabrication des pointes réalisées au CEA-LETI :

Les sondes sont fabriquées sur substrats 200mm en SOI. L'épaisseur du substrat est amincie à 400 $\mu$ m. La sonde et le guide optique sont mis en forme par des techniques de lithographie, gravure plasma et gravure chimique. Le micro résonateur est libéré chimiquement par gravure isotropique du SiO<sub>2</sub> pour libérer le MEMS.



Figure 45 Pointes Olympia fabriquées sur substrat SOI

Le signal optique est conduit au travers d'un guide d'onde au voisinage du résonateur. Il est émis puis transmis vers une fibre optique au moyen de motifs spécifiques « grating » pour la diffraction du signal.

Les composants sont fabriqués collectivement sur plusieurs wafers. Les structures sont définies par la lithographie électronique et lithographie par projection sur une soixantaine d'éléments de 20mm x 20mm comprenant chacun 12 cellules. Les dimensions critiques sont obtenues sur l'étape de lithographie et gravure des guides et du résonateur. La distance séparant les 2 éléments est de 500nm et doit être parfaitement contrôlée sans rugosité et effets de proximité.

La pointe est également définie à cette étape. Une étape de gravure chimique isotropique augmente la finesse de la pointe pour atteindre un rayon de courbure de l'ordre de quelques nanomètres.

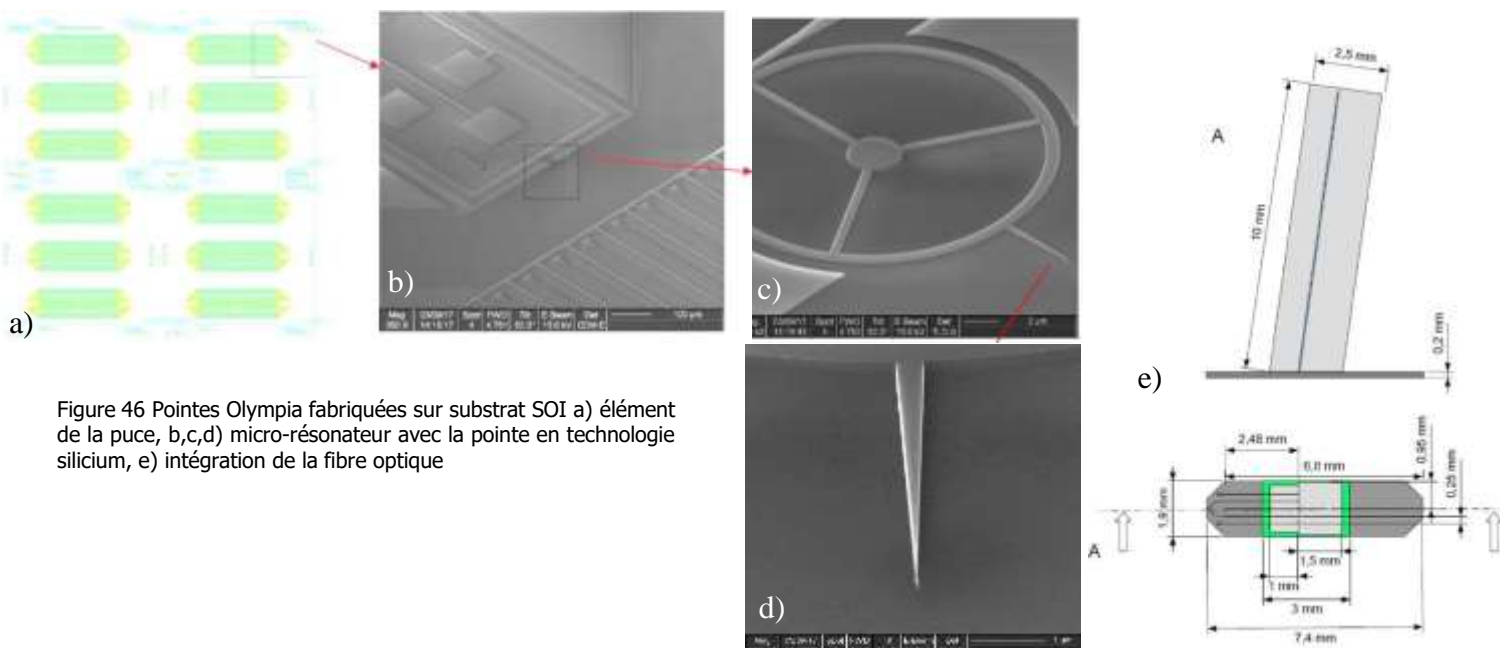


Figure 46 Pointes Olympia fabriquées sur substrat SOI a) élément de la puce, b,c,d) micro-résonateur avec la pointe en technologie silicium, e) intégration de la fibre optique

## II. 3 Platine de déplacements X, Y, Z :

La mission du LAAS-CNRS est d'intégrer sur l'AFM les sondes optomécaniques réalisées par le CEA-LETI et de développer l'instrumentation capable d'exploiter les nouvelles sondes.

**Dans le cadre de mon stage, j'ai édité un cahier des charges pour le nano-positionneur Z afin de répondre aux spécifications suivantes :**

- a. Une course en X, Y et Z : **5 $\mu$ m**
- b. Résolution en X ; Y : **1nm**
- c. Résolution en Z : **Inférieure à 0,01nm**
- d. Une bande passante : **100 kHz**

L'emploi de céramiques piézoélectriques satisfait ces critères de course de plusieurs microns avec une précision de déplacement de l'ordre du picomètre. Elles ont l'avantage d'être faciles à mettre en œuvre, elles sont compatibles avec les fréquences élevées et ont une excellente résolution sur des plages importantes. **Néanmoins, elles peuvent avoir des réponses non linéaires par rapport aux tensions appliquées, de l'hystérésis et parfois une dérive de la position dans le temps.**

**Le Picocube du fabricant Physik Instrumente est une référence** dans le domaine du nano-positionnement, ses capacités de déplacement correspondent aux besoins pour des observations AFM.



Figure 47 Picocube P-363 Physik Instrumente

Néanmoins, **le système présente une bande passante de 10Kz et aucun autre système commercial ne propose une bande passante suffisante.**

Notre choix s'est donc porté sur une solution qui est **développée en interne** au laboratoire. La platine de déplacements est constituée **2 céramiques piézo-électriques, avec une bande passante 100KHz. Elles sont intégrées dans un bloc symétriquement en opposition**, reprenant le principe d'Ando [4] pour améliorer la stabilité de l'ensemble. **Ce système est couplé à un picocube pour les déplacements grossiers.**

Un amplificateur haute tension (120 V) à 2 voies et à très bas bruit est conçu et réalisé au LAAS pour la commande des 2 piézos symétriques du système sur la bande de 100 kHz et avec une résolution de commande limitée par le bruit meilleur que 20 pm.

Un nano-positionneur Z et sa commande avec de telles performances n'existent pas commercialement et cette réalisation a permis de dépasser les réalisations connues de la littérature (Fleming, 2010).

## **II.4 Asservissement :**

Afin de réguler le signal de la sonde au moyen du système de déplacement piézo, un module de régulation électronique type Proportionnelle, Intégrale, Différentielle (PID) asservit la position z de la sonde par rapport à l'échantillon.

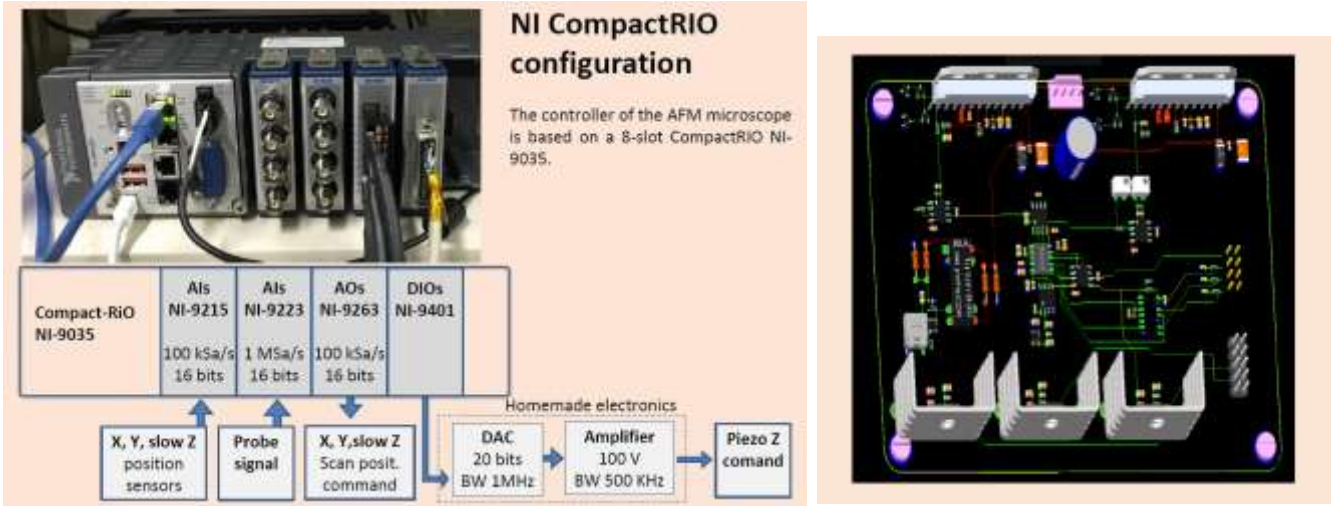
Ce système d'asservissement est développé à partir d'un système Compact-RIO (National Instruments). Il nécessite des compétences en programmation FPGA et programmation temps réel.

Le système regroupe les différents modules pour le contrôle et les commandes du picocube, du signal de la pointe et la commande du piézo rapide. Un amplificateur commercial Zurich Instruments HF2LI 128 bit 50MHz est utilisé pour l'amplification des signaux haute fréquence. Une interface web permet le contrôle des signaux.

Un module électronique de conversion numérique/analogique fonctionnant sur 20 bits à 1000 000 échantillons par seconde est réalisé pour se connecter au système Compact-RIO. Ce type de convertisseur n'existe pas commercialement pour cette gamme d'instrumentation. Il est nécessaire à la commande précise du nano-positionneur au moyen d'un amplificateur 100V également conçu et fabriqué au laboratoire par l'ingénieur en électronique du projet Denis Lagrange.



Figure 48 a) Système compact RIO ; b) Amplificateur commande Z rapide



Les algorithmes d’asservissement de l’interaction pointe-surface sont implémentés dans la partie FPGA du système pour garantir une bande passante de plus de 100 kHz.

L’asservissement des céramiques piézoélectriques est contrôlé par le système FPGA. Les opérations de traitement des commandes sont calculées en 4µs selon l’ordre: acquisition du signal de la pointe (2,2µs), calcul du PID (0,8µs) et conversion signal numérique en analogique (1µs).

L’interface de commande sous Labview 2016 a été développée par Nicolas Mauran, pour le contrôle des différentes commandes. La figure ci-dessous présente les 2 écrans pour l’interface utilisateur.

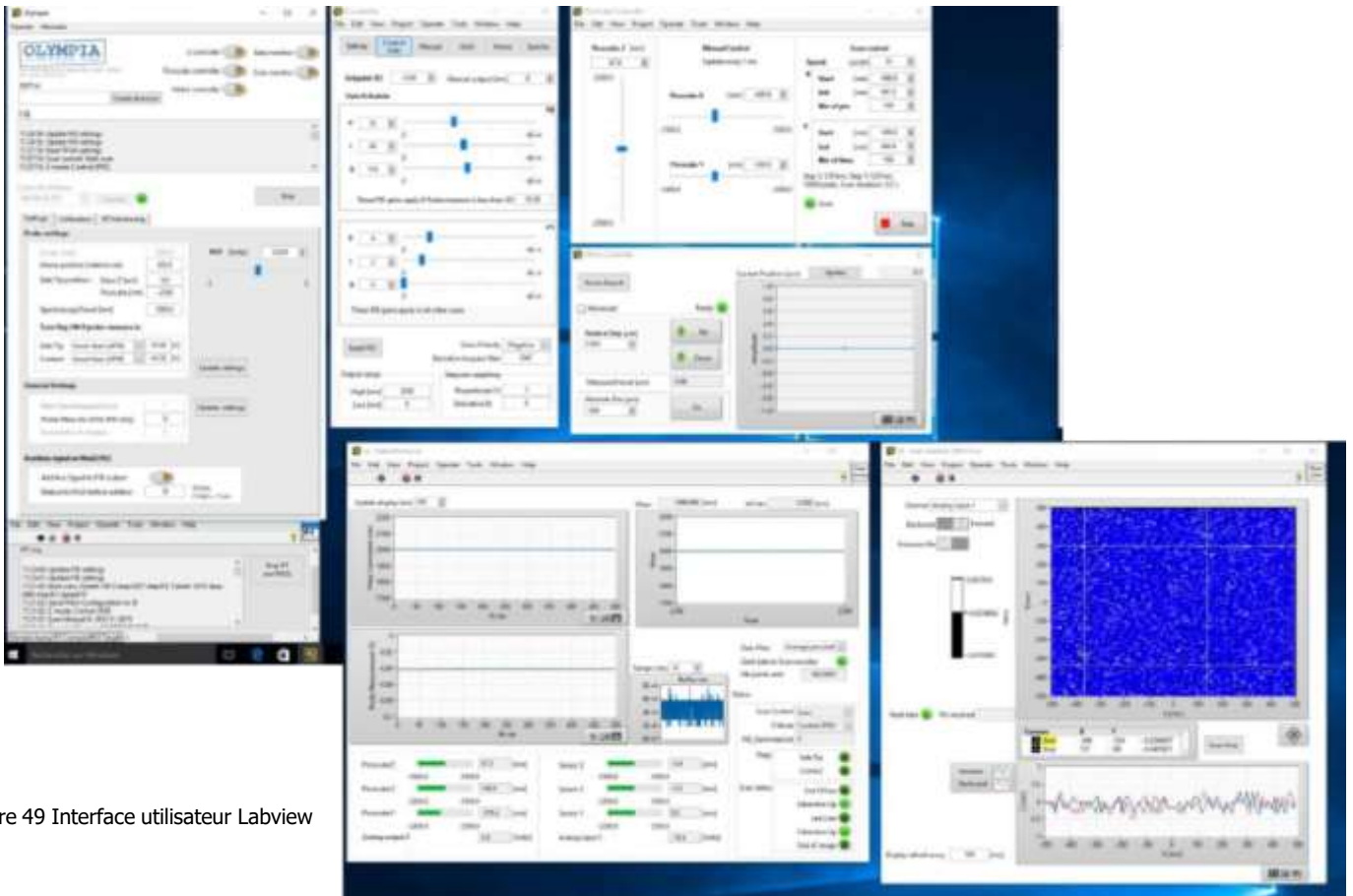


Figure 49 Interface utilisateur Labview



## II. 5 Environnement :

- **Alignement visuel de la sonde :**

Un système d'alignement grossier des sondes et des échantillons est monté. Il est composé d'une plateforme Newport ULTRAlign M-562 XYZ-LH permettant des déplacements de 12,7mm au moyen de vis micrométriques.

La plateforme est motorisée verticalement pour l'approche grossière de la pointe au moyen système Newport TRB avec un contrôleur Conex CC pour une course de 12mm et une précision de déplacement de 8 $\mu$ m.

Pour l'observation de l'échantillon et l'approche de la pointe, mon choix s'est porté sur caméra numérique Dino Lite de 5Megapixels avec un grossissement 20-220 qui permet d'observer le positionnement de la pointe sur l'échantillon avec une résolution micrométrique.

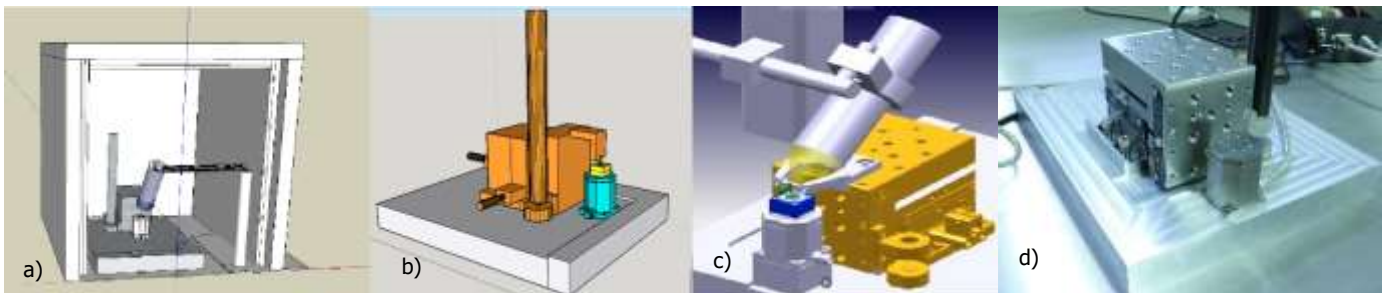


Figure 50 4 vues de l'environnement, a) caisson acoustique b) moteur Newport et la caméra c) l'ensemble complet d) photo du système de déplacement Newport et Picocube

- **Protection aux perturbations extérieures :**

Afin **d'isoler l'équipement des perturbations vibratoires**, le microscope est placé sur une plaque massive en aluminium, dans un caisson acoustique que j'ai dessiné. Le caisson est posé sur un élastomère pour réduire les vibrations mécaniques et acoustiques de l'environnement; l'ensemble est sur un support en marbre.

Le microscope est conçu aussi rigide que possible. Alors que la distance sonde surface est de l'ordre du nanomètre, l'amplitude des sources extérieures de vibration est de plusieurs ordres de grandeur. Ce sont par exemple les vibrations des bâtiments (env. 10Hz), du déplacement des personnes (env. 1Hz) et des machines, ou des vibrations acoustiques.

Le microscope est installé dans une salle en sous-sol éloignée de la voirie afin de réduire les nuisances.

**Nous avons présenté les choix techniques pris pour réaliser l'AFM rapide Olympia, nous allons maintenant décrire les travaux développés lors du stage sur le module de déplacements nanométriques dont j'ai eu en particulier la charge.**

### **III Développement de la platine de déplacements nanométriques :**

L'objectif du projet Olympia est d'instrumenter les différents éléments de l'AFM rapide : la sonde, le système de traitement du signal et le système de déplacement de nano-positionnement XYZ.

**Ma mission dans le cadre du stage** s'est portée sur ce dernier élément **pour réaliser une platine de déplacements compatible avec de l'imagerie AFM rapide** à 100kHz, une résolution latérale de 1nm et verticale à 0,01nm.

#### **III.1 Conception :**

##### **IV.1.1 Approche de la sonde :**

Une procédure d'approche de la sonde doit amener la pointe opto-mécanique à proximité de l'échantillon. La distance entre la pointe et l'échantillon doit être de l'ordre du nanomètre.

Cette précision sur le positionnement est obtenue au moyen de céramiques piézoélectriques PICMA fabriquées par Physik Instrumentele.

Afin de ne pas dégrader la pointe lors de l'approche, la montée de l'échantillon vers la sonde doit se faire de manière contrôlée avec une précision de l'ordre du nanomètre en 3 phases listées ci-dessous. Les données techniques des éléments sont détaillées en annexe 2 :

- **Approche verticale avec un moteur électromécanique Newport :**
  - **Course 12mm, précision de l'ordre de 0,5µm**
- **Alignement vertical grossier au moyen de l'axe Z du Picocube :**
  - **Course 5µm, précision 1nm**
- **Alignement vertical fin au moyen des céramiques PICMA:**
  - **Course 2µm, résolution atomique**

Equipement :	Système Newport	Moteur Newport	PI Picocube	Céramique Picma
<b>Ref modèle</b>	M-562-XYZ-LH	CONEX- TRB12CC Compact DC	Physik Instrumente PicoCube P-363-3CD	Physik Instrumente Picma PD050-31
<b>Axes</b>	X, Y, Z	Z	X, Y, Z	Z
<b>Course</b>	12,7mm	12mm	5µm	2µm
<b>Résolution</b>	Système manuel  par vis micrométriques	0,1µm	0,1nm	<b>A déterminer</b>
<b>Répétabilité</b>		0,5µm	1nm	<b>A déterminer</b>
<b>Fréquence propre</b>		2kHz	XY : 3,1kHz Z : 9,8kHz	500kHz
<b>Mécanisme</b>		Rolled lead screw	Piezo PZT PIC 255	Piezo PZT PIC 252

Tableau 4 Tableau comparatif des différents systèmes de déplacement

#### IV.1.2 Intégration du système piezo :

Afin d'améliorer la stabilité et la précision des mesures, j'ai travaillé sur un bloc piézo reprenant le concept du système double piezos symétriques d'Ando.

En effet, la fréquence élevée des déplacements de la céramique piézo Z crée des oscillations entraînant non seulement une distorsion des images, mais aussi des vibrations du support et de l'actionneur. Une façon de réduire ce problème est d'introduire et exciter simultanément un second actuateur piézo. Les forces induites par le second piézo sont opposées au premier et contrent les vibrations parasites par effet de symétrisation des efforts.

Le système que nous avons développé, dont un schéma est présent ci-dessous, doit permettre un fonctionnement avec des déplacements jusqu'à  $2\mu\text{m}$  sans résonance parasite jusqu'au moins 100kHz.

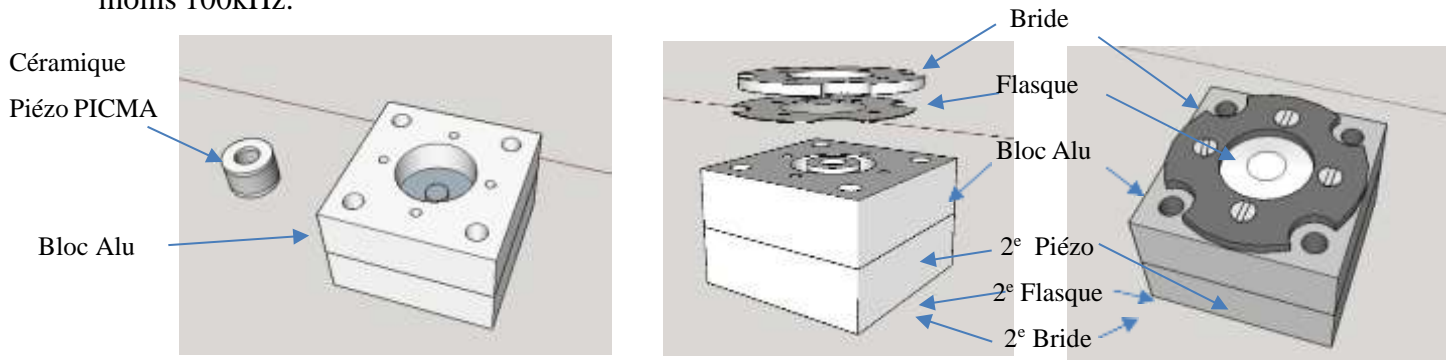


Figure 51 Bloc aluminium avec un des 2 piézos    Vue en coupe de l'intégration des piézos dans le bloc aluminium avec les 2 flasques et les 2 brides    Vue de l'ensemble « bloc piezo rapide » assemblé

**Ce système est composé d'un bloc en aluminium usiné symétriquement pour prévoir l'emplacement des deux céramiques piézos PICMA, deux flasques de précontraintes et deux brides vissées pour un maintien de l'ensemble.**

La conception du système a fait appel à des simulations par éléments finis COMSOL dans le cadre du stage Master 2 de Kadhim Daffé [24].

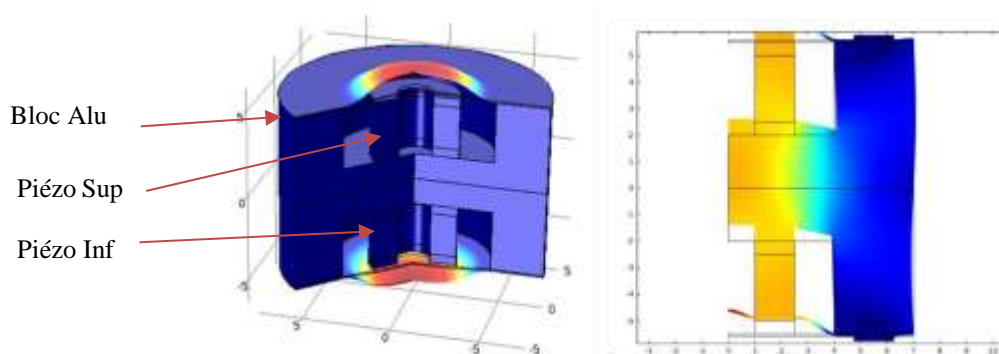


Figure 52 Simulations par éléments finis COMSOL du bloc piezo rapide [24]

L'étude sur les simulations du comportement du système a mis en évidence les premières résonances du bloc aluminium à 130kHz au niveau central de la flasque. La proximité de cette résonance par rapport à la bande passante sera étudiée lors des caractérisations.

Un amplificateur haute tension (120V) à 2 voies et à très bas bruit sera conçu au laboratoire par Nicolas Mauran et Denis Lagrange pour la commande des 2 piezos symétriques sur la bande passante 100kHz.

### III.2 Description et caractérisation du Picocube

**Avant le montage des éléments, j'ai vérifié indépendamment les différents modules afin d'assurer de la conformité des équipements par rapport aux données constructeurs.**

Le Picocube du fabricant Physik Instrumente est une référence dans le domaine du nano-positionnement. Il permet des déplacements avec une précision inférieure au nanomètre.

**Néanmoins, il présente des fréquences propres de résonance à 3kHz et 10kHz respectivement en XY et Z**, ce qui limite la bande passante de déplacement et n'est donc pas compatible avec des mesures en AFM rapide à 100kHz.

**Les caractérisations du système sont menées pour contrôler la plage de déplacement ainsi que les fréquences propres.** J'ai conduit ces mesures au moyen d'un **profilomètre Fogale ZoomSurface 3D** dont le principe est décrit ci-dessous.

- **La profilométrie optique :**

Un profilomètre optique est un instrument de mesures sans contact qui permet de réaliser des topographies de surfaces. La dénivellation maximale sur une mesure est de 500 micromètres au moyen du Fogale ZoomSurface 3D (figure ci-dessous) avec une précision de **0,3nm**.



Figure 53 Profilomètre Fogale ZoomSurface 3D présent au LAAS-CNRS

Au moyen d'un interféromètre Fabry-Pérot couplé à une caméra CCD, l'image obtenue de la surface est constituée de franges d'interférences au moyen d'une source monochromatique. La

différence de hauteur entre 2 franges est égale à  $\lambda/2$  ce qui permet de reconstituer l'image pixélisée avec une grande précision verticale dans le mode de PSI (Phase Shift Interferometry).

Pour les mesures de topographies plus importantes, le système utilise la technique d'interférométrie en lumière blanche. Au moyen d'une lumière blanche, il mesure la hauteur  $Z$  du contraste interférentiel maximum de chaque pixel de l'échantillon. Celui-ci apparaît lorsque les deux chemins optiques bleu et rouge sur la figure sont égaux. Le logiciel reconstitue la topographie de l'échantillon en attribuant pour chaque pixel une altitude  $Z$ .

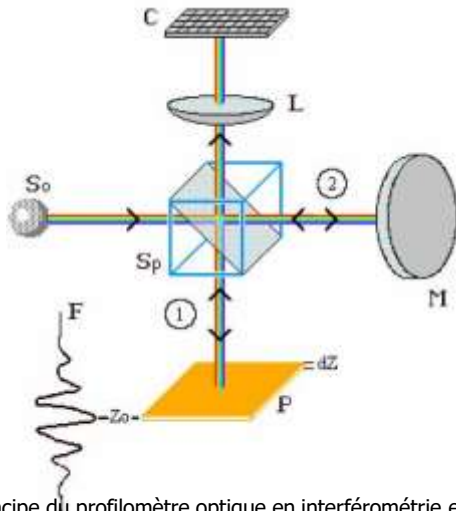


Figure 54 Principe du profilomètre optique en interférométrie en lumière blanche

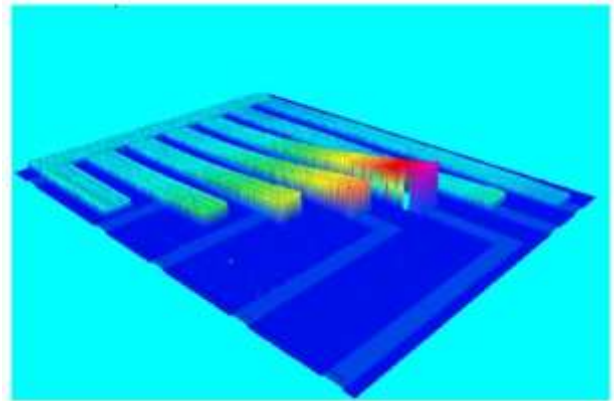


Figure 55 Mesure au profilomètre optique de structures MEMS

L'équipement dispose d'un générateur de signaux AC/DC pour des mesures statiques en analysant la différence entre deux acquisitions. Les modes de vibrations peuvent aussi être utilisés au moyen d'un module stroboscopique.

Pour les caractérisations dynamiques des systèmes piézoélectriques, nous utiliserons la méthode de mesure dite « hors-plan en mode moyenné » ou « mesure en lumière continue ». L'échantillon est relié au système vibratoire. La stroboscopie est désactivée. Cette mesure est basée sur l'évaluation du contraste des franges. Un contraste faible, donc des franges floues, indique que l'échantillon est en train de vibrer. L'amplitude du déplacement est ainsi évaluée en fonction du contraste des franges.

Le résultat de cette mesure est un graphique donnant l'amplitude de vibrations en fonction de la fréquence (voir figure suivante). Le maximum de l'amplitude de vibration est obtenu à la fréquence de résonance. Dans notre cas, l'objet analysé en vibration est un substrat silicium collé sur le picocube avec de la laque d'argent.

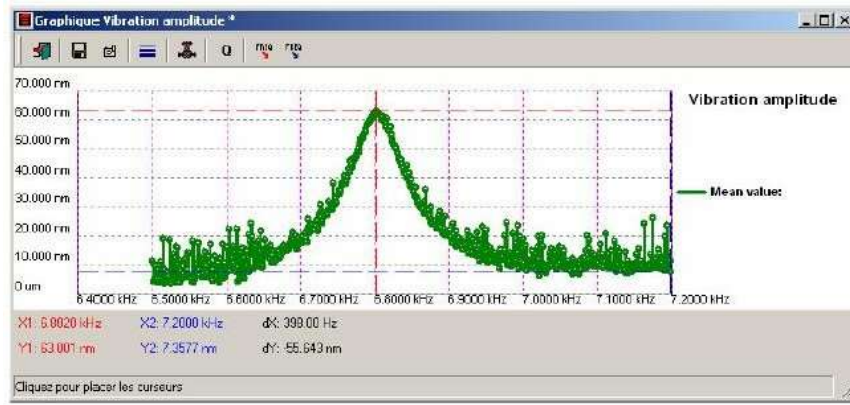


Figure 56 Mesure hors-plan en mode moyenné

• **Mesures réalisées pour la caractérisation du Picocube :**

J’ai dans un premier temps validé les déplacements sur les axes X, Y et Z à 5µm ainsi que les modes de résonance qui doivent apparaître à 3,1kHz pour les axes X, Y et 9,8kHz pour le mode Z.

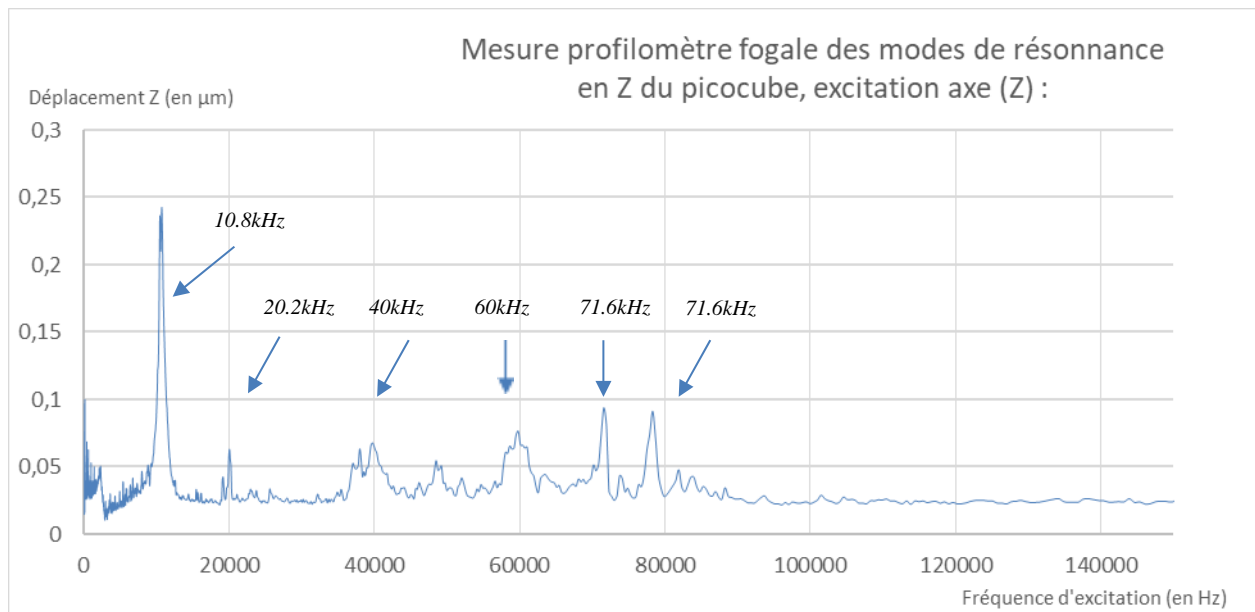


Figure 57 Déplacements Z du picocube avec une excitation de 2V en Z

L’ensemble des données constructeurs sont vérifiées. La figure ci-dessus illustre la résonance en Z du module picocube lorsque celui-ci est en mouvement, 2V d’excitation, soit 20nm. Nous pouvons observer une **résonance à 10,8kHz** au lieu de 9,8kHz sur la fiche technique du fabricant.

J’ai également observé d’autres modes de résonance à 20,2kHz, 40kHz, 60kHz, 71,6kHz et 78,3kHz.

**Les mesures identiques sont réalisées sur les autres axes. Ces mesures valident les données constructeur.**



On souhaite également valider la stabilité du picocube en Z pendant le fonctionnement du microscope, c'est-à-dire avec un balayage du scan en X (5 $\mu$ m, 1000Hz). Pour cela, j'ai réalisé une mesure profilomètre avec une excitation de 2V en X et Y, figures ci-dessous.

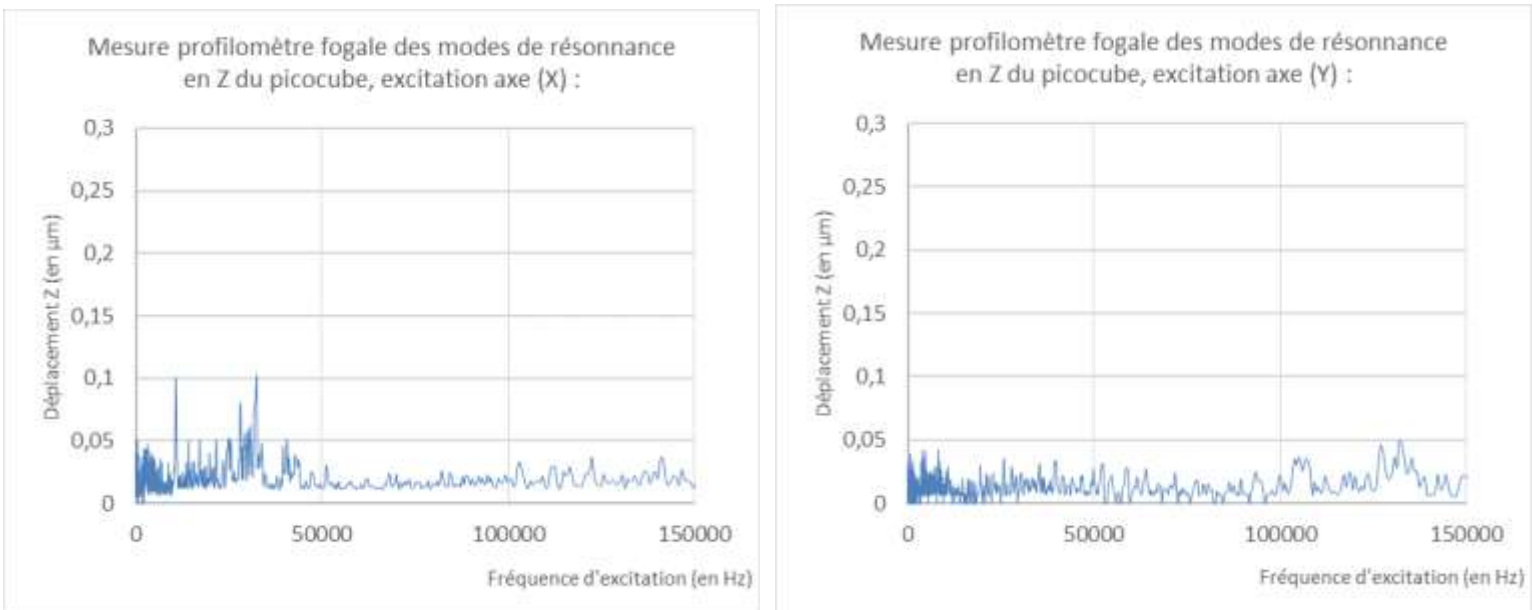


Figure 58 Déplacements Z du picocube avec excitation 2V en X (à gauche) et 2V en Y (à droite) jusqu'à **150kHz**

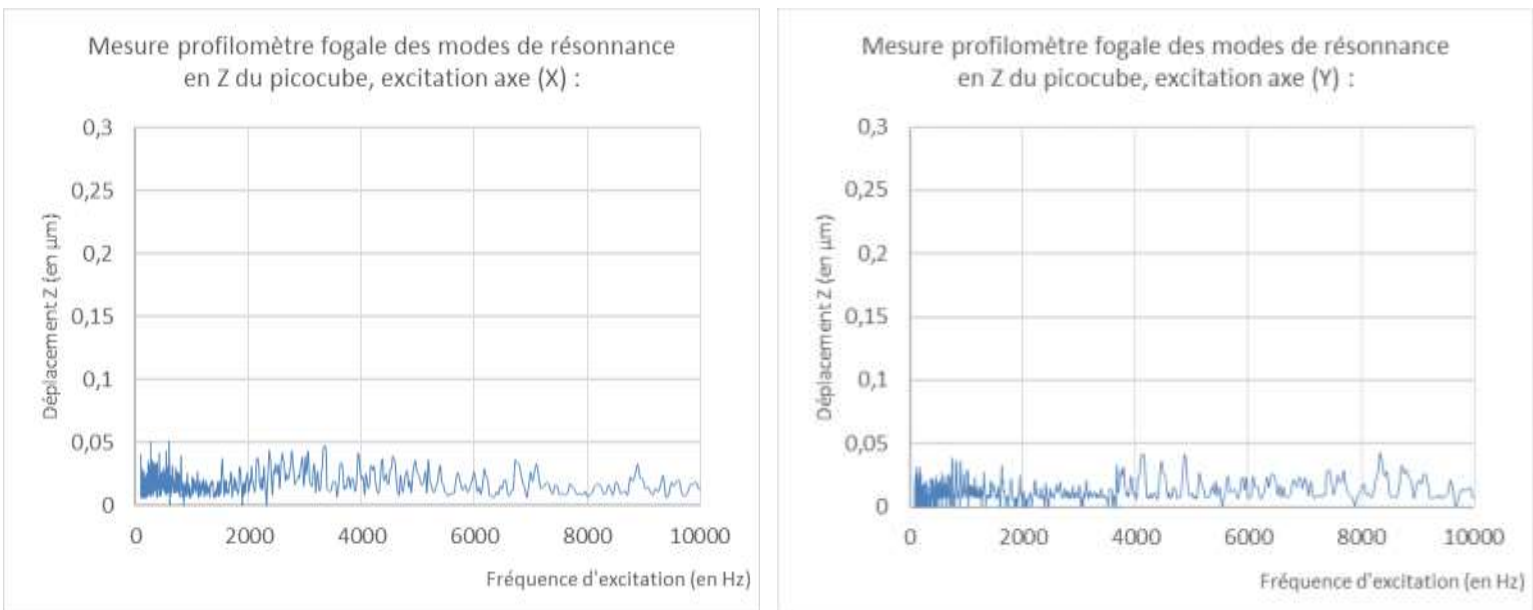


Figure 59 Déplacements Z du picocube avec excitation 2V en X (à gauche) et 2V en Y (à droite) jusqu'à **10kHz**

Les graphiques du dessus sont réalisés sur des scans sur l'ensemble de la bande passante 100kHz. Ceux en dessous sont sur les fréquences pour lesquelles les axes X et Y sont mis en œuvre. **Les mouvements de balayage des axes X et Y ne semblent pas dégrader davantage la stabilité de l'axe Z du nanoscanner picocube.**



### III.3 Description et caractérisation du bloc piezo Z rapide :

Le bloc piezo Z rapide est constitué d'un bloc en aluminium. Cette pièce centrale est usinée par Xavier Dollat, l'ingénieur mécanique au LAAS-CNRS. La pièce est conçue de façon compacte pour une meilleure rigidité et symétriquement afin d'accueillir les deux céramiques piézo PICMA (cf figure ci-dessous).

Les céramiques sont centrées sur le bloc au moyen d'un plot de centrage permettant d'assurer le maintien et une symétrie parfaite des mouvements en opposition de phase. En effet, le moindre décalage d'un des éléments dégrade la bande passante des mesures. Pour cela, les deux céramiques sont maintenues de part et d'autre par deux flasques de précontrainte de 100 $\mu$ m d'épaisseur. **Ces flasques ont un rôle important sur le positionnement piezo.**

D'une part, elles jouent un rôle dans les déplacements, particulièrement au niveau de la linéarité et l'hystérésis du mouvement, ce qui est la limitation principale des céramiques piézoélectriques. **Pour cela, il est nécessaire d'appliquer une précontrainte d'environ 15MPa** sur les céramiques, valeur préconisée par le fabricant pour des applications dynamiques. Le piezo dépassera de 50 $\mu$ m afin d'exercer cette pression sur la flasque. Cette valeur de contrainte ne doit cependant pas excéder 30MPa pour les charges constantes.

D'autre part, la flasque supérieure (figure 69 a) sert également de support à l'échantillon à analyser. **Elle doit être aussi plan possible, de l'ordre de quelques micromètres pour des analyses de surface et ne doit pas exercer de modes de vibration parasites.**

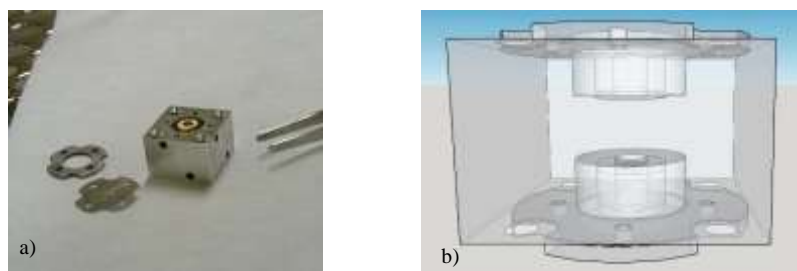
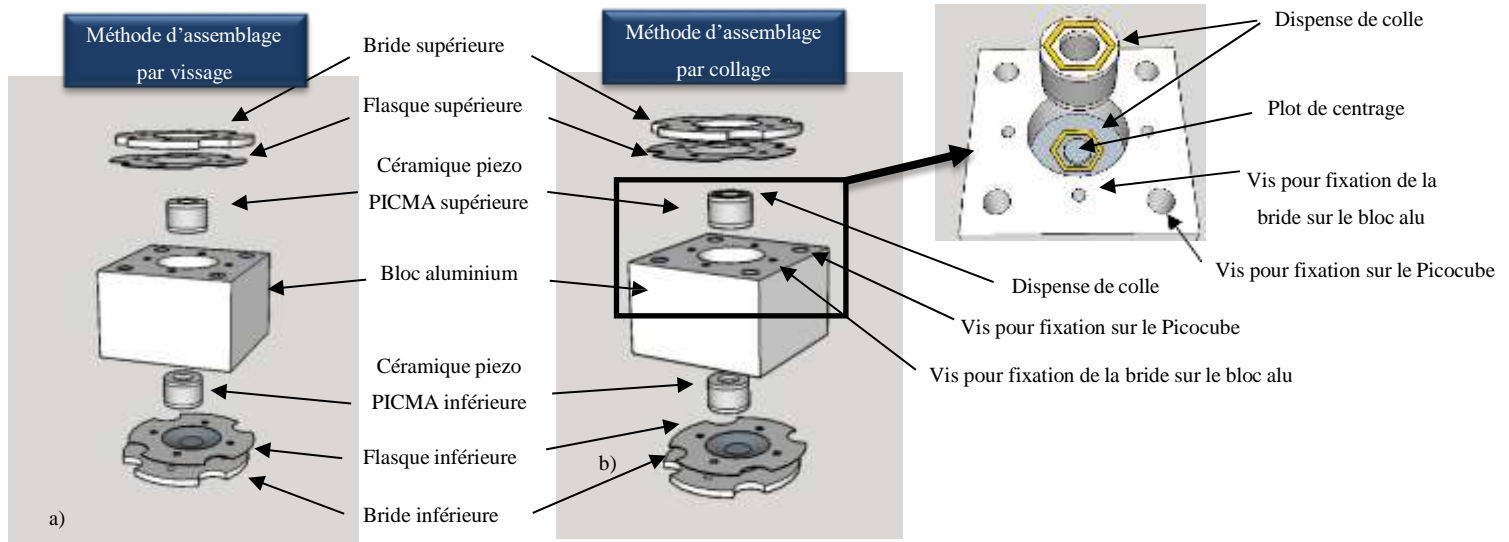


Figure 60 a) Bloc avant assemblage ; b) Coupe du système « bloc piézo rapide Z »

Afin que les deux flasques exercent cette pression avec une excellente rigidité, deux brides de 900 $\mu$ m d'épaisseur sont fixées par 4 vis chacune à l'ensemble pour une rigidité optimale du bloc.

**J'ai également mis au point une autre méthode d'assemblage du système en collant les céramiques PICMA au bloc aluminium et aux flasques** comme décrit dans le figure ci-dessous.



Figures 61 Coupe du bloc piezo rapide, a) méthode d'assemblage par vissage  
b) méthode d'assemblage par collage et vissage

#### IV.3.1 Méthode de collage :

Le second mode d'assemblage illustré dans la figure 70b) réduit les risques de vibrations du bloc piézo rapide. Néanmoins, **la technique de collage de très sensible et risquée pour les céramiques :**

- Contraintes liées au type de colle utilisée :
  - La colle doit être non élastique compatible avec une utilisation dynamique.
  - La température de réticulation ne doit pas dépasser 150°C par rapport aux céramiques PICMA.
- Contraintes liées au système piézoélectrique Z rapide :
  - Le collage doit être uniforme, aussi fin que possible pour ne pas appliquer de contrainte et ne doit pas décentrer les céramiques
  - La dispense de la colle doit être réalisée exactement de la même façon sur les deux céramiques supérieures et inférieures
  - La colle ne doit pas être dispensée sur le coté des céramiques afin de ne pas dégrader la réponse verticale des céramiques PICMA

En raison des différentes contraintes physiques liées à la colle et à sa mise en œuvre, notre choix s'est porté sur la colle epoxy EPO-TEK 353ND-T (fiche constructeur en annexe 3).

Cette colle epoxy est utilisée dans l'industrie de la microélectronique ainsi que pour des applications piézoélectriques. Elle présente une bonne adhérence sur les métaux, les céramiques et ses propriétés physiques sont intéressantes pour la problématique de la platine de déplacements rapides : dureté Shore D 85, module d'élasticité 3600N.mm<sup>2</sup>.

De la même manière, la **technique de dispense de la colle époxy et le placement des pièces doivent se faire de manière automatique** afin de contrôler les différents paramètres (pression de dispense, volume, dimension du chemin de dispense...) et la reproductibilité des opérations. Le **système de flip chip SET FC 150** présent dans la plateforme de micro nanotechnologies répond à ces besoins.

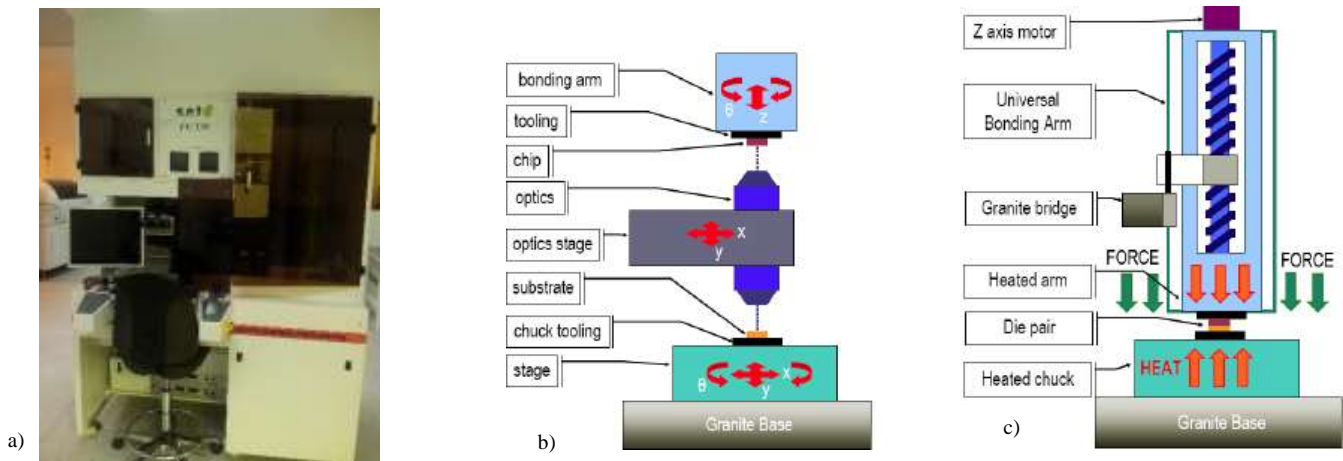
• **Technique du Flip Chip**

La technique du flip chip est une technique appliquée dans l'industrie des semi-conducteurs pour effectuer le packaging et les connexions électriques des composants électroniques.

L'équipement présent au LAAS est un SET FC150, utilisé pour aligner et reporter avec précision une ou plusieurs puces sur un ou plusieurs substrats en thermocompression.

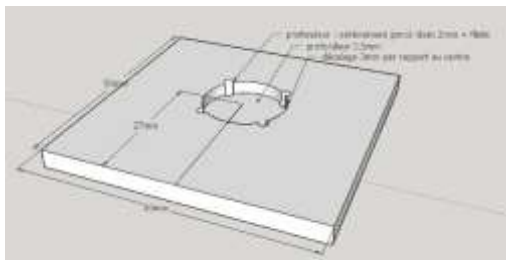
Les spécifications principales du système sont :

- Précision d'alignement  $\pm 3\mu\text{m}$
- Température de chauffage max  $450^\circ\text{C}$
- Rampe de température jusqu'à  $10^\circ\text{C/s}$
- Exposition UV
- Pression allant jusqu'à  $50\text{Kg}$
- Dispense précise de colle

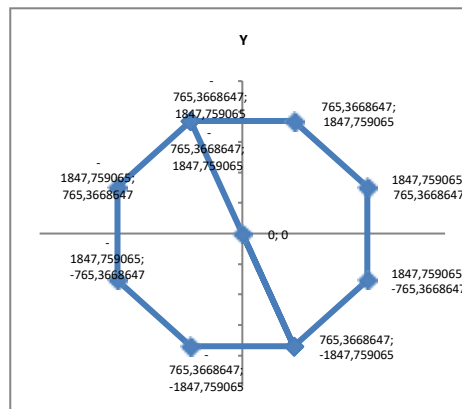


Figures 62 a) FC150 b) Technique de report et dispense c) Collage de composants par flip-chip

Un programme est édité avec Samuel Charlot, l'ingénieur packaging responsable de l'équipement, afin de dispenser la colle pour une épaisseur de  $5\mu\text{m}$  après report. Nous avons réalisé une pièce micro-usinée spécifiquement pour cette opération afin de garantir la précision lors du report des éléments et le procédé de collage.



Figures 64 Pièce micro-usinée spécifiquement pour le report du bloc piézo sur l'équipement FC150

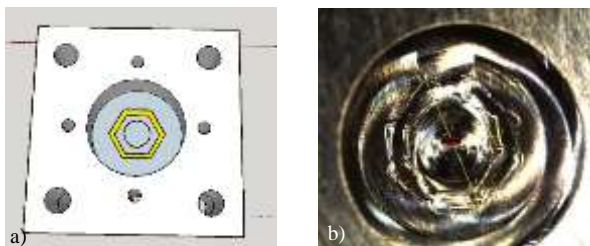


Figures 63 Programme développé avec les coordonnées du chemin de dispense

Afin d'assurer la reproductibilité des opérations sur les différentes céramiques piézoélectriques et la symétrie du bloc piézoélectrique rapide, les caractérisations sont réalisées au moyen d'un microscope optique. Des tests ont d'abord été conduits sur des échantillons similaires pour mettre au point le procédé et assurer la conformité des opérations :

- Dispense de la colle époxy de manière homogène et contrôlée sur le bloc alu

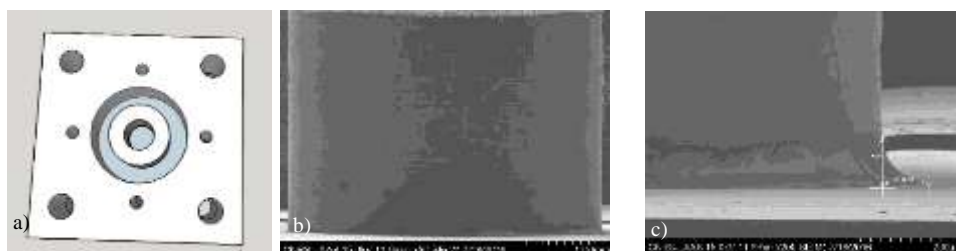
La dispense de la colle est contrôlée (chemin de dispense, largeur du trait, épaisseur) au microscope optique.



Figures 65 Dispense de la colle époxy a) schéma b) photo microscope optique

- Positionnement de la céramique piézo au centre du bloc aluminium

Le positionnement et l'épaisseur de la colle sont contrôlés au micromètre et au Microscope Electronique à Balayage afin de s'assurer de l'uniformité du collage. Je m'assure également que la colle ne remonte pas sur la partie centrale piézoélectrique. En effet, ceci endommagerait la céramique et dégraderait le fonctionnement du système.

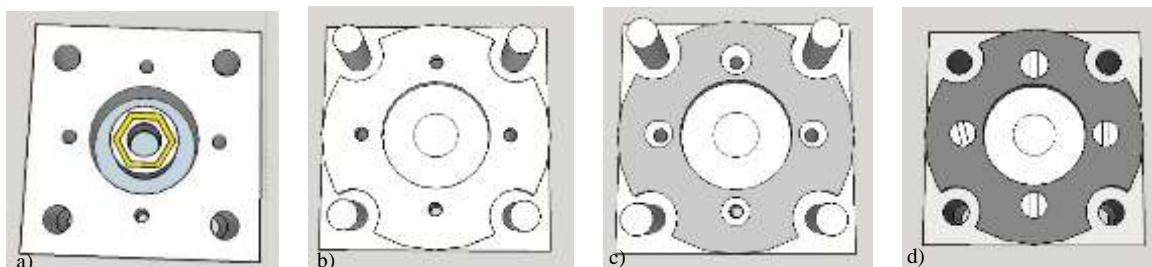


Figures 66 Positionnement de la céramique piézo a) schéma ; b et c) photo MEB

Nous avons dû fabriquer de nouvelles pièces aluminium à cette étape. En effet, nous avons détecté un problème sur les dimensions des plots de centrage trop importantes par rapport aux céramiques. Les nouveaux blocs aluminium sont également usinés plus précisément afin que la contrainte appliquée sur la flasque soit davantage uniforme à  $110\mu\text{m} \pm 5\mu\text{m}$ .

- Dispense de la colle sur la céramique piézo, report de la flasque et la bride, recuit.

La colle est déposée sur la céramique avec le même chemin de découpe (figure 83a). Des guides sont ensuite placés afin de reporter la flasque (figure 83b) et la bride (figure 83c). Le système de thermocompression applique alors une pression de 5kg à  $150^\circ\text{C}$  pendant 5min puis le système complet est fixé avec les 4 vis (figure 88d) et placé en étuve à  $150^\circ\text{C}$  1h.

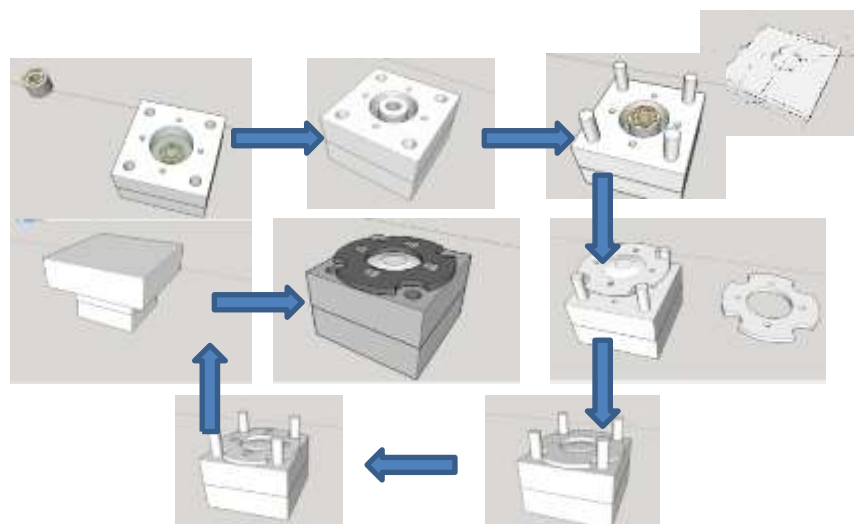


Figures 67 a) Dispense de la colle sur la céramique piézo ; b) report de la flasque c) report de la bride d) fixation après recuit

**Les paramètres mis au point pour la mise en œuvre du report et du collage optimal sont :**

- **Dimension du capillaire :  $400\mu\text{m}$**
- **Pression de la colle : 3,5 bars**
- **Pression appliquée lors du report : 5kg**
- **Recuit 5 min à  $150^\circ\text{C}$**
- **Puis 1h à  $150^\circ\text{C}$  en étuve**

L'ensemble des opérations de collage sont décrites dans le schéma ci-dessous



Figures 68 Procédé de flip chip pour l'intégration du bloc piézo rapide Z





macroscopique, il faut passer par un procédé de « polarisation » en appliquant un fort champ électrique, supérieur au champ coercitif du matériau, pour orienter les dipôles électriques selon une direction privilégiée.

On distingue deux familles de piézocéramiques : « douces » et « dures ». Les piézocéramiques « douces » sont plus indiquées pour les applications nécessitant de bonnes performances (grandes déformations, forts coefficients de couplage) mais en conditions ordinaires, tandis que les piézocéramiques « dures », bien que présentant des performances moindres, pourront être utilisées dans des conditions de hautes températures, fortes puissances, etc. Nous utiliserons des céramiques piézo « douces » pour privilégier les performances.

• **Caractérisation des piézocéramiques PICMA**

Les caractérisations des éléments piézoélectriques peuvent être réalisées de différentes manières. Dans notre cas, il s'agit de vérifier les plages de déformations des céramiques et l'absence de modes de résonance sur la bande passante.

Pour cela, j'ai procédé à trois types de contrôles décrits ci-dessous.

▪ **Etude des déformations des céramiques piézoélectriques.**

Il s'agit d'appliquer une tension aux bornes des céramiques et de mesurer la déformation au moyen du profilomètre Fogale.

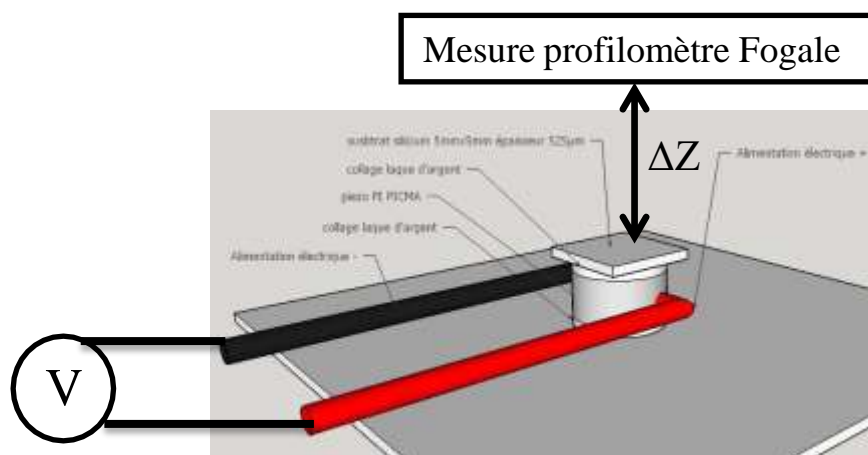


Figure 71 Mesures statiques des déformations des céramiques piézoélectriques

On réalise 5 cycles de montées descentes en tension.



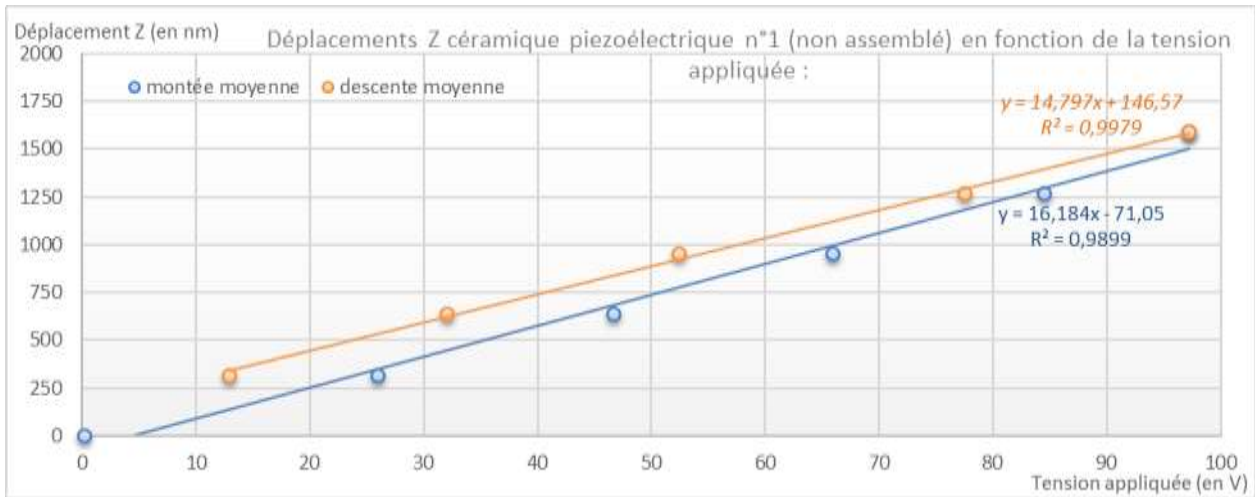


Figure 72 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°1

Les caractéristiques de déplacement Z en fonction de la tension semblent linéaires mais **la gamme de déplacements est plus faible que les données constructeurs théoriques, 1,60µm au lieu de 2µm**. La céramique PICMA n°2 présente une réponse similaire avec une gamme de déplacement à **1,75µm**.

D'autre part, le chemin de montée ne se superpose pas avec le chemin de descente en tension. Cet **hystérésis** est bien connue sur les céramiques piézoélectriques. Pour la caractériser, nous réalisons un cycle de 5 montées descentes (figure ci-dessous).

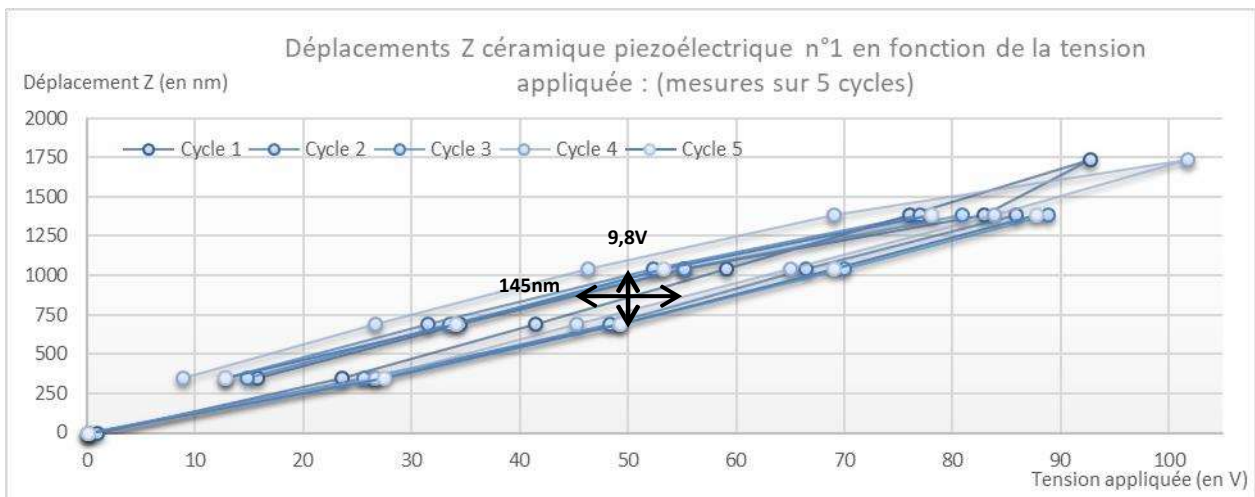


Figure 73 Déformation Z de la céramique piézo n°1, mesures sur 5 cycles

Des cycles de tension des céramiques peuvent être réalisés pour améliorer la linéarité et réduire l'hystérésis, comme c'est parfois le cas sur des équipements commerciaux. Dans notre cas, **l'hystérésis est de 9,8V pour environ 145nm**.

### ▪ Etude des modes de résonance au profilomètre Fogale

Des mesures de vibrométrie en mode moyenné sont réalisées sur une plage en fréquences entre 500Hz et 500MHz. **Aucun mode de résonance n'est observé.**

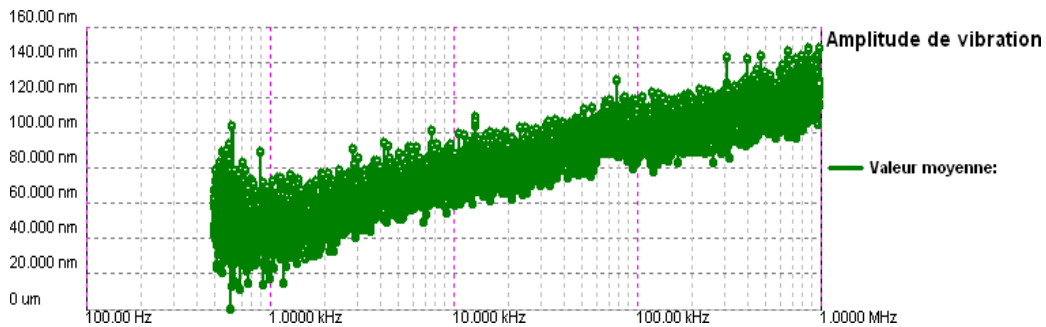


Figure 74 Déplacements Z de la céramique PICMA n°1

### ▪ Etude des modes de résonance par mesure d'impédance :

Cette méthode est la méthode conventionnelle de caractérisation des céramiques piézoélectriques. En mesurant l'impédance des échantillons en fonction de la fréquence, on remonte aux différentes caractéristiques du matériau : propriétés électromécaniques, coefficients de couplage, facteurs de qualités mécanique.

❖ Principe de la mesure d'impédance électrique pour caractérisation piézoélectrique :

L'impédance électrique mesure l'opposition d'un composant électrique au passage d'un courant alternatif sinusoïdal. **La définition de l'impédance est une généralisation de la loi d'Ohm au courant alternatif.**

En théorie, la méthode consiste à tailler plusieurs échantillons de manière à isoler un mode propre de vibration particulier, c'est-à-dire à rejeter les autres modes propres à des fréquences beaucoup plus hautes ou beaucoup plus basses. Au voisinage de la fréquence de ce mode propre, le spectre d'impédance de l'échantillon présente un minimum et un maximum à des fréquences dites de résonance et d'anti-résonance. Ces deux fréquences permettent directement de calculer une constante élastique et un coefficient de couplage électromécanique. En mesurant indépendamment (en général à basses fréquences) la constante diélectrique des échantillons, on peut ensuite calculer un coefficient piézoélectrique. En effectuant cette opération pour plusieurs modes propres de vibration, on peut ainsi déterminer toutes les propriétés du matériau.

En pratique, il nous est impossible de découper les céramiques. Nous réalisons un balayage en fréquence en mesurant les caractéristiques d'impédance de nos composants.

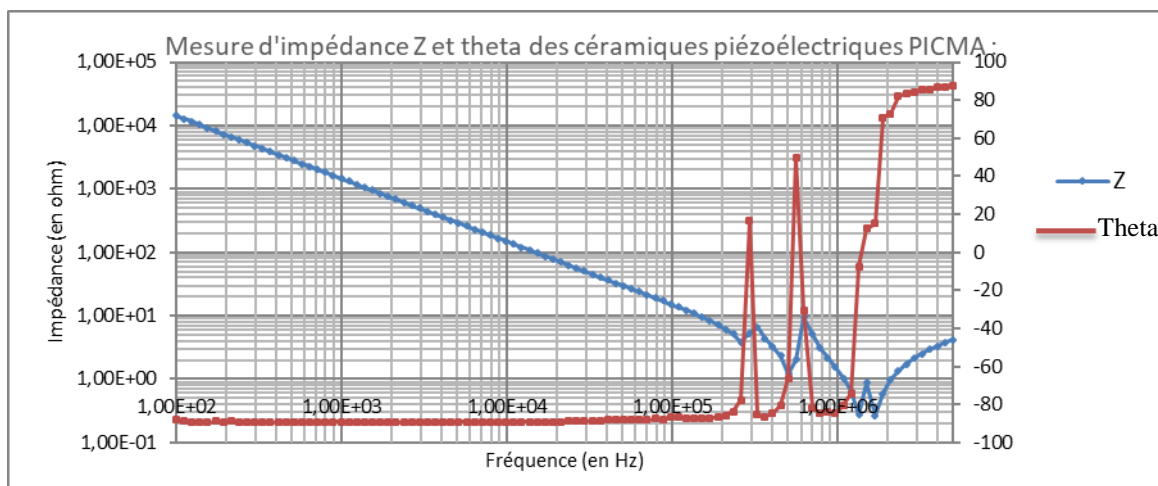


Figure 75 Mesure d'impédance de la céramique piézoélectrique PICMA n°3

**Par les mesures d'impédance électrique, on valide les céramiques piézoélectriques pour la bande passante à 100kHz.** Néanmoins, nous observons les premiers modes de résonance pour une fréquence de **291kHz** alors que le fournisseur donne des fréquences propres supérieures à 500kHz.

#### IV.3.3 Caractérisations des blocs piézos Z rapide assemblés :

Les caractérisations du bloc piézo Z rapide sont d'abord réalisées physiquement pour évaluer la planéité de la flasque. Pour les caractérisations suivantes, il s'agit de vérifier les plages de déformation des céramiques et l'absence de mode de résonance sur la bande passante après assemblage du bloc. Ces mesures correspondent aux réponses statiques et dynamiques des piézo-céramiques : mesures profilomètre interférométrique Fogale puis mesure d'impédance.

J'ai mené l'ensemble des caractérisations sur les deux blocs piézo rapides Z : collé et non collé. Pour chacun des blocs, les mesures sur les deux céramiques piézoélectriques selon faites avec la répartition suivante :

- Bloc Piezo rapide Z non collé : céramiques PICMA n°1 et n°2
- Bloc Piezo rapide Z collé : céramiques PICMA n°3 et n°4

Pour ne pas surcharger de données ce chapitre, je présenterai les plus pertinentes. Les mesures réalisées sur les autres céramiques sont illustrées en annexe 4.

• **Mesure de la planéité des flasques.**

Les mesures de profilométrie optique sont réalisées sur les 4 céramiques PICMA par interférométrie en lumière blanche dont le principe est expliqué dans les chapitres précédents.

La figure ci-dessous sont des scans des céramiques piézo n°1 et 3. On observe sur la vue en coupe que les flasques présentent une flèche de 50 à 100µm.

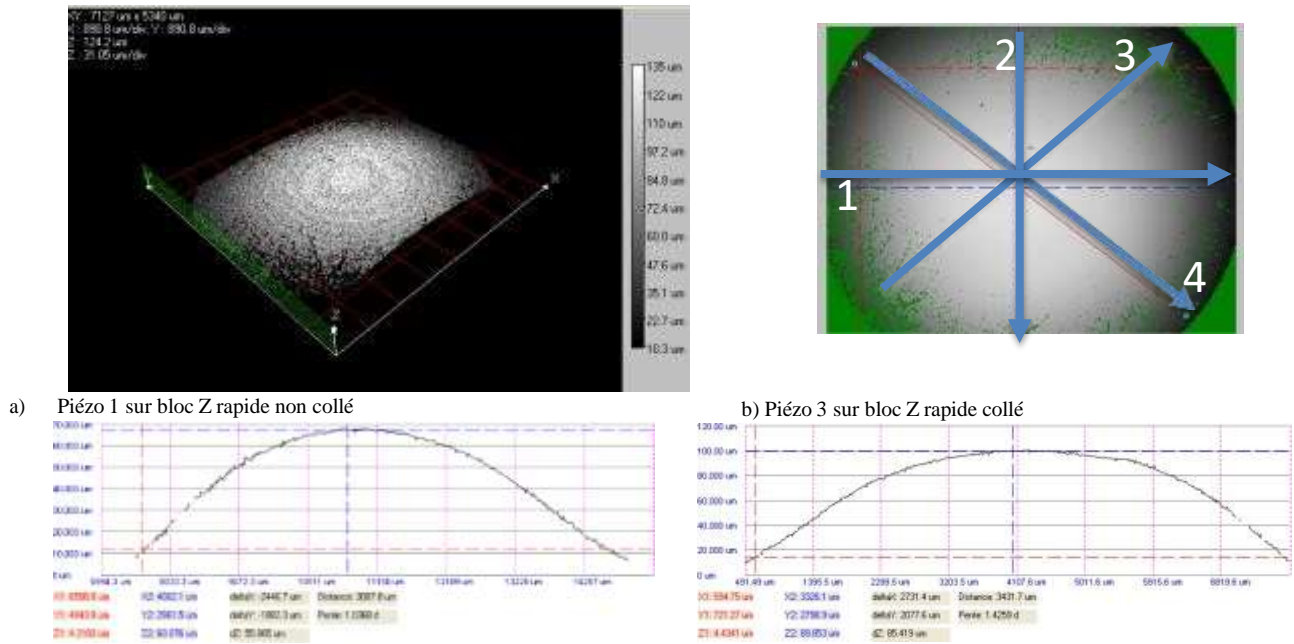


Figure 76 Mesures par profilométrie optique de la courbure des flasques sur les céramiques piézoélectriques PICMA n°1 (a) et 3 (b)

Scan n°	Flèche piézo n°1	Flèche piézo n°3
1		74,7µm
2		56µm
3	57.6µm	85,4µm
4	55.9µm	81µm

Tableau 5 Comparaison des flèches des flasques des céramiques collés (n°3) et non collées (n°1)

Idéalement, la **flasque devrait être aussi plus plan que possible** pour poser l'échantillon et obtenir une imagerie AFM correcte. Dans notre cas, nous observons une flèche comprise entre 60 et 85µm sur un diamètre de 8mm, soit une pente de 2%. Néanmoins, la taille de scan dans le cahier des charges étant de 100nm par 100nm en imagerie AFM rapide et la gamme de

déplacement en Z étant 2µm, notre bloc piézo Z rapide peut donc accepter des « non-planités » jusqu'à 2000%.

**Une flèche de 100µm ne devrait pas être un verrou technique sur notre système.**

D'autre part, ces mesures semblent cohérentes par rapport à la surépaisseur de 50µm prévues pour la précontrainte des céramiques PICMA. La flèche plus importante mesurée sur le piézo n°3 peut être expliquée par la présence de la colle en dessus et en dessous du piézo.

• **Etude des déformations des céramiques piézoélectriques :**

Il s'agit d'appliquer une tension aux bornes des céramiques et de mesurer la déformation en Z au moyen du profilomètre Fogale.

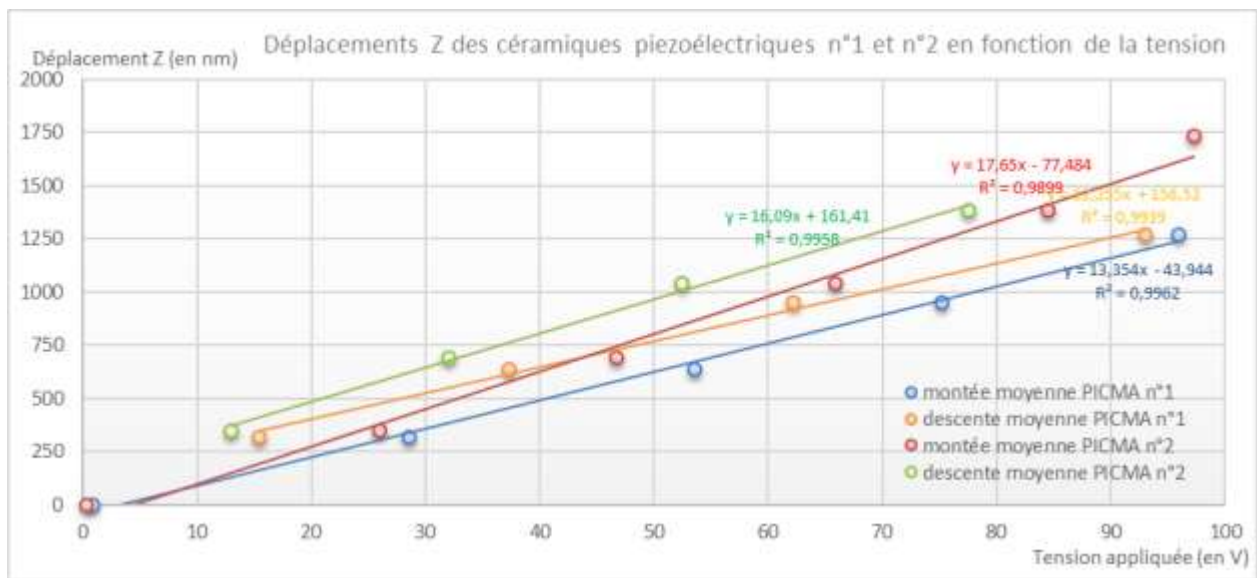


Figure 77 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°1 et n°2 assemblées sans collage en fonction de la tension appliquée

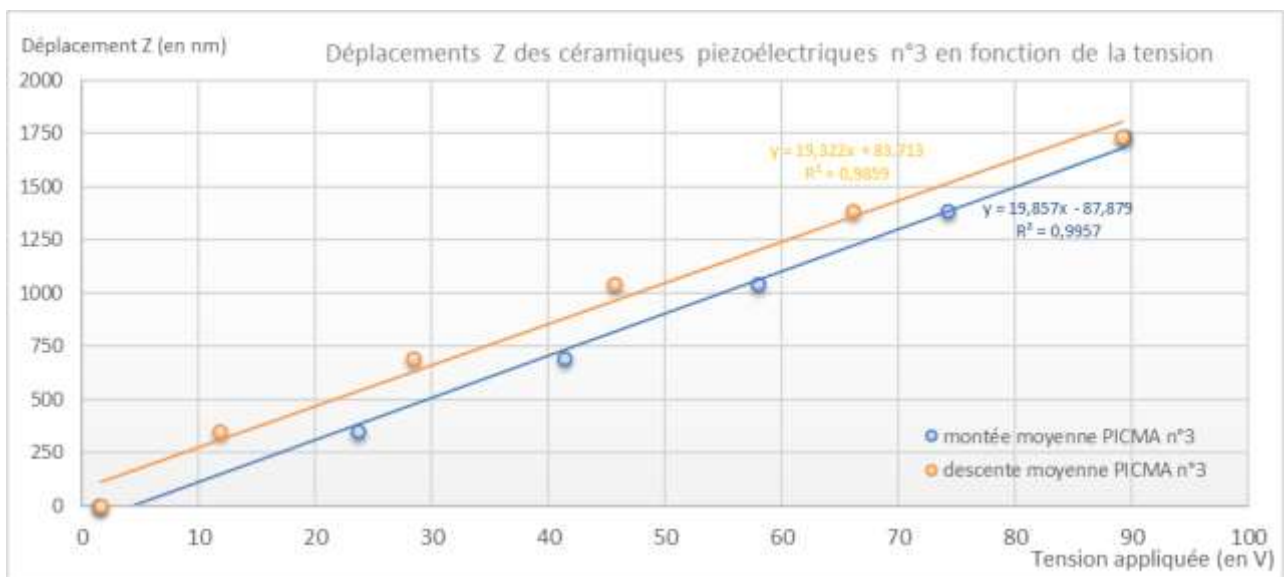


Figure 78 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°3 assemblée avec collage en fonction de la tension appliquée

Premièrement, le comportement des céramiques piézoélectriques est différent. **La plage de déformation de la céramique PICMA n°3 semble conforme aux données constructeurs** (1950nm au lieu de 2µm théoriquement) alors que les céramiques n°1 et 2 sont plus faibles, respectivement 1300nm et de 1700nm pour le piézo n°2.

D'autre part, on constate que l'assemblage des céramiques selon la première méthode sans collage dégrade légèrement les performances de déplacement alors qu'elle reste identique pour la céramique n°3 collée. Plusieurs pistes d'explications sont émises :

- La précontrainte de 50µm non adaptée au bon fonctionnement des céramiques ?
- Le bloc aluminium initialement conçu et fabriqué dégraderait les performances ?

La linéarité des déformations reste correcte et l'hystérésis observée avant assemblage est identique après assemblage (voir annexe 4).

• **Etude des modes de résonance des céramiques piézoélectriques :**

J'ai effectué des mesures de vibrométrie en mode moyenné sur la bande passante du microscope, de 1000Hz à 100000Hz.

La figure ci-dessous représente les mesures de vibrométrie sur les céramiques 1 et 2 qui ne sont pas collées dans le bloc piézo Z rapide.

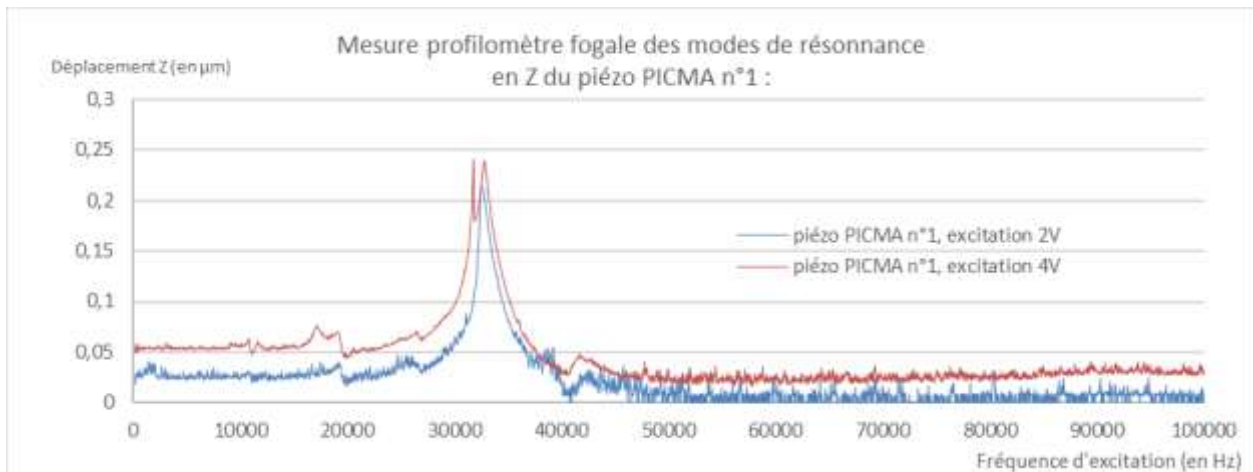


Figure 79 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°1 avec une excitation de 2V et 4V



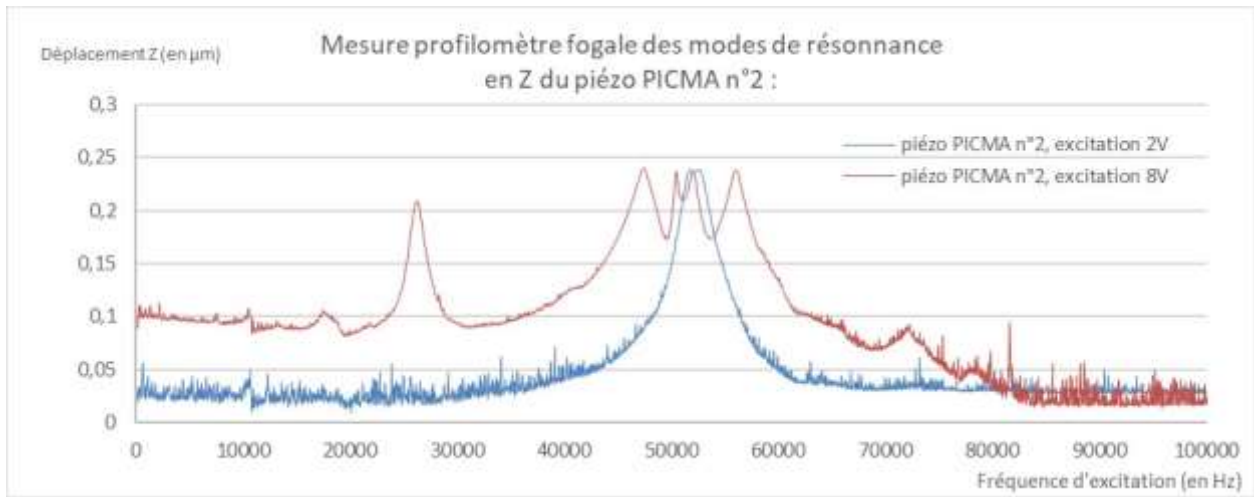


Figure 80 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°2 avec une excitation de 2V et 4V

**J'observe une résonance importante sur les 2 céramiques piézo 1 et 2 dans la bande passante, respectivement à 32,5kHz et 52kHz.** L'augmentation de la tension d'excitation permet d'observer des modes qui ne peuvent pas être observés à 2V d'excitation, exemple du pic à 26kHz sur la céramique PICMA n°2.

Néanmoins, la tension d'excitation ne peut pas être augmentée de façon trop importante car cela risque de dégrader les céramiques en les excitant au-delà de leur amplitude de mouvement maximum à  $2\mu\text{m}$ . C'est le phénomène que nous pouvons observer sur la figure ci-dessus avec une excitation à 8V, la céramique n°2 a probablement atteint son amplitude maximale. Pour cette raison, nous utiliserons une tension d'excitation de 2V maximum par défaut, correspondant à des amplitudes du piézo de 20nm.

Rappelons qu'avec **cette technique, nous ne pouvons pas observer de mouvements en Z plus importants que  $\lambda/2$ , soit 326nm.** Cette contrainte concernant la sensibilité et le range trop faibles peut-être levée en utilisant un vibromètre laser. Cette dernière technique est traitée dans la partie suivante.

**On peut conclure que le système piézo Z rapide présente une incompatibilité en microscopie AFM rapide à au-delà de 20kHz.**



J'ai conduit les mêmes études sur le bloc piézo avec la céramique n°3 assemblée et collée.

On observe quelques modes à 17kHz et 28kHz avec de faibles amplitudes, mais **les mesures avec la céramique n°3 collée dans le bloc piézo Z rapide sont bien meilleures que pour les céramiques non collées** : absence de pic de résonance marqué comparativement à la version avec les céramiques piézos collées.

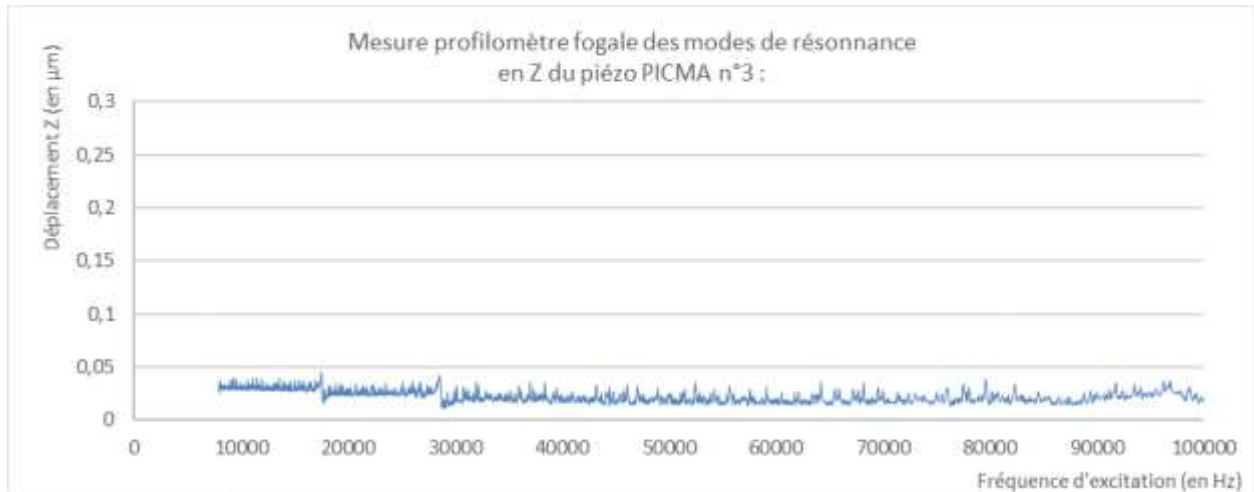


Figure 81 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°3 collée avec une excitation de 2V

**On peut conclure que cette méthode d'assemblage par Flip Chip permet une bande passante disponible de 100kHz avec une absence de résonance. Cette méthode d'assemblage semble compatible avec le fonctionnement d'un microscope AFM rapide.**

### III.4 Analyse de la résonance observée :

Nous avons vu que le profilomètre optique permet une analyse des modes de résonance de systèmes. Néanmoins, sa résolution et sa sensibilité peuvent être des éléments limitant pour certaines analyses.

Une autre technique pour l'analyse des modes de résonance est la vibrométrie laser, technique présente au laboratoire IMS à Bordeaux

#### ▪ La vibrométrie laser :

Un vibromètre laser est un capteur de mesure de vibrations sans contact. Il est constitué d'une source de lumière monochromatique (laser) et d'un interféromètre (interféromètre de Mach-Zehnder), permettant de mesurer l'effet Doppler dû à la vibration entre le signal émis et le signal

réfléchi. De cette interférométrie entre les 2 signaux, pourront être déduites la fréquence et la phase de la vibration.

Le vibromètre laser (ou LDV : Laser Doppler Vibrometer) utilise le principe de l'effet Doppler et fonctionne sans contact.

L'effet Doppler est l'impression que nous avons lorsque nous écoutons la tonalité d'un véhicule au bord d'une autoroute. La fréquence perçue (pitch) change alors et l'on a cette impression de glissement d'un son aigu à un son plus grave. Par analogie, si une onde acoustique est réfléchiée par un objet vibrant et détectée par le système de mesure que constitue le vibromètre laser, le glissement en fréquence (ou fréquence Doppler) de l'onde peut être décrite par :

$$F_D = 2v/\lambda$$

où  $v$  est la vitesse de l'objet vibrant et  $\lambda$  est la longueur d'onde émise.

Le vibromètre laser à effet Doppler est basé sur le principe de l'interférence. Il intègre deux faisceaux lumineux, dont les intensités respectives sont  $I_1$  et  $I_2$ . L'intensité résultante n'est pas seulement la somme des deux intensités, mais elle est modulée selon la formule:

$$I_{\text{tot}} = I_1 + I_2 + 2 \sqrt{I_1 I_2} \cos [2\pi(r_1 - r_2)/\lambda]$$

L'intensité du faisceau est alors fonction de la différence de longueur de trajet entre les deux faisceaux. Si cette différence est un multiple de la longueur d'onde du laser, l'intensité globale est quatre fois plus intense. Et l'intensité sera égale à zéro si les deux faisceaux ont une différence de longueur de trajet de moitié d'une longueur d'onde

Ceci résulte en des interférences constructives ou destructives. La figure suivante montre comment la loi physique est exploitée dans un vibromètre laser.

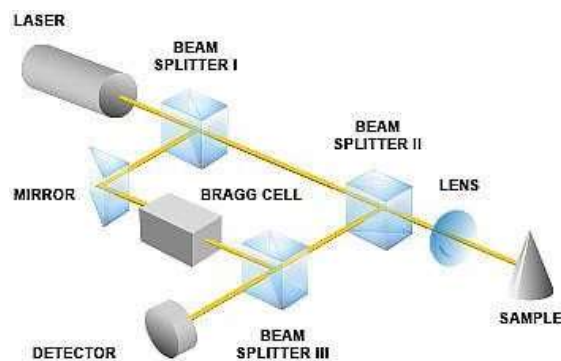


Figure 82 Montage optique du vibromètre laser

Sous le même principe que pour l'interféromètre optique, le faisceau d'un laser Hélium-Néon est divisé par les séparateurs de faisceau BS1 puis BS2 pour être réfléchi sur l'objet vibrant.

Le faisceau réfléchi est dévié par le séparateur BS2, puis fusionné au faisceau de référence par le troisième séparateur BS3 et enfin dirigé vers un détecteur. Étant donné que la longueur du chemin optique est constante à travers le temps :  $r_2 = \text{constant}$ , un mouvement de l'objet ( $r_1 = r(t)$ ) générera des franges d'interférences « claires – sombres » au niveau du détecteur : schéma typique d'un interféromètre.

Un cycle complet « sombre – clair » sur le détecteur correspond à un déplacement d'exactly une demi-longueur d'onde de la lumière utilisée. Dans le cas d'un tube laser Hélium-Néon, utilisé presque exclusivement pour les vibromètres, cela correspond à un déplacement de 316nm. Le changement de la longueur de trajet optique par unité de temps se manifeste comme déplacement Doppler-Fizeau du faisceau de mesure. Ceci signifie que la fréquence de modulation est directement proportionnelle à la vitesse de l'objet.

Un modulateur opto-acoustique (cellule de Bragg) est placé au niveau du faisceau de référence. Il génère une modulation des franges d'interférences de 40 MHz, quand l'objet est au repos. Si l'objet se déplace en direction de l'interféromètre, la modulation de fréquence est réduite ; et à l'opposé, si l'objet s'éloigne du vibromètre, le détecteur reçoit une fréquence supérieure à 40 MHz. **Cela signifie qu'il est maintenant possible, non seulement de détecter l'amplitude du mouvement, mais aussi déterminer précisément la direction de cette vibration.**

▪ **Mesures des modes de résonances du bloc piézo Z rapide :**

On réalise plusieurs mesures pour confirmer les modes de résonance du bloc non collé et vérifier l'absence de modes de résonance avec l'assemblage par collage.

L'équipement permet des mesures plus résolues jusqu'à une fréquence d'400kHz.

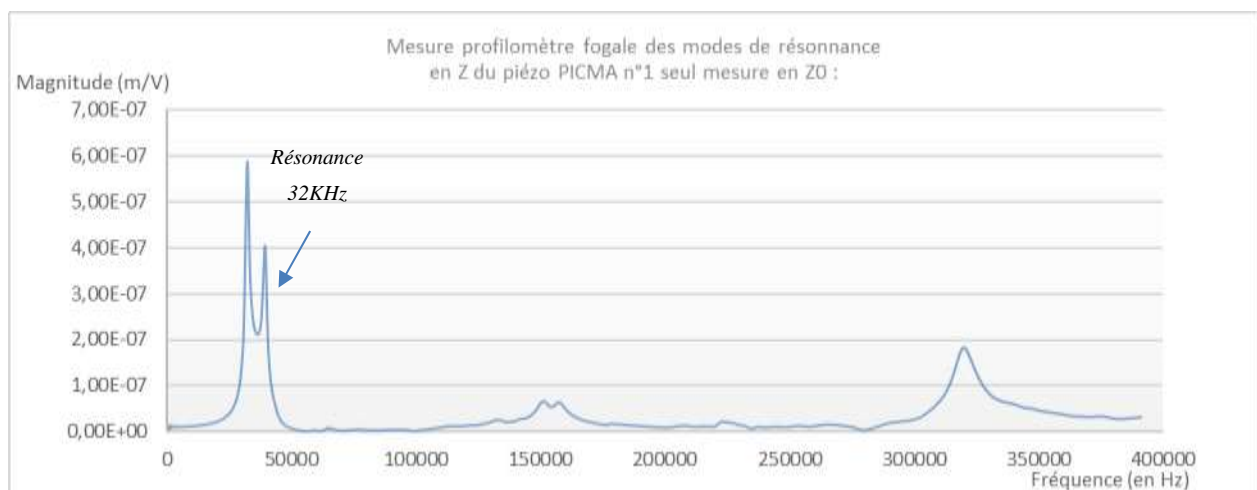


Figure 83 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z de la céramique PICMA n°1 non collée

Les premières mesures réalisées sur le bloc piézo Z rapide n°1 confirment les analyses au profilomètre optique, avec une résonance qui semble dédoublée autour de **32kHz**. Nous observons également d'autres modes à 160kHz et à 320kHz qui ne devraient pas poser problème pour la bande passante à 100kHz.

Nous réalisons les mêmes mesures sur l'autre céramique du bloc piézo rapide non collé.

Les résultats confirment une nouvelle fois les résultats du profilomètre avec deux résonances pour cette céramique sur la bande passante : **35kHz** et **65kHz**. D'autres modes sont également présents sur cette céramique pour des valeurs supérieures à la bande passante du futur AFM.

**Nous confirmons par ces mesures que la méthode d'intégration n°1 des céramiques piézo dans le bloc, par assemblage simple, n'est pas conforme pour une utilisation sur un Microscope à Force Atomique Rapide à 100kHz de bande passante.**

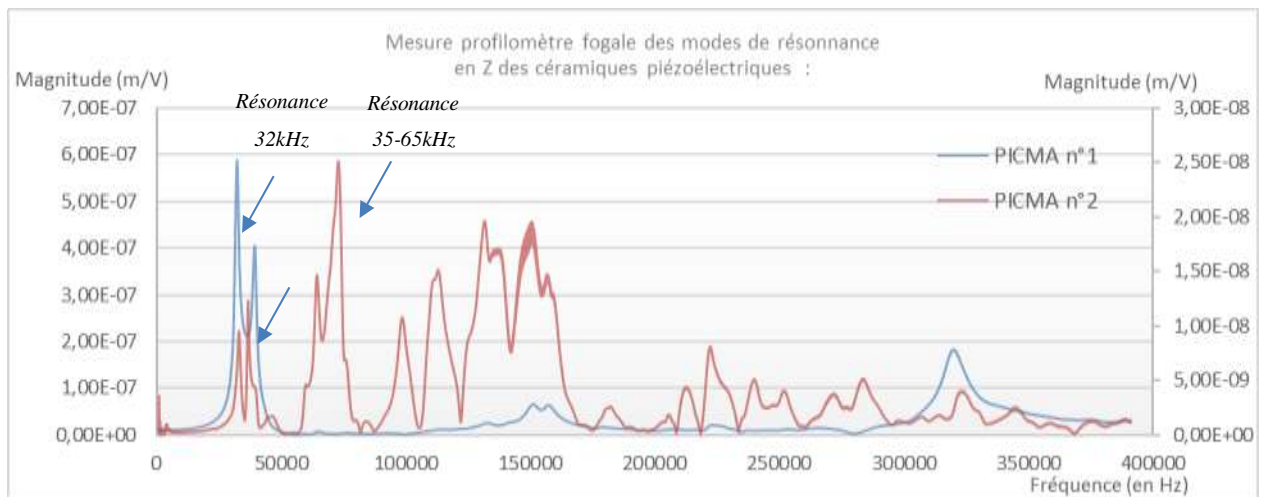


Figure 84 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA n°1 et 2 non collées

**Nous souhaitons à présent étudier l'origine de la résonance.** Pour cela, nous réalisons plusieurs mesures afin de vérifier quelle partie génère les vibrations :

- La flasque : mesures-en Z0
- La bride : mesures-en Zb
- Le bloc entier : mesures en Zx et et Zy

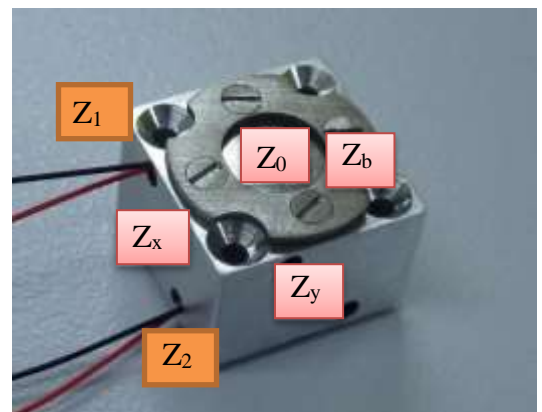


Figure 85 Emplacement des mesures

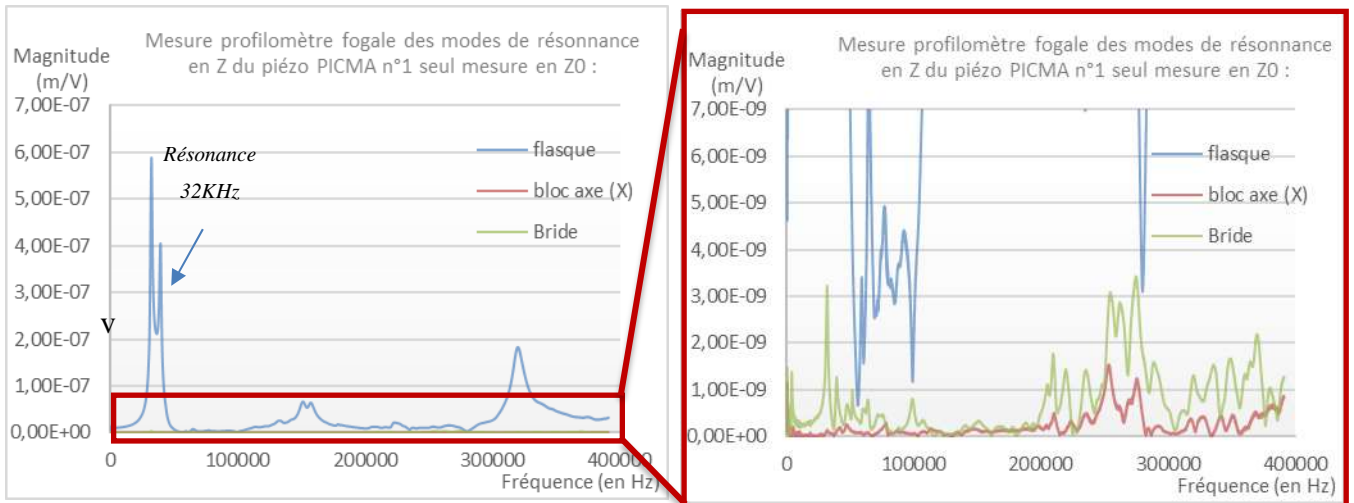


Figure 86 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA n°1 sur plusieurs éléments du bloc

Les modes de vibrations sont bien présents sur tous les éléments. Néanmoins, les ordres de grandeur des amplitudes sont différents et nous observons deux décades entre la flasque et le bloc ou la bride.

**Nous pouvons donc en conclure que les modes de résonance sont causés par la flasque.**

D'autre part, le vibromètre Laser Polytec présent sur Bordeaux, dispose d'un module de mapping. Ce système permet de réaliser une cartographie de mesures sur la surface de notre échantillon.

Même si nous n'avons pu réaliser ces mesures que sur un quart de la flasque, l'illustration ci-dessous permet premièrement de conclure que les **modes de résonance sont bien causés par la flasque**. Deuxièmement, que ces modes de vibration correspondent à des mouvements différents de la flasque comme c'est le cas pour les fréquence 50kHz et 100kHz pour la flasque n°2.

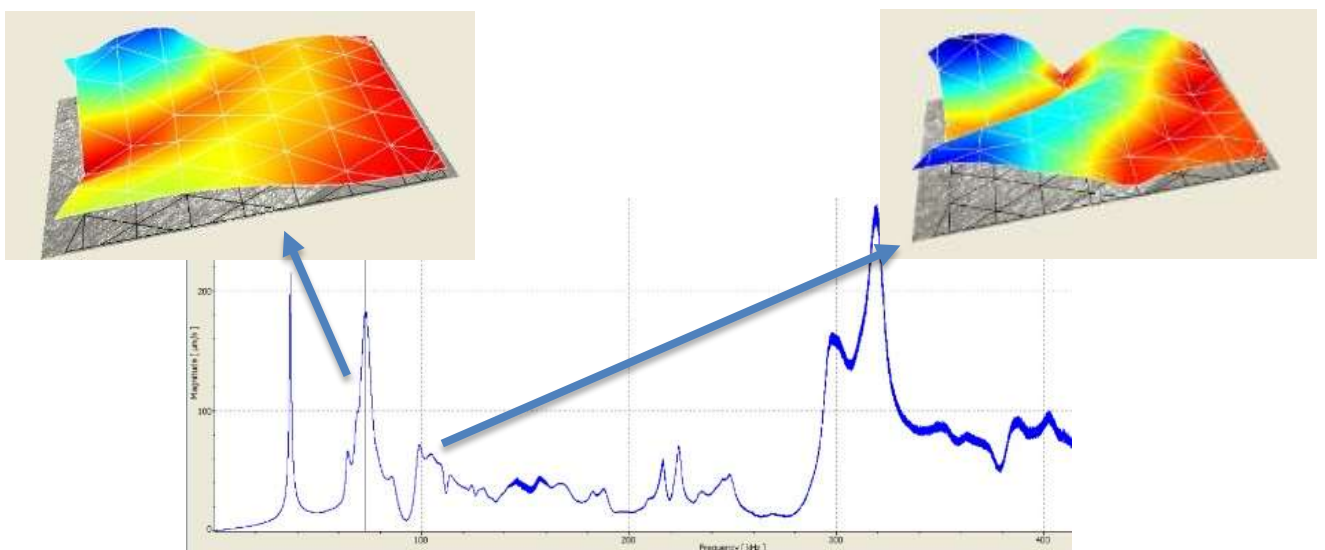


Figure 87 Cartographie de mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z réalisée sur la céramique PICMA n°2 non collée

### III.5 Amélioration du système :

#### IV.5.1 Comparaison des méthodes d'assemblage :

Nous réalisons les mesures sur le nouveau bloc piézo rapide avec la céramique PICMA n°3 assemblée par collage. Les résultats sont présentés sur les deux graphiques qui correspondent à deux échelles différentes.

Sur le graphique de gauche, nous pouvons observer les modes des sondes n°1 en bleu et 2 en gris. Nous n'observons aucun pic avec le nouveau système.

Il est alors nécessaire de changer l'échelle pour observer une résonance à 110kHz, c'est-à-dire juste au-dessus de la bande passante. En revanche, nous observons deux décades de différence entre les méthode d'assemblage avec et sans collage.

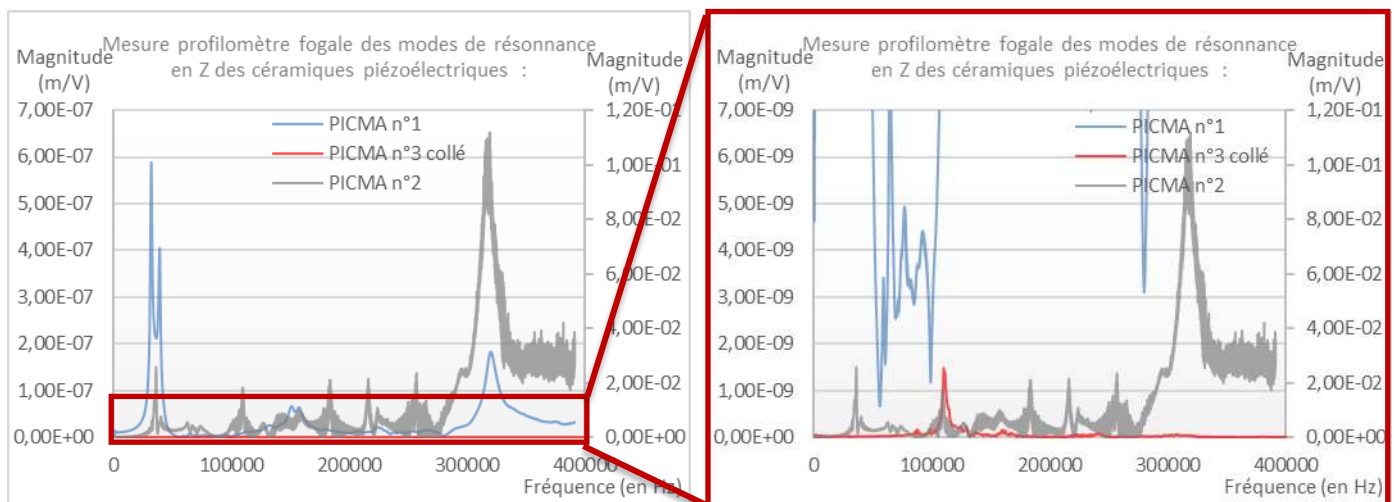


Figure 88 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées et non collées

**Nous pouvons conclure que la méthode d'assemblage par collage par Flip Chip supprime l'essentiel des modes de résonance et semble compatible avec le fonctionnement d'un microscope AFM rapide.**



#### IV.5.2 Caractérisation système complet :

Nous réalisons les caractérisations avec le bloc piézo rapide fixé sur le picocube. Les résultats des analyses au vibromètre laser sont ci-dessous.

**Nous observons une résonance à 110kHz. Des mesures mapping permettent de localiser la résonance sur le centre de la flasque sur la partie suspendue et donc non-collée.**

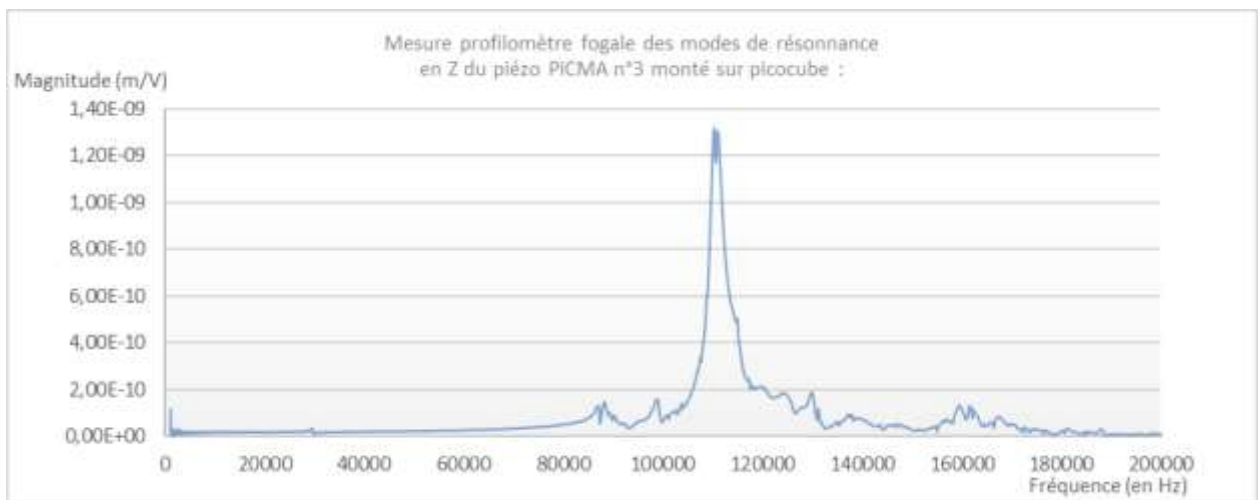


Figure 89 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées

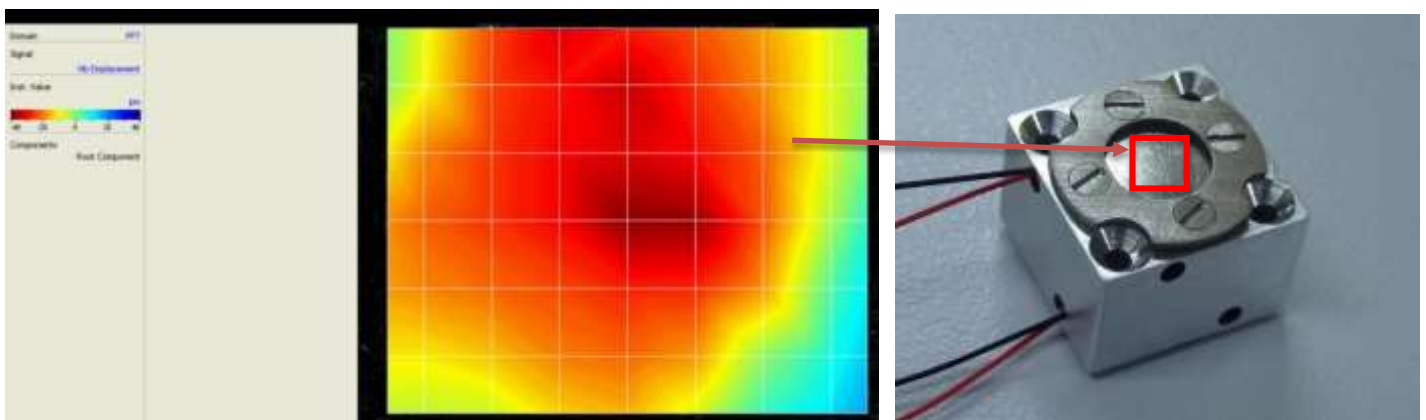


Figure 90 Cartographie des mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées

**Les analyses par cartographie en vibrométrie semblent d'identifier la fréquence à 110kHz comme le premier mode de résonance de la flasque au centre du bloc piézo rapide.**



### IV.5.3 Amélioration de la méthode de collage:

Nous avons conçu une méthode d'assemblage de la platine de déplacements nanométriques compatible pour l'imagerie AFM rapide.

Cependant, les caractérisations ont révélé une résonance à 110kHz sur la flasque, c'est à dire proche de la bande passante souhaitée et directement au niveau du support de l'échantillon à analyser. D'autre part, la flasque collée par le flip chip présente une flèche relativement importante de 100µm.

**Pour ces raisons, nous avons conduit des essais sur d'autres méthodes de collage pour réduire la flèche au niveau de la flasque ainsi qu'une plus grande maîtrise des épaisseurs de colle.**

Ces nouveaux essais sont menés sur l'équipement de flip chip FC150 et nous ont conduit à élaborer de nouvelles méthodes, dont celle décrite ci-dessous.

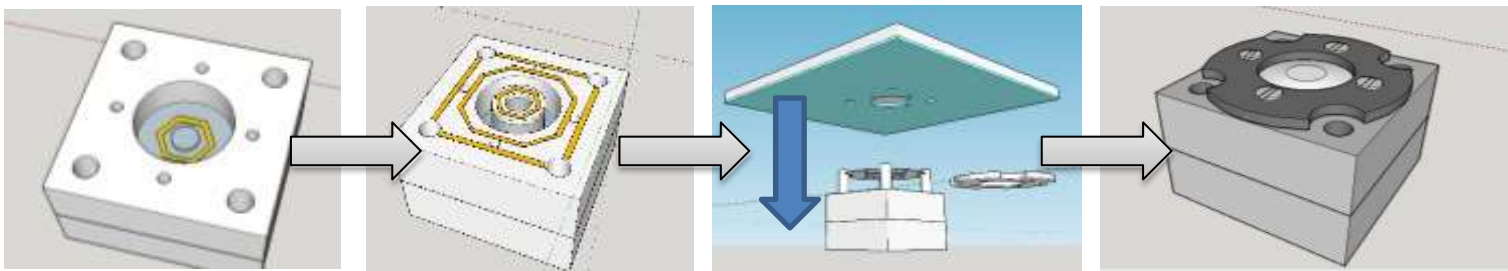


Figure 91 Nouvelle méthode de collage par Flip Chip utilisée pour le piézo n°4

Cette nouvelle méthode fait appel à un nouvel outil fabriqué spécifiquement pour la mise en forme de la flasque. Cet outil est constitué d'une plaque en verre borosilicate et d'une empreinte structurée au moyen d'une résine photosensible DF 1050 commercialisée par EMS et d'une épaisseur de 50µm.

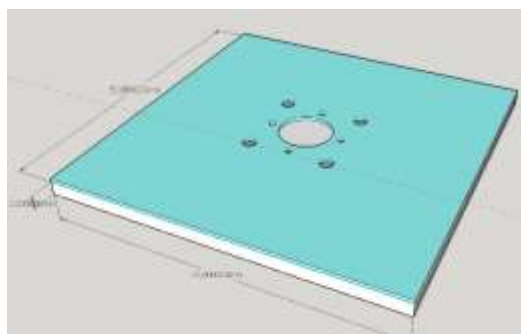


Figure 92 Outil pour la mise en forme de la flasque utilisé pour la nouvelle méthode de collage

Au moyen de cette pièce, la flasque prend précisément l'empreinte de la résine DF1050. La hauteur de la flasque ainsi que l'épaisseur de colle semblent davantage maîtrisées comme en témoignent les analyses par profilométrie optique.

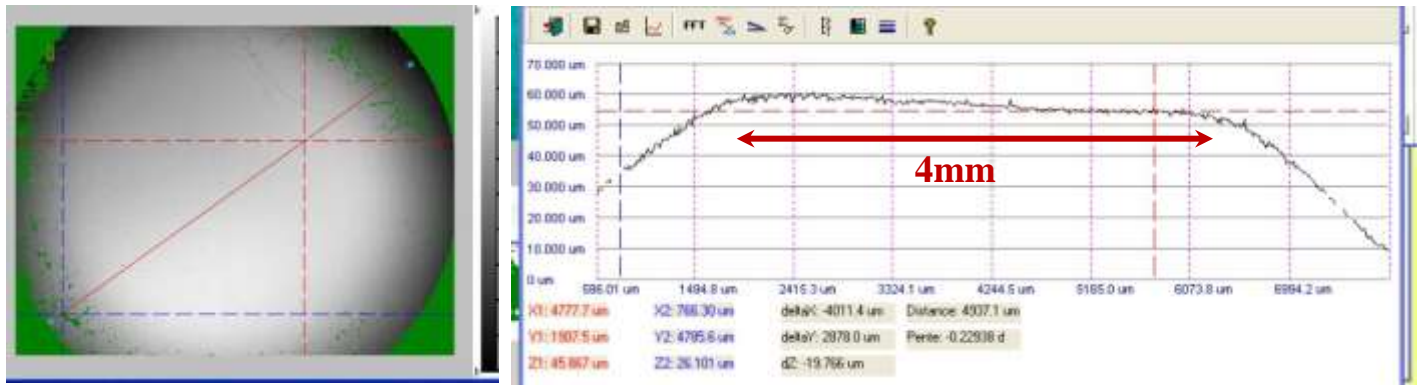


Figure 93 Caractérisation de la flèche de la flasque sur la nouvelle méthode de collage

Scan n°	Flèche piézo n°1 (sans collage)	Flèche piézo n°3 (collage n°1)	Flèche piézo n°4 (nouveau collage)
1		74,7µm	<b>28,4µm</b>
2		56µm	<b>25,2µm</b>
3	57.6µm	85,4µm	<b>50µm</b>
4	55.9µm	81µm	<b>42µm</b>

Tableau 6 Comparaison des flèches des flasques des céramiques PICMA collés (n°3 et 4) et non collées (n°1)

La flèche totale de la flasque est à présent de 50µm sur un diamètre de 8mm. **Au niveau de l'échantillon à analyser, sur la partie centrale de 4mm, la différence de hauteur maximale est de 10µm.**

• **Caractérisations statiques et dynamiques :**

▪ **Etude des déformations des céramiques piézoélectriques :**

Il s'agit d'appliquer une tension aux bornes des céramiques et de mesurer la déformation en Z au moyen du profilomètre Fogale.

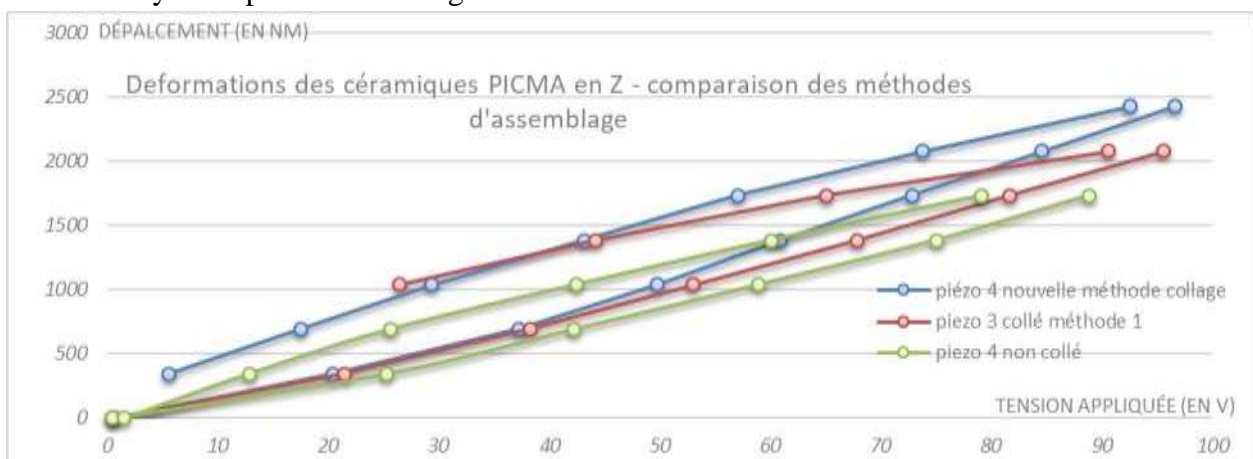


Figure 94 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°3 et n°4 assemblées avec et sans collage en fonction de la tension appliquée

Le comportement de la céramique est d'abord mesuré en assemblant le piézo par la méthode d'origine sans collage. Puisque cette méthode est réversible, j'ai pu mesurer par la suite le comportement de la même céramique piézoélectrique après collage par la nouvelle méthode d'assemblage.

**Le graphique ci-dessous témoigne d'un comportement conforme et légèrement supérieur aux données constructeur. L'hystérésis s'est légèrement dégradé par la méthode d'assemblage : 15V et 400nm sans collage contre 20V et 550nm avec collage. Il est légèrement supérieur pour la méthode n°1 (25V et 500nm).**

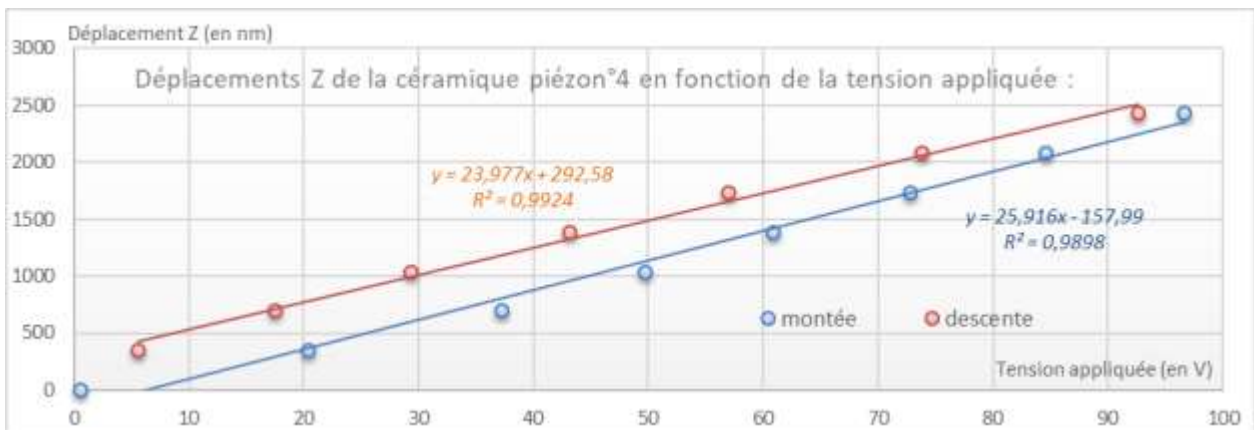


Figure 95 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°3 assemblée avec collage en fonction de la tension appliquée

• **Etude des modes de résonance des céramiques piézoélectriques :**

De la même manière, les mesures dynamiques en mesures d'impédance et vibrométrie en mode moyenné sont réalisées sur la bande passante du microscope, avec et sans collage pour la céramique piézoélectrique n°4 afin de comparer les différentes méthodes d'assemblage.

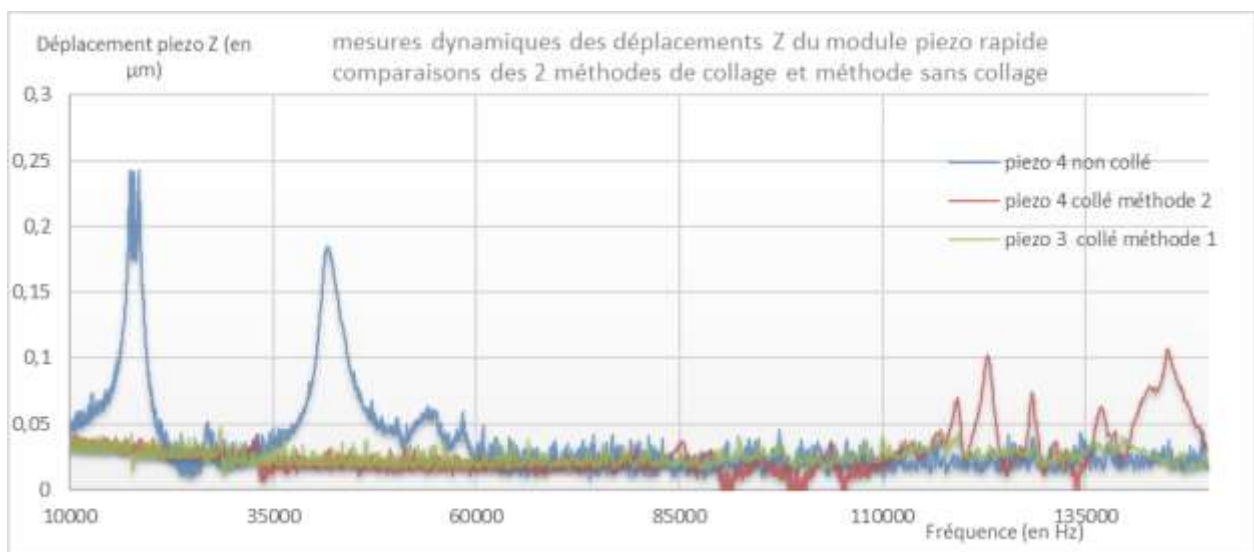


Figure 96 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°3 et 4 assemblées avec et sans collage

Nous observons bien les résonances importantes sur la méthode sans collage. **Ces résonances sont bien supprimées avec les méthodes par collage.**

Le graphique ci-dessous est une comparaison des 2 méthodes avec une échelle Log.

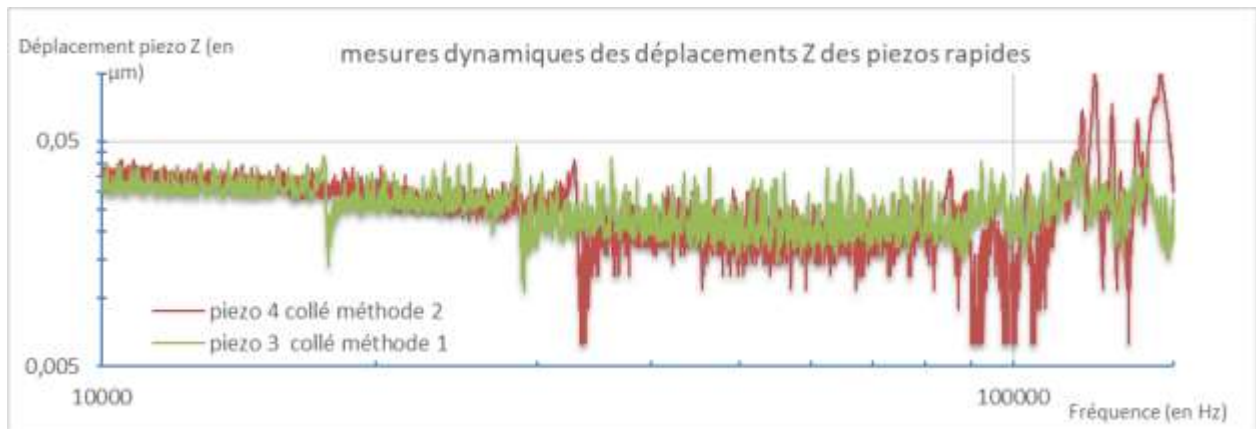
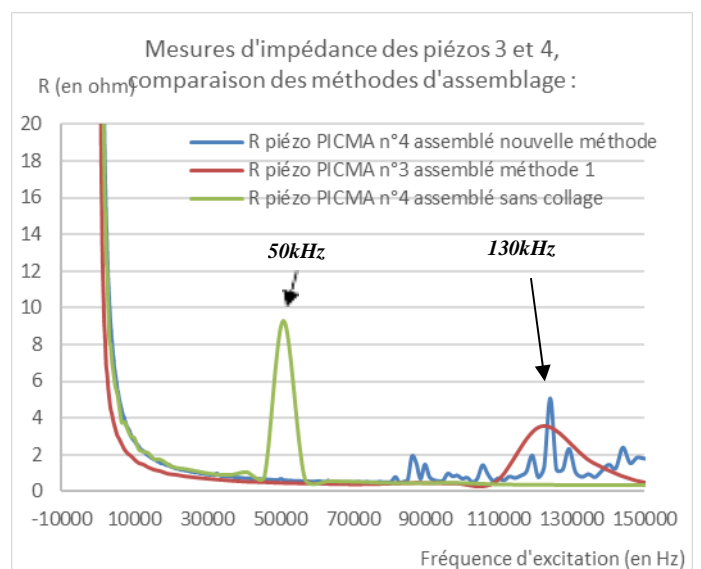
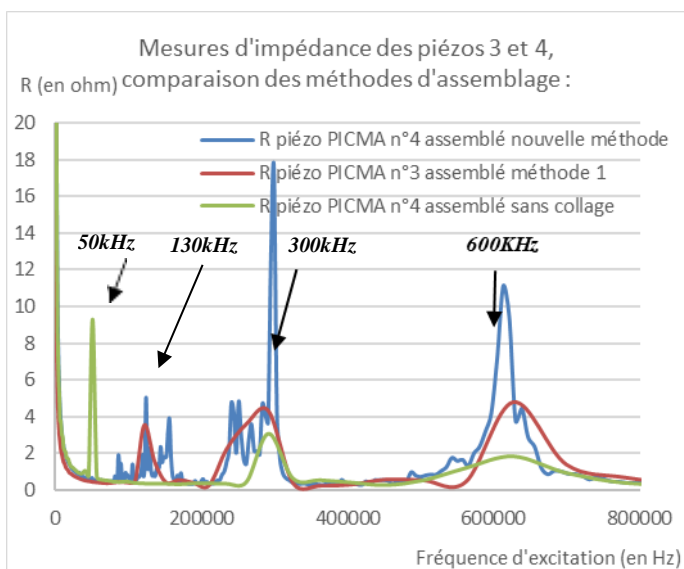


Figure 97 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°2 avec une excitation de 2V et 4V

Ces analyses concordent avec les mesures d'impédance électrique réalisées (figure ci-dessous). Les modes observés sont les suivants :

- **50kHz**, identifié précédemment au niveau de la flasque (page 84).
  - Nous confirmons que ce mode est supprimé par la technique du collage puisqu'il est bien absent sur scan des piézos assemblés avec collage.
- **300kHz**, identifié proprement à la céramique piézo (page 81).
  - Ne dégrade pas la bande passante
- **600kHz**, identifié proprement à la céramique piézo (page 81).
  - Ne dégrade pas la bande passante
- **130kHz** : ce mode est lié aux méthodes d'assemblage avec collage (page 92).

**Des analyses complémentaires par vibrométrie laser sont nécessaires pour une meilleure compréhension des modes autour de la bande passante.**



• **Etude des modes de résonance des céramiques par vibrométrie laser :**

Nous réalisons plusieurs mesures pour confirmer les modes de résonances du bloc piézo rapides à 130kHz, 300kHz et 600kHz collé.

Des cartographies sont lancées pour déterminer les modes de vibration en jeu.

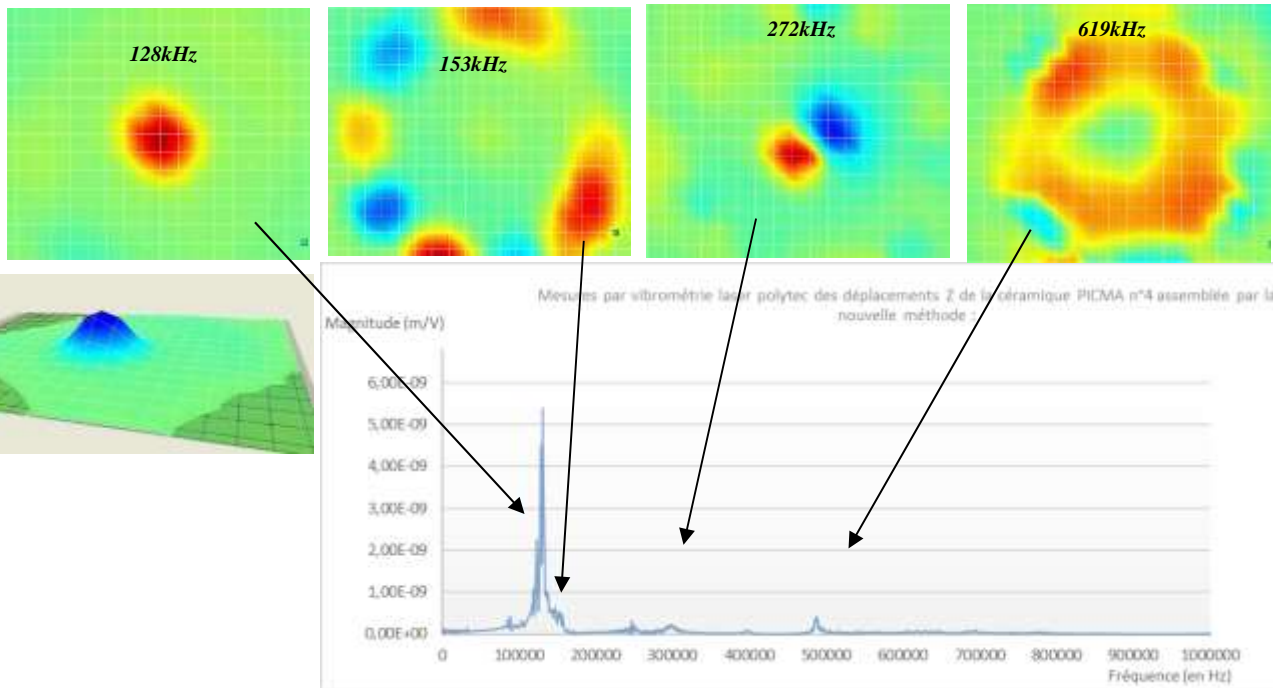


Figure 98 Mesures des déplacements Z du bloc piézo Z rapide n°4

Afin mieux comprendre, on peut représenter les mesures de cartographie en superposant le modèle du montage.

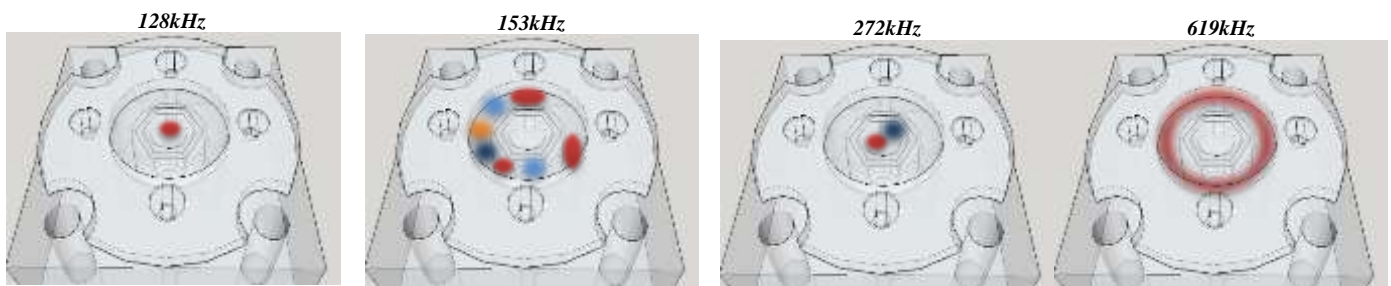


Figure 99 Superposition des mesures au plan du bloc piézo Z rapide

**Les analyses par vibrométrie laser confirment le mode de résonance à 128kHz identifié par la résonance de la flasque au centre des céramiques PICMA. Néanmoins, cette résonance ne semble pas incompatible avec une imagerie AFM rapide avec une bande passante à 100kHz.**



#### IV.5.4 Excitation simultanée des 2 céramiques :

L'objectif de cette mesure est de valider l'intégration double piézo reprise des systèmes d'Ando.

Nous réalisons pour cela une mesure en excitant simultanément les céramiques 1 et 2 comme dans le fonctionnement de l'AFM. Les modes de vibrations devraient être en opposition de phase et devraient s'annuler.

Sur le graphe ci-dessous, nous observons les trois tracés, PICMA n°1 en bleu, PICMA 2 en gris et les deux céramiques simultanément en rouge. L'atténuation semble très faible, en dessous des espérances.

Nous pouvons expliquer cela par deux réponses différentes des céramiques, il n'y a donc jamais opposition de phase et donc aucune compensation.

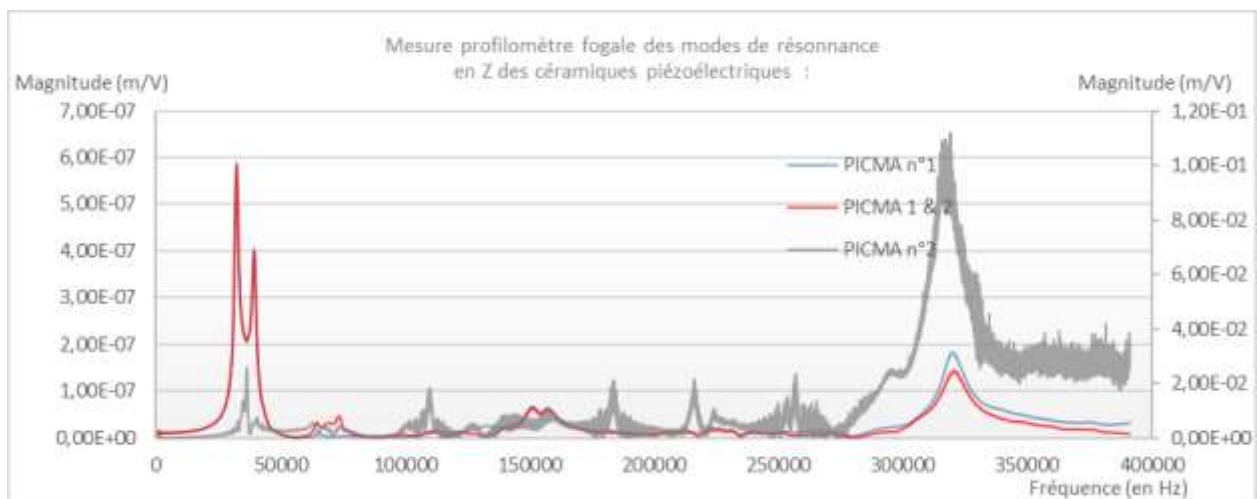


Figure 100 Mesures des déplacements Z des céramiques PICMA 1 et 2 et 1&2 combinées

**La configuration double piézo développée par Ando n'a pas permis de réduire les modes de vibration dans notre système piézo Z rapide.** La cause peut être liée à la différence de réponse des deux céramiques (amplitude de mouvement, phases, modes de résonance), au corps en aluminium ou encore aux précontraintes des flasques de chaque côté.

#### IV.5.5 Utilisation d'un matériau viscoélastique :

Les matériaux viscoélastiques sont destinés à dissiper l'énergie mécanique des vibrations en chaleur. Leurs applications sont multiples : automobile, aéronautique, spatial, génie civil... Outre l'augmentation de la durée de vie des systèmes, ils permettent d'atténuer le bruit et les vibrations.

Ils sont caractérisés pour des propriétés d'élasticité importantes. Par rapport à un ressort parfait, ils possèdent des capacités de dissipation de l'énergie, ils joueront donc un rôle d'amortissement structurel. [26]

On étudie ici le comportement du bloc piézo rapide en remplaçant la seconde céramique piézoélectrique par ce type de matériau. Nous avons utilisé un matériau de densité (1,79500 g/cm) et de viscosité connues. On compare les mesures avec et sans ce matériau.

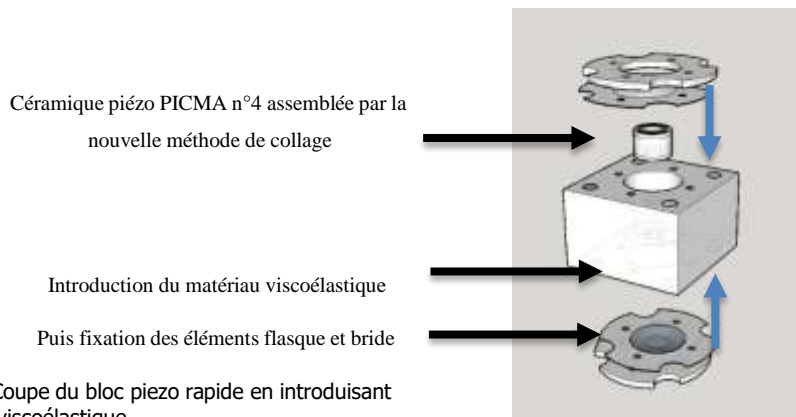


Figure 101 Coupe du bloc piézo rapide en introduisant le matériau viscoélastique

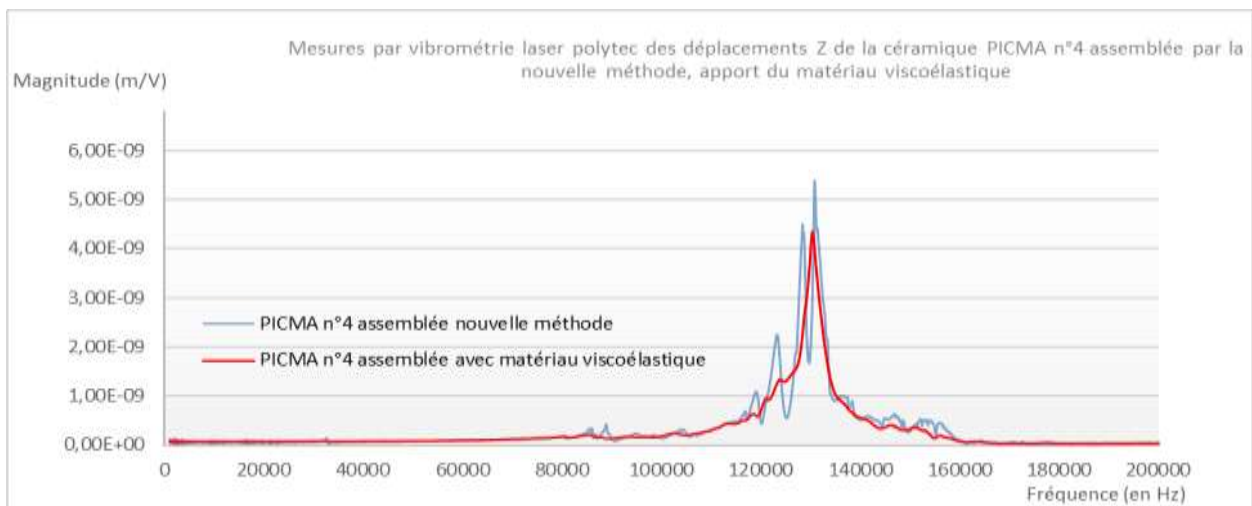


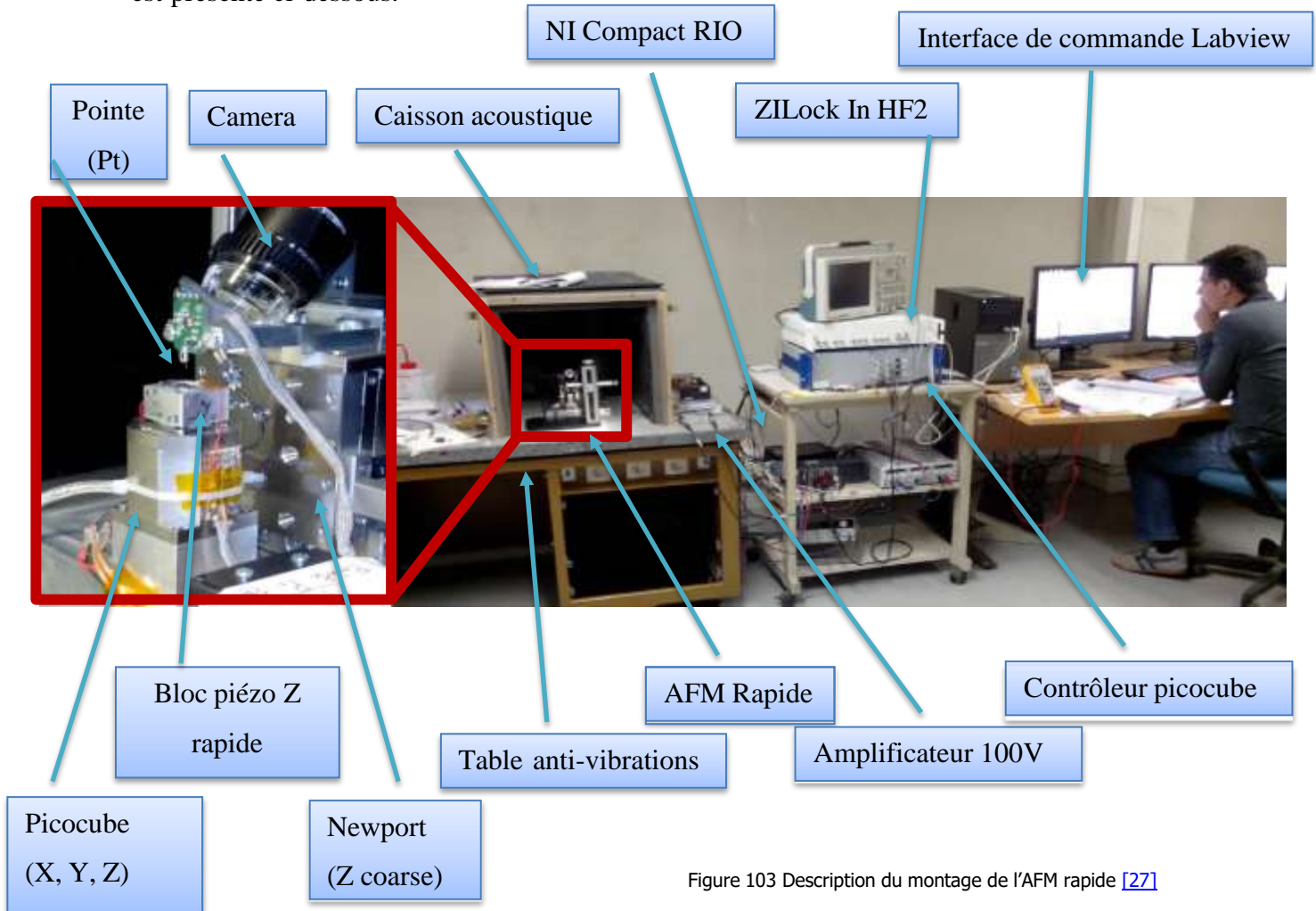
Figure 102 Mesures déplacements Z du bloc piézo Z rapide n°4

**L'intégration du matériau viscoélastique dans le bloc piézo rapide permet un amortissement des vibrations et un lissage des modes de résonance.**



## IV Imageries AFM rapides :

Les éléments sont assemblés pour le montage du dispositif complet dont une vue globale est présente ci-dessous.



### IV.1 Premiers résultats en microscopie à effet tunnel :

Les premières observations réalisées avec les modules du microscope permettent de valider le fonctionnement général de l'instrument et le contrôle du système de déplacement à faible vitesse.

Les observations sont faites en mode STM (Scanning Tunneling Microscope) car elles sont plus simples à réaliser d'un point de vue pratique. De plus, les sondes opto-mécaniques nécessitent un délai de fabrication au CEA-LETI. Afin de tester le microscope, nous utiliserons un fil de platine aminci à son extrémité en guise de pointe. La photo du dispositif est sur la figure 114 sur laquelle on peut distinguer le fil de platine.

Les observations STM ci-dessous sont réalisées sur un substrat métallisé.

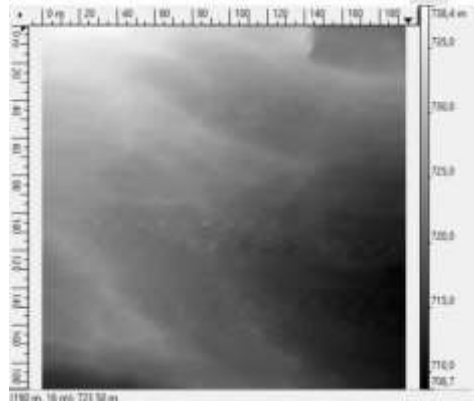


Figure 104 Mesures STM d'un échantillon de graphite HOPG

## IV.2 Premières observations AFM avec une sonde MEMS :

Des images en mode AFM sont à présent réalisées en remplaçant le fil de platine par une sonde MEMS en silicium fabriquée par la société V-Micro, la photo du microscope est présentée ci-dessous.

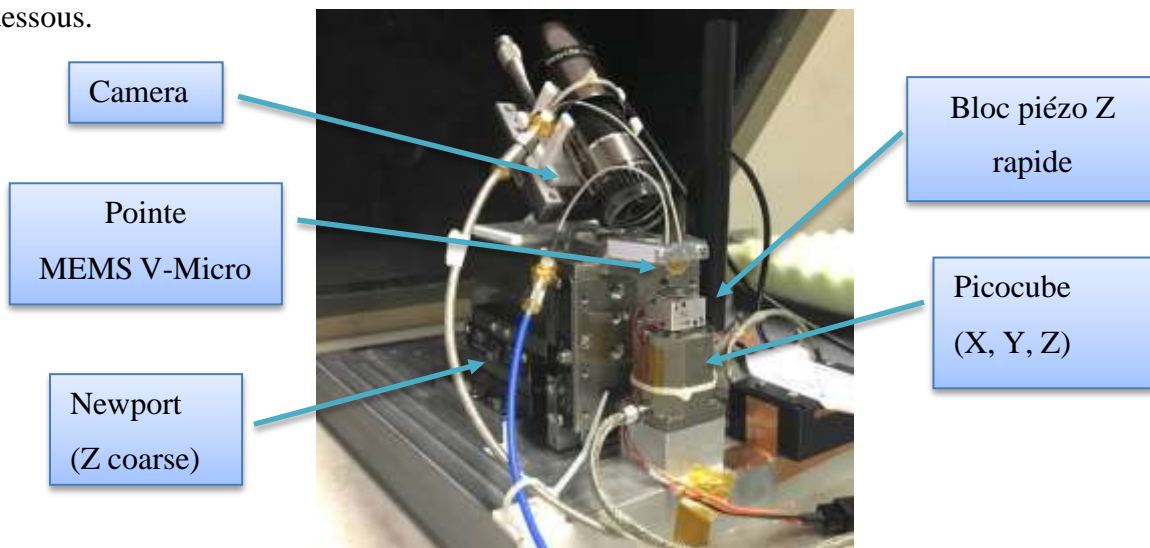


Figure 105 Montage de l'AFM Olympia avec une sonde MEMS V-Micro

Les copolymères à blocs (CPB) sont des matériaux composés de phases aux propriétés mécaniques et physico-chimiques différentes. Les CPB PS-PMMA sont parmi les plus utilisés. Des travaux de recherche sont menés sur ces matériaux dans le domaine de la microélectronique car ils ont la propriété de s'auto assembler pour générer des motifs de quelques nanomètres. [28]

Au moyen d'un recuit, les blocs s'organisent selon une manière spécifique. Sans structuration initiale, les lamelles de copolymères s'organisent sans direction de prédilection sur la surface, ce qui donne un motif en « empreinte digitale ». Des techniques de fonctionnalisation et de structuration des matériaux sont nécessaires pour guider les CPB en lignes droites, parallèles et continues.

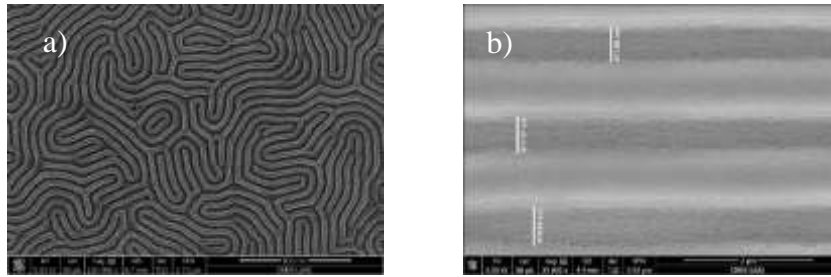


Figure 106 Images SEM de CPB PS-PMMA [28]

Avec une dimension latérale de 20nm pour une profondeur de 30nm, ces matériaux sont très intéressants pour une imagerie AFM.

Les analyses sont réalisées sur une surface d' $1\mu\text{m}^2$  avec une résolution latérale de 4nm (66kpixels) en 60sec. Les images b et c sont prises sur une surface de 250nm de coté en 3sec pour une image de 16kpixel.

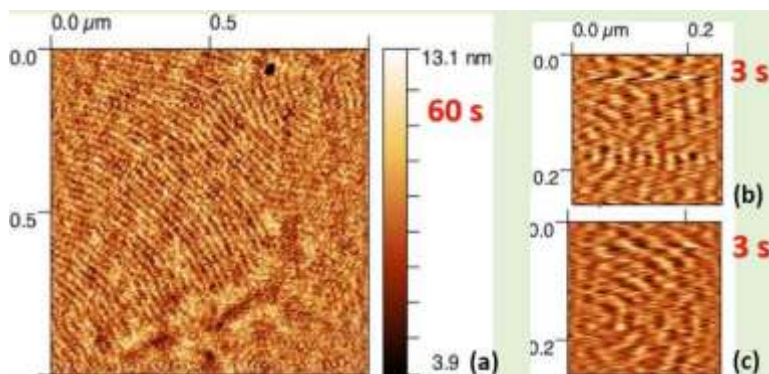


Figure 107 Imageries HS AFM de CPB [27]

Les performances initiales visées est d'imager une surface de  $100\text{nm}\times 100\text{nm}$  ( $100\times 100$ pixels) en 10 images/s.

L'équipement monté avec une pointe MEMS permet des observations de  $100\text{nm}\times 100\text{nm}$  (10kpixels) en imagerie AFM rapide à 0.5image/s.

### IV.3 Intégration des sondes optomécaniques Olympia :

#### V.3.1 Courbes d'approche–retrait moyen du système piézo :

Les courbes de force peuvent être obtenues expérimentalement avec l'instrument présenté. On fait varier la position verticale ( $z$ ) de l'échantillon et on enregistre le signal de la pointe. Une courbe schématique est montrée sur la figure ci-dessous : on y a porté la déflexion du stylet en fonction de la hauteur de l'échantillon. On remarque que les trajets aller vers le contact (de gauche à droite) et retour sont différents.

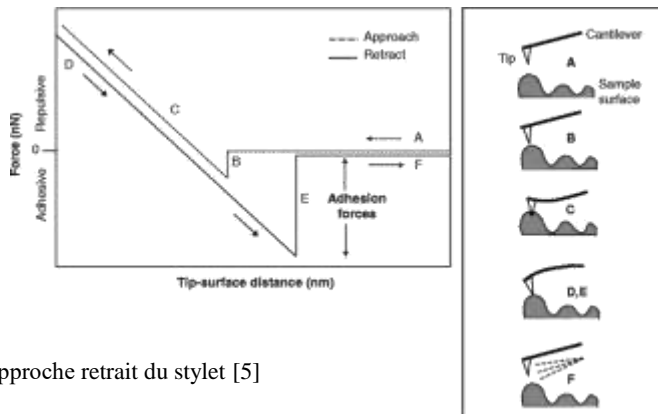


Figure 108 Courbe d'approche retrait du stylet [5]

• **Approche :**

A distance importante de la surface de l'échantillon, les forces d'interaction sont très faibles, la déflexion du cantilever est quasi nulle, c'est la partie horizontale (A). Au point (B), à proximité de la surface, l'interaction est attractive et conduit à une légère déflexion du cantilever (vers le bas, ou négative). L'instabilité correspondante se traduit par le saut vertical visible sur la courbe aller. Si l'on continue de rapprocher de la pointe l'échantillon (C), la déflexion croît linéairement avec la hauteur de l'échantillon en raison des forces répulsives.

• **Retrait :**

Sur le trajet retour, la courbe de force, suit le même chemin en (D) mais dépasse la position de force nulle B ou même celle de la limite du saut au contact à cause de l'adhésion. Il faut en effet tirer sur le contact pour le rompre. Tant que le point de rupture n'est pas atteint, la trajectoire est dans le prolongement de la droite caractéristique du contact. Quand le point de rupture E est atteint, le cantilever reprend la position très faiblement défléchi.

L'adhésion se manifeste ici par une hystérésis sur la courbe de force. Elle provient de nombreux facteurs : forces de Van der Waals, forces de capillarité, forces statiques...

Nous rappelons sur la figure suivante les courbes de potentiel en fonction de la distance pointe surface.

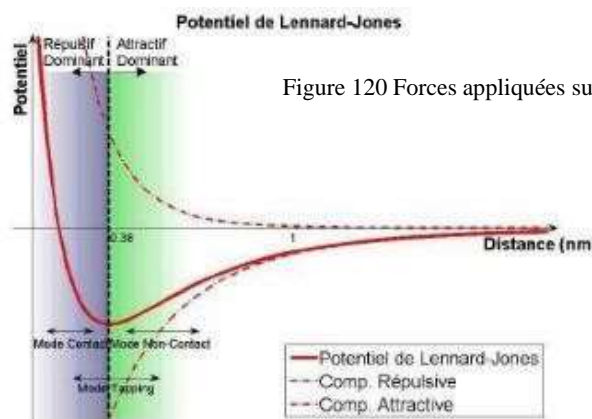


Figure 120 Forces appliquées sur le stylet en fonction de la distance [10]

### • Courbes expérimentales

Des courbes d'approche-retrait sont réalisées par Lucien Schawb actuellement en thèse sur le projet. Ces analyses ont déjà été réalisées sous vide au laboratoire MPQ Paris partenaire sur le projet. Les mesures sont maintenant faites à l'air avec le système complet : pointe, système de déplacements piézo, traitement du signal.

Le signal de la pointe est mesuré en fonction de la commande de la céramique PICMA. Le signal est enregistré au moment de l'approche et du retrait de la pointe.

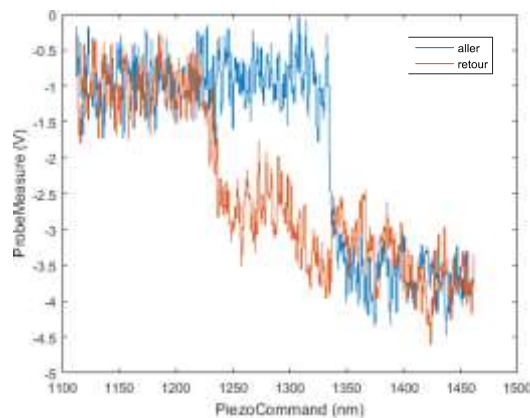


Figure 110 Signaux mesurés lors de l'approche et le retrait

**Nous observons bien une hystérésis entre les mouvements d'approche et de retrait.** Ce phénomène est lié aux forces d'attraction et de répulsion à proximité de l'échantillon. Dans notre cas, elle est de 100nm environ, elle était de 15nm sous vide.

Nous observons néanmoins que le point de rupture au retrait est plus faible qu'à l'approche.

### IV.4 Mise en asservissement de la pointe :

Les courbes suivantes sont les signaux enregistrés en fonction du temps lors de l'approche de la pointe vers l'échantillon.

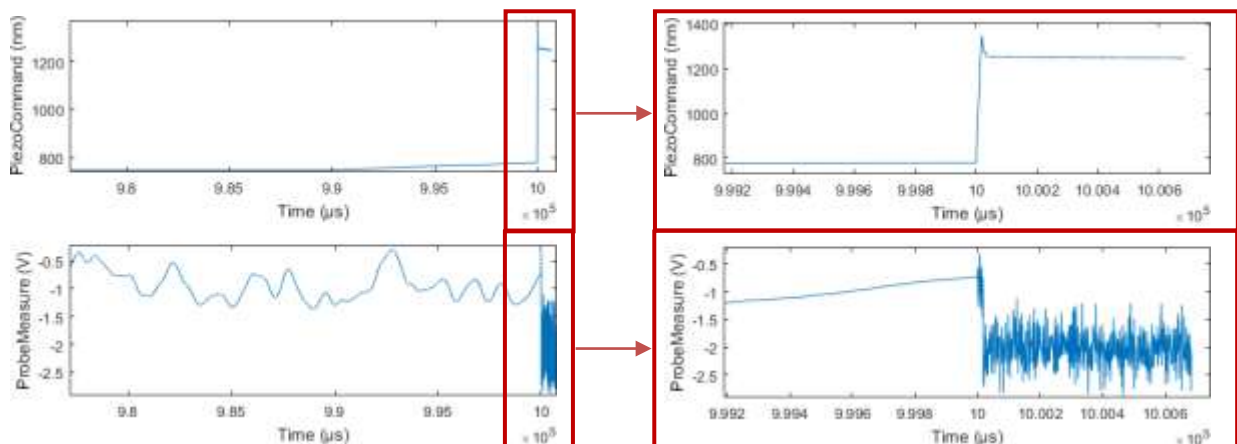


Figure 111 Signaux approche retrait

L'approche se fait en plusieurs temps :

- Une approche lente sans atteindre le contact.
- Attraction de la pointe.
- Retrait de la pointe, mise en route du mode PID.
- Position d'équilibre.

**Nous avons réussi à mesurer le signal de la pointe à l'approche de l'échantillon et avons développé un système de régulation permettant à l'électronique d'asservir la position  $z$  de la pointe par rapport à l'échantillon.**

De nouvelles observations sont réalisées sur un échantillon de graphite avec les sondes MEMS V-Micro, les sondes opto-mécaniques fabriquées n'étant pas encore compatibles pour de l'imagerie. **Le système permet des scans sur des surfaces de  $5\mu\text{m}$  de côté avec une résolution latérale de  $0,3\text{nm}$  et une résolution verticale  $8\text{pm rms}$  à  $100\text{kHz}$ .**

**La vitesse d'exécution permet de scanner une image de  $3\text{M}$  pixels en  $60\text{s}$ , ou une image de  $10\text{kHz}$  en  $0,2\text{s}$ .**

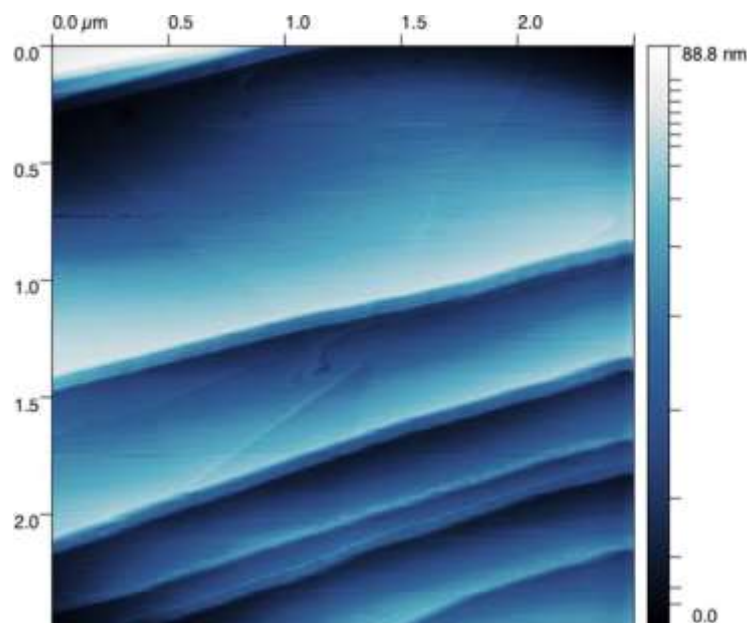


Figure 112 Image AFM de graphite HOPG,  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}$  ( $512 \times 512$  pix.)



## Conclusion :

Cette étude porte sur le développement d'un système de déplacements nanométriques au moyen de céramiques piézoélectriques pour le développement AFM rapide à 10 images par seconde.

Depuis plus de vingt ans, plusieurs équipes ont conduit des développements afin de permettre des acquisitions en cadence rapide et répondre à la communauté scientifique. Ces développements permanents de prototypes, l'AFM d'Ando en particulier, permettent d'offrir de nouveaux types de sondes MEMS, des scanners piézoélectriques de plus en plus précis avec une électronique adaptée.

Le projet Olympia a pour objectif la conception et l'intégration de ces différents modules dans le but de construire un AFM avec une fréquence d'acquisition plus élevée à 10 images par seconde. L'originalité du projet est basée sur un nouveau type de sondes opto-mécaniques dont la fréquence de résonance à 100MHz augmente la bande passante de l'outil.

Les développements décrits dans ce mémoire ont été menés pour fabriquer une platine de déplacements de l'échantillon à proximité de la pointe avec une fréquence d'asservissement de 100kHz, compatible avec l'imagerie AFM à 10 images par seconde.

Plusieurs méthodes d'intégration ont été mises en œuvre pour l'amélioration du dispositif, faisant appel à des techniques de pointes. Différents équipements de caractérisation ont été associés pour la maîtrise des opérations et le contrôle du système développé avec une grande précision. Le nano positionneur Z conçu, réalisé et caractérisé a permis d'atteindre les objectifs attendus en terme de performances : amplitude de déplacement et bande passante.

Les travaux décrits dans ce mémoire ont permis l'acquisition du signal de la pointe pendant la procédure d'approche. Les mesures obtenues sont conformes à la théorie et les premières imageries de copolymères à blocs PS-PMMA en HS AFM sont à l'état de l'art [\[11\]](#).

Concevoir un microscope à force atomique (haute vitesse) requiert des connaissances très variées, l'outil est à l'image de son application : multidisciplinaire. La compréhension des éléments et des phénomènes en jeu lors d'une mesure est au centre de plusieurs disciplines : physique, biologie, électronique, mécanique, micro-technologies, métrologie, optique, automatique.

C'est ce qui en fait son intérêt.

*« La science remplace du visible compliqué par de l'invisible simple. » Jean Perrin*





## Bibliographie

- [1] Binning G., Quate C.F et Gerber C. – Atomic force microscope. Phys. Rev. Lett., 12, p. 930-933 1986.
- [2] F. Salvan, F. Thibaudau, « La microscopie à sonde locale », *Techniques de l'ingénieur, Mesures – Analyses – Techniques d'analyse, Vol P895, 2005.*
- [3] E.H. Syngé, A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region, The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, Series 7, Volume 6, 1928.
- [4] T. Ando, « High-speed atomic force microscopy coming of age », *Nanotechnology. Vol, 23, 062001, 2012.*
- [5] J.C. Rivoal, C. Fréty, « Microscopie à force atomique (AFM) », *Techniques de l'ingénieur, Mesures – Analyses – Mesures mécaniques et dimensionnelles, Vol P394, 1999.*
- [6] S. Souleille, « La microscopie à force atomique », *Diplôme d'ingénieur, Centre National des Arts et Métiers, 2005.*
- [7] G. Coulon, « Imageries de surface de polymères : microscopie à force atomique », *Techniques de l'ingénieur, Matériaux – Plastiques et composites, Vol P280, 2000.*
- [8] D. Carriou, « Etude dynamique et structurale de biomolécules par microscopie à force HS-AFM », *Thèse de doctorat de l'Université de Bourgogne, 2012.*
- [9] Atomic force microscopy, from Wikipedia, the free encyclopedia, Disponible sur <[https://en.wikipedia.org/wiki/Atomic\\_force\\_microscopy](https://en.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscopy)>, 14/10/2018.
- [10] B. Poyet, « Conception d'un microscope la force atomique métrologique », *Thèse de doctorat de l'Université de Versailles-Saint Quentin en Yvelines, 2010.*
- [11] B. Legrand. « Contribution au domaine des actionneurs et résonateurs micro-électromécaniques, application à la nano-caractérisation », *Habilitation à diriger des recherches en sciences physiques, Université de Lille 1, 2012.*
- [12] A.J. Fleming, B.J.Kenton, K.Leang « Bridging the gap between conventional and video-speed scanning probe microscopes », *Ultramicroscopy, vol 110, 1205-1214, 2010.*
- [13] S. Rana, « Performance of Sinusoidal Scanning with MPC in AFM Imaging », *Techniques de l'ingénieur, Matériaux – Plastiques et composites, Vol P280, 2015.*

[14] K. Srinivasan, H. Miao, M. T. Rakher, M. Davanco and V. Aksyuk, « Optomechanical Transduction of an Integrated Silicon Cantilever, Probe Using a Microdisk Resonator », *Nano Letters*, Vol 11, 791-797, 2011.

[15] Dimension Fastscan, The World's Fastest , Bruker Nano Surfaces Division, Disponible sur : <<https://www.bruker.com/fr/products/surface-and-dimensional-analysis/atomic-force-microscopes/dimension-fastscan/overview.html>>, 14/10/2018.

[16] O. Guillermet, S. Gauthier, C. Joachim, P. de Mendoza, T. Lauterbach « STM and AFM high resolution intramolecular imaging of a single decastarphene molecule », *Physics Letters*, 511, 482-485, 2011.

[17] B. Legrand, « Olympia Sondes opto-mécaniques pour la microscopie AFM rapide », Appel à projet générique 2014.

[18] Christian Le Grimellec, Eric Lesniewska, Marie-Cecile Giocondi, Eric Finot, Jean-Pierre Goudonnet, « Tapping-mode atomic force microscopy on intact cells: optimal adjustment of tapping conditions by using the deflection signal », *Ultramicroscopy*, vol 82, 279-288, 2000.

[19] S. Wagner, « Novel micromechanical bulk acoustic wave resonator sensing concepts for advanced atomic force microscopy », *These de master, department Microsystem Technology, KTH, 2012.*

[20] G. Schitter, P. J. Thurner, P. K. Hansma, « Design and Modeling of a HighSpeed AFM scanner » *IEEE transactions and control systems technology*, vol15, 2007.

[21] Yuen Kuan Yong, S. O. Reza Mohemani, « A Z-scanner Design for High-Speed Scanning Probe Microscopy », *IEEE International Conference on Robotics and Automation*, VolP4780-4785, 2012.

[22] N. Lindenmann, G. Balthasar, D. Hillerkuss, R. Schmogrow, M. Jordan, J. Leuthold, W. Freude, and C. Koos, Photonic wire bonding: a novel concept for chip-scale interconnects, *Optics Express* Vol. 20, Issue 16, pp. 17667-17677 2012.

[23] M. Schumann, T. Bckmann, N. Gruhler, M. Wegener, W Pernice, Hybrid 2D–3D optical devices for integrated optics by direct laser writing, *Nature Science & Applications*, vol 3, page e175, 2014.

[24] K. Daffe, Simulation et caractérisation de capteurs MEMS, rapport de stage Master 2 micro nanotechnologies, Université Toulouse III, 2015.

[25] Piezoelectricity, from Wikipedia, the free encyclopedia, Disponible sur <<https://en.wikipedia.org/wiki/Piezoelectricity>>, 14/10/2018.

[26] L. Garibaldi, M. Sidhamed, « Matériaux viscoélastiques- Atténuation du bruit et des vibrations », *Techniques de l'ingénieur, Matériaux – Matériaux fonctionnels*, Vol N720, 2007.

[27] N.Mauran, D.Lagrange, X.Dollat, L.Mazenq, L.Schwab, J.P.Salvetat, B.Legrand, « High Spedd Aomic Force Microscope », *NIWeek*, n°17187, 2017.

[28] M. Brillat, Développement d'un procédé de gravure submicronique : Approche basée sur les copolymères à blocs auto-assemblés, rapport de stage L3, Université Toulouse III, 2017.

[29] J. D. Adams, A. Nievergelt, B. W. Erickson, C. Yang, M. Dukic and G. E. Fantner, « High-speed imaging upgrade for a standard sample scanning atomic force microscope using small cantilevers », *AIR Review of Scientific Instruments*, Vol 65, 2014.

[

[30] B. P. Brown, L. Picco, M. J. Miles and J. Faul, « Opportunities in High-Speed Atomic Force Microscopy », *Small*, Vol 9 n°19, 3201-3211, 2013.

[31] Yuen Kuan Yong, S. O. Reza Mohemani, « A Z-scanner Design for High-Speed Scanning Probe Microscopy », *IEEE International Conference on Robotics and Automation*, VolP4780-4785, 2012

[32] I.A. Grimaldi, G. Persichetti, G. Testa, R. Bernini, « Fabrication and optimization of su-8 microring resonators », *AISEM Annual Conference XVIII*, 2011

## **Table des annexes<sup>1</sup>**

Annexe 1 Cahier des charges de l'équipement.....	106
Annexe 2 Données techniques des éléments .....	108
Annexe 3 Colle époxy EPO-TEK.....	112
Annexe 4 Autres mesures de caractérisation des éléments .....	113

---

<sup>1</sup> Les annexes doivent être annoncées dans le texte principal en note de bas de page. On évitera alors de renvoyer à la page où se situe l'annexe mais on renverra plutôt au n° de l'annexe. On peut ici détailler ou illustrer des informations qui n'ont pas pu être développées dans le texte mais qui méritent de l'être. Les annexes sont numérotées et titrées. On évitera donc de faire figurer plusieurs annexes sur une même page. Pour enlever cette note de bas de page, supprimer l'appel de note ci-dessus.

# Annexe 1

## Cahier des charges de l'équipement

- **Objectifs :**

- Définir les différents éléments de l'instrument.
- Définir des spécifications de chaque partie.

- **Introduction :**

Ce document liste les différentes parties de l'équipement HS AFM (Microscope à Force Atomique Rapide).

- **Architecture de l'équipement :**

- **Spécifications**

Paramètres	Olympia probe
X-Y scan range	100nm x 100nm
Z range	100nm
X-Y position accuracy	
Sensor accuracy	0.2µm
X-Y tip speed max	20µm.sec
Z tip speed max	
Sample size, holder	5mm diameter, 3.5mm square
Microscope optics, viewing area	130µm to 1040µm
Nombre d'images / sec	6-12

- **Composition de l'équipement :**

Nous reprenons la figure ci-dessus pour analyser les différentes parties de l'instrument.

- **La sonde :**
    - **Mesure du signal :**
    - **Le correcteur PID:**
-



PI E536 : 8W max 10 kHz en petit signal (typique en AFM)  
 Pilotage numérique ou analogique  
 Pilotage numérique : E-517 DAC 24 bits

Bruit de l'ampli tel que bruit de position en Z du piézo de l'ordre de 10 pm sur la bande

▪ **Le support motorisé :**

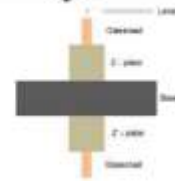
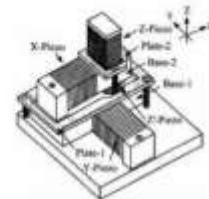
- Scan carré :
  - X axe rapide (kHz)
  - Y axe lent (qq 10 Hz)
  - Z axe très rapide (100 kHz idéalement et +)



Fastscan Bruker (2011)  
 X,Y : 3 kHz  
 Z : 60 kHz



Picocube PI  
 X,Y : jusque 4 kHz  
 Z : jusque 11 kHz  
 Voir pica « nu »



Développements Ando  
 Z : jusque 80 voire 300 kHz

Possibilité de scan non carrés pour optimiser la BW XY : sinus, spirale, lissajous



ZI UHFLLI PiD/PLL (2012)  
 Lock-in 600 MHz / > 100 dB dynamique → ok pour les sondes optoméca → MAG-PHA  
 PiD 200 kHz → OK pour l'asservissement rapide en Z  
 Port 10 Gbits pour le transfert numérique des données

- Sortie analogique auxiliaire DAC 16 bits : insuffisant pour le pilotage Z de l'ampli HV
- Idéalement 10 pm/5 um : mieux que 20 bits
  - voir dithering dans U Zi
  - Possibilité de réduire la plage pour augmenter la résolution effective
  - Utiliser un pilotage numérique temps réel

▪ **L'environnement :**

camera  
 Cage à faraday  
 Salle



## Annexe 2

### Données techniques des éléments

For Motion, Think Newport™

# TRB Series

COMPACT MOTORIZED ACTUATORS



The TRB motorized actuator series is the latest addition to Newport's extensive range of precision positioning actuators. The TRB provides reliable motorized linear motion in a lightweight and very compact package.

Improvements when compared to the successful TRA actuator include: higher speed, better repeatability and higher axial loading. The cable on the side, provides more flexibility for cable routing.

To provide the best fit to an application, the TRB actuators are available in open-loop stepper, closed-loop DC servo motor and integrated CONEX controller versions. To protect your investment, the TRB actuators include fixed integrated optical limit switches. These highly reliable switches also provide a basis for repeatable referencing/homing, after a shut-down, for example.

As with the TRA and CMA actuators, TRB actuators are direct replacement of micrometers which are found in a wide variety of linear and rotation stages, and are ideal for OEM applications. Visit [www.newport.com](http://www.newport.com) to see the list of compatible manual positioning products.

- Up to 25 mm travel in a light, compact design
- Replaces manual micrometer drives with similar form factor
- Stepper and closed-loop DC servo motor versions
- Integrated limit switches prevent component and motor damage

#### Design Details

Base Material	Stainless steel body, black
Drive Mechanism	Rolled lead screw
Drive Screw Pitch (mm)	1
Reduction Gear	TRB-CC: 67.5:1 TRB-PP: 1:256
Feedback	TRB-CC: Motor mounted rotary encoder, 1024 cts/rev. TRB-PP: Open loop (no encoder)
Limit Switches	Optical switches, both ends
Origin	Uses negative travel limit for homing, typically <4 μm repeatability
Motor	CC: DC servo motor UE13MCC PP: 2-phase stepper motor UE12PP, 20 steps/rev.
Cable Length (m)	1.5
MTBF	20,000 h at 25 N load and with a 10% duty cycle
Weight [lb (kg)]	0.51 (0.23)

#### Specifications

	TRB-CC	TRB-PP
Travel Range (mm)	6; 12; 25	6; 12; 25
Minimum Incremental Motion (μm)	0.1	0.1
Uni-directional Repeatability, Guaranteed (μm)	0.5	0.5
Bi-directional Repeatability <sup>1)</sup> (μm)	1.5 or ±0.75	1.5 or ±0.75
On-Axis Accuracy <sup>1)</sup> , Guaranteed (μm)	TRB6:	6 or ±3
	TRB12:	8 or ±4
	TRB25:	10 or ±5
Maximum Speed <sup>2)</sup> (mm/s)	2	0.3
+Cx, Axial Load Capacity (N)	60/90 <sup>4)</sup>	60/90 <sup>4)</sup>

<sup>1)</sup> Shown are peak to peak, guaranteed specifications or ± half the value as sometimes shown. The typical specifications are about 2X better than the guaranteed values.

<sup>2)</sup> Backlash value is provided with each actuator.

<sup>3)</sup> For axial loads over 60 N, the max. speed must be reduced to 1 mm/s for the TRB-CC and kept to 0.3 mm/s for the TRB-PP.

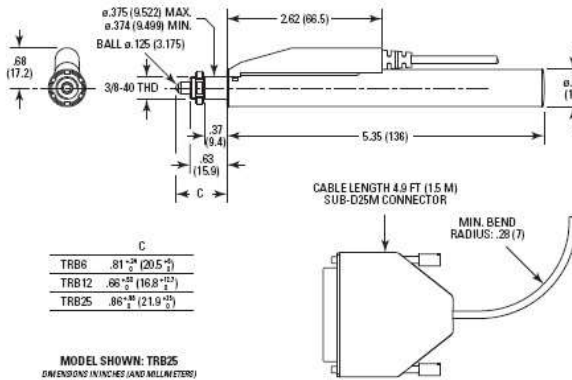
<sup>4)</sup> Continuous load/Specific load.



## Recommended Motion Controllers/Drivers

XPS-0x
XPS-DRV01
ESP301
SMC100

## Dimensions



5610-XYZ positioner equipped with 3 TRB25 motorized actuators.



TRB actuator on M-481-A rotation stage.



TRB actuators on UT00-A mirror mount.

## Ordering Information

Model	Description
TRB6CC	Compact motorized actuator, 6 mm travel, DC servo motor
TRB6FP	Compact motorized actuator, 6 mm travel, stepper motor
CONEX-TRB6CC	TRB6CC with integrated CONEX controller
TRB12CC	Compact motorized actuator, 12 mm travel, DC servo motor
TRB12FP	Compact motorized actuator, 12 mm travel, stepper motor
CONEX-TRB12CC	TRB12CC with integrated CONEX controller
TRB25CC	Compact motorized actuator, 25 mm travel, DC servo motor
TRB25FP	Compact motorized actuator, 25 mm travel, stepper motor
CONEX-TRB25CC	TRB25CC with integrated CONEX controller
CONEX-PS	CONEX 24 V power supply



Newport Corporation, Global Headquarters  
1791 Deere Avenue, Irvine, CA 92606, USA

[www.newport.com](http://www.newport.com)

PHONE: 1-800-222-6440 1-949-863-3144 FAX: 1-949-253-1680 EMAIL: [sales@newport.com](mailto:sales@newport.com)  
Complete listings for all global office locations are available online at: [www.newport.com/contact](http://www.newport.com/contact)

	PHONE	EMAIL		PHONE	EMAIL
Belgium	+32-(0)0900-11 257	<a href="mailto:belgium@newport.com">belgium@newport.com</a>	Irvine, CA, USA	+1-800-222-6440	<a href="mailto:sales@newport.com">sales@newport.com</a>
China	+86-10-4267-0045	<a href="mailto:china@newport.com">china@newport.com</a>	Netherlands	+31-(0)30 6592111	<a href="mailto:netherlands@newport.com">netherlands@newport.com</a>
France	+33-(0)1-60-91-68-68	<a href="mailto:france@newport.com">france@newport.com</a>	United Kingdom	+44-1235-432-710	<a href="mailto:uk@newport.com">uk@newport.com</a>
Japan	+81-3-3794-5511	<a href="mailto:spectra-physics@splasers.co.jp">spectra-physics@splasers.co.jp</a>	Germany / Austria / Switzerland	+49-(0)6151-708-0	<a href="mailto:germany@newport.com">germany@newport.com</a>
Taiwan	+886-(0)2-2508-4977	<a href="mailto:sales@newport.com.tw">sales@newport.com.tw</a>			

Newport Corporation, Irvine, California and Franklin, Massachusetts; Evy and Beaune-La-Rolande, France and Wuxi, China have all been certified compliant with ISO 9001 by the British Standards Institution. Santa Clara, California is DNV certified.

**Newport**. Family of Brands – ILX Lightwave® • New Focus™ • Ophir® • Oriol® Instruments • Richardson Gratings™ • Spectra-Physics® • Spiricon®

TRB\_DSE (10/13)

## PicoCube XY(Z) Piezo Scanner

HIGH- DYNAMICS NANOSCANNER FOR SCANNING PROBE MICROSCOPY



### P-363

- ⊕ Ultra- high- performance closed- loop scanner for AFM / SPM
- ⊕ Compact manipulation tool for bio- / nanotechnology
- ⊕ Resonant frequency 9.8 kHz
- ⊕ Capacitive sensors for highest accuracy
- ⊕ Parallel- motion metrology for automated compensation of guiding errors
- ⊕ Resolution 50 picometer
- ⊕ Travel range 5  $\mu\text{m}$   $\times$  5  $\mu\text{m}$   $\times$  5  $\mu\text{m}$
- ⊕ Vacuum- compatible versions

### Specifications

	P-363.3CD	P-363.2CD	Unit
Active axes	X, Y, Z	X, Y	
<b>Motion and positioning</b>			
Integrated sensor	Capacitive	Capacitive	
Open- loop travel in X, Y, -250 to +250 V	$\pm 3$	$\pm 3$	$\mu\text{m}$
Open- loop travel in Z, -250 to +250 V	$\pm 2.7$	-	$\mu\text{m}$
Closed- loop travel in X, Y	$\pm 2.5$	$\pm 2.5$	$\mu\text{m}$
Closed- loop travel in Z	$\pm 2.5$	-	$\mu\text{m}$
Open- loop resolution	0.03*	0.03*	nm
Closed- loop resolution	0.1	0.1	nm
Linearity error	0.05	0.05	%
Repeatability	1**	1**	nm
Pitch / yaw in X, Y	0.5	0.5	$\mu\text{rad}$
Runout X, Y (Z motion)	0.2	-	$\mu\text{rad}$
Straightness in X, Y	3	3	nm
Flatness in X, Y	<10	<10	nm
Crosstalk in X, Y (motion in Z)	5	-	nm
<b>Mechanical properties</b>			
Unloaded resonant frequency in X, Y	3.1	4.2	kHz
Unloaded resonant frequency in Z	9.8	-	kHz
Loaded resonant frequency in X, Y	1.5 (20 g)	2.1 (20 g)	kHz
Load capacity	10	10	N
Ceramic type	PICA, PICA Shear	PICA Shear	
<b>Miscellaneous</b>			
Operating temperature range	-20 to 80	-20 to 80	$^{\circ}\text{C}$
Material	Titanium	Titanium	
Dimensions	30 mm $\times$ 30 mm $\times$ 40 mm	30 mm $\times$ 30 mm $\times$ 28 mm	
Mass	225	190	g

## Round PICMA® Chip Actuators

MINIATURE MULTILAYER PIEZO ACTUATOR WITH INNER HOLE



### PD0xx

- Superior lifetime
- Ultra- compact: From 5 mm Ø
- Ideal for dynamic operation
- Microsecond response
- Sub- nanometer resolution

### Piezo Linear Actuator with PICMA® Multilayer Technology

Operating voltage -20 to 100 V. Ceramic insulation, polymer- free. Humidity resistance. UHV- compatible to 10<sup>-8</sup> hPa, no outgassing, high bakeout temperature. Large choice of designs. Versions with rectangular or annular cross- section

#### Available Options

PTFE- insulated wire leads. Various geometric shapes, inner hole. Precision- ground ceramic end plates

#### Fields of Application

Research and industry. For laser tuning, micro- dispensing, life sciences

### Specifications

	Dimensions OD × ID × TH	Displacement	Blocking force	Electrical capacitance	Resonant frequency
		µm	N	nF	kHz
PD050.30	5 mm × 2.5 mm × 2.5 mm	2.0	>400	110	500
PD080.30	8 mm × 4.5 mm × 2.5 mm	2.0	>1000	300	500

Travel range: at 0 to 100 V, tolerance ±20 %. The values refer to the free component and can be lower when glued on.

Blocking force: at 0 to 100 V.

Electrical capacitance: Tolerance ±20 %, measured at 1 V<sub>pp</sub>, 1 kHz, RT.

Axial resonant frequency: measured at 1 V<sub>pp</sub>, unloaded, unclamped. The value is halved for unilateral clamping. Lateral resonant frequencies can be lower than the axial ones, depending on the installation situation.

Piezo ceramic type: PIC252.

Standard connections: Solderable contacts. For optional PTFE- insulated wire leads, 100 mm, AWG 32, Ø 0.49 mm, change order number extension to 1 (e.g. PL022.31).

Operating voltage: -20 to 100 V.

Operating temperature range: -40 to 150 °C.

Recommended preload for dynamic operation: 15 MPa.

Maximum preload for constant force: 30 MPa.

Ask about custom designs!



## Annexe 3 Colle époxy EPO-TEK



### EPO-TEK® 353ND-T Technical Data Sheet For Reference Only *High Temperature Thixotropic Epoxy*

**Date:** September 2017  
**Rev:** VII  
**No. of Components:** Two  
**Mix Ratio by Weight:** 10 : 1  
**Specific Gravity:** Part A: 1.12      Part B: 1.02  
**Pot Life:** 3 Hours  
**Shelf Life- Bulk:** One year at room temperature

**Recommended Cure: 150°C / 1 Hour**

**Minimum Alternative Cure(s):**  
*May not achieve performance properties listed below*  
 150°C / 1 Minute  
 120°C / 5 Minutes  
 100°C / 10 Minutes  
 80°C / 30 Minutes

**NOTES:**

- Container(s) should be kept closed when not in use.
- Filled systems should be stirred thoroughly before mixing and prior to use.
- Performance properties (rheology, conductivity, others) of the product may vary from those stated on the data sheet when bi-pak/syringe packaging or post-processing of any kind is performed. Epoxy's warranties shall not apply to any products that have been reprocessed or repackaged from Epoxy's delivered status/container into any other containers of any kind, including but not limited to syringes, bi-paks, cartridges, pouches, tubes, capsules, films or other packages.
- Syringe packaging will impact initial viscosity and effective pot life, potentially beyond stated parameters.
- **TOTAL MASS SHOULD NOT EXCEED 25 GRAMS**

**Product Description:** EPO-TEK® 353ND-T is a two component, highly thixotropic epoxy with non-flowing properties and high temperature resistance.

**Typical Properties:** Cure condition: 150°C / 1 Hour      Different batches, conditions & applications yield differing results.  
 Data below is not guaranteed. To be used as a guide only, not as a specification. \* denotes test on lot acceptance basis

PHYSICAL PROPERTIES:			
* Color (before cure):	Part A: Tan	Part B: Amber	
* Consistency:	Smooth thixotropic paste		
* Viscosity (23°C) @ 20 rpm:	9,000 - 15,000	cPs	
Thixotropic Index:	3.8		
* Glass Transition Temp:	≥ 90	°C (Dynamic Cure: 20-200°C/ISO 25 Min; Ramp -10-200°C @20°C/Min)	
Coefficient of Thermal Expansion (CTE):			
	Below Tg:	43	x 10 <sup>-6</sup> in/in°C
	Above Tg:	231	x 10 <sup>-6</sup> in/in°C
Shore D Hardness:	80		
Lap Shear @ 23°C:	1,953	psi	
Die Shear @ 23°C:	≥ 15	Kg	5,334 psi
Degradation Temp:	409	°C	
Weight Loss:			
	@ 200°C:	0.53	%
	@ 250°C:	1.22	%
	@ 300°C:	2.37	%
Suggested Operating Temperature:	< 325	°C (Intermittent)	
Storage Modulus:	559,120	psi	
Ion Content:	Cl <sup>-</sup> :	471 ppm	Na <sup>+</sup> : 143 ppm
	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> :	400 ppm	K <sup>+</sup> : 15 ppm
* Particle Size:	99% ≤ 20	microns	
ELECTRICAL AND THERMAL PROPERTIES:			
Thermal Conductivity:	N/A		
Volume Resistivity @ 23°C:	≥ 4 x 10 <sup>12</sup>	Ohm-cm	
Dielectric Constant (1KHz):	3.21		
Dissipation Factor (1KHz):	0.003		

**Epoxies and Adhesives for Demanding Applications™**

This information is based on data and tests believed to be accurate. Epoxy Technology, Inc. makes no warranties (expressed or implied) as to its accuracy and assumes no liability in connection with any use of this product.

EPOXY TECHNOLOGY, INC.  
 14 FORTUNE DRIVE, BILLERICA, MA 01821 (978) 667-3805, FAX (978) 663-9782  
[www.epotek.com](http://www.epotek.com)

## Annexe 4 Autres mesures de caractérisation des éléments

# LAAS-CNRS

Laboratoire d'analyse et d'architecture des systèmes du CNRS

## Projet Olympia

**Réunion du 3 Novembre 2016**

Bonjour,  
Laurent Mazzeo et Samuel Charlot ont effectué le collage d'un piezo :  
D'après les premiers tests, c'est une belle réussite !! (cf leur mail)

Je voudrais donc, avant de coller le deuxième piezo dans le module, qu'on fasse le point sur l'ensemble de la procédure en reprenant :

- les essais et tests effectués
- les difficultés rencontrées
- Les solutions envisagées (retenues/testées/abandonnées) avec leurs arguments pour/contre
- La solution retenue ses avantages/inconvénients et ses difficultés possibles

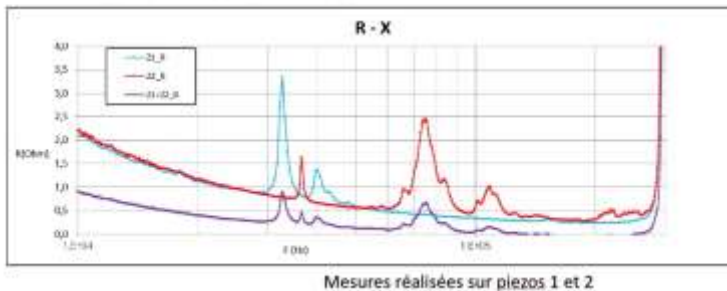
- La méthode à employer pour un deuxième module, en incluant la mécanique (reprise du module actuel/Nouvelle réalisation)

Pour ce genre d'exercice, c'est mieux si tout le monde est là pour apporter sa vision.

La date qui semble convenir au plus grand nombre est le  
jeudi 3 Novembre à 10h en salle superimion (calle café de

## Mesures de résonance

- Contexte :
    - Mesures d'impédance
    - Mesures vibromètre laser polytec
- Observation de résonances à 10KHz à 70KHz



## Piezo rapides

- Mesures mécaniques :

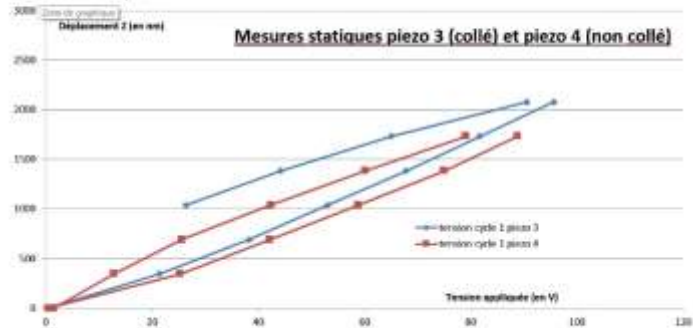
## Mesures profilomètre

- mesures dynamiques des déplacements Z des piezos rapides



## Mesures profilomètre

Mesures en statique :



10

## Mesures complémentaires

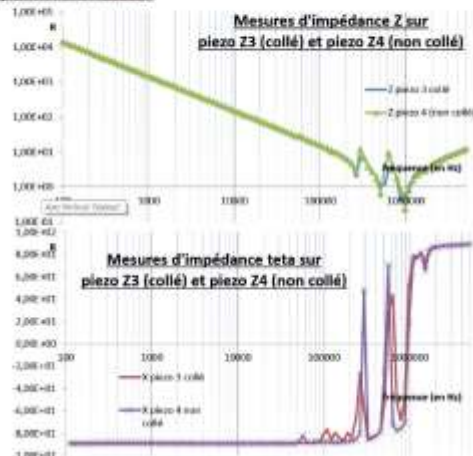
Mesures d'impédance R-X :



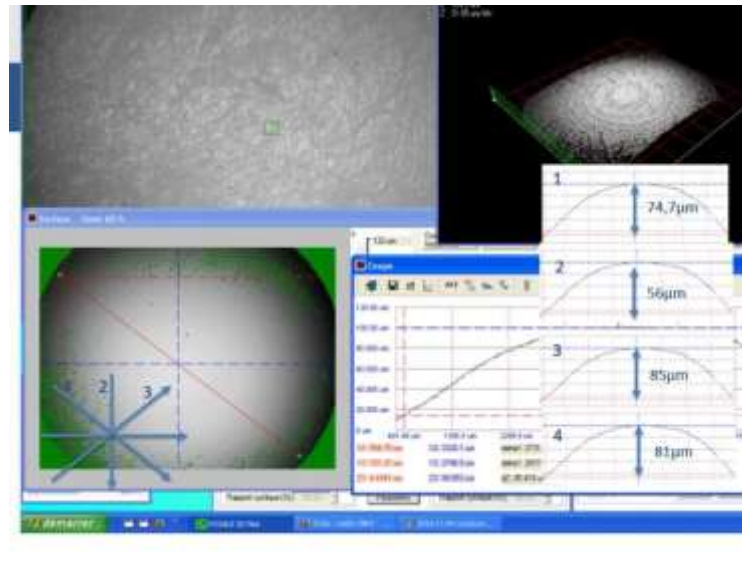
11

## Mesures complémentaires

Mesures d'impédance Z - theta :



12





## Caractérisation de la réponse des actuators piezo

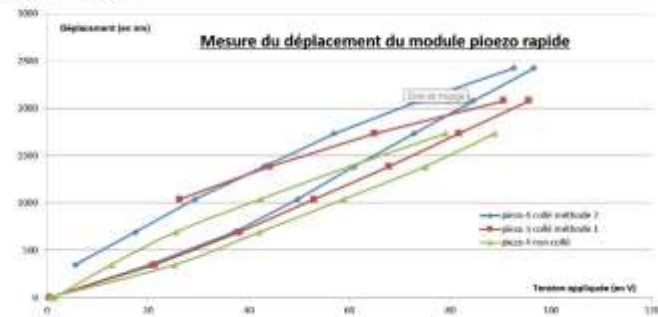
Mesure par profilométrie focale dynamique

Déplacement piezo Z (en µm)



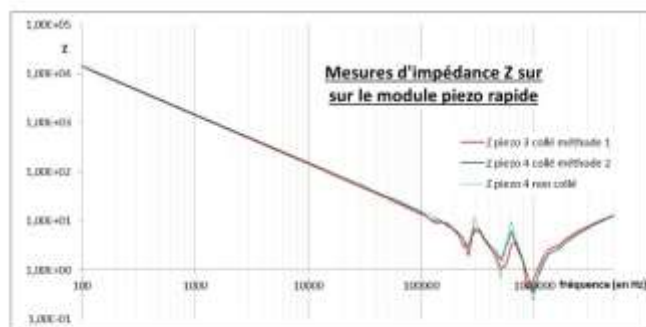
## Caractérisation de la réponse des actuators piezo

Mesures en statique :



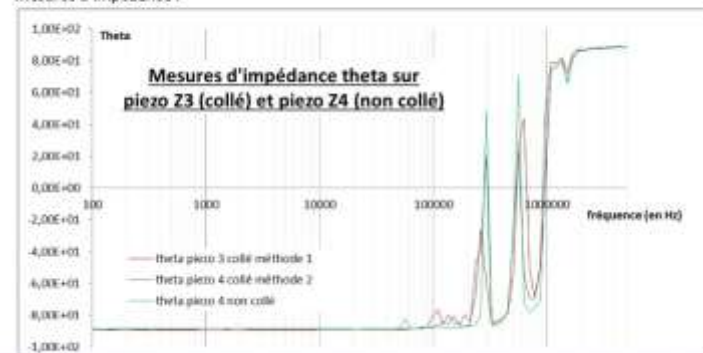
## Caractérisation de la réponse des actuators piezo

Mesures d'impédance :



## Caractérisation de la réponse des actuators piezo

Mesures d'impédance :



## Liste des figures<sup>2</sup>

Figure 1 Schéma de principe d'un microscope à sonde locale.....	9
Figure 10 Gerd BINNIG [9] .....	11
Figure 11 Premier Microscope à Force Atomique [10].....	11
Figure 12 Fonctionnement d'un microscope à effet Tunnel .....	12
Figure 13 Atomes de xénon déposés par un microscope à effet tunnel [9].....	13
Figure 14 Schéma du principe d'un AFM en mode oscillant [4] .....	14
Figure 15 Schéma d'un support de pointe AFM [5].....	15
Figure 16 Courbe schématique de la descente du stylet [5] .....	16
Figure 17 Forces appliquées sur le stylet en fonction de la distance [10].....	16
Figure 18 Exemples de pointes AFM .....	18
Figure 19 AFM détection de déviation de faisceau [9] .....	19
Figure 20 Microscope HS AFM d'Ando [4] .....	21
Figure 21 Présentation schématique du HS-AFM d'Ando [4] .....	21
Figure 22 Différents types de pointes AFM [4] .....	22
Figure 23 Vues schématiques du système de déplacement piezo d'Ando [4].....	23
Figure 24 Représentation de l'asservissement du système piézo [4].....	23
Figure 25 Représentation du mouvement de la myosine V [4].....	24
Figure 26 Différentes équipes travaillant sur l'AFM rapide dans le monde .....	25
Figure 27 Assemblage et photographie du système piezo Z [12] .....	26
Figure 28 Comparaison des performances [12].....	26

---

Figure 29 HS AFM développé par l'équipe de Rana [13].....	27
Figure 30 Mapping du nouveau balayage proposé par Rana [13] .....	27
Figure 31 Images SEM et mesures des fréquences de résonance [14] .....	28
Figure 32 Schéma du dispositif de Aksyuk [14].....	28
Figure 33 Modèle AFM Bruker Fastscan [15] .....	29
Figure 34 Pointe de l'AFM Bruker Fastscan [15] .....	29
Figure 35 Tête du Bruker Fastscan .....	30
Figure 36 Mesures statiques a) et dynamiques b) déplacements en X Y et c) [15]	
.39(Figure 37 Cartographie des programmes d'HS-AFM en France.....	32
Figure 38 Images SEM de cantilevers élaborés avec différents flux de silane [16]	33
Figure 39 pointes en SiC fabriquées avec les procédés de microfabrication [16]...	33
Figure 40 Schémas et images MEB des cantilevers [16] .....	34
Figure 41 Vue d'ensemble de l'électronique et vue du signal mesuré [16].....	34
Figure 42 Observations STM de la molécule adsorbée .....	35
Figure 43 Observations STM. G et h, modèles calculés des molécules .....	35
Figure 44 Principe et plan de l'outil développé [18] .....	36
Figure 45 Nouveau système de déplacement piezo Z rapide développé par Ando .	46
Figure 46 Exemple de sonde AFM dite Kolibri sensor .....	38
Figure 47 Sondes MEMS AFM développées par l'IEMN [19].....	39
Figure 48 Description du procédé technologique [11] .....	39
Figure 49 Image MEB des sondes MEMS AFM fabriquées à l'IEMN [11].....	39
Figure 50 Vue d'ensemble du dispositif AFM [11].....	40
Figure 51 Images AFM d'origamis d'ADN de 2nm de hauteur[11] .....	40
Figure 52 Nouvelles sondes opto-mécaniques [17].....	42
Figure 53 Micro-résonateur fabriqué sur substrat SOI [17] .....	44
Figure 54 Pointes Olympia fabriquées sur substrat SOI.....	45
Figure 55 Pointes Olympia fabriquées sur substrat SOI a) élément de la puce, b,c,d) micro-résonateur avec la pointe en technologie silicium, e) intégration de la fibre optique .....	45
Figure 56 Picocube P-363 Physik Instrumente.....	46
Figure 57 a)Système compact RIO ; b) Amplificateur commande Z rapide .....	48
Figure 58 Interface utilisateur Labview .....	49
Figure 59 4 vues de l'environnement, a) caisson acoustique b) moteur Newport et la caméra c) l'ensemble complet d) photo du système de déplacement Newport et Picocube	49

Figure 60 Bloc aluminium avec un des 2 piézos .....	52
Figure 61 Simulations par éléments finis COMSOL du bloc piezo rapide [24].....	52
Figure 62 Profilomètre Fogale ZoomSurface 3D présent au LAAS-CNRS.....	53
Figure 63 Principe du profilomètre optique en interférométrie en lumière blanche	54
Figure 64 Mesure au profilomètre optique de structures MEMS .....	54
Figure 65 Mesure hors-plan en mode moyenné.....	55
Figure 66 Déplacements Z du picocube avec une excitation de 2V en Z.....	55
Figure 67 Déplacements Z du picocube avec excitation 2V en X (à gauche) et 2V en Y (à droite) jusqu'à <b>150kHz</b> .....	56
Figure 68 Déplacements Z du picocube avec excitation 2V en X (à gauche) et 2V en Y (à droite) jusqu'à <b>10kHz</b> .....	56
Figure 69 a) Bloc avant assemblage ; b) Coupe du système « bloc piézo rapide Z » .....	57
Figures 70 Coupe du bloc piezo rapide, a) méthode d'assemblage par vissage .....	58
Figures 71 a) FC150 b) Technique de report et dispense c) Collage de composants par flip-chip .....	59
Figures 72 Programme développé avec les coordonnées du chemin de dispense ...	60
Figures 73 Pièce micro-usinée spécifiquement pour le report du bloc piézo sur l'équipement FC150 .....	60
Figures 74 Dispense de la colle époxy a) schéma b) photo microscope optique.....	60
Figures 75 Positionnement de la céramique piézo a) schéma ; b et c) photo MEB.69	
(Figures 76 a) Dispense de la colle sur la céramique piézo ; b) report de la flasque c) report de la bride d) fixation après recuit.....	61
Figures 77 Procédé de flip chip pour l'intégration du bloc piézo rapide Z .....	61
Figure 78 Dimensions des céramiques PICMA.....	62
Figure 79 Céramiques PICMA PD050.31 .....	62
Figure 80 Mesures statiques des déformations des céramiques piézoélectriques....	63
Figure 81 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°1 .....	64
Figure 82 Déformation Z de la céramique piézo n°1, mesures sur 5 cycles.....	64
Figure 83 Déplacements Z de la céramique PICMA n°1 .....	65
Figure 84 Mesure d'impédance de la céramique piézoélectrique PICMA n°3 .....	66
Figure 85 Mesures par profilométrie optique de la courbure des flasques sur les céramiques piézoélectriques PICMA n°1 (a) et 3 (b) .....	67

Figure 86 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°1 et n°2 assemblées sans collage en fonction de la tension appliquée .....	68
Figure 87 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°3 assemblée avec collage en fonction de la tension appliquée .....	69
Figure 88 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°1 avec une excitation de 2V et 4V.....	69
Figure 89 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°2 avec une excitation de 2V et 4V.....	70
Figure 90 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°3 collée avec une excitation de 2V .....	71
Figure 91 Montage optique du vibromètre laser.....	72
Figure 92 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z de la céramique PICMA n°1 non collée .....	73
Figure 93 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA n°1 et 2 non collées .....	74
Figure 94 Emplacement des mesures.....	75
Figure 95 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA n°1 sur plusieurs éléments du bloc.....	75
Figure 96 Cartographie de mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z réalisée sur la céramique PICMA n°2 non collée.....	75
Figure 97 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées et non collées.....	75
Figure 98 Mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées .....	77
Figure 99 Cartographie des mesures par vibrométrie laser polytec des déplacements Z des céramiques PICMA collées.....	77
Figure 100 Nouvelle méthode de collage par Flip Chip utilisée pour le piézo n°4	78
Figure 101 Outil pour la mise en forme de la flasque utilisé pour la nouvelle méthode de collage.....	78
Figure 102 Caractérisation de la flèche de la flasque sur la nouvelle méthode de collage.....	79
Figure 103 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°3 et n°4 assemblées avec et sans collage en fonction de la tension appliquée.....	79

Figure 104 Déformation Z de la céramique piézoélectrique n°3 assemblée avec collage en fonction de la tension appliquée .....	80
Figure 105 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°1 avec une excitation de 2V et 4V.....	80
Figure 106 Déformation Z des céramiques piézoélectriques n°3 et 4 assemblées avec et sans collage.....	80
Figure 107 Mesures hors-plan en mode moyenné des déplacements Z de la céramique PICMA n°2 avec une excitation de 2V et 4V.....	81
Figure 108 Mesures d'impédances réalisées sur les piézo 3 et 4 sur le spectre complet (à gauche) et sur la bande passante (à droite) .....	81
Figure 109 Mesures des déplacements Z du bloc piézo Z rapide n°4.....	82
Figure 110 Superposition des mesures au plan du bloc piézo Z rapide.....	82
Figure 111 Mesures des déplacements Z des céramiques PICMA 1 et 2 et 1&2 combinées .....	83
Figure 112 Coupe du bloc piezo rapide en introduisant le matériau viscoélastique	
984Figure 113 Mesures déplacements Z du bloc piézo Z rapide n°4.....	84
Figure 114 Description du montage de l'AFM rapide [27] .....	85
Figure 115 Mesures STM d'un échantillon de graphite HOPG.....	86
Figure 116 Montage de l'AFM Olympia avec une sonde MEMS V-Micro.....	86
Figure 117 Images SEM de CPB PS-PMMA [28] .....	87
Figure 118 Imageries HS AFM de CPB [27] .....	87
Figure 119 Courbe d'approche retrait du stylet [5] .....	88
Figure 120 Forces appliquées sur le stylet en fonction de la distance [10] .....	88
Figure 121 Signaux mesurés lors de l'approche et le retrait.....	89
Figure 122 Signaux approche retrait.....	89
Figure 123 Image AFM de graphite HOPG, $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}$ ( $512 \times 512 \text{ pix.}$ ) .....	90

## I.1.2 Liste des tableaux

Tableau 1	Tableau comparatif des systèmes AFM rapides commerciaux.....	30
Tableau 2	Tableau comparatif des pointes commerciales .....	31
Tableau 3	Tableau comparatif des pointes AFM rapides [17].....	43
Tableau 4	Tableau comparatif des différents systèmes de déplacement .....	51
Tableau 5	Comparaison des flèches des flasques des céramiques collés (n°3) et non collés (n°1).....	67
Tableau 6	Comparaison des flèches des flasques des céramiques PICMA collés (n°3 et 4) et non collés (n°1).....	79



## **Développement d'une platine de déplacements nanométriques pour la réalisation d'un Microscope à Force Atomique (AFM) rapide.**

---

### **RESUME**

La microscopie à force atomique est une technique relativement récente (1985), elle permet l'analyse à l'échelle nanométrique de matériaux et de nano objets. Cependant, sa faible vitesse d'exécution est un élément limitant pour la compréhension de certains phénomènes, notamment en physique et en biologie.

Le projet Olympia a pour objectif de développer un nouveau type de sondes opto-mécaniques dont la fréquence de résonance à 100MHz augmente la bande passante de l'outil. Les travaux décrits dans ce mémoire portent sur le développement d'une platine de déplacements nanométriques composée de céramiques piézoélectriques. Le système doit permettre l'asservissement de la distance entre la sonde et échantillon à 100kHz de bande passante

Les développements sur les différents modules d'instrumentation ont permis les premières imageries en AFM rapide à 10 images par seconde.

**Mots clés : microscopie en champ proche, AFM rapide, céramique piézoélectrique, profilométrie optique, vibrométrie laser.**

---

### **SUMMARY**

Atomic Force Microscopy is relatively new instrument (1985). It allows nanoscale analysis of materials and nano objets. However, the low speed scanning is limiting certain phenomenone understanding, particulary in physic or for biological applications.

Olympia project aims to develop a new type of optomechanical probes with a resonance frequency at 100MHz increasing the bandwich of the conventional tools. This study describes the development of the nanometric platinum composed to piezoelectric actuators. The system allows 100kHz bandwich gap distance regulation between the probe and the sample.

The improvment of the instrumentation's tool allows high speed AFM imaging in 10im/s.

**Key words: Scanning probe microscope, High Speed AFM, piezoelectric actuators, optical profilometry, laser vibrometry**