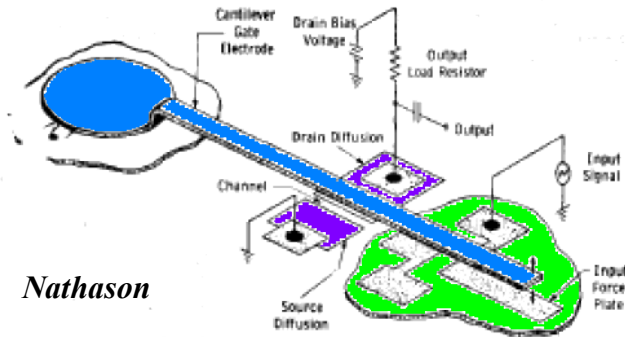


# Technologies Microsystèmes avancées pour le fonctionnement de dispositifs en milieu liquide et les applications nanométriques

**Soutenance de Doctorat par Anne-Sophie Rollier**



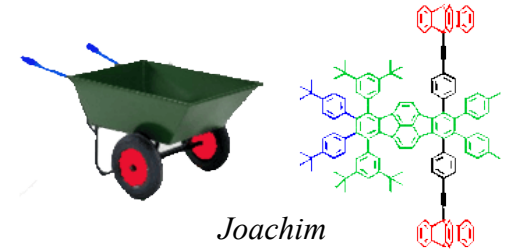
# Les Microsystèmes d'hier à aujourd'hui



Nathason

*1967 : transistor à grille résonante*

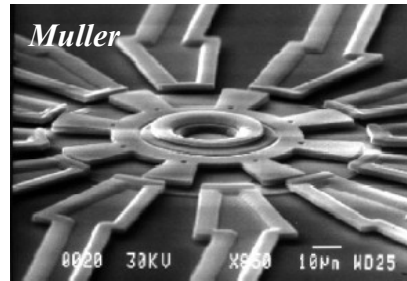
Miniaturisation  
ultime



Joachim

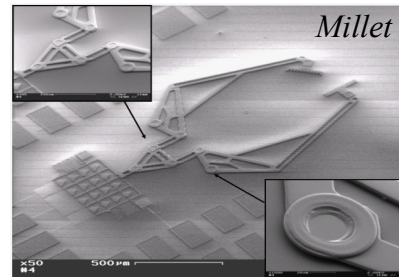
*2003 : brouette moléculaire*

Développement des  
procédés de  
fabrication



Muller

*1988: micromoteur rotatif*



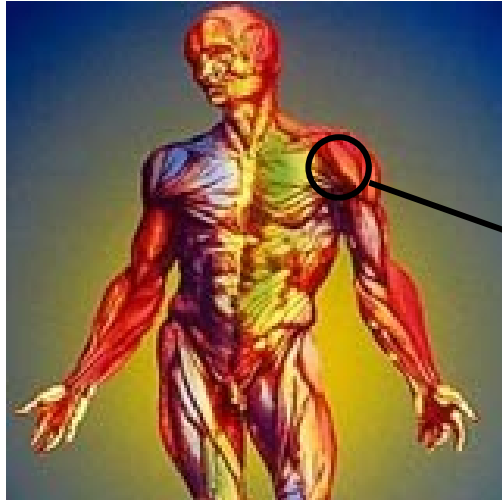
Millet

*2003: micropince*



*Futur proche : nanorobots*

# Le plus petit moteur du monde



*L'énergie permettant de contracter nos muscles résulte de la synthèse de l'ATP qui est le plus petit moteur rotatif du monde!*



*On consomme chaque jour 40kg d'ATP*

*G. Johnson, Institute of Technology, Tokyo, 2002*



└─ Gradient de  
concentration de  $\text{H}^+$



**Copier la nature pour une miniaturisation ultime !**

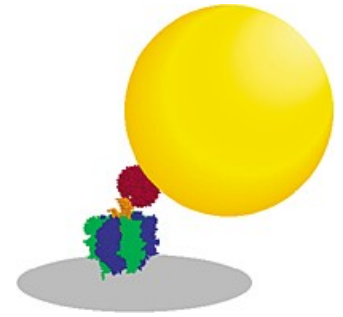
# L'enzyme ATP-synthase



*J. Velours, IBGC, Talence*



*Yoshida et Hisabori Lab,  
Institute of Technology, Tokyo*



*R. Yasuda, Nature, 2001*

## Propriétés de l'enzyme ATP-synthase

- Diamètre 8nm
- Vitesse de rotation  $100\text{tr}\cdot\text{s}^{-1}$
- Rendement de plus de 80%

**Ces techniques de caractérisation nécessitent une modification de l'objet pour pouvoir l'étudier**

# L'enzyme ATP-synthase

## Objectif :

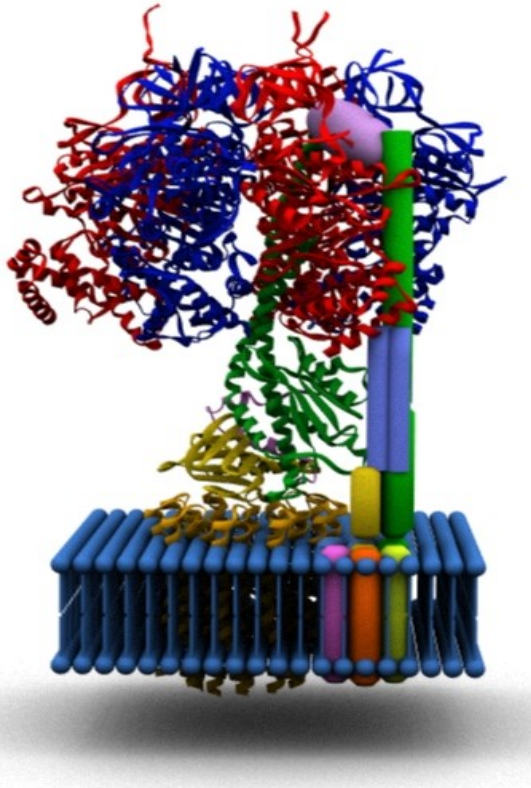
Imagerie *in vitro* de l'enzyme durant son changement de conformation.

## Contrainte environnementale :

- Milieu liquide physiologique.

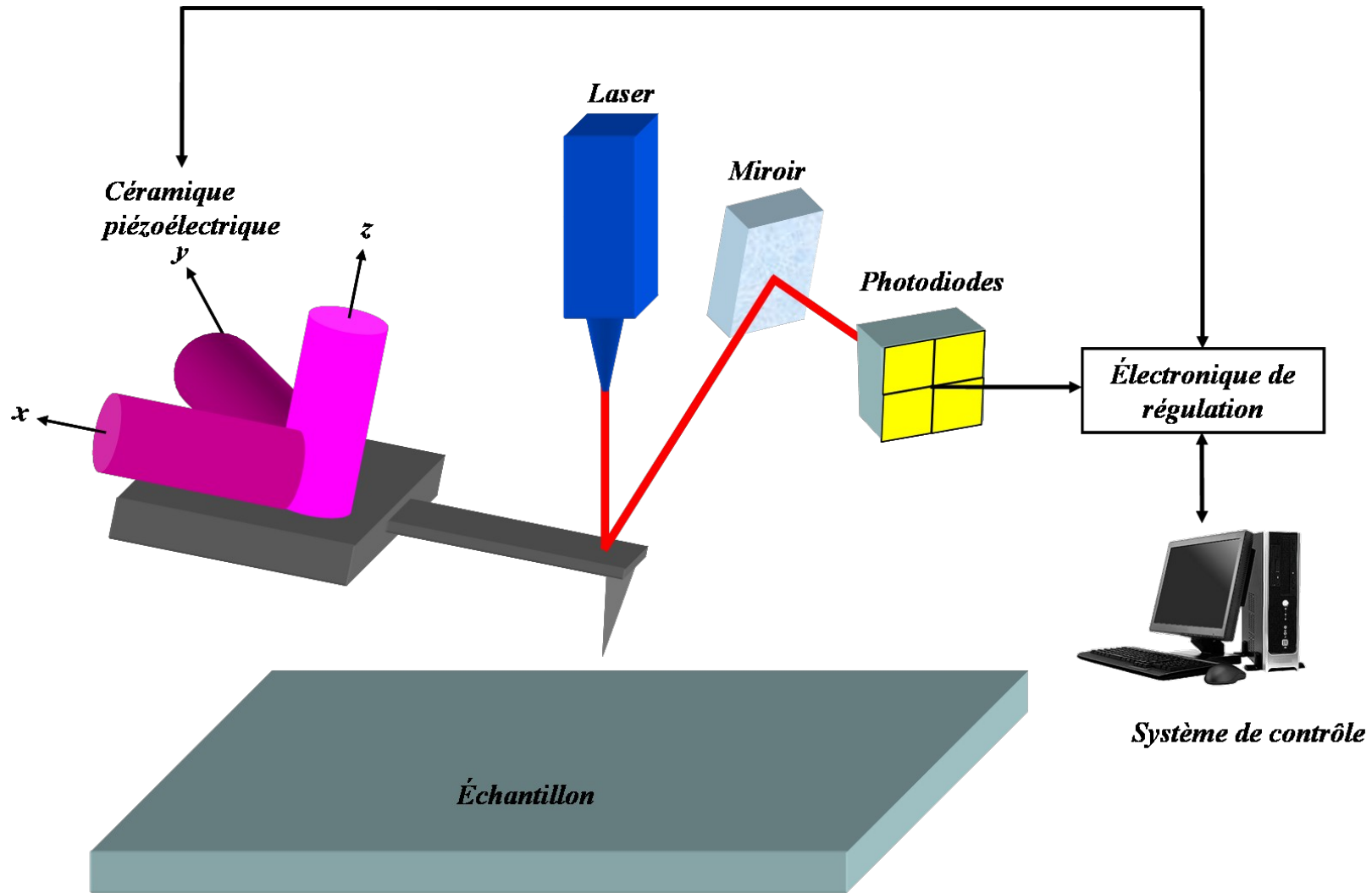
## Contraintes physiques :

- Vitesse d'imagerie rapide ( $> \text{MHz}$ ).
- Très bonne résolution
  - Force ( $< \text{pN}$ ).
  - Spatiale (nm).

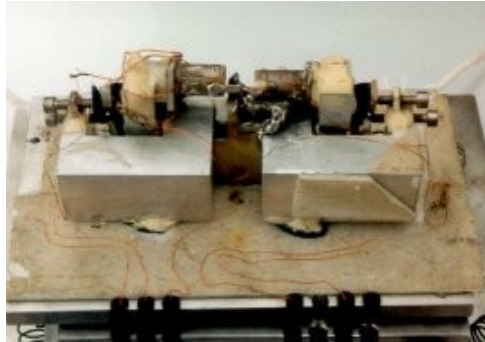


➔ Utilisation du Microscope à Force Atomique en mode dynamique et en milieu liquide.

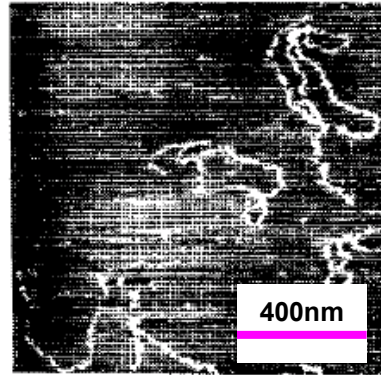
# La Microscopie à Force Atomique



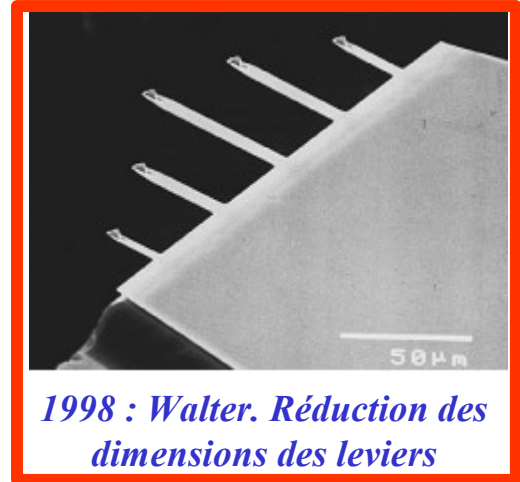
# La Microscopie à Force Atomique



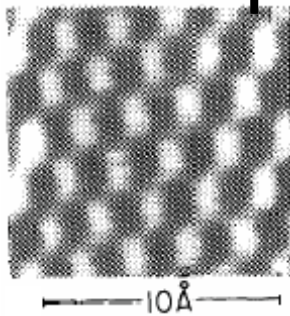
1985 : Invention de l'AFM par Binnig, Gerber et Quate



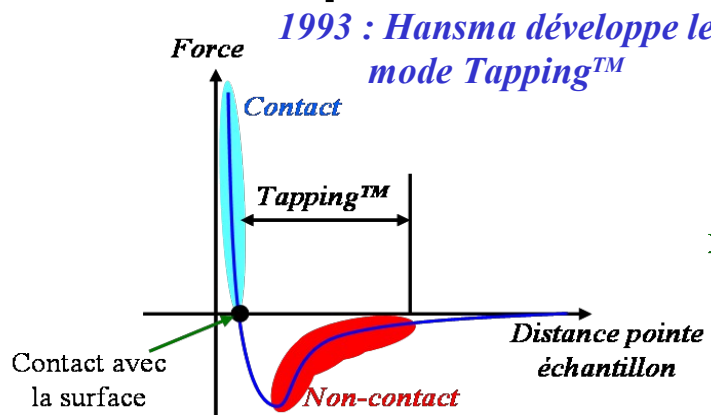
1994 : Hansma. ADN milieu liquide non contact



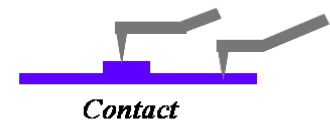
1998 : Walter. Réduction des dimensions des leviers



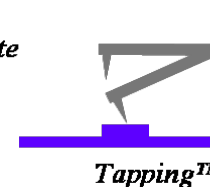
1987 : Albrecht Résolution atomique Nitrure de Bore



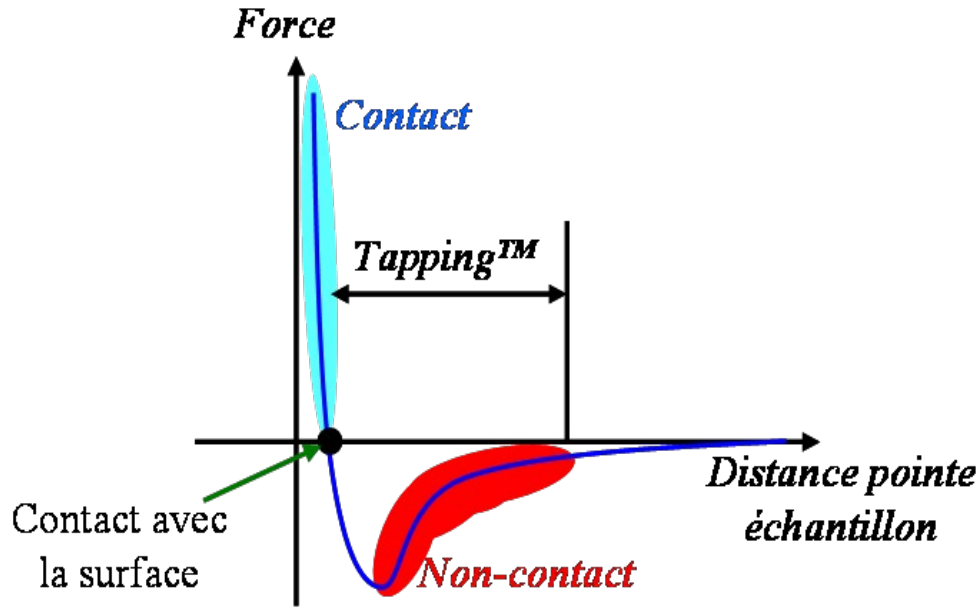
Mode Force : régulation sur la déflexion



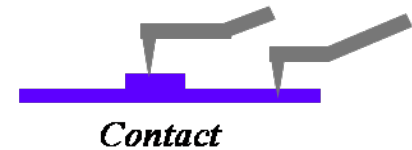
Mode Vibrant : régulation sur l'amplitude (phase)



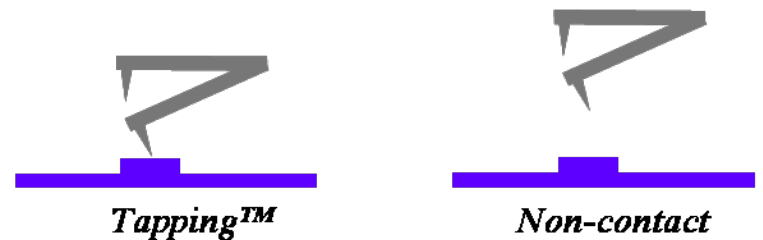
# La Microscopie à Force Atomique



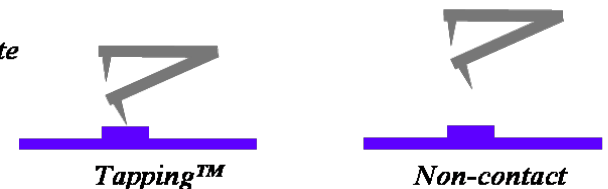
Mode Force : régulation sur la déflexion



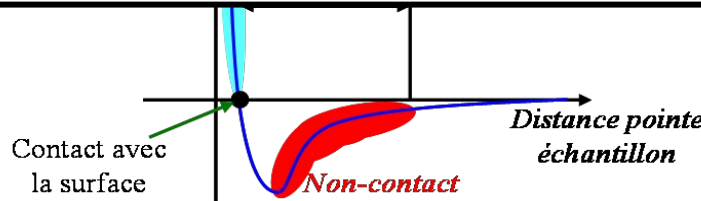
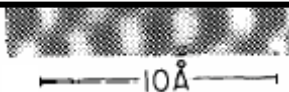
Mode Vibrant : régulation sur l'amplitude (phase)



Mode Vibrant : régulation sur l'amplitude (phase)

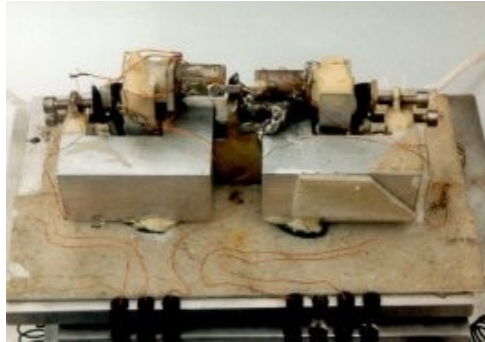


1987 : Albrecht Résolution atomique Nitrure de Bore

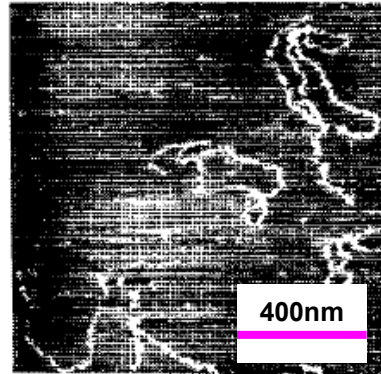




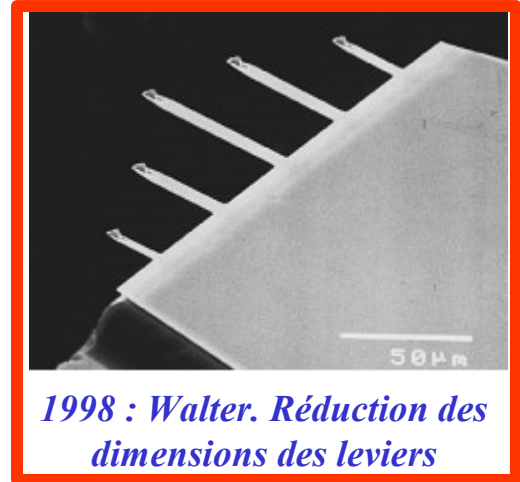
# La Microscopie à Force Atomique



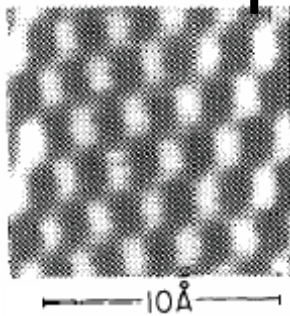
1985 : Invention de l'AFM par Binnig, Gerber et Quate



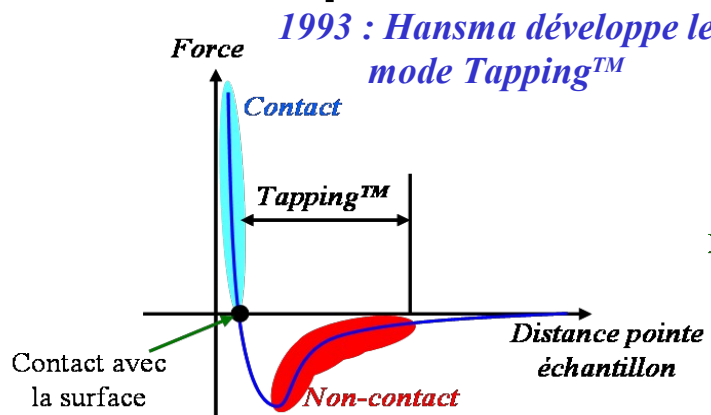
1994 : Hansma. ADN milieu liquide non contact



1998 : Walter. Réduction des dimensions des leviers

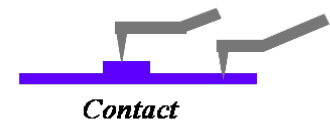


1987 : Albrecht Résolution atomique Nitrure de Bore



1993 : Hansma développe le mode Tapping™

Mode Force : régulation sur la déflexion



Contact

Mode Vibrant : régulation sur l'amplitude (phase)

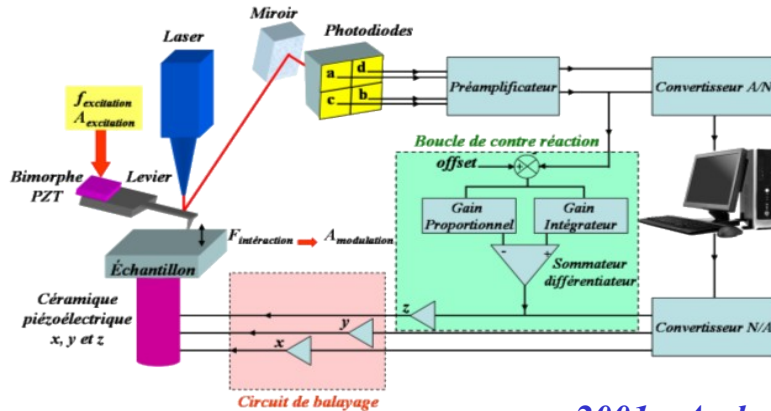


Tapping™



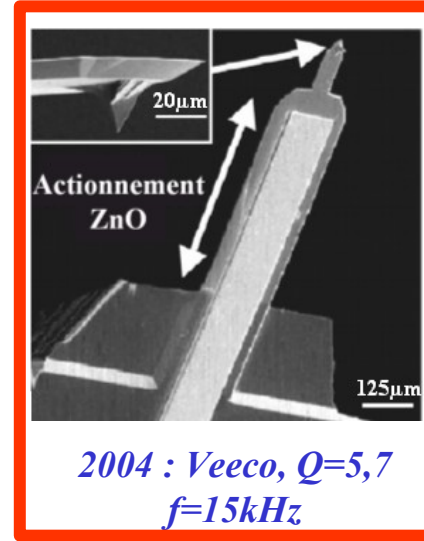
Non-contact

# La Microscopie à Force Atomique

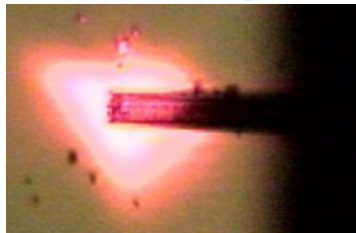


1999 : Palockzi. du signal d'amplitude du levier

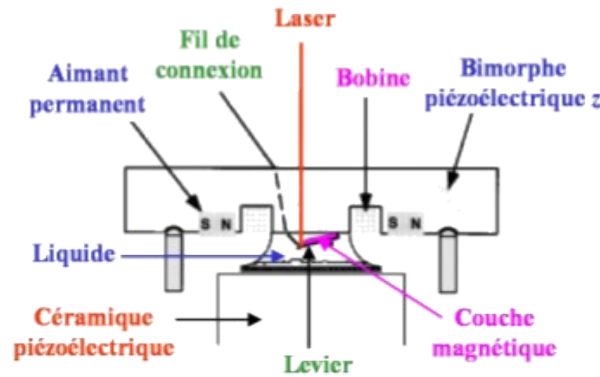
2001 : Ando. Augmentation de la bande passante à 60kHz (céramique piézo)



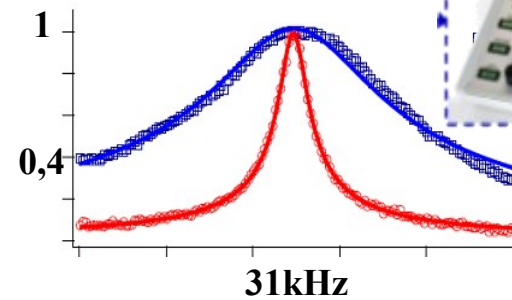
2004 : Veeco,  $Q=5,7$   
 $f=15\text{kHz}$



1999 : Viani. Optimisation de la taille du spot laser



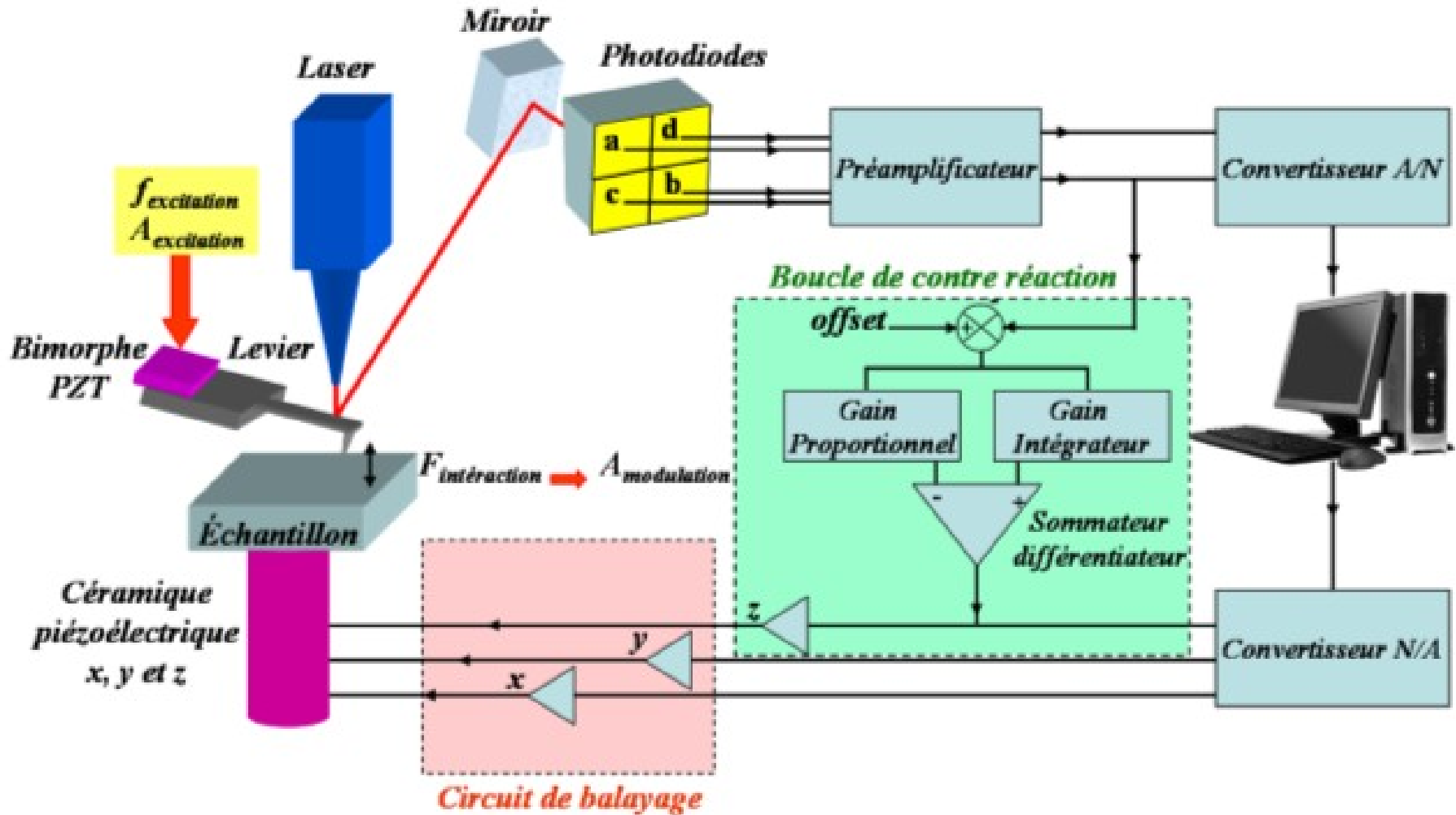
2000 Revenko,  $Q = 6,2$   $f = 29,8\text{kHz}$



2005 : Q control NanoAnalytics



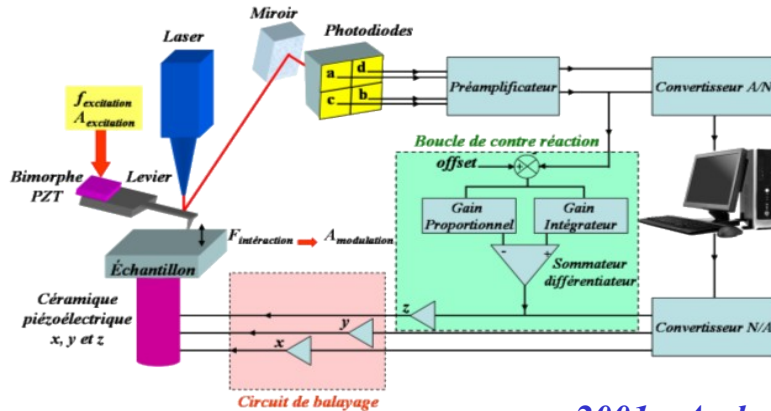
# La Microscopie à Force Atomique



dimensions des leviers

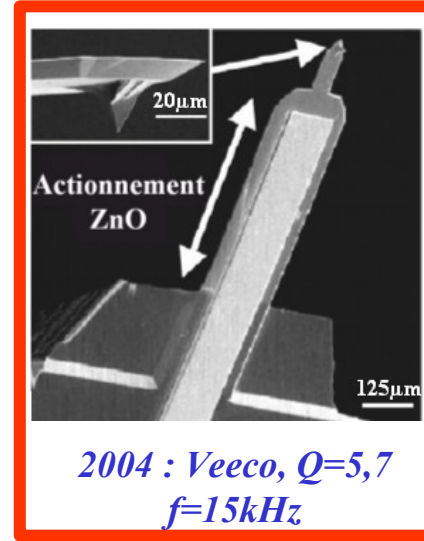
de la taille du spot laser

# La Microscopie à Force Atomique

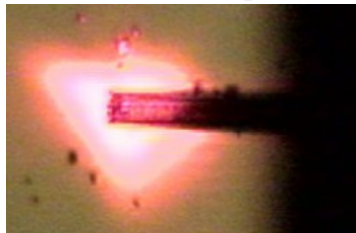


1999 : Palockzi. du signal d'amplitude du levier

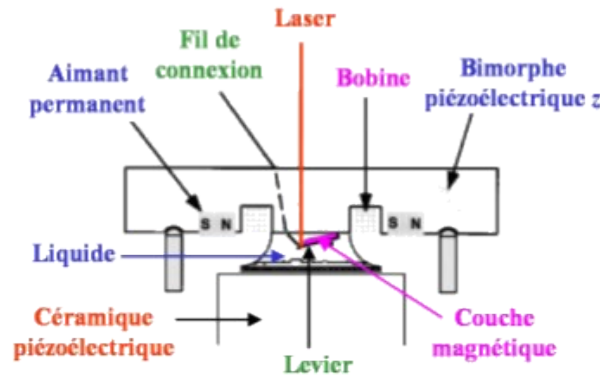
2001 : Ando. Augmentation de la bande passante à 60kHz (céramique piézo)



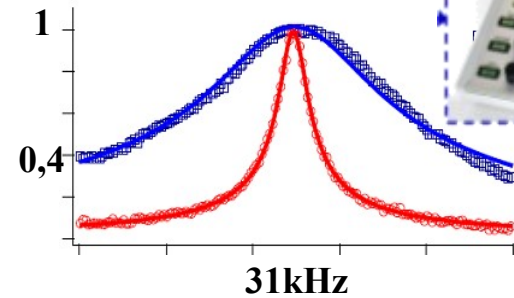
2004 : Veeco,  $Q=5,7$   
 $f=15kHz$



1999 : Viani. Optimisation de la taille du spot laser



2000 Revenko,  $Q = 6,2$   $f = 29,8kHz$



2005 : Q control NanoAnalytics



# Plan

## Contexte et objectifs

### 1. Positionnement de cette étude

#### 2. Conception d'une levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide

##### 2.1 Intégration de l'actionnement

##### 2.2 Intégration d'une pointe effilée

#### 3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

# Problématique de l'AFM en milieu liquide

L'utilisation de l'AFM pour sonder des objets biologiques en milieu liquide :

- **Actionnement externe :**  
*Perturbation des mesures.*
- **Fréquence de résonance  $f$  et coefficient de qualité  $Q$  faibles :**  
*Faible vitesse, Résolution en force non atteinte.*

Pour des mesures haute résolution et grande vitesse :

- ⇒ **Intégrer directement l'actionnement sur le levier :**  
*Seul le levier est mis en mouvement.*
- ⇒ **Optimiser les leviers pour augmenter  $f$  et  $Q$  :**  
*Bande passante dynamique.  
Résolution en force.*
- ⇒ **Résolution spatiale :**  
*Greffage de nanotube de carbone.*

# Plan

## Contexte et objectifs

1. Positionnement de cette étude
2. **Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide**

### 2.1 Intégration de l'actionnement

#### 2.2 Intégration d'une pointe effilée

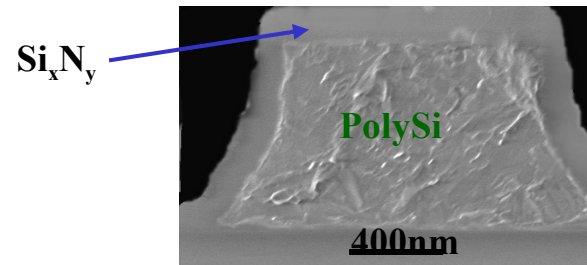
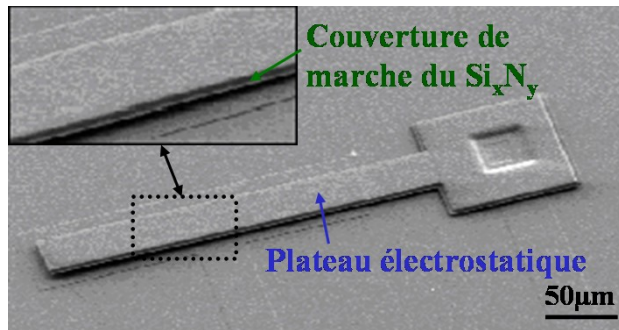
3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

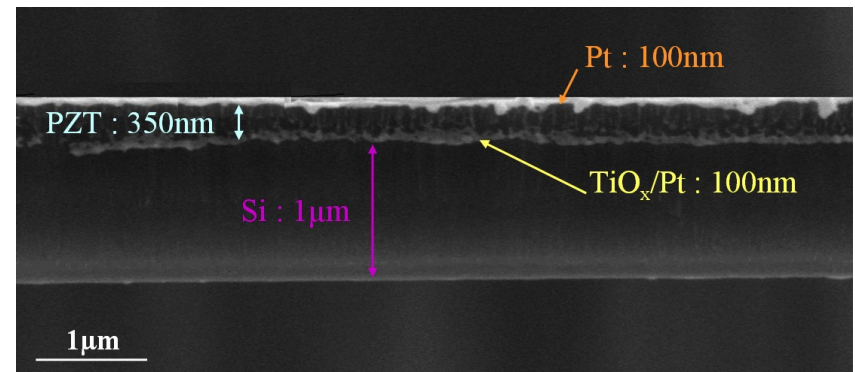
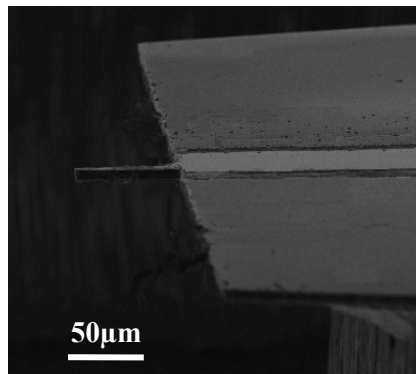
# Intégration de l'actionnement

2 voies technologiques :

➔ Actionnement électrostatique



➔ Actionnement piézoélectrique





# L'actionnement en milieu liquide

~~Electrolyse~~

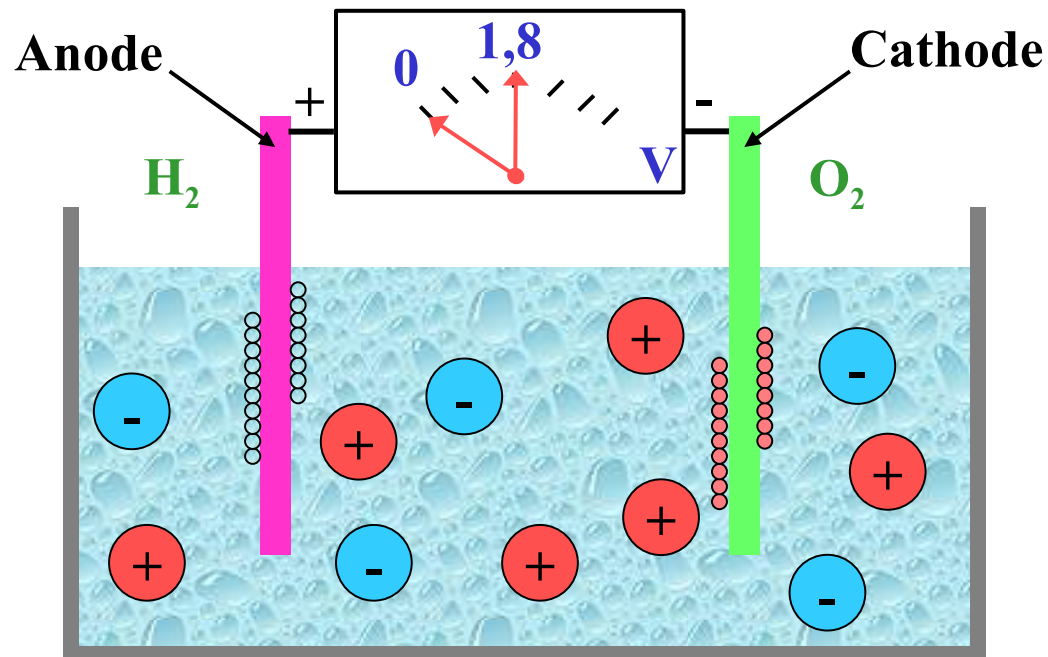


~~$V < 1,8V$~~

~~Ecrantage du potentiel~~

Formation d'une couche diélectrique

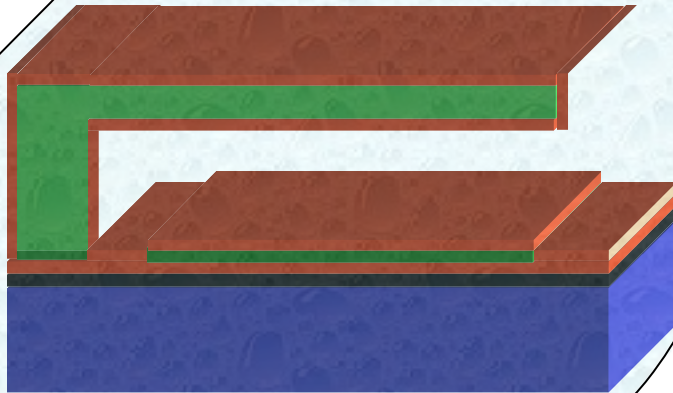
~~Tension alternative\*~~ \* Sounart, JMEMS, 2005



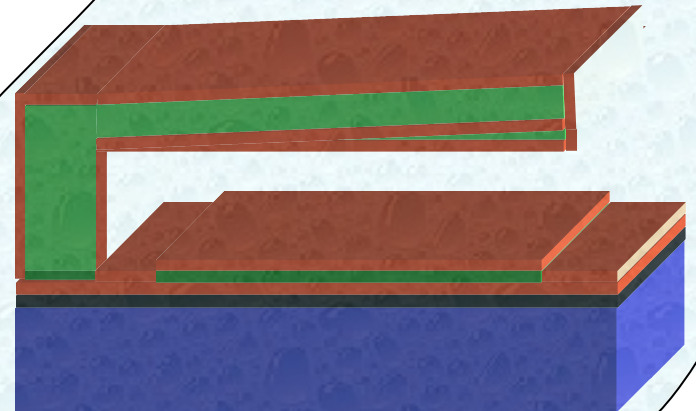
# L'actionnement électrostatique

$$\left\{ \begin{array}{l} F_{elect-AC} \propto V_{AC}^2 \\ V_{AC} = V_{rms} \sqrt{2} \cos(\omega t) \end{array} \right. \longrightarrow F_{elect-AC} \propto V_{rms}^2 \times [1 + \cos(2\omega t)]$$

**Mode statique**



**Mode dynamique**



# Plan

## Contexte et objectifs

1. Positionnement de cette étude
2. Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide

### 2.1 Actionnement électrostatique

#### - Procédé de fabrication

- Étude statique
- Étude dynamique

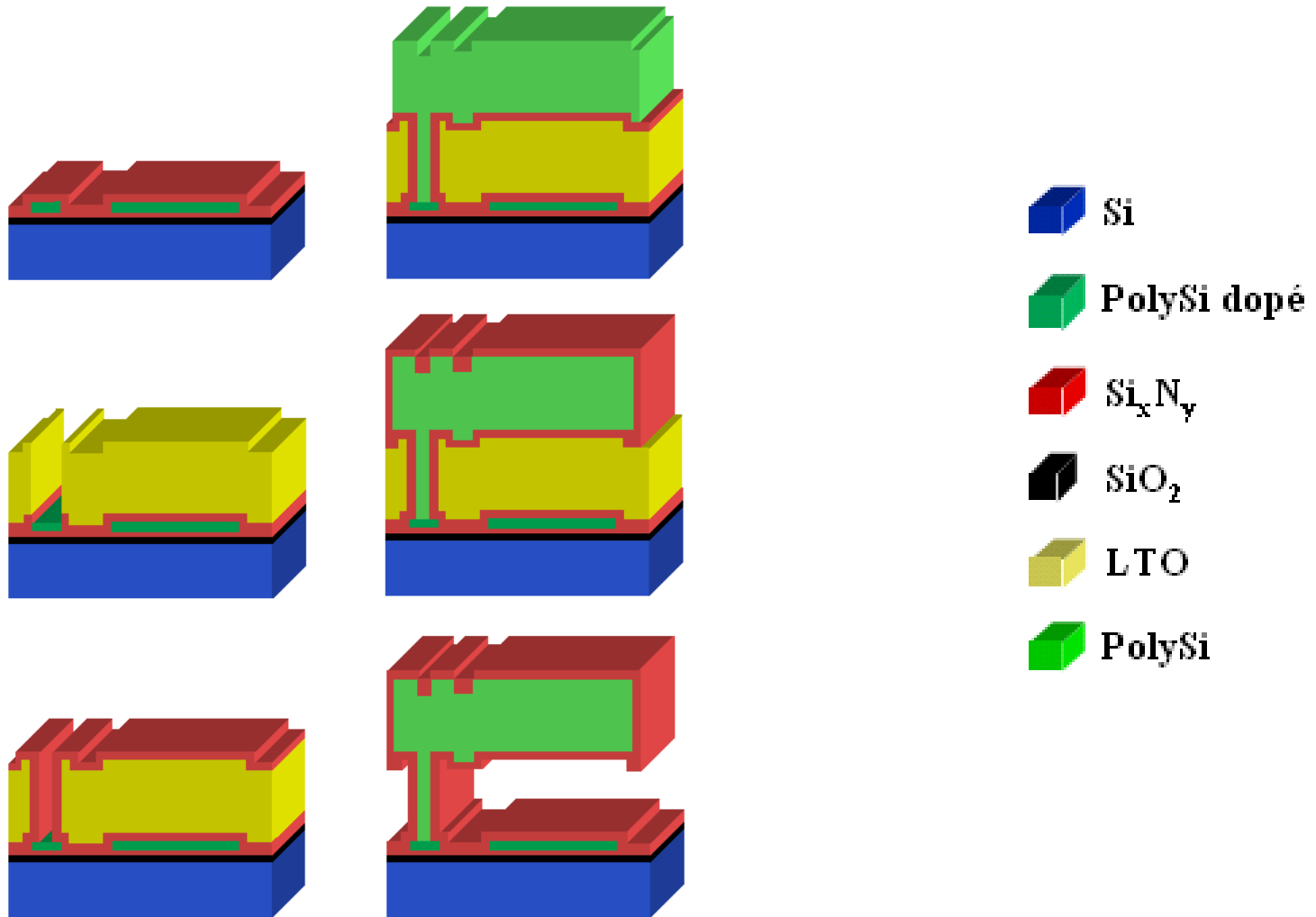
### 2.2 Actionnement piézoélectrique

### 2.3 Intégration d'une pointe effilée

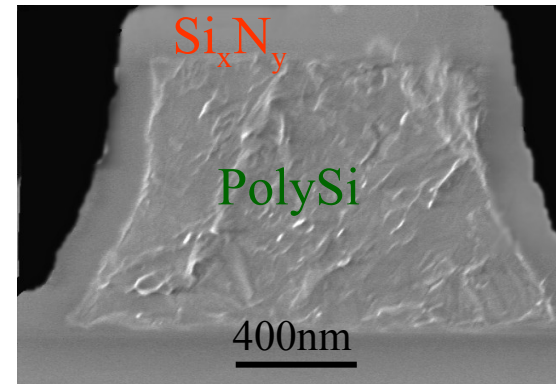
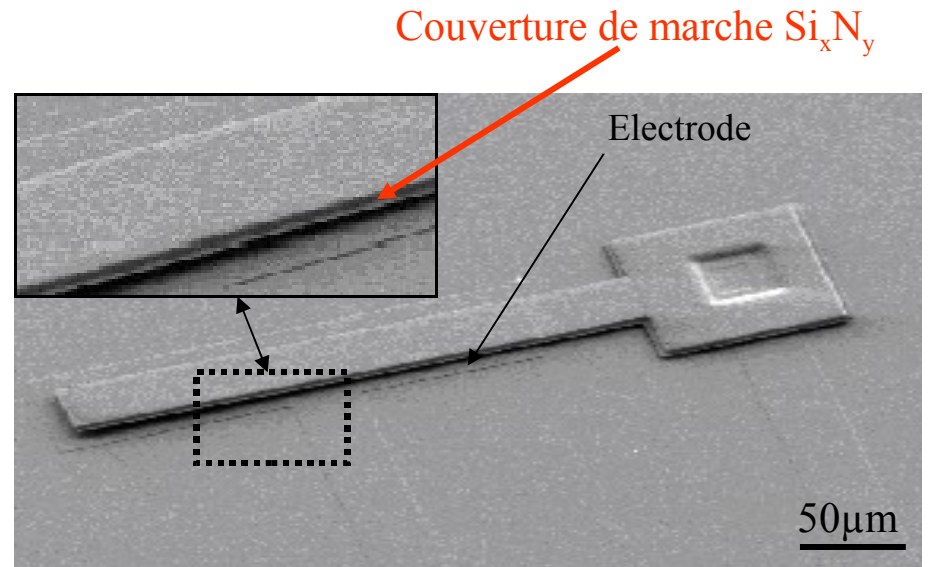
3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

# Procédé de fabrication



# L'isolation des parties structurelles



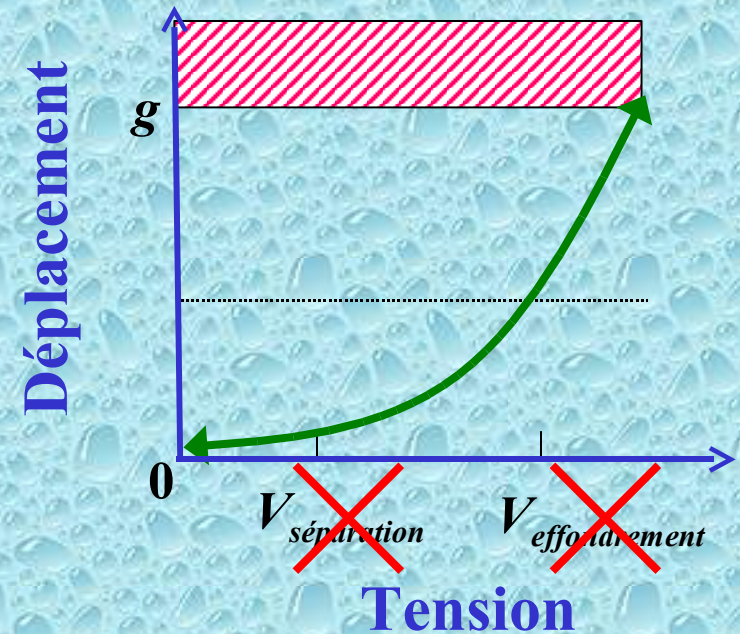
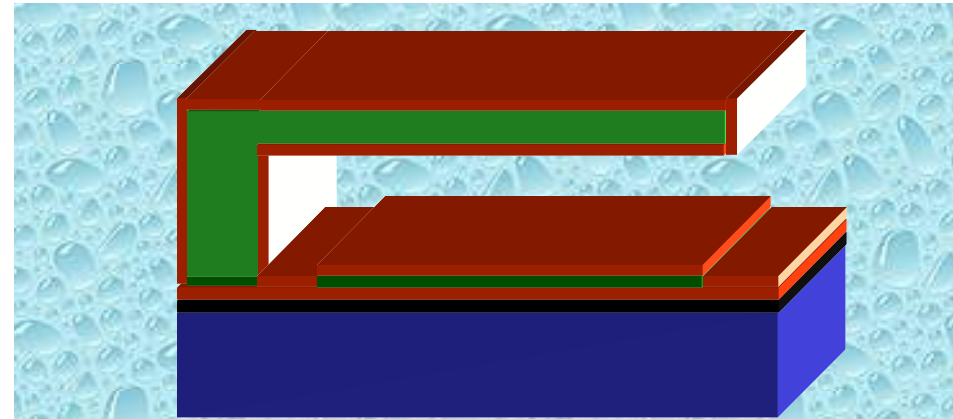
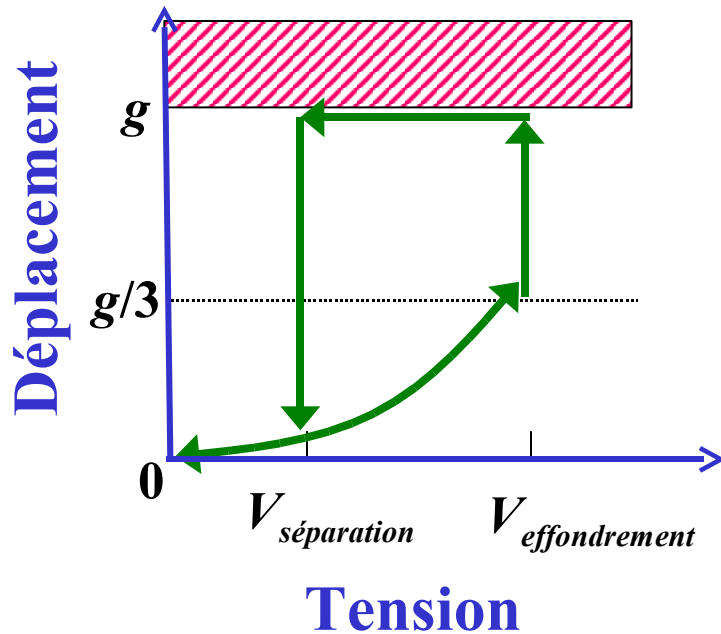
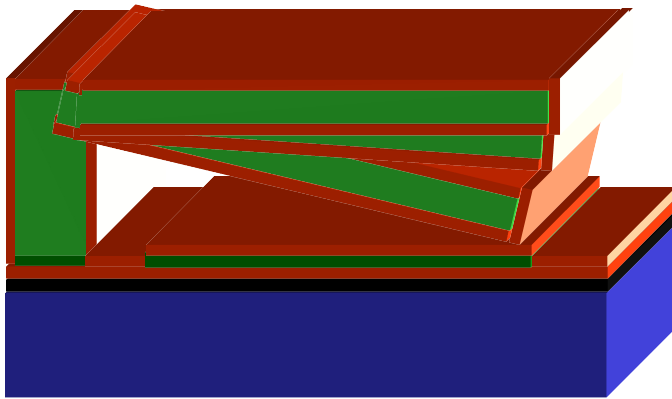
# Plan

## Contexte et objectifs

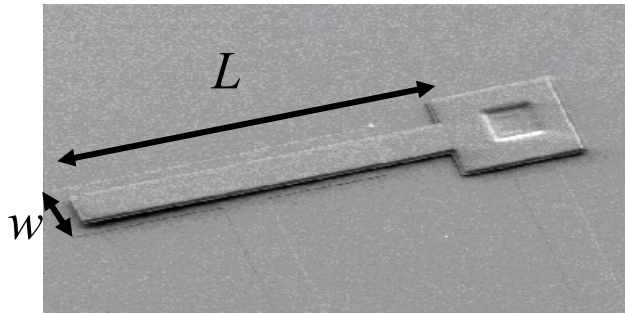
1. Positionnement de cette étude
2. **Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide**
  - 2.1 **Actionnement électrostatique**
    - Procédé de fabrication
    - **Étude statique**
    - Étude dynamique
  - 2.2 Actionnement piézoélectrique
  - 2.2 Intégration d'une pointe effilée
3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

# Modélisation de l'actionnement\*



# Caractérisations expérimentales\*



Paramètres	Valeurs
Longueur $L$	$L = 250\mu\text{m}$
Largeur $w$	$w = 30\mu\text{m}$
Epaisseur $t$	$t = 2\mu\text{m}$

Dispositif	Actionnement	Air	IPA	Eau
	Permittivité relative	1	21.3	80.1
	Conductivité ( $\mu\text{S.cm}^{-1}$ )	--	0,09	5
	$f_c$ (kHz)	--	17	950
Levier	Tension théorique (V)	7.6	3.9	6.3
	Tension expérimentale (V)	8	4.1	6



Effondrement



Stabilité

\*Rollier *et al.*, DTIP 2005 - JMM 2005



# Plan

## Contexte et objectifs

1. Positionnement de cette étude
2. **Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide**

### 2.1 Actionnement électrostatique

- Procédé de fabrication
- Étude statique
- **Étude dynamique**

### 2.2 Actionnement piézoélectrique

### 2.3 Intégration de l'actionnement

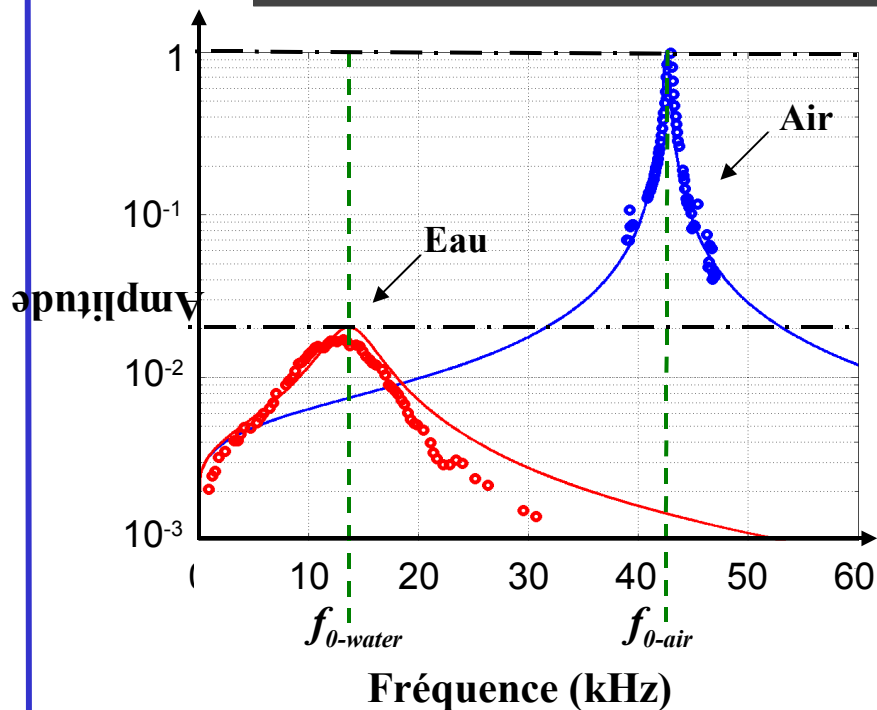
3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

# Etude dynamique\*



Paramètres	Valeurs
Longueur $L$	$L = 250\mu\text{m}$
Largeur $w$	$w = 30\mu\text{m}$
Epaisseur $t$	$t = 2\mu\text{m}$



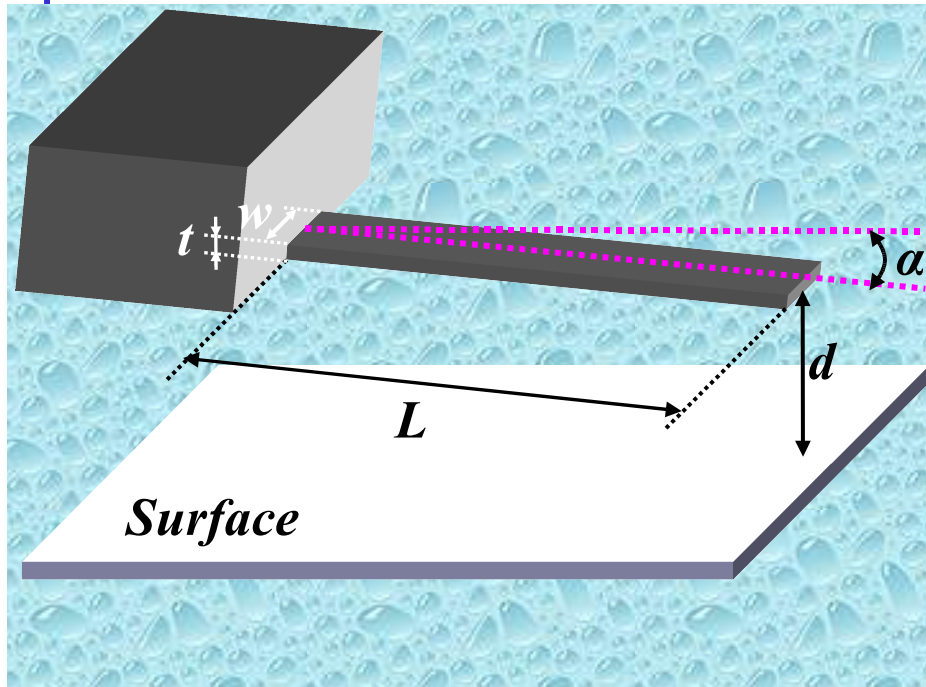
Décalage de la fréquence.

Diminution des amplitudes de vibration.

Chute du coefficient de qualité.

\*Rollier *et al.*, DTIP 2006

# Etude dynamique : Modélisation\*



Force hydrodynamique  
[1]



$m_{hydro}$

$\gamma_{hydro}$

Force de pincement  
[2]



$\gamma_{pincement}$

Force de dissipation



$Q_{ancrage}$

$Q_{hydro}$

Modélisation analytique en bonne concordance avec les résultats expérimentaux.



Permet d'optimiser les dimensions du levier.

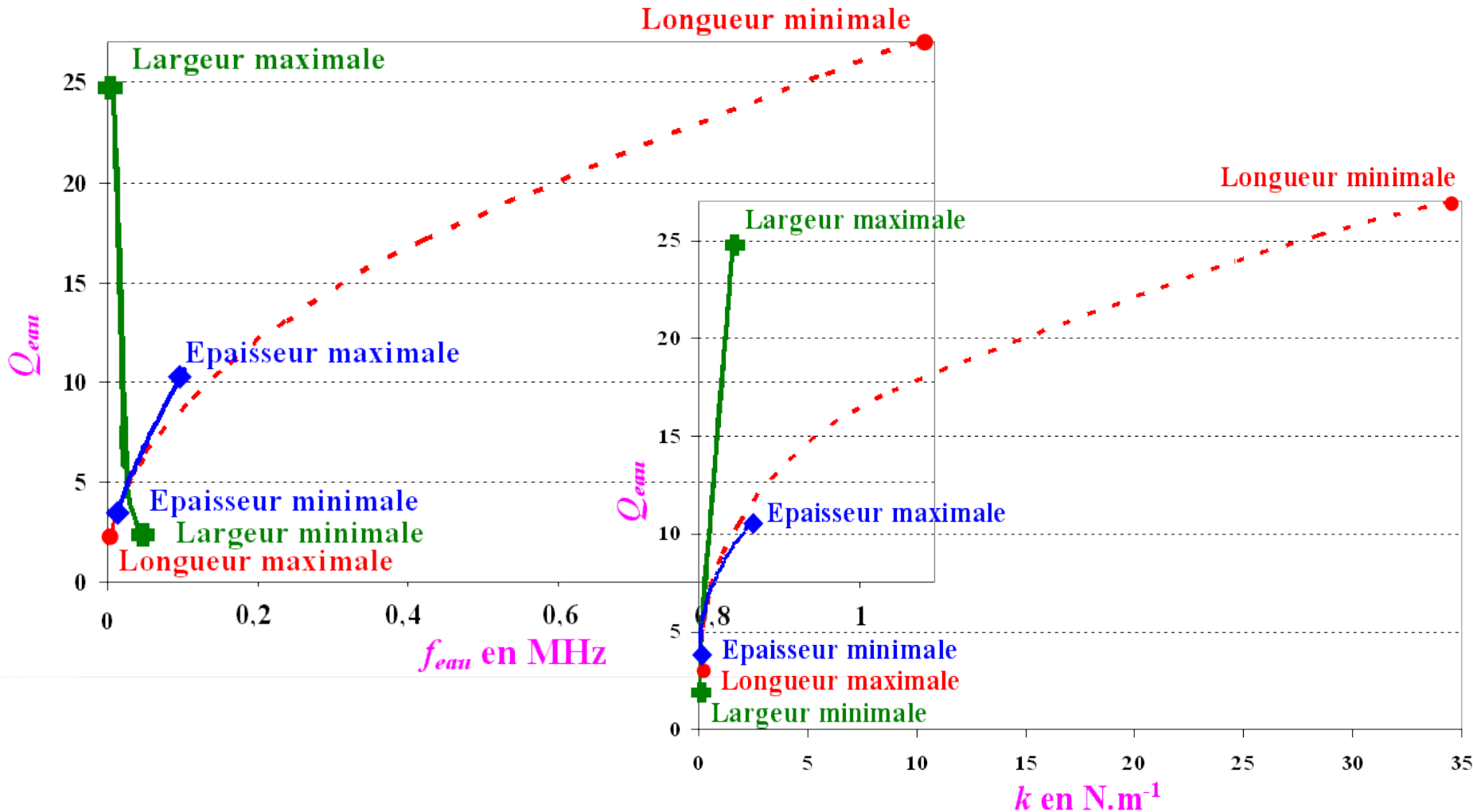
[1] Sader, 1998

[2] Vinogradova, 2001

\*Rollier *et al.*, DTIP 2006

# Modélisation : Optimisation des dimensions

Objectif : Augmenter la fréquence de résonance et le coefficient de qualité.



# Plan

## Contexte et objectifs

1. Positionnement de cette étude
2. **Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide**

### 2.1 Actionnement électrostatique

- Procédé de fabrication
- Étude statique
- Étude dynamique

### 2.2 Actionnement piézoélectrique

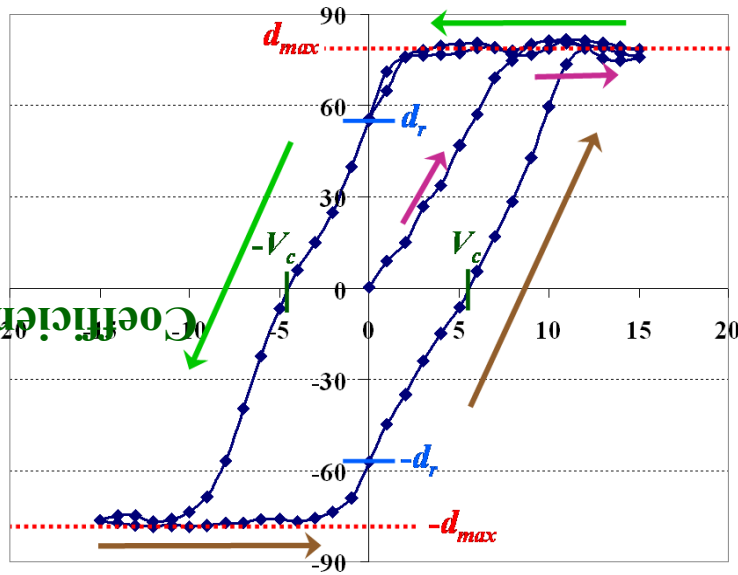
### 2.3 Intégration d'une pointe effilée

3. Imagerie AFM en milieu liquide

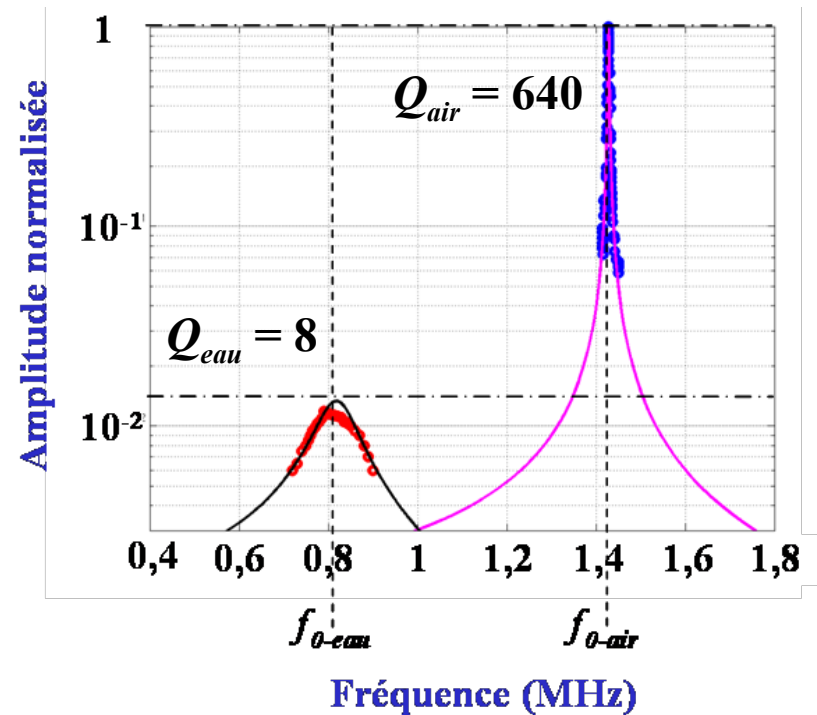
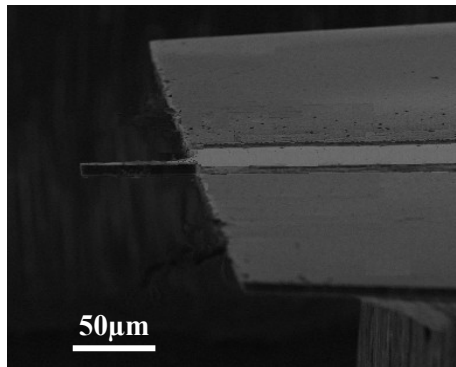
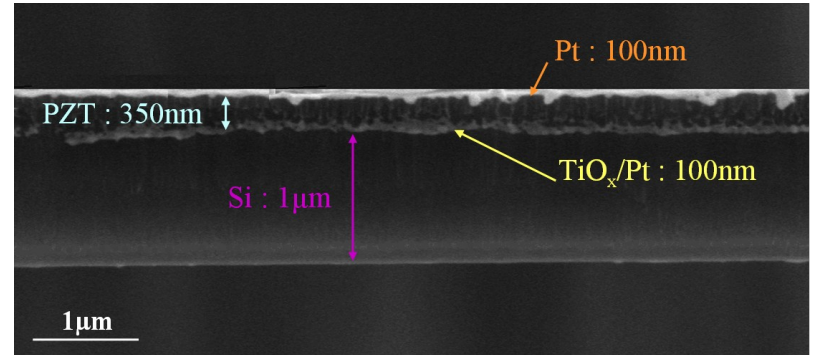
## Conclusion

# Actionnement piézoélectrique

Coefficient piézoélectrique  
pm.V<sup>-1</sup>



Tension continue en V



# Applications à l'AFM

## Après avoir :

- Modélisé le comportement du levier en milieu liquide

*Optimisation des dimensions :  $Q \uparrow$   $f \uparrow$*

- Intégré un actionnement sur levier

*Electrostatique, Piézoélectrique*

- Validé le fonctionnement en milieu liquide

## Il faut :

- Intégrer une pointe effilée

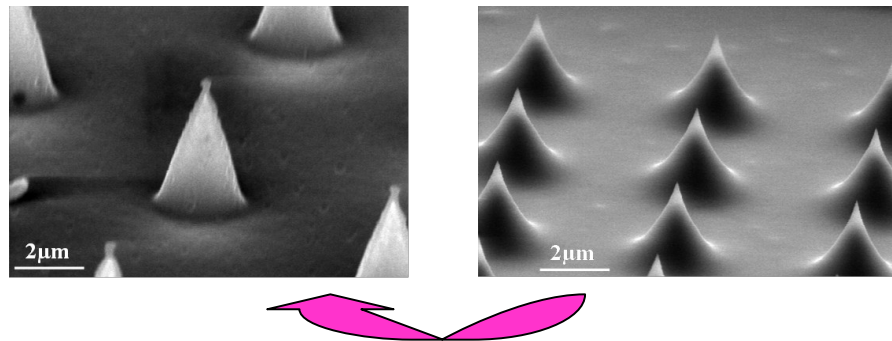
*Cycle d'oxydation-désoxydation*

*Greffage de nanotube de carbone*

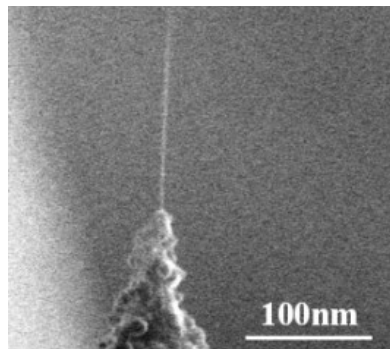
# Intégration d'une pointe effilée

2 voies technologiques :

➔ Cycle d'oxydation-désoxydation

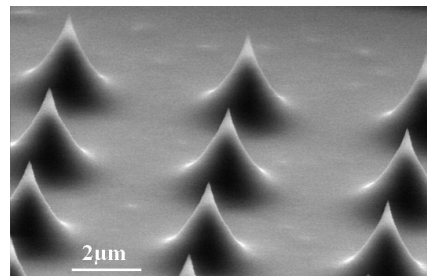
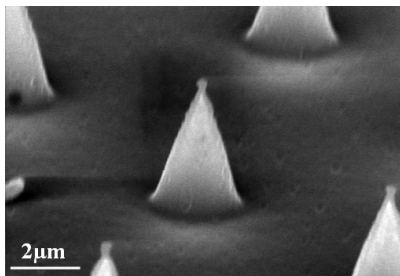
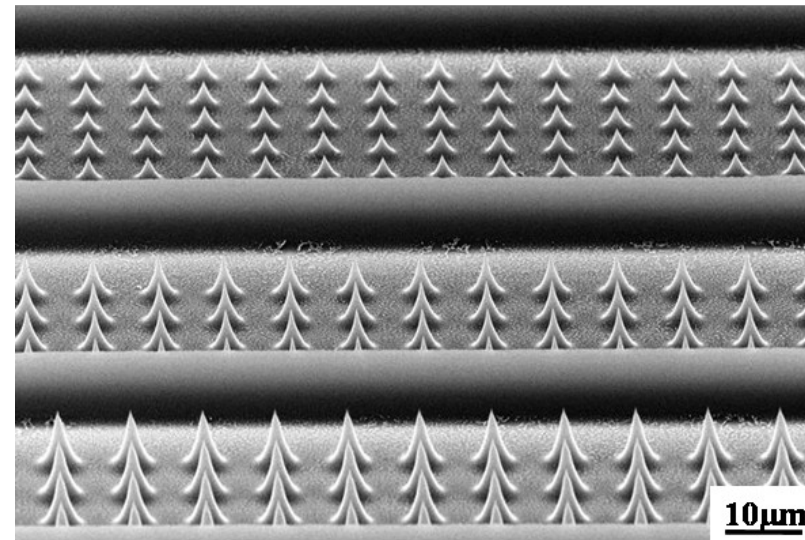
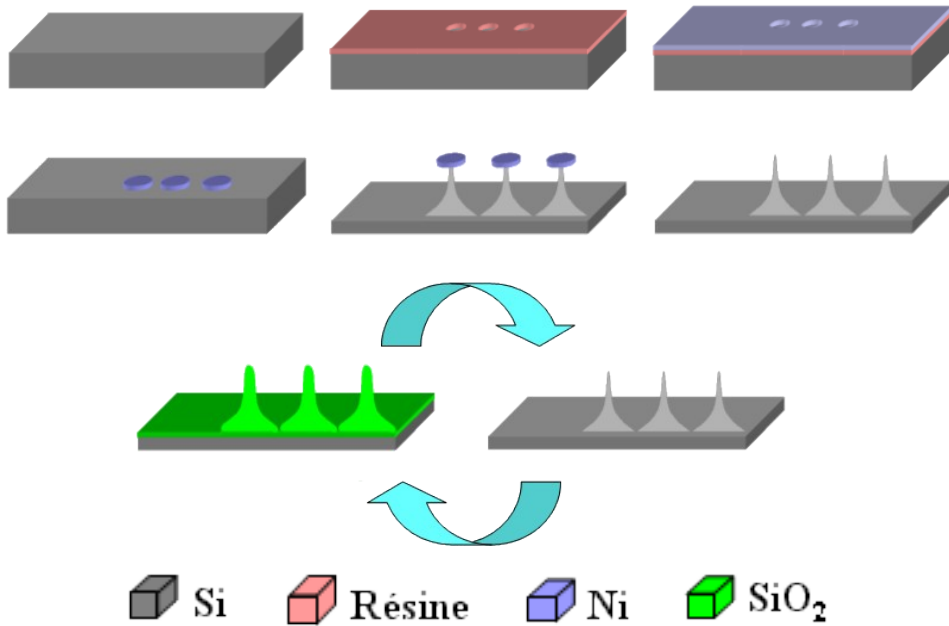


➔ Croissance de nanotube de carbone





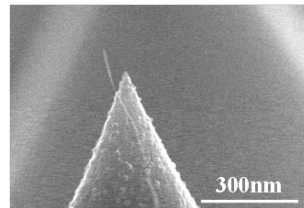
# Procédé de fabrication des nanopointes



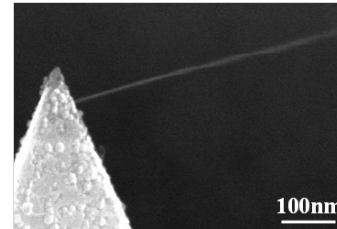
# Croissance de Nanotube de Carbone\*

Optimisation de la géométrie des nanopointes pour la croissance de nanotube de carbone :

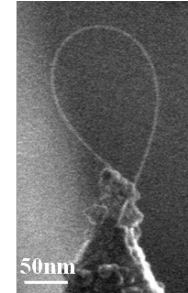
Croissance HFCVD :  
A.M. Bonnot  
(LEPES)



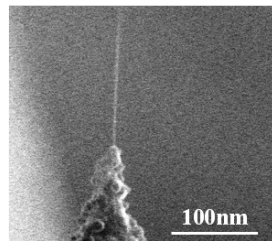
■ Nanotube non aligné



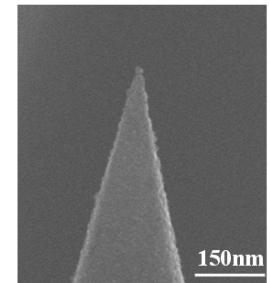
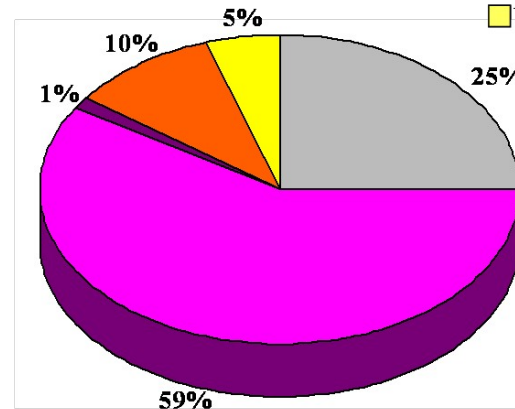
■ Nanotube non aligné



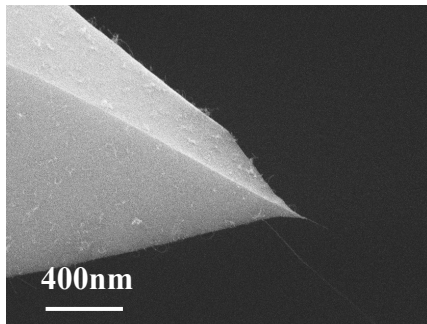
■ Nanotube en boucle



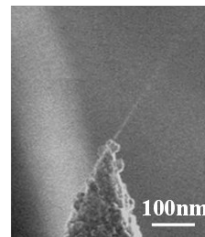
■ Nanotube dans le prolongement de l'apex



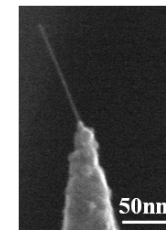
■ Pas de nanotube



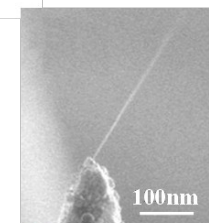
*Pointe commerciale*



■ Nanotube à l'apex



■ Nanotube à l'apex

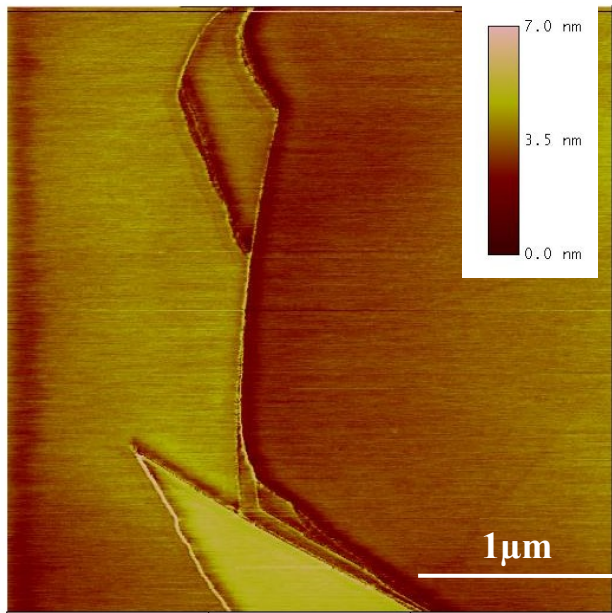


■ Nanotube à l'apex

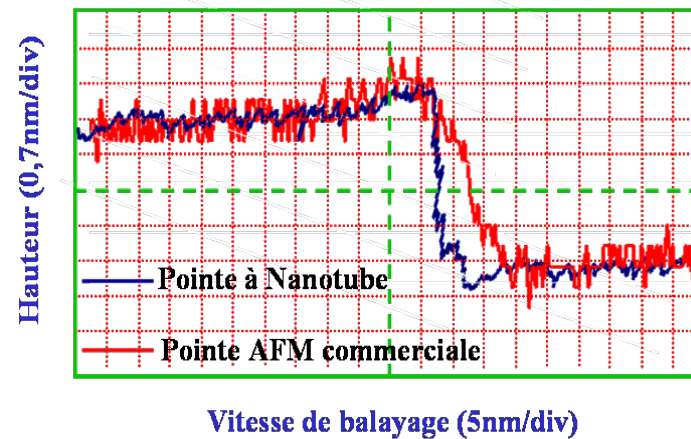
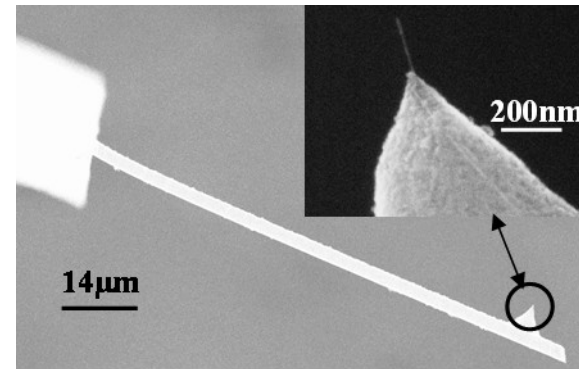
\*Rollier et al., MEMS 2007

# Imagerie AFM avec Nanotube de carbone\*

Imagerie en mode FM d'une surface de graphite :

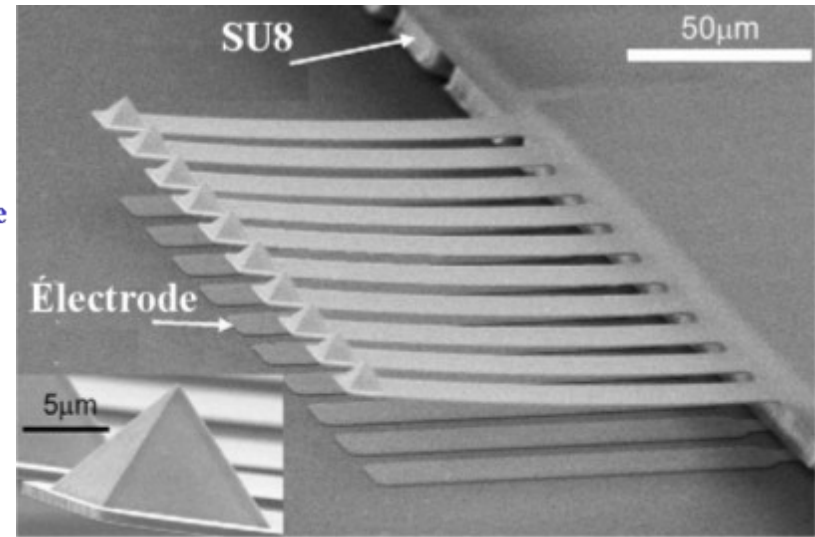
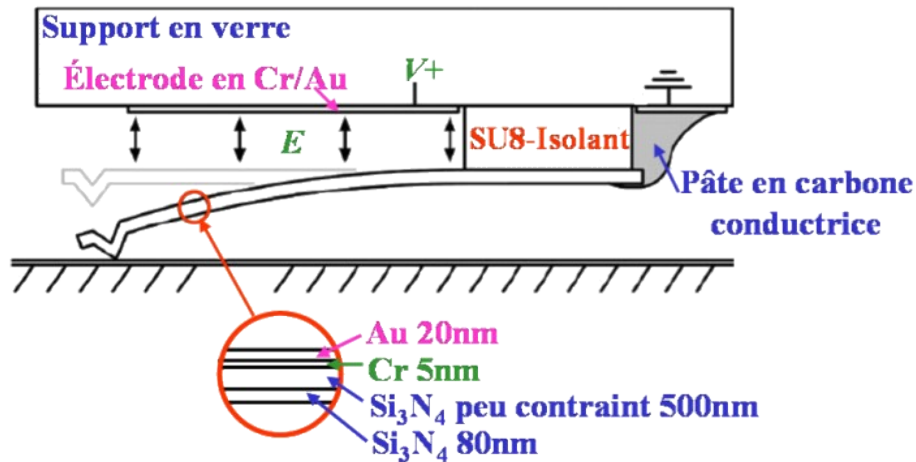


Caractérisations  
réalisées au CPMOH  
chez J.P. Aimé



\*Rollier *et al.*, MEMS 2007

# Perspectives des pointes à CNT



*Bullen, 2006*



**Croissance de nanotube de carbone sur un levier à actionnement électrostatique**

# Plan

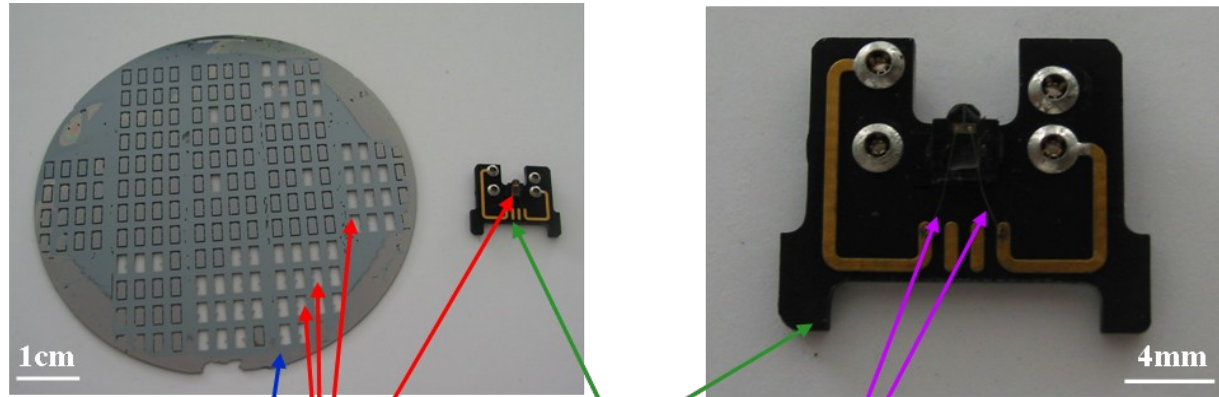
## Contexte et objectifs

1. Positionnement de cette étude
2. Conception d'un levier AFM pour l'imagerie en milieu liquide
  - 2.1 Actionnement électrostatique
    - Procédé de fabrication
    - Étude statique
    - Étude dynamique
  - 2.2 Actionnement piézoélectrique
  - 2.3 Intégration d'une pointe effilée
3. Imagerie AFM en milieu liquide

## Conclusion

# Imagerie AFM

## Imagerie AFM en mode contact-intermittent:

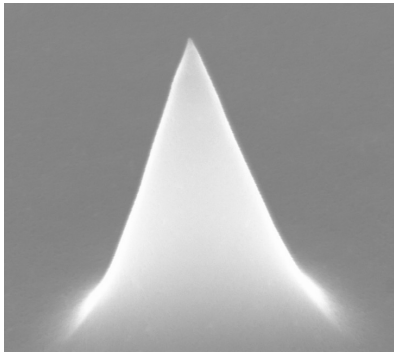


Substrat 3pouces

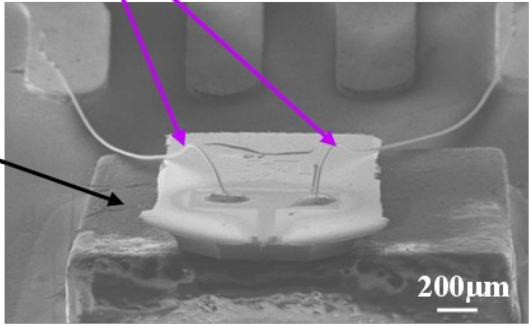
Dispositifs découpés

Support AFM

Fils de connexions

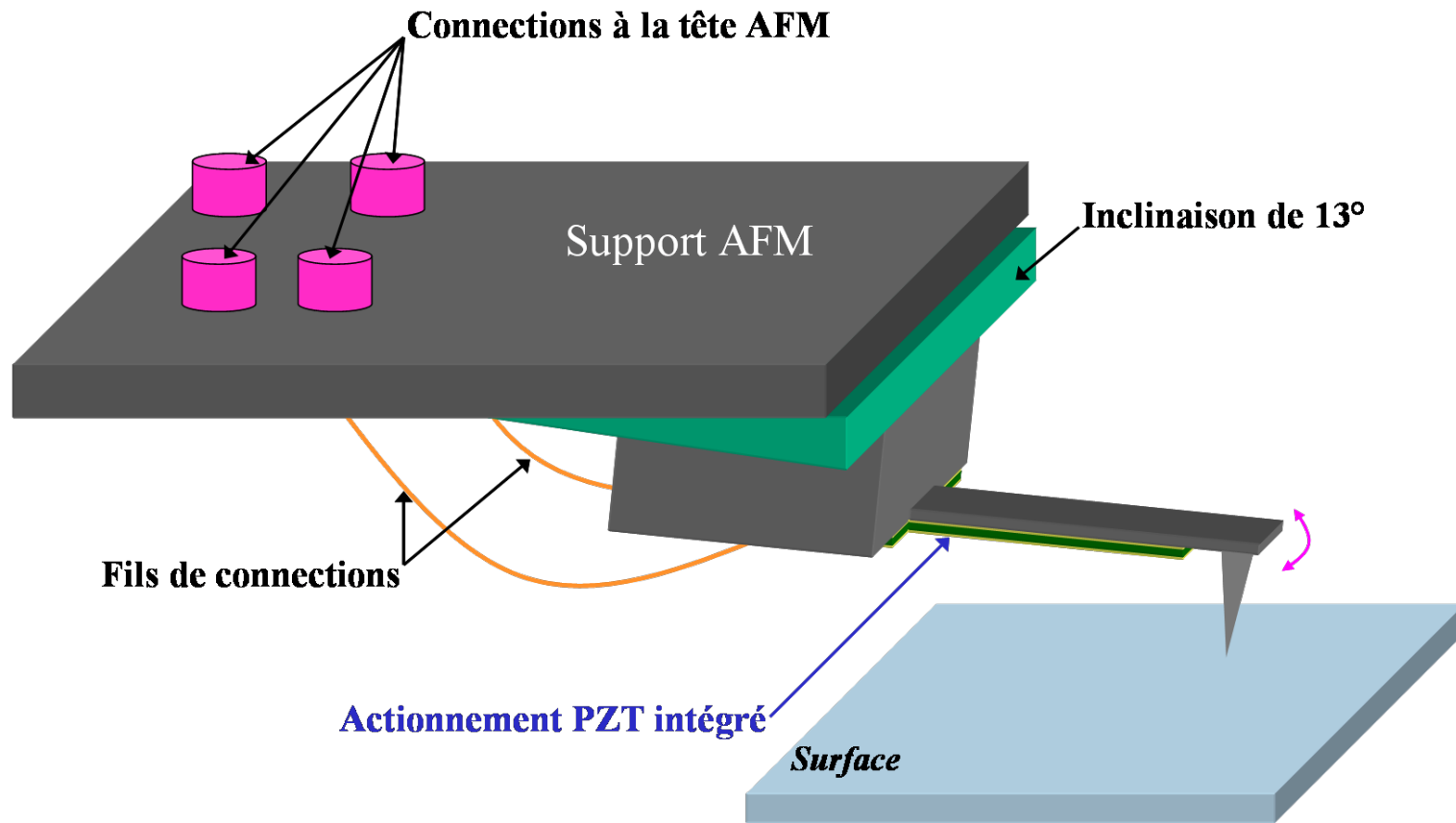


Inclinaison de 13°



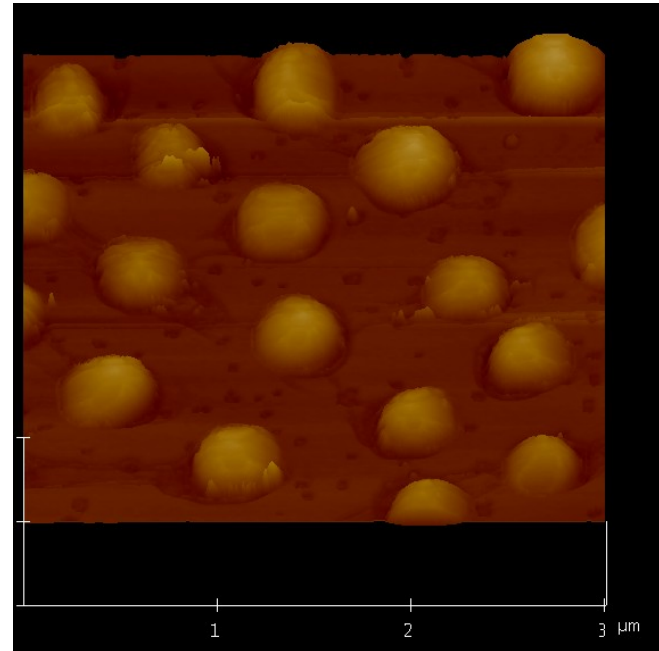
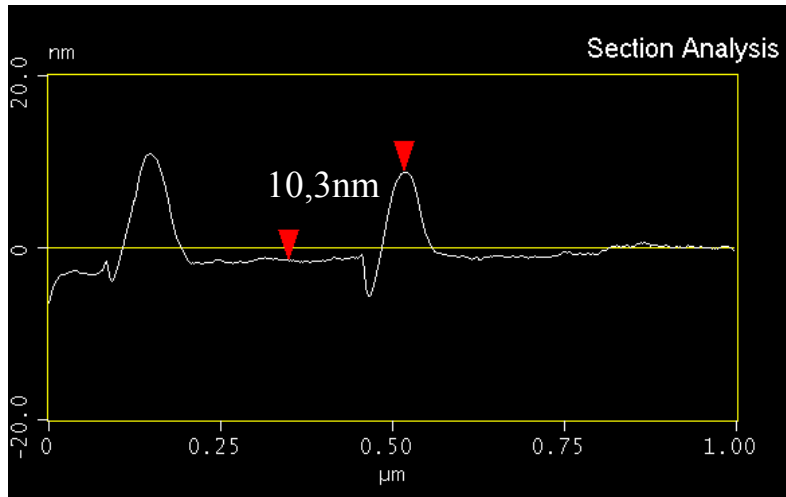
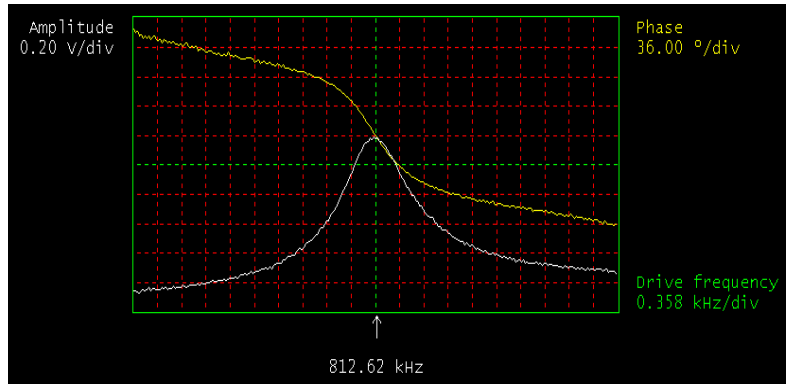
# Imagerie AFM

## Imagerie AFM en mode contact-intermittent:



# Imagerie AFM

## Imagerie AFM en mode contact-intermittent de îlots de Si:

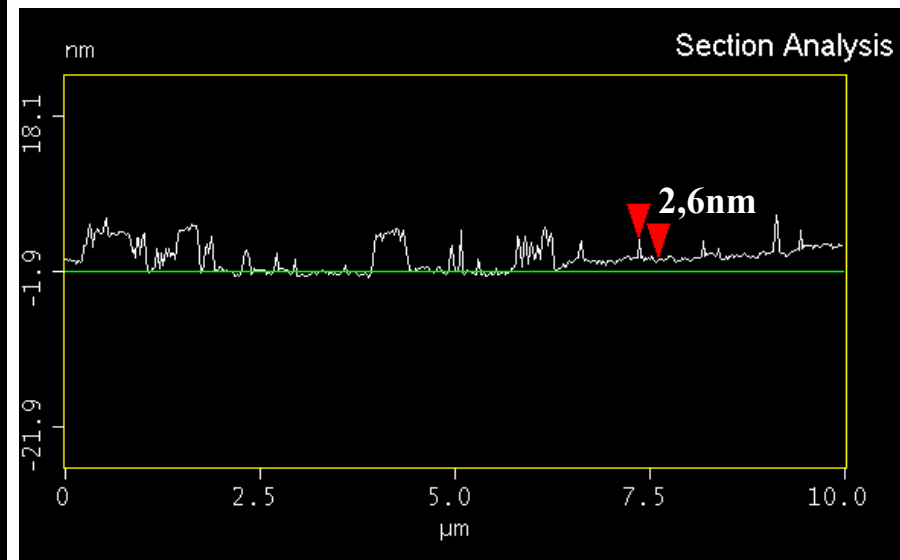
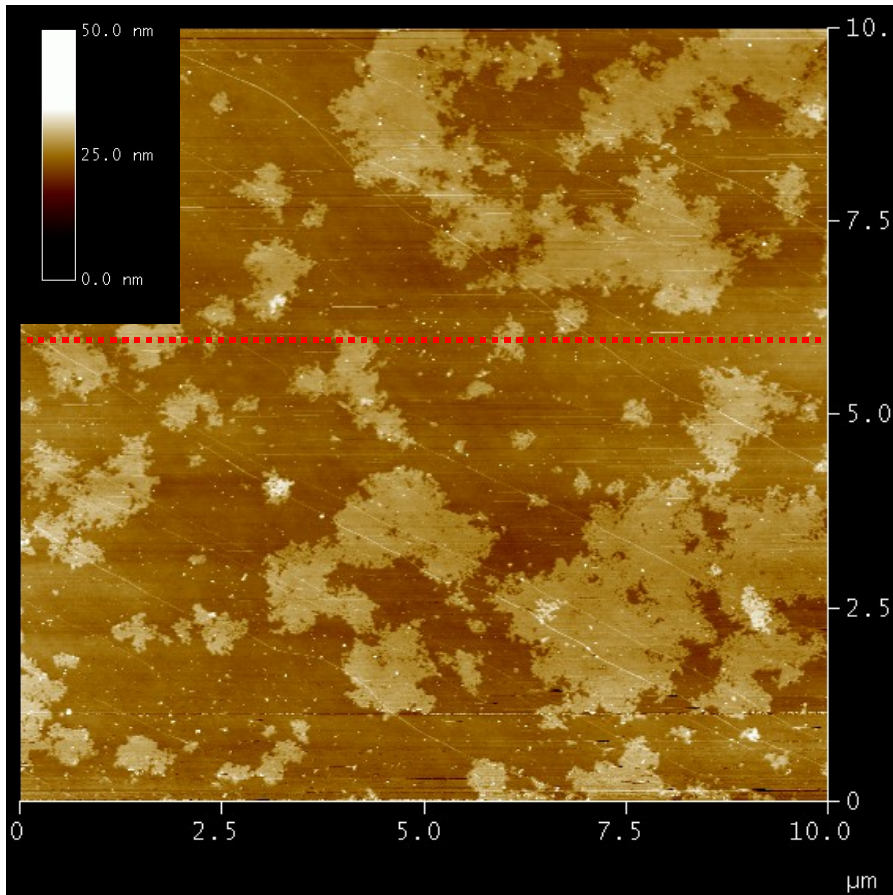


Îlots fabriqués par D. Hourlier  
(IEMN)



# Imagerie AFM

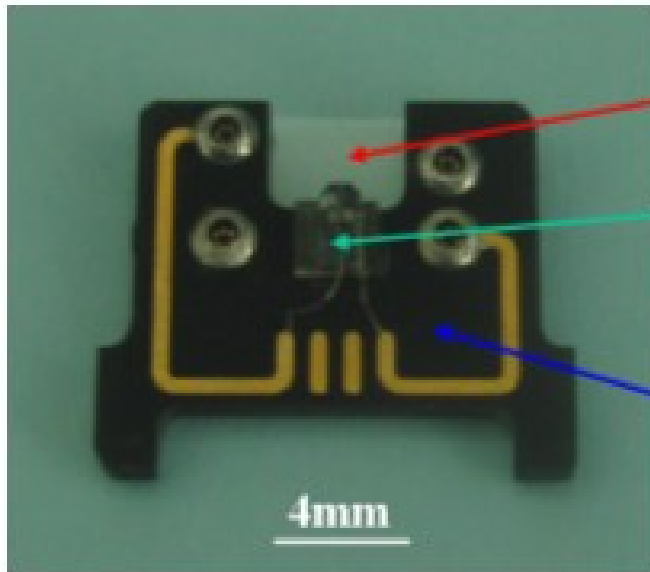
Imagerie AFM en mode contact-intermittent de brins d'ADN:



Surface préparée par T. Heim  
(IEMN)

# Imagerie AFM

## Actionnement en milieu liquide

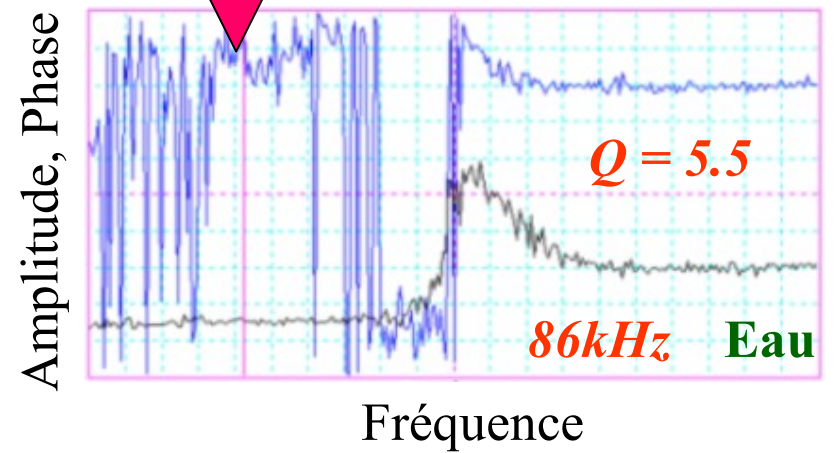
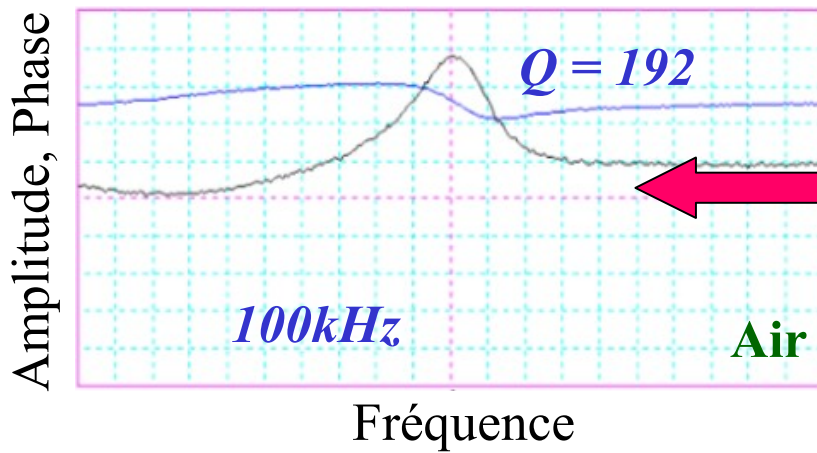
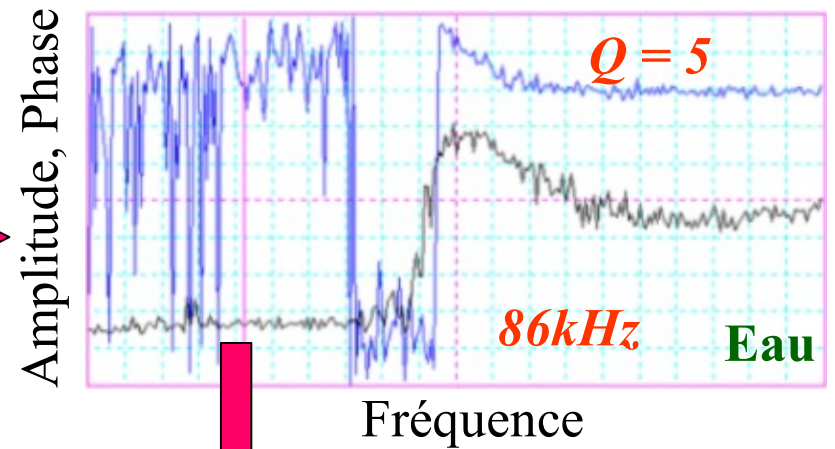
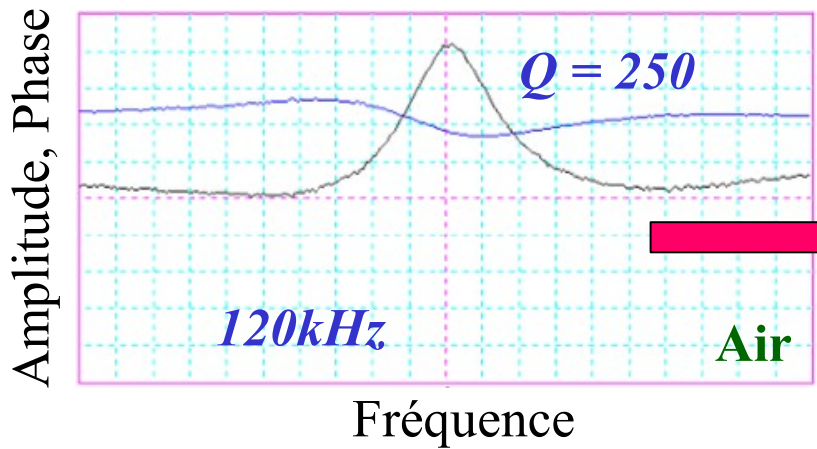


**Plaque de verre**

**Levier à actionnement PZT intégré**

**Support AFM**

# Imagerie AFM



# Conclusion

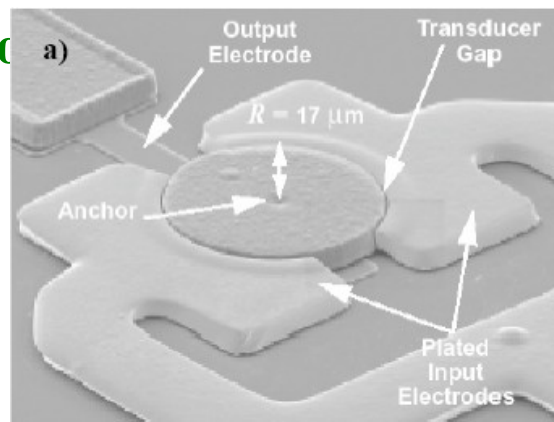
- **Modélisation hydrodynamique** d'un levier de section rectangulaire en milieu liquide.
  - Optimisation des **dimensions** du levier.
- Etude de l'actionnement **électrostatique** :
  - Isolation par **encapsulation** avec du  $\text{Si}_x\text{N}_y$ .
  - Condition de **suppression de l'effondrement**.
  - Actionnement dans **l'air, l'eau et l'IPA**.
- Etude de l'actionnement **piézoélectrique** :
  - Actionnement dans **l'air et dans l'eau**.
  - **Imagerie AFM**.
- **Apex nanométrique** :
  - Effilage par **cycle d'oxydation-désoxydation**.
  - Effilage par **croissance de CNT**.
  - **Imagerie AFM**.

# Perspectives

- Intégrer une pointe à nanotube sur un levier à actionnement électrostatique.
- Intégrer une détection directement au niveau du levier.

*Thèse J-B Bureau,  
Demain à l'IEMN*

- Modifier l'architecture pour un mode de contour
- ent de qualité en utilisant



*Clark 2000*

# Remerciements

- **D**élégation **G**énérale pour l'**A**rmement

- **E**quipe salle blanche de l'**IEMN** :

- Patricia Lefebvre

- Roger Ringot

- Bernard Verbeke

- Didier Vandermoere

- Pascal Tilmant

- Christiane Legrand

- Christophe Boyaval

- André Lerois

**Fin**