



**HAL**  
open science

# Conception, Fabrication, Caractérisation de microactionneurs à base de nanotubes de carbone

Z. Raslan

► **To cite this version:**

Z. Raslan. Conception, Fabrication, Caractérisation de microactionneurs à base de nanotubes de carbone. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2009. Français. NNT: . tel-00482397

**HAL Id: tel-00482397**

**<https://theses.hal.science/tel-00482397v1>**

Submitted on 10 May 2010

**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.

UNIVERSITÉ GRENOBLE I - JOSEPH FOURIER

N° attribué par la bibliothèque  
978-2-84813-148-1

## THÈSE

Pour obtenir le grade de  
**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER**  
Spécialité : Micro et Nanoélectronique

Préparée au **CEA -LETI** et au Laboratoire **TIMA**  
dans le cadre de l'École Doctorale « Électronique, Électrotechnique,  
Automatique et Traitement du Signal »

Présentée et publiquement soutenue par  
**Alexandre Zahy RASLAN**  
le 17 Décembre 2009

## **Conception, fabrication et caractérisation de microactionneurs à base de nanotubes de carbone**

Thèse dirigée par **Skandar BASROUR**

### Jury

<b>M. Bernard DULMET</b>	Pr. à l'ENSMM Besançon	Président
<b>M. Souhil MEGHERBI</b>	Pr. à Paris-Sud 11,	Rapporteur
<b>M. Christophe Malhaire</b>	McF - HDR à l'INSA de Lyon	Rapporteur
<b>M. Skandar BASROUR</b>	Pr à l'Université Joseph Fourier,	Directeur de thèse
<b>Mlle. Hélène LE POCHE</b>	IR au CEA-LITEN,	Examineur
<b>Mme. Anne GHIS</b>	IR au CEA-LETI,	Co-encadrante de thèse



**REAL CREATIVITY CAN ONLY EMERGE ONCE WE HAVE  
MASTERED THE MEDIUM OR DOMAIN IN WHICH WE WORK**

**MIHALY CSIKSZENTMIHALYI**



## REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier chaleureusement Pr. Skandar BASROUR, chef de l'équipe MNS au laboratoire TIMA de l'UJF, d'avoir dirigé mes travaux qui vont vous être présentés, pour les marques de confiance et d'amitié qu'il m'a prodiguées, pour son soutien de manière inconditionnelle, son encouragement et ses conseils avisés.

Je tiens également à remercier Anne GHIS, ingénieur de recherche au CEA/LETI (Grenoble), qui m'a encadré pendant les trois années de cette thèse, pour tous ses efforts destinés à initier l'activité sur les nanotechnologies au sein du laboratoire et à disposer des moyens nécessaires à l'accomplissement de ce travail, pour sa sympathie et son soutien.

Mes remerciements vont aussi à Hélène Le POCHE, ingénieur de recherche au CEA/LITEN (Grenoble), qui m'a fait découvrir les nanotubes de carbone. Je lui suis très reconnaissant pour son investissement et sa grande contribution à ce travail de thèse. J'ai beaucoup apprécié l'échange interdisciplinaire très enrichissant que j'ai pu avoir avec elle. Je la remercie pour son soutien jusqu'à la dernière minute, pour ses qualités humaines, pour la relecture de ce manuscrit, pour les moments partagés en salle blanche, derrière les bancs de mesures et autour du MEB.

Je remercie également Adeline FOURDRINIER et Michel LEVIS du CEA/LITEN pour leur aide à la réalisation des dispositifs, Jean DIJON du CEA/LITEN pour les discussions scientifiques passionnantes, Jean-Marc FABRY pour les expériences d'observations ambitieuses sur FIB des nanotubes.

Je remercie le président du jury, les rapporteurs, pour avoir sacrifié leur temps à la lecture de ce mémoire, et plus largement, pour l'intérêt qu'ils ont porté à cette étude.

J'exprime par ailleurs toute ma gratitude à Jean-Michel LEGER, responsable du laboratoire Capteurs, Actionneurs et Récupération d'Énergie (LCARE), à Rolland BLANPAIN, responsable du Service Microsystèmes et Objets Communicants (SMOC), à Daniel VELLOU, responsable du Département Conception et Intégration dans les Systèmes (DCIS) qui m'ont accueilli dans leurs structures pour mener à bien ces travaux au CEA/LETI.

Pour leur disponibilité et leur bonne humeur, un grand merci à l'ensemble des chercheurs que j'ai eu l'occasion de côtoyer pendant ces trois ans, et plus particulièrement aux membres des équipes LCARE et LCNA du LETI, LCRE du LITEN, MNS du TIMA-UJF qui comptent aujourd'hui un grand nombre d'amis proches.

Je veux également dédier ce mémoire, à mes amis libanais, grenoblois et lillois et aux membres de ma famille à qui je souhaite bonne chance et un avenir très prospère.



## TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>10</b>
<b>CHAPITRE 1 LES NANOTUBES DE CARBONE : SYNTHÈSE, APPLICATIONS ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES</b> .....	<b>15</b>
<b>1.1 INTRODUCTION</b> .....	<b>16</b>
<b>1.2 SYNTHÈSE DES NANOTUBES DE CARBONE</b> .....	<b>16</b>
1.2.1 GÉNÉRALITÉS .....	16
1.2.2 MÉTHODES DE SYNTHÈSE DES NANOTUBES .....	18
1.2.3 STRUCTURE CRISTALLINE DES NANOTUBES .....	22
<b>1.3 ÉTAT DE L'ART DES NANOSYSTÈMES À BASE DE NANOTUBES</b> .....	<b>23</b>
<b>1.4 ÉTUDES DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES NTC</b> .....	<b>25</b>
1.4.1 ÉTAT DE L'ART DES TECHNIQUES DE MESURE DU MODULE DE YOUNG DES NANOTUBES DE CARBONE .....	26
1.4.2 TECHNIQUE PROPOSÉE POUR L'EXTRACTION DU MODULE DE YOUNG .....	29
<b>1.5 CONCLUSION</b> .....	<b>31</b>
<b>1.6 BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>32</b>
<b>CHAPITRE 2 MODELISATION ET CONCEPTION DE COMMUTATEURS ELECTROSTATIQUES À BASE DE NTC</b> .....	<b>36</b>
<b>2.1 INTRODUCTION</b> .....	<b>37</b>
<b>2.2 ÉTAT DE L'ART DES NEMS À BASE DE NTC</b> .....	<b>37</b>
2.2.1 EXEMPLES DE NEMS À BASE DE NTC.....	38
2.2.2 CONCLUSION .....	46
<b>2.3 MODELISATION ELECTROMECHANIQUE</b> .....	<b>46</b>
2.3.1 MODELE MECANIQUE D'UN NANOTUBE ENCASTRE-LIBRE .....	46
2.3.1.1 Calcul de la déformée du nanotube soumis à un chargement mécanique .....	47
2.3.1.2 Constante de raideur du nanotube.....	47
2.3.2 ELECTROSTATIQUE.....	48
2.3.3 NANOTUBE ENCASTRE-LIBRE SOUMIS À UNE FORCE ELECTROSTATIQUE .....	50
2.3.3.1 Modélisation.....	51
2.3.3.2 Evaluation de la tension de pull-in.....	52
2.3.3.3 Nanotube encastré-libre : Solution numérique.....	65
<b>2.4 CONCEPTION DE COMMUTATEURS À BASE DE NTC INDIVIDUELS</b> .....	<b>71</b>
2.4.1 COMMUTATEUR À BASE DE NANOFIBRES DE CARBONE : CALCUL DE LA TENSION PULL-IN .....	72
2.4.2 COMMUTATEUR À BASE DE NANOTUBES SYNTHÉTISÉS PAR CVD.....	73
<b>2.5 CONCEPTION DE COMMUTATEURS À BASE DE FAISCEAUX DE NTC</b> .....	<b>74</b>
2.5.1 MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DU MATERIAU (NTC-AIR) ET ADAPTATION DES MODELES DE CALCUL DE TENSION DE PULL-IN .....	74
2.5.1.1 Calcul du module de Young effectif du faisceau.....	75
2.5.1.2 Calcul du moment quadratique de la section du faisceau .....	75
2.5.2 COMMUTATEURS À BASE DE FAISCEAUX DE NANOTUBES : CALCUL DE LA TENSION PULL-IN.....	82
<b>2.6 DEFINITION DES STRUCTURES À RÉALISER</b> .....	<b>87</b>
2.6.1 NANOPINCE À BASE DE NANOFIBRES DE CARBONE PAR LITHOGRAPHIE ELECTRONIQUE .....	87
2.6.2 PINCE À BASE DE FAISCEAU LOCALISÉS DE NANOTUBES PAR PHOTOLITHOGRAPHIE .....	88



<b>2.7 CONCLUSION</b> .....	<b>89</b>
<b>2.8 BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>91</b>
<b>CHAPITRE 3 FABRICATION DE MICRO-PINCES ELECTROMECHANIQUES</b> .....	<b>96</b>
<b>3.1 INTRODUCTION</b> .....	<b>97</b>
<b>3.2 ETUDE DES CROISSANCES DE NANOTUBES SUR SUBSTRATS PLEINES COUCHES</b> .....	<b>98</b>
3.2.1 ETAT DE L'ART DES CROISSANCES DE NTC AU LITEN .....	98
3.2.1.1 Réacteur CVD.....	98
3.2.1.2 Croissance de NTC à partir du catalyseur Fe.....	99
3.2.2 CROISSANCES SUR SUBSTRATS PLEINES COUCHES REPRESENTATIFS DES DISPOSITIFS .....	107
3.2.2.1 Croissances à partir du bi-couche Si/Fe .....	107
3.2.2.2 Croissances à partir du catalyseur bi-couche Al/Fe .....	109
<b>3.3 REALISATIONS TECHNOLOGIQUES DES DISPOSITIFS</b> .....	<b>110</b>
3.3.1 EMPILEMENT TECHNOLOGIQUE .....	111
3.3.2 PROCEDE LIFT-OFF .....	111
3.3.3 FABRICATION DES ELECTRODES ET DES PLOTS DE CATALYSEUR.....	114
3.3.3.1 Procédé lift-off mono-couche AZ1512HS.....	114
<b>3.4 INTEGRATION DES NTC</b> .....	<b>116</b>
3.4.1 CATALYSEUR BICOUCHE FE-SI.....	116
3.4.2 CATALYSEUR BICOUCHE AL-FE .....	119
<b>3.5 CONCLUSION</b> .....	<b>121</b>
<b>3.6 BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>124</b>
<b>CHAPITRE 4 CARACTERISATION ELECTRIQUE DE PINCES ELECTROMECHANIQUES A BASE DE FAISCEAUX DE NTC</b> .....	<b>128</b>
<b>4.1 INTRODUCTION</b> .....	<b>129</b>
<b>4.2 MATERIEL ET PROTOCOLE DE MESURE</b> .....	<b>129</b>
<b>4.3 CARACTERISATION ELECTRIQUE DES DISPOSITIFS A BASE DE FAISCEAUX DE NTC</b> .....	<b>130</b>
4.3.1 ANALYSE DU COMPORTEMENT ELECTROMECHANIQUE DE DISPOSITIFS ACTIONNES .....	131
4.3.2 SCHEMA EQUIVALENT ELECTRIQUE DU CIRCUIT .....	134
4.3.3 EXTRACTION D'UNE VALEUR APPROXIMATIVE DU MODULE DE YOUNG DES NTC.....	135
<b>4.4 CARACTERISATION ELECTRIQUE SOUS MEB INSTRUMENTE</b> .....	<b>137</b>
<b>4.5 CONCLUSION</b> .....	<b>138</b>
<b>4.6 BIBLIOGRAPHIE</b> .....	<b>139</b>
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....	<b>140</b>



# Introduction

C'est à Richard P. Feynman (1918-1988), prix Nobel de physique en 1965, qu'il faut attribuer la première idée d'explorer et d'exploiter l'infiniment petit. Il prononce en décembre 1959, une conférence intitulée "Il y a plein de place en bas", depuis considérée comme le texte séminal des nanotechnologies. Dans son discours il dit « Pourquoi ne pourrions-nous pas écrire la totalité des 24 volumes de l'Encyclopedia Britannica sur la tête d'une épingle ? » Cette question peut sembler tout à fait pertinente de nos jours. Feynman y avance l'idée, qu'a priori, les lois de la physique autoriseraient tout à fait la manipulation et l'assemblage d'atomes et de molécules un à un. Feynman propose donc de prendre modèle sur "le merveilleux système biologique" où si infimes soient-elles, les cellules s'activent, stockent, utilisent de l'information et produisent des substances.

Le terme de « nanotechnologie » a, quant à lui, été utilisé pour la première fois par le Professeur Norio Taniguchi de l'Université de Tokyo en 1974. Ce terme fut ensuite popularisé par Eric Drexler dans les années 1980 qui prédisait la possibilité, dans un futur proche, de manipuler la matière à l'échelle du nanomètre. C'est bien là la principale particularité de la nanotechnologie : la dimension nano à laquelle on manipule la matière. Le préfixe "nano" (du grec *nanos* qui signifie « nain ») fait référence au milliardième de mètre, soit environ un cent millième de l'épaisseur d'un cheveu. Un atome mesure 0,15 nanomètre ; une molécule d'ADN, 2,5 nanomètres ; un virus, 50 nanomètres. "Nanotechnologies" signifie en fait "technologies à l'échelle du nanomètre", lorsque au moins une dimension de la matière est inférieure 100 nanomètres. La manipulation de la matière à cette échelle ne peut se faire sans le développement des outils d'observation et de manipulation performants et de haute résolution.

En 1981, deux Suisses, Gerd Binnig et Heinrich Rohrer, chercheurs au laboratoire IBM de Zurich, inventent le microscope à effet tunnel (MET), qui permet non seulement de voir, mais de mouvoir les atomes sur une surface, leur invention fut récompensée par un prix Nobel en 1986. Les ingénieurs d'IBM dessinent ainsi le logo de leur entreprise à l'aide de 35 atomes de xénon. Plus tard, d'autres outils comme le microscope à force atomique (AFM), et le microscope optique à champ proche, permettent à leur tour d'agencer atomes et molécules. Les nanotechnologies désignent des disciplines où la matière est manipulée à l'échelle atomique et moléculaire pour créer de nouveaux matériaux et procédés. Ce n'est pas simplement l'étude de l'infiniment petit, c'est l'application pratique de ces connaissances.

Pour saisir le pouvoir et le potentiel sans précédent de la nanotechnologie, il faut savoir qu'à l'échelle nanométrique, les propriétés de la matière peuvent se transformer de façon spectaculaire, ces changements inopinés sont les effets quantiques. Par une simple réduction de la taille, sans modification de la substance, les matériaux peuvent révéler de nouvelles propriétés, conductivité électrique, élasticité et solidité accrues, modification de la couleur et plus grande réactivité, absentes à l'échelle micro ou macroscopique. En voici des exemples :

- Sous forme de graphite (la mine de crayon), le carbone est tendre et malléable; à l'échelle nanométrique, il est dix fois plus solide que l'acier et six fois plus léger.
- L'oxyde de zinc est normalement blanc et opaque; à l'échelle nanométrique, il devient transparent.
- À l'échelle nanométrique, l'aluminium (utilisé pour les canettes de boissons gazeuses) peut entrer en combustion spontanée et être utilisé dans le propérol.

Les scientifiques exploitent les changements de propriétés à l'échelle nanométrique pour créer de nouveaux matériaux et modifier les anciens. On utilise déjà des nanoparticules (autrement dit, des éléments chimiques ou des composés de taille inférieure à 100 nm) dans des centaines de produits commerciaux.

La National Science Foundation (NSF) aux États-Unis prédit que la nanotechnologie aura conquis un marché de 1000 milliards de dollars d'ici 2011 à 2012. Les chercheurs utilisent la nanotechnologie pour fabriquer des ordinateurs plus rapides, des médicaments à action génique, de nouveaux catalyseurs chimiques puissants (utilisés dans la transformation du pétrole), des capteurs, des matériaux plus solides, plus légers, plus intelligents et plus durables.

On distingue trois secteurs principaux dans le nanomonde:

**La nanoélectronique**, elle s'inscrit dans le prolongement de la microélectronique, plus particulièrement pour les ordinateurs et les télécommunications, mais à des échelles nettement plus petites.

**La nanobiotechnologie**, elle combine l'ingénierie nanométrique et la biologie pour manipuler des organismes vivants ou construire des matériaux inspirés des systèmes moléculaires biologiques.

**Les nanomatériaux**, il s'agit de contrôler précisément, aux dimensions nanométriques, la morphologie de substances ou particules en vue de construire des matériaux nanostructurés.

Il y a deux chemins qui mènent au nanomonde : la fabrication moléculaire, qui passe par la manipulation d'atomes individuels (construction à partir de la base ou bottom-up), et l'ultraminaturisation, qui produit des systèmes de plus en plus petits (travail à partir du sommet ou approche top-down).

L'ultraminaturisation permet de passer du micromonde au nanomonde par l'emploi des outils et techniques de la microélectronique rendus plus performants. Les techniques de lithographie sont poussées à l'extrême avec des longueurs d'onde très courtes permettant de dessiner des motifs de taille nanométrique. Nous pouvons citer la lithographie UV extrême ou rayons X mous, la lithographie électronique ou la lithographie par faisceaux d'ions (IBE). La gravure réactive ionique (RIE) est la technique la plus utilisée pour le transfert des motifs nanométriques. La miniaturisation a toujours suivi son cours en respectant la loi de Moore. Gordon Moore fondateur d'Intel avait remarqué qu'on pouvait prédire pour une année X le nombre de transistors par unité de surface. Aujourd'hui la miniaturisation rencontre un verrou technologique.

Les MEMS (Micro Electro Mechanical Systems :micro systèmes électromécaniques) résultant de la miniaturisation ont été développés pour la première fois dans les années 70 et ont commencé à être commercialisés dans les années 90. Leur marché atteint en 2006 huit milliards de dollars contre 400 milliards de dollars pour la microélectronique, ils continuent à gagner du terrain avec une progression de 15% par an contre 7% pour la microélectronique. Les technologies MEMS sont présentes dans les secteurs de l'automobile, aéronautique, télécommunications, médical et grand nombre d'autres secteurs. Ils assurent différentes fonctions comme les capteurs de pression, capteurs de force, capteurs à ultrasons, accéléromètre pour les airbags, microsystèmes pour cartouches d'imprimantes à jet d'encre, filtres à onde acoustique pour les signaux radio fréquences. Les MEMS possèdent une partie mobile qui peut être mise en mouvement par une excitation d'origine électrostatique, magnétique, électromagnétique, piézoélectrique ou thermique. Dans le cas de fonctionnement

inverse la détection d'un déplacement de la partie mobile peut être capacitive, piézorésistive, etc...

Les NEMS (Nano Electro Mechanical Systems systèmes nano électromécaniques) sont des MEMS aux dimensions réduites en dessous du micromètre. Ils sont l'évolution logique des MEMS. Le domaine des NEMS donne actuellement lieu à une intense activité de recherche. D'une part, on assiste à une poussée de leurs réalisations par usinage de matériaux avec des procédés de réalisation de plus en plus complexes et coûteux nécessitant jusqu'à plusieurs centaines d'étapes pour un délai de plusieurs mois. De plus dans cette gamme de dimensions les méthodes d'usinage par gravure atteignent leurs limites en termes de contrôle des surfaces. D'autre part, leur réalisation par une approche de construction à partir de la base avec des nanoobjets semble être une voie très prometteuse. Il est indéniable que l'apport des nanostructures (nano-tubes, nano-fils,...) aura un impact important dans l'évolution des nanotechnologies. Tant du point de vue de la miniaturisation que de l'apport des nouvelles fonctionnalités offertes, tant au niveau du composant que du circuit voire du système, l'exploitation des nanotechnologies ouvre des perspectives de nouvelles architectures complexes qui restent à découvrir pour les futurs systèmes de communication.

Les nanosystèmes présentent des avantages par rapport à leurs antécédents les microsystèmes. Le premier, et le plus important de ces avantages, est la miniaturisation. À fonction équivalente, les nanosystèmes apportent un gain en volume et en masse. Inversement, ils permettent de réaliser plus de fonctions dans le même volume. Un deuxième avantage est la réduction de la consommation : du fait des faibles masses mises en jeu, voire de nouveaux modes d'actionnement (électrostatique par exemple). La réduction du coût est également souvent mise en avant, les techniques de fabrication collectives caractéristiques des microsystèmes (wafer de 200mm) permettent pour des grosses productions de diminuer très fortement le coût unitaire des pièces produites. Enfin, ces systèmes peuvent présenter une meilleure robustesse grâce aux nouveaux matériaux comme les nanotubes de carbone aux propriétés mécaniques exceptionnelles, ils peuvent être très rapides et opérer à très hautes fréquences.

Au delà de ces propriétés que l'on peut qualifier d'intrinsèques, les nano systèmes impactent fortement la conception des systèmes dans lesquels ils sont présents. Ainsi grâce aux propriétés énoncées ci-dessus, il est possible de changer totalement les architectures systèmes, la notion de redondance peut être poussée à l'extrême, une gestion centralisée peut laisser la place à une approche décentralisée basée sur des éléments autonomes et communicants, les traitements mêmes sophistiqués peuvent se faire au plus près de la mesure/commande et permettre un fonctionnement en réseau, réduire les parasites et augmenter les fréquences de fonctionnement.

Les nanotubes de carbone font l'objet de recherches intensives depuis leur découverte en 1991. Ils possèdent de nombreuses propriétés intéressantes notamment leurs propriétés mécaniques et électriques. En effet, ils sont légers, possèdent une forte rigidité (module de Young de 1 TPa) couplée à une grande flexibilité et ont une conductivité bien supérieure à celle des matériaux classiques. Leur fréquence de résonance naturelle est dans la gamme des GHz ce qui permet leur utilisation dans des composants électroniques à hautes fréquences. Au cours des dernières années, de nombreux NEMS à base de nanotubes de carbone ont été décrits dans la littérature. Comme par exemple les nanopinces, les interrupteurs, les mémoires, les relais statiques et les oscillateurs. Ces NEMS sont très prometteurs pour des applications en particulier dans le domaine des télécommunications et des objets

communicants à haute fréquence. La réalisation d'un récepteur radio complètement intégré à base d'un seul nanotube a été effectuée en 2007 par l'équipe de Zettl de l'université de Berkley en Californie. Le nanotube réunit à la fois tous les composants essentiels d'une radio : antenne, filtre passe bande accordable, amplificateur et démodulateur. En utilisant les porteuses dans la bande de 40-400 MHz, les chercheurs ont pu démontrer la réception de la musique par modulation de fréquence et d'amplitude.

Nous portons un grand intérêt aux systèmes électromécaniques à base de nanotubes dédiés aux objets communicants. Cependant la réalisation de tels systèmes passe tout d'abord par la connaissance des propriétés des nanotubes. Ces derniers vont permettre la conception de ces systèmes et l'évaluation de leur performance.

Nous avons ainsi consacré cette thèse à l'étude d'actionneurs électrostatiques. Cette thèse vise à concevoir et fabriquer des interrupteurs au moyen de micropinces électromécaniques à base de faisceaux de nanotubes verticaux. Ce système a un double intérêt ; il permet d'une part d'accéder aux propriétés des nanotubes notamment mécaniques et de comprendre leur comportement électromécanique ; et d'autre part de réaliser un commutateur électrostatique.

Ce manuscrit comporte quatre parties :

Au premier chapitre une étude bibliographique sur les nanotubes de carbone (structure, synthèse, applications) et sur les différentes techniques existantes permettant d'extraire le module de Young des nanotubes de carbone sera présentée. Il y est aussi proposé notre technique de caractérisation du module de Young des nanotubes basée sur la mesure de la tension de pull-in de commutateurs électromécaniques à base de nanotubes de carbone.

Au second chapitre nous présentons la modélisation des commutateurs encastré-libres que nous avons menée. Des modèles analytiques et une méthode de calcul numérique d'évaluation de la tension de pull-in de ces derniers y seront développés. L'étude du comportement électromécanique de structures composites de nanotubes qui a aboutit au développement d'une formule analytique de calcul du moment quadratique du faisceau de nanotubes y sera décrite. Cette étude a permis d'adapter les modèles de calcul de tensions de pull-in pour les faire correspondre aux commutateurs à base de faisceaux de nanotubes. L'étude de conception de ces derniers pour des nanotubes produits au laboratoire LCRE (Laboratoire des composants pour la récupération d'énergie) du CEA LITEN a été rapportée.

Au troisième chapitre nous présentons l'étude matériau faite au LCRE qui a permis de développer des procédés de croissances de tapis de nanotubes sur des matériaux représentatifs de nos dispositifs. Nous décrivons ensuite la fabrication des pinces électromécaniques à base de nanotubes respectivement les étapes technologiques mises en œuvre jusqu'à la localisation du catalyseur par procédé « lift-off » puis la croissance par CVD (chemical vapor deposition) des nanotubes sur les dispositifs.

La caractérisation des dispositifs obtenus est décrite au quatrième chapitre. Elle a permis d'apporter des réponses concernant l'extraction du module de Young des nanotubes et la faisabilité des pinces électromécaniques à base de nanotubes.

Finalement, nous présenterons une conclusion générale de nos travaux et des perspectives à moyen et long terme



# Chapitre 1 Les nanotubes de carbone : Synthèse, applications et propriétés mécaniques

<b>CHAPITRE 1 LES NANOTUBES DE CARBONE : SYNTHÈSE, APPLICATIONS ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES.....</b>	<b>15</b>
<b>1.1 INTRODUCTION.....</b>	<b>16</b>
<b>1.2 SYNTHÈSE DES NANOTUBES DE CARBONE .....</b>	<b>16</b>
1.2.1 GÉNÉRALITÉS.....	16
1.2.2 MÉTHODES DE SYNTHÈSE DES NANOTUBES .....	18
1.2.3 STRUCTURE CRISTALLINE DES NANOTUBES.....	22
<b>1.3 ÉTAT DE L'ART DES NANOSYSTEMES À BASE DE NANOTUBES .....</b>	<b>23</b>
<b>1.4 ÉTUDES DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES NTC.....</b>	<b>25</b>
1.4.1 ÉTAT DE L'ART DES TECHNIQUES DE MESURE DU MODULE DE YOUNG DES NANOTUBES DE CARBONE ....	26
1.4.2 TECHNIQUE PROPOSÉE POUR L'EXTRACTION DU MODULE DE YOUNG .....	29
<b>1.5 CONCLUSION.....</b>	<b>31</b>



## 1.1 Introduction

La première partie de ce chapitre présente la morphologie, la structure et les méthodes de synthèse les plus répandues des nanotubes de carbone. La seconde partie dresse un bref état de l'art des différents domaines d'applications des nanotubes de carbone pour ainsi donner un aperçu de leurs potentiels pour des applications. La dernière partie concerne les propriétés mécaniques des NTC (nanotube de carbone) notamment la caractérisation du module de Young. Un état de l'art des différentes techniques utilisées permettant d'extraire le module de Young des NTC est présenté. A la fin de ce chapitre nous proposons notre propre technique d'extraction du module de Young qui sera développée dans les chapitres suivants.

## 1.2 Synthèse des nanotubes de carbone

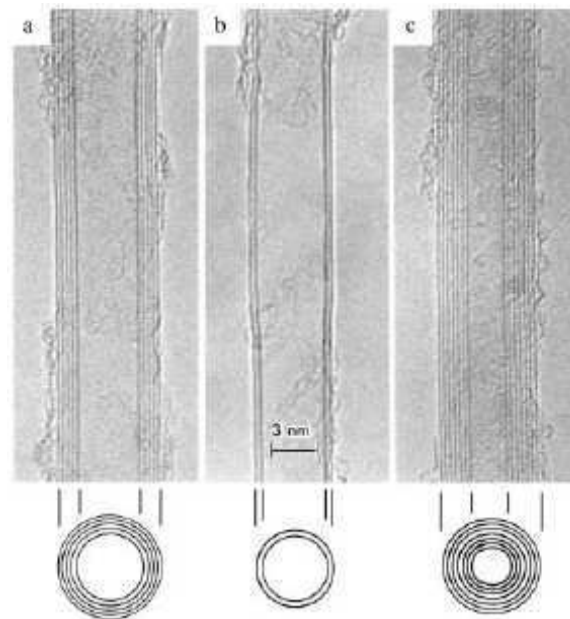
### 1.2.1 Généralités

Les nanotubes de carbone ont été identifiés pour la première fois en 1991 par Sumio Iijima [Iij 91] alors qu'il observait par microscopie électronique à transmission à haute résolution les sous-produits, présents sous forme de suie, de fullerènes<sup>1</sup> synthétisés par la méthode dite de l'arc électrique. Dans cette suie, il a clairement mis en évidence la présence de tubes constitués uniquement de carbone graphitique, de quelques nanomètres de diamètre. Ces « nano » tubes étaient en fait constitués de plusieurs tubes imbriqués les uns dans les autres. La communauté scientifique les a alors qualifiés de nanotubes multiparois (Figure 1.1).

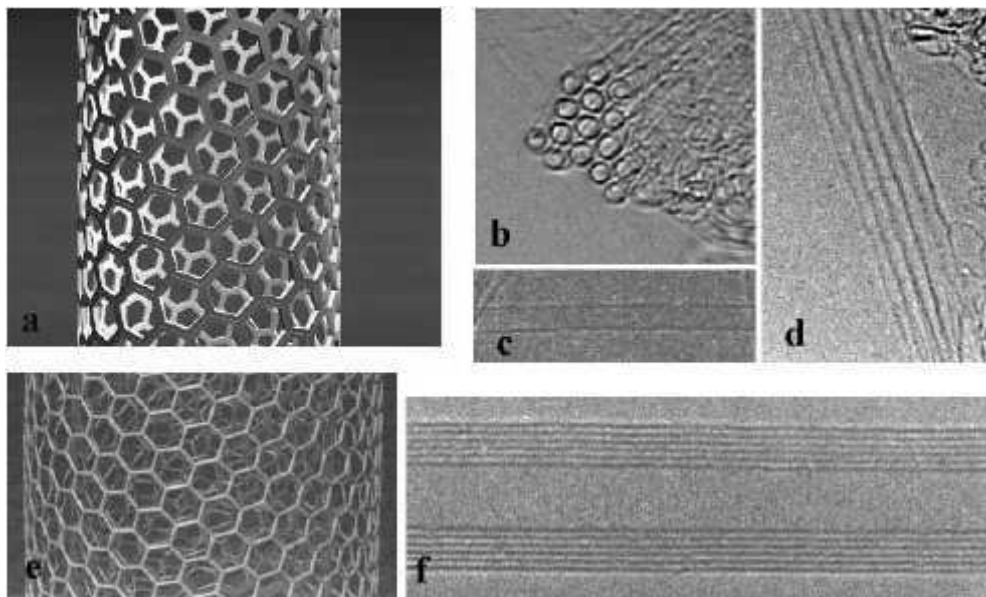
En 1993, des nanotubes de carbone monoparoi ont été synthétisés par la même méthode, en ajoutant des catalyseurs métalliques dans les électrodes de carbone entre lesquelles se produit l'arc électrique. Aujourd'hui, on distingue deux sortes de nanotubes : les nanotubes monoparoi et multiparois (Figure 1.2). Les nanotubes monoparoi (en anglais, *Single Walled Carbon Nanotube* ou SWCNT) sont constitués d'une seule paroi graphitique, alors que les nanotubes multiparois (en anglais, *Multi Walled Carbon Nanotubes* ou MWCNT) sont constitués de plusieurs parois graphitiques. On peut voir un nanotube multiparoi comme l'enfilement concentrique de plusieurs nanotubes monoparoi avec une distance interparoi bien définie, égale à 0.335 nm qui correspond à la distance interplan du graphite. Les nanotubes mono ou multiparois, sont le plus souvent arrangés parallèlement entre eux selon un réseau bidimensionnel de maille triangulaire, et maintenus ensemble par interactions de van der Waals : ils forment ainsi des faisceaux.

---

<sup>1</sup> Molécules constituées uniquement d'atomes de carbone disposés aux sommets d'hexagones et pentagones, dont le C<sub>60</sub> est la plus petite et aussi la plus stable.



**Figure 1.1 :** Observation au microscope électronique à transmission haute résolution de nanotubes de carbone multiparois par Sumio Iijima en 1991 [IIJ 91]. Au-dessous de chaque image MET, une vue schématique représente la section droite du nanotube avec le nombre de parois correspondantes.



**Figure 1.2 :** Nanotubes de carbone monoparoi (SWCNT) et multiparois (MWCNT). a) Représentation schématique d'un SWCNT. b) Vue en coupe par microscopie électronique à transmission (MET) de la section droite d'un faisceau de nanotube composé essentiellement de SWCNT (vue longitudinale en d). Chaque nanotube a un diamètre d'environ 1,4 nm et la distance intertube est de 0,315 nm. c) Image MET d'un SWCNT le long de son axe principal. e) Représentation schématique d'un MWCNT. f) Image MET haute résolution d'un MWCNT. La distance entre les lignes horizontales (représentant les parois du nanotube) est de 0,335 nm (proche de la distance entre les plans de graphène dans le graphite).

## 1.2.2 Méthodes de synthèse des nanotubes

Les différentes méthodes de synthèse pour produire des nanotubes de carbone se classent en deux grandes catégories : les techniques à haute température et les techniques à moyenne température. À haute température, la formation des nanotubes s'obtient par la condensation d'un gaz carboné, obtenu par la sublimation d'une cible de graphite<sup>2</sup>, sous atmosphère inerte. À moyenne température, les nanotubes sont obtenus par la décomposition catalytique d'espèces carbonées. Les méthodes à arc électrique, à ablation laser, et CVD (pour *Chemical Vapor Decomposition*) sont, de loin, les plus employées car elles permettent de produire en grande quantité des nanotubes de carbone de qualité et de toutes sortes : monoparoi multiparois, et faisceaux de nanotubes.

### Synthèse de NTC par arc électrique

La méthode de l'arc électrique a été la première méthode employée pour produire des nanotubes de carbone. Elle a été à l'origine de la découverte de fullerenes puis utilisée pour leur production en masse. Son principe assez simple, implique l'utilisation de deux électrodes de graphite installées dans une chambre de réaction remplie d'un gaz inerte, tel que l'hélium ou l'argon (Figure 1.3 a). La cathode est composée d'un barreau de graphite fixe tandis que l'anode est constituée d'un barreau de graphite mobile à une distance anode-cathode constante de 1cm. Entre ces électrodes, une tension de 20 à 35 V est appliquée; Il se forme alors un plasma, le courant peut atteindre 50 à 120 A et la température peut atteindre 6000 °C dépassant largement la température de sublimation du carbone. L'ensemble est ensuite refroidi par un fort gradient thermique. Après la synthèse, la cathode se retrouve recouverte d'un dépôt composé principalement de nanotubes de carbone multiparois et de nanoparticules.

L'anode peut être préalablement enrichie par un catalyseur métallique (métal de transition ou terre rare). Le produit obtenu présente alors des structures microscopiques différentes. Le dépôt est essentiellement formé de nanotubes monoparoi qui sont le plus souvent assemblés en faisceau et parfois isolés. Il contient aussi des nanoparticules métalliques noyées dans du carbone amorphe et de nombreuses espèces carbonées (suies, fullerènes, graphite, ...).

La qualité et la quantité des produits obtenus par ce procédé sont directement liées aux différents paramètres de synthèse tels que la nature et la pression du gaz, la tension et l'intensité du courant mis en jeu, la distance entre les électrodes et enfin la nature et la proportion des catalyseurs employées. Cette méthode permet donc de produire d'assez grandes quantités de nanotubes de carbone multiparois et monoparoi. Sa principale limite repose sur une trop importante présence d'impuretés (carbone amorphe, coques carbonées, particules métalliques,...) dans les échantillons.

### Synthèse de NTC par ablation laser

Avec la méthode d'ablation laser, il est possible de synthétiser des nanotubes par vaporisation de carbone à l'aide d'un laser (Figure 1.3 b). Pour ce faire, une cible en graphite est placée dans un tube en quartz sous vide et soumise à un flux de gaz neutre. La sublimation du carbone à des températures supérieures à 3000 °C est obtenue par un faisceau laser focalisé balayant la surface de la cible de façon homogène, tandis que la température du tube du réacteur est maintenue à 1200 °C.

Une variante de cette technique existe, où seul le faisceau laser suffit pour sublimer la cible et chauffer l'environnement. L'avantage de cette technique est de produire une grande quantité de nanotubes avec des rendements très élevés (cette technique a été mise au point par

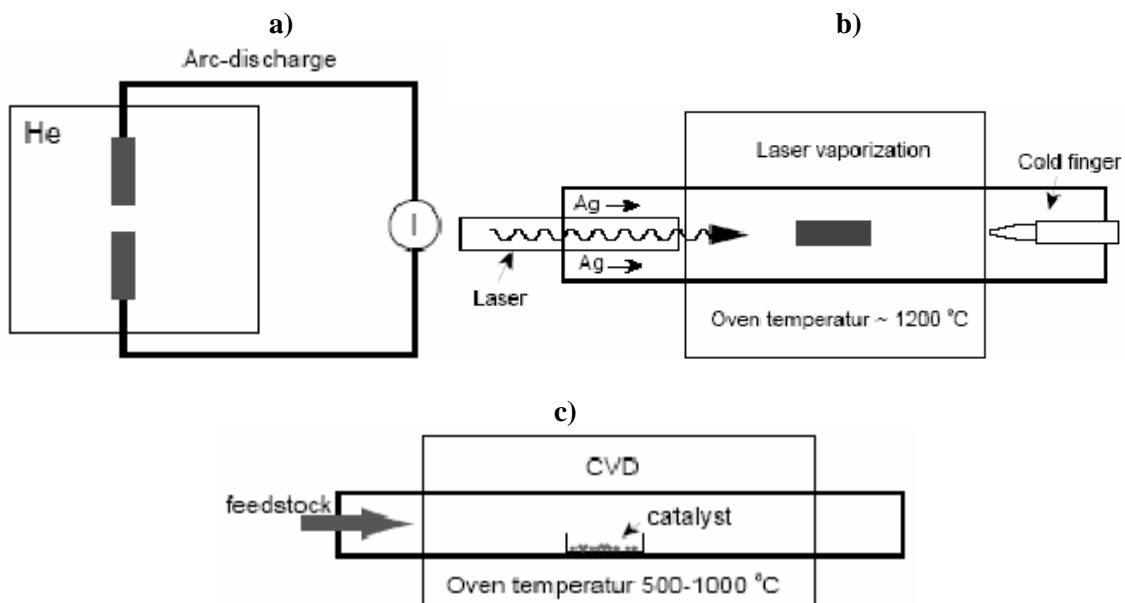
---

<sup>2</sup> Le graphite se sublime à  $3200 \pm \text{°C}$ .

l'Université de Rice, qui ont pu convertir 70 à 90 % de la masse de graphite initiale en nanotubes). Les nanotubes obtenus sont très propres (non recouverts d'une couche de carbone amorphe) et présentent une distribution en diamètre remarquablement uniforme. Les principaux inconvénients sont essentiellement le coût et là aussi la présence d'espèces carbonées autres que des nanotubes. Les paramètres caractéristiques de ce procédé sont la nature, la pression et le débit du gaz, la puissance du faisceau laser ainsi que les espèces et la proportion des catalyseurs.

### Croissance de nanotubes par dépôt chimique en phase gazeuse (CVD)

La méthode CVD, est une technique à température moyenne adaptée des méthodes catalytiques ou pyrolytiques traditionnellement utilisées pour la synthèse des fibres de carbone. Le principe de cette méthode est basé sur la décomposition d'un gaz carboné à la surface de nanoparticules d'un catalyseur métallique dans un four porté à une température comprise entre  $\pm 500$  °C et  $\pm 1200$  °C, suivant la nature du gaz. Le carbone libéré par la décomposition du gaz précipite ensuite à la surface de la particule et cette condensation aboutit à la croissance de structures tubulaires graphitiques. Le gaz carboné peut être le monoxyde de carbone, un hydrocarbure (acétylène, méthane,...), ou un alcool. Le catalyseur métallique est un métal de transition (Fe, Ni, Co, ...). Les nanoparticules sont obtenues par réduction d'un composé organométallique (tel que le ferrocène) et sont soit déposées sur un support en matériau céramique (silice, alumine) soit pulvérisées dans la chambre réactionnelle où a lieu la réaction avec le gaz carboné.



**Figure 1.3 :** Schéma de principe des trois principales méthodes de synthèses des nanotubes de carbone. Sublimation d'une cible de graphite par les méthodes de l'arc électrique (a) et de l'ablation laser (b). Décomposition catalytique d'hydrocarbure, méthode CVD (c).

### Avantages et inconvénients des différentes techniques

Le principal avantage des méthodes à arc électrique et à ablation laser est la température de synthèse élevée, qui conduit à une très bonne cristallinité des nanotubes synthétisés. En effet, les caractérisations MEB et MET montrent respectivement des nanotubes très droits sur plusieurs microns, et dont les parois sont parfaites du point de vue cristallin et bien parallèles (dans le cas de MWCNT). Cependant, l'ensemble des produits de synthèse récupérés sur les parois et les électrodes du réacteur est sous forme de poudre dans laquelle sont enchevêtrés les

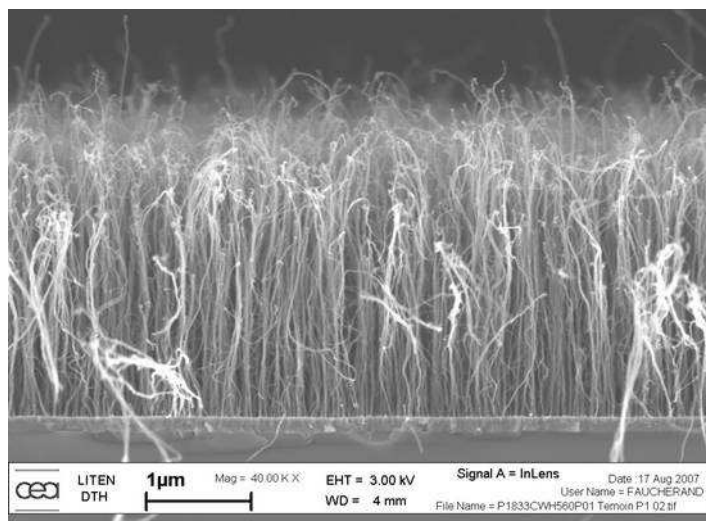
nanotubes en faisceaux, ils sont de plus mélangés avec d'autres produits considérés comme impurifiés. De nombreuses applications nécessitent de travailler avec des nanotubes sans impurifiés, il faut alors procéder à une purification des nanotubes. Généralement cette étape qui se fait par oxydation (en phase gazeuse ou liquide) endommage la qualité intrinsèque de ces nanotubes car elle attaque l'extrémité des nanotubes ainsi que leurs parois externes. Un autre point faible de ces deux méthodes à hautes températures, est leur coût en énergie et l'équipement nécessaire pour procéder à la synthèse, ce qui est pénalisant pour une industrialisation de ces procédés. Pour le moment ils restent principalement utilisés à l'échelle des laboratoires de recherche. De l'autre côté, les méthodes CVD sont plus prometteuses en terme d'industrialisation, comme a pu le démontrer par exemple la compagnie Carbon Nanotechnology Inc. (Houston, Texas) avec une production journalière de 500 g de nanotubes monoparoi de type HiPCO (pour *High Pressure catalytique decomposition of Carbon Monoxide*). Actuellement, cette méthode, plus facile à transposer à l'échelle industrielle, est la plus employée pour la production commerciale de nanotubes monoparoi. De plus, les nanotubes obtenus par cette méthode présentent des caractéristiques géométriques (longueur, diamètre) plus homogènes, ce qui est un avantage. Un autre avantage important de la méthode CVD, est la possibilité de synthèse localisée des nanotubes directement sur des substrats plats « prêt à l'emploi », à partir de catalyseurs métalliques préalablement déposés à la surface de celui-ci. Ceci permet de faire croître localement des nanotubes, pouvant servir ensuite à des composants nanoélectroniques, des canons à électrons pour les écrans plats à émission de champ, ou des composants électromécaniques comme nous allons le voir dans les chapitres suivants. Ici, il n'est plus alors nécessaire de purifier les nanotubes. En contre-partie, la température de synthèse étant peu élevée, la qualité structurale intrinsèque de ces nanotubes est moins bonne que pour ceux produits à haute température.

Nous avons collaboré durant cette thèse avec le LCRE (Laboratoire des composants pour la récupération d'énergie) du CEA LITEN qui possède un savoir-faire en matière de croissance de nanotubes par la technique CVD.

### **Technique de croissance de NTC employée au LITEN**

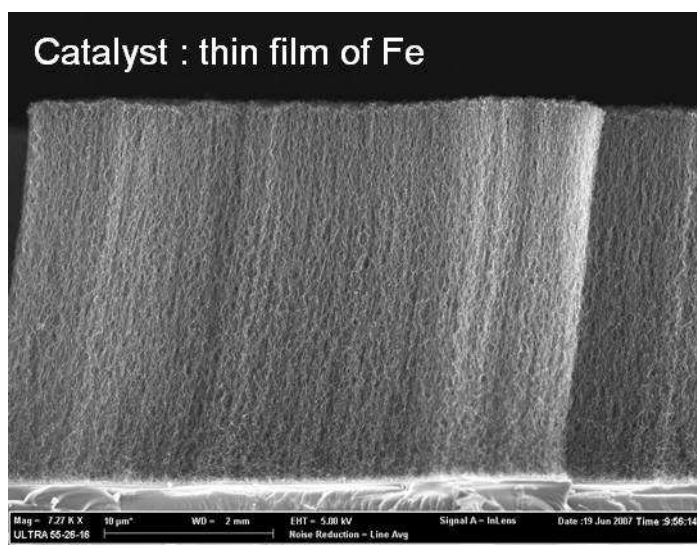
Cette technique permet de synthétiser différents types de MWCNT ainsi que des nanofibres de carbone.

Le premier type de MWCNT synthétisé au LITEN est présenté en Figure 1.4. Ces NTC sont obtenus par CVD thermique à 600 °C à partir d'un film de catalyseur en nickel et atteignent par ce procédé une hauteur maximale de 2µm pour un diamètre moyen de 20nm. Ces NTC se regroupent en grand nombre sous forme de forêts très denses. Les NTC sont alignés par effet stérique dans le tapis de nanotubes.



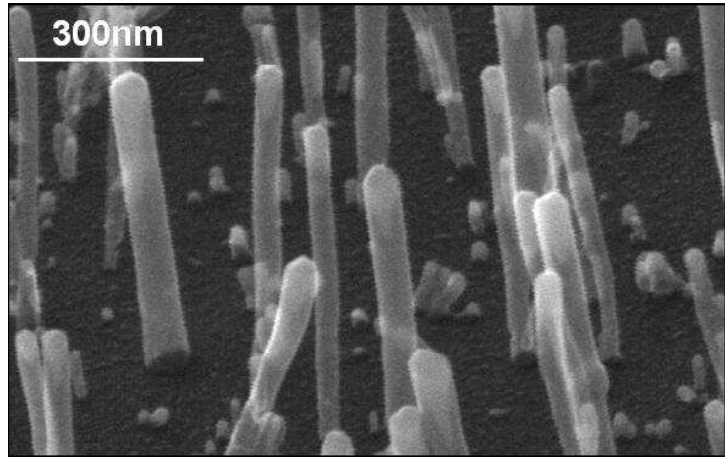
**Figure 1.4 : Tapis dense de nanotubes de carbone synthétisés par CVD thermique. Hauteur de ~ 20μm, diamètre de 20nm.**

Le second type de nanotubes est présenté en Figure 1.5, il s'agit aussi de nanotubes synthétisés par CVD thermique mais à partir d'un catalyseur en fer. Les NTC obtenus par ce procédé sont de très grand rapport de forme. Ils peuvent atteindre une longueur de 70μm pour un diamètre moyen de 5nm. L'alignement des nanotubes est dû à l'effet stérique dans le réseau.



**Figure 1.5 : Tapis dense de nanotubes de carbone synthétisés par CVD thermique. Hauteur de ~ 20μm, diamètre de 5 nm.**

Le troisième type d'objets correspond aux nanofibres de carbone, obtenues par la technique PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor deposition) de dépôt de carbone en phase gazeuse assisté par un plasma à une température de 560 °C. La Figure 1.6 montre la photo MEB d'une croissance de nanofibres après coalescence d'un film de nickel déposé en pleine couche sur du TiN. Chaque nanofibre croît à partir d'une goutte de nickel. Le champ électrique dans le bâti de dépôt permet d'orienter la croissance des fibres. Le catalyseur utilisé dans ce cas est le nickel. Les fibres ainsi obtenues sont verticales et alignées. Ces nanofibres possèdent un diamètre moyen de 80 nm et une longueur maximale de 1.6 μm.



**Figure 1.6 : Photos MEB des nanofibres de carbone synthétisées par PECVD, hauteur maximale mesurée de 1.6µm et diamètre de 80 nm. Croissance en pleine couche après coalescence d'un film mince de Nickel**

### 1.2.3 Structure cristalline des nanotubes

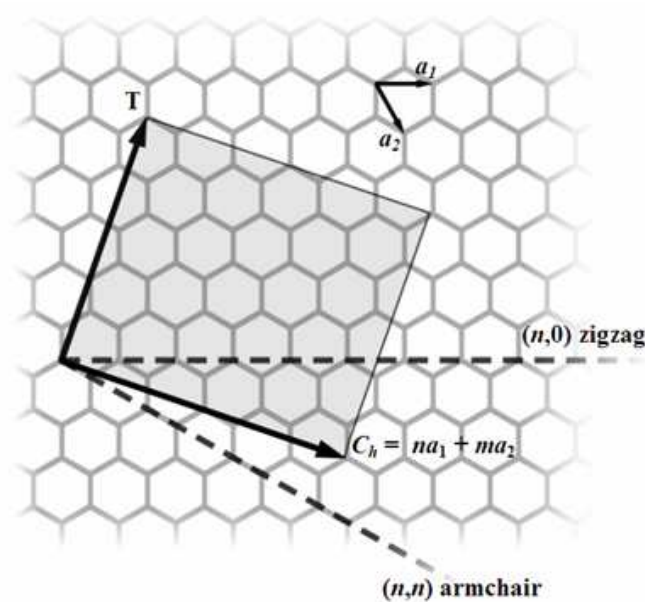
Décrivons la structure géométrique des nanotubes de carbone en considérant le cas le plus simple : le NTC monoparoi (SWCNT). Il peut être vu comme un feuillet de graphène enroulé sur lui-même et fermé à ses deux bouts par deux demi-fullerènes. Dans le plan de graphène les atomes de carbone sont organisés selon un réseau hexagonal, de vecteurs de base  $a_1$  et  $a_2$  (Figure 1.7). Il existe de nombreuses possibilités pour enrouler sur lui-même le feuillet de graphène et faire correspondre bord à bord les hexagones du réseau du graphène. Suivant la direction de l'enroulement par rapport aux vecteurs de base du réseau du graphène on obtient différents types de nanotubes, caractérisés par leur hélicité. L'enroulement, ou hélicité, et les autres propriétés géométriques (diamètre, nombre d'atomes par cellule unité, ...) du nanotube sont déterminés à partir des indices d'Hamada  $n$  et  $m$ . Ces indices définissent le vecteur chiral (ou vecteur d'enroulement),  $C_h = na_1 + ma_2 = (n,m)$  qui relie deux sites cristallographiques équivalents du réseau bidimensionnel du graphène (Figure 1.7). Les nanotubes sont classés par familles en fonction des indices  $(n,m)$  (Figure 1.8). Les nanotubes  $(n,0)$ , appelés zigzag, et les nanotubes  $(n,n)$ , appelés armchairs, sont regroupés dans la famille des nanotubes non-chiraux (ou achiraux). Les nanotubes  $(n,m)$  avec  $n \neq m \neq 0$  constitue la famille des nanotubes chiraux. La maille élémentaire (plus petit groupe d'atomes définissant la géométrie) d'un nanotube quelconque d'indice  $(n,m)$  est définie par le vecteur chiral  $C_h$  et le vecteur translation  $T$  (perpendiculaire à  $C_h$  et parallèle à l'axe d'enroulement du nanotube).

Toutes les caractéristiques géométriques des nanotubes découlent de la connaissance du couple  $(n, m)$ . Ainsi, nous avons par exemple : le diamètre  $D = d_{cc} \sqrt{(n^2 + m^2 + nm)} / \pi$ , avec  $d_{cc}$  la longueur de la liaison C-C (environ 1,44 Å) et l'angle chiral

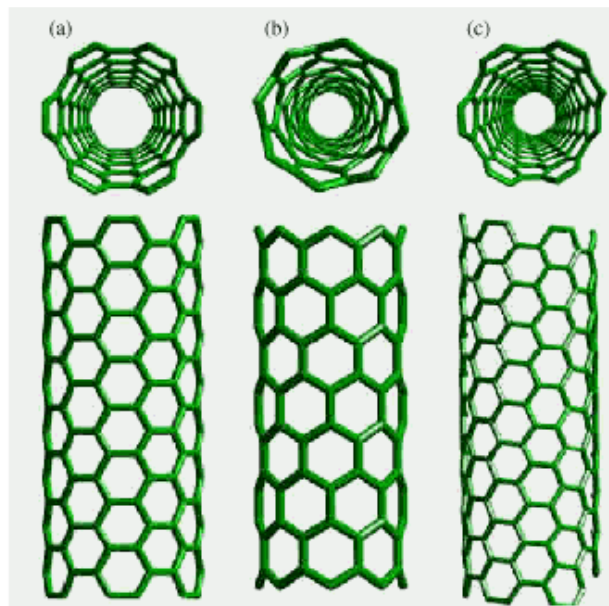
$$\theta = \arcsin \left| \frac{\sqrt{3}m}{2\sqrt{m^2 + n^2 + nm}} \right|, \text{ avec } \theta \in [0,30^\circ].$$

De même, on peut calculer la longueur d'une période (ou cellule unité) dans l'axe du tube ainsi que le nombre d'atomes contenus dans celle-ci. Les différences d'hélicité donneront aux nanotubes de carbone monoparoi des propriétés électriques différentes. Un nanotube de carbone d'indices d'hélicité  $(n,m)$  sera métallique si  $(2n+m)$  est un multiple de 3. Sinon il sera semi-conducteur. Donc un nanotube de carbone armchair sera toujours métallique (car on a  $2m+m$ ) tandis qu'un nanotube zig-zag ou chiral sera soit métallique soit semiconducteur. Les nanotubes zig-zag d'indices  $(3n,0)$  sont métalliques [DRE 07]. En général les nanotubes monoparoi obtenus sont pour un tiers

métalliques, pour deux tiers semicondcteur. Les nanotubes multiparois sont quant à eux tous métalliques et ce sont ceux-là qui seront utilisés dans les travaux de cette thèse.



*Figure 1.7 : Réseau hexagonal bidimensionnel du graphène. Le vecteur chiral est défini par  $C_h = na_1 + ma_2 = (n,m)$ . La maille élémentaire est définie par  $C_h$  et  $T$  (vecteur translation). L'angle d'enroulement (l'hélicité) est compris entre  $0$  et  $30^\circ$  (wikipédia)*



*Figure 1.8 (a) armchair, (b) zigzag, (c) chiral*  
<http://www.mrsec.wisc.edu/Edetc/nanoquest/carbon/index.html>

### 1.3 Etat de l'art des nanosystèmes à base de nanotubes

Le caractère principal des NTC, qui est à l'origine de leur appellation, est leur dimension : leur longueur peut atteindre plusieurs microns alors que leur diamètre est de l'ordre du nanomètre. La deuxième caractéristique des nanotubes est la nouvelle structure du carbone comparativement à celles déjà bien connues du graphite et du diamant. Comme nous le verrons plus loin, cette structure présente des liens étroits avec celle du graphite. De cette



filiation structurale, découlent directement les propriétés des nanotubes. Nous allons présenter maintenant, de manière brève, l'ensemble de ces propriétés et les applications, réelles ou potentielles, qui y sont associées.

Les nanotubes possèdent des propriétés chimiques, électriques, mécaniques, thermiques et optiques exceptionnelles et très attirantes pour diverses applications.

En effet, on peut fonctionnaliser les nanotubes de carbone pour réaliser des capteurs chimiques. Ces capteurs peuvent être réalisés en déposant des nanotubes fonctionnalisés sur un quartz qui possède une certaine fréquence de résonance. Il est alors possible de détecter la quantité de molécules qui adhèrent aux nanotubes par la mesure de la variation de la fréquence de résonance du système. Il existe aussi des capteurs comportant une fibre optique en silice avec à son extrémité des nanotubes de carbone fonctionnalisés. Lorsque des molécules viennent se poser sur les nanotubes, elles modifient l'indice de réfraction et par conséquent la quantité de lumière réfléchi [PEN 06]. Des capteurs de détection de gaz par ionisation ont été aussi développés [MOD 03]. Tous ces capteurs ont été testés expérimentalement, les mesures obtenues ont permis de valider leurs fonctionnements mais des efforts restent à faire pour les optimiser.

Les nanotubes peuvent assurer un transport quasi-balistique des électrons, un nanotube métallique de 1-3 nm de diamètre peut acheminer un courant qui peut aller jusqu'à une dizaine de  $\mu\text{A}$  ce qui se traduit par une densité de courant de l'ordre de  $10^9 \text{ A/cm}^2$ . Les NTC se présentent comme de très bons candidats pour la réalisation des interconnexions [BUR 05], des transistors [ZHA 06], des mélangeurs [RAB 06] et des diodes. Dans les transistors à effet de champ, le nanotube semiconducteur est utilisé comme zone active.

Dans le domaine de l'optoélectronique, un nanotube de carbone placé dans une géométrie de transistor a permis la réalisation d'un émetteur infrarouge par recombinaison de paire électron-trou, la longueur d'onde émise est dépendante du diamètre du nanotube et la position du point d'émission en fonction du potentiel de grille [CHE 05].

A l'inverse, des nanotubes fonctionnalisés avec du platine sont utilisés comme surface active dans une photodiode. L'exposition des NTC à la lumière produit un photocourant dû à la génération d'une paire électron-trou séparée ensuite par un champ électrique. La génération de paires électrons-trous est plus forte au niveau des contacts entre les électrodes et le film de nanotubes [LU 06].

Les NTC ont aussi été utilisés pour remplacer les filaments de tungstène dans les lampes à incandescence. Cela présente plusieurs avantages, comme une meilleure stabilité thermique, un faible seuil d'émission, une meilleure efficacité lumineuse et une durée de vie plus longue.

Des expériences ont été menées pour explorer le comportement des nanotubes en tant qu'antenne THz [WAN 04]. Un réflecteur parabolique des rayons infrarouge (20-25  $\mu\text{m}$ ), composé d'un réseau de nanotubes verticaux de 5  $\mu\text{m}$  de long a été réalisé. Le réflecteur a permis de réfléchir une polarisation définie de la lumière incidente sans pertes ni dispersion [KOM 05].

L'étude des capacités des nanotubes de carbone à absorber les ondes électromagnétiques a été démontrée en les intégrant dans des lignes coplanaires. En effet un guide d'onde coplanaire dans la bande de 0.01 à 50 GHz assemblé à un réseau de  $\approx 10^3$  NTC

alignés et orientés parallèlement au champ électrique possède un facteur de perte plus élevé qu'un CPW (coplanar waveguide) nu, l'atténuation dépend aussi de la fréquence. En moyenne, un nanotube contribue à 0.01% des pertes supplémentaires [HIG 06]. Des nanotubes ont été insérés dans le substrat d'un guide d'onde coplanaire. L'atténuation dans le guide rempli de NTC est un ordre de grandeur supérieur à celle mesurée pour un guide vide [DRA 06]. La conductivité des nanotubes de carbone favorise l'absorption de puissance à l'intérieur des matériaux, sa valeur typique pour la réalisation d'absorbants est de 1 S/m [SAI 06].

Les nanotubes de carbone sont aussi de bons émetteurs d'électrons par effet de champ électrique, ils sont capables d'émettre des électrons par effet tunnel par leur pointe lorsqu'ils sont placés dans un champ électrique de telle façon que leur axe soit parallèle aux lignes de champ. Leur facteur de forme très élevé couplé à leur stabilité thermique et à leur rigidité mécanique font d'eux des émetteurs extrêmement performants capables de fournir des courants élevés et stables dans le temps. Parmi les types d'applications possibles on peut trouver les amplificateurs micro-ondes [LEG 05- HAN 05], les écrans plats, et l'éclairage arrière d'écrans plats passifs.

**Enfin leurs propriétés mécaniques sont remarquables.** Dix fois plus rigides que l'acier et très flexible, ils permettent le renforcement mécanique de matériaux et de structures, telles que du caoutchouc, des gilets pare-balles, etc. **Ils permettent aussi la réalisation de fonctions électromécaniques. Un état de l'art de ces fonctions sera présenté dans le chapitre suivant.**

## 1.4 Etudes des propriétés mécaniques des NTC

Les nanotubes de carbone doivent leur renommée et leur distinction en tant que nano objets originaux à l'ensemble de leurs propriétés, notamment leurs propriétés mécaniques. Les propriétés des nanotubes de carbone résultent directement de leur filiation structurale avec le graphite. La liaison carbone-carbone de type  $sp^2$  du plan de base du graphite est une liaison très forte. L'énergie de dissociation de cette liaison est en effet de  $348 \text{ kJ.mol}^{-1}$ . A cause de son anisotropie structurale, le graphite présente un module d'élasticité ou module de Young très important dans le plan des hexagones (1TPa pour les monoparoi) et beaucoup plus faible hors plan (4 GPa) puisque les liaisons inter-plans sont faibles. Il allie cette résistance à la déformation à une très grande flexibilité due à l'hybridation partielle  $sp^2$ - $sp^3$  de la liaison C-C.

La connaissance précise des propriétés mécaniques des nanotubes de carbone est un préalable au développement et la réalisation de nanosystèmes électromécaniques. **Pour exploiter au mieux les nanotubes de carbone produits par le CEA-LITEN dans des microdispositifs, nous proposons tout d'abord d'étudier leurs propriétés mécaniques. Dans cette partie du chapitre, nous nous intéressons à la mesure in situ du module d'élasticité ou module de Young des nanotubes de carbone obtenus par croissance localisée.**

Tout d'abord un état de l'art des différentes techniques de mesures du module de Young est dressé, ensuite notre méthode pour l'extraction du module du Young est présentée. Cette méthode consiste à mesurer en DC la tension de commutation d'un commutateur électrostatique à base de NTC. Cette valeur de tension de commutation est ensuite introduite dans un modèle électromécanique afin d'extraire le module de Young du nanotube qui forme le commutateur.

### 1.4.1 Etat de l'art des techniques de mesure du module de Young des nanotubes de carbone

Du fait que les nanotubes de carbone possèdent une dimension nanométrique, le simple fait de mesurer expérimentalement leurs propriétés mécaniques est considéré comme un défi. Pour relever ce défi et démontrer que les nanotubes de carbone possèdent de très bonnes propriétés mécaniques, plusieurs techniques ont été développées. Nous allons dresser dans la suite un court état de l'art et passer en revue les différentes techniques employées, leurs avantages et inconvénients. Nous distinguons parmi toutes ces techniques les méthodes à détection de vibration sous MET<sup>3</sup>, les méthodes employant l'AFM<sup>4</sup> et le nano-indenteur, les méthodes résonantes à détection sous MET ou à détection électrique d'harmonique et les méthodes de déflexion électrostatique.

La première mesure du module élastique ou module de Young des NTC multi-feuillets synthétisés par arc électrique a été menée par Treacy et al. en 1996, des vibrations d'origine thermique ont été observées dans un MET. L'amplitude de vibrations à différentes températures allant de 25°C à 800°C a été estimée par observation des images fournies par le MET. La théorie classique des poutres a été ensuite utilisée pour calculer le module de Young, celui-ci se situe entre 0.4 et 4.15 TPa avec une moyenne de 1.8 TPa sur 11 NTC multi-feuillets observés [TRE 96]. Krishnan et al. en 1998 trouvent, par la même technique de détection sous MET de vibrations thermiques, un module de Young de 1.25 TPa en moyenne sur 27 nanotubes mono-feuillets [KRI 98].

Wong et al. en 1997 ont dispersé des nanotubes de carbone multi-feuillets produits par arc électrique sur une surface plane et polie et ont déposé par dessus les nanotubes un réseau de plots carrés permettant de fixer les nanotubes au substrat par une de leurs extrémités. Un AFM a ensuite été utilisé pour balayer la surface au niveau de l'extrémité libre des nanotubes. La force latérale appliquée et le déplacement de l'extrémité du nanotube ont été aussi mesurés. En se servant de la théorie classique de la mécanique des poutres, le module de Young des NTC multi feuillets calculé est de  $1.28 \pm 0.59$  TPa [WON 97].

En 1999 Salvetat et al. ont déposé des NTC multi-feuillets produits par arc électrique sur une membrane d'alumine poreuse. Occasionnellement, certains nanotubes se sont retrouvés au dessus des pores, ensuite une pointe AFM est utilisée pour appliquer une force verticale sur un nanotube et mesurer sa déflexion. La valeur moyenne des modules de Young de 11 nanotubes de carbone est de  $0.81 \pm 0.41$  TPa [SAL 99].

Jusqu'en 1999 les mesures publiées souffraient des incertitudes liées à l'expérience comme les mesures d'amplitudes de vibrations thermiques et la calibration de la pointe AFM. De plus, l'amortissement des vibrations et la forme du nanotube sous contraintes n'ont pas été évoqués. Poncharal et al. en 1999 ont proposé donc une nouvelle méthode qui consiste à exciter à la résonance les nanotubes de carbone par un champ électrique variable in situ dans un MET. Les amplitudes des vibrations générées sont grandes et donc mesurables plus facilement que les amplitudes des vibrations thermiques. La fréquence de résonance des nanotubes de carbone a été mesurée en détectant les amplitudes maximales des vibrations en fonction de la fréquence du signal appliqué ; les diamètres intérieurs et extérieurs ainsi que la longueur sont mesurés en observant le nanotube dans le MET. La fréquence de résonance

---

<sup>3</sup> MET : Microscope électronique en transmission

<sup>4</sup> AFM : Microscope à force atomique

mécanique dépend directement de la racine carrée du module de Young, cette grandeur ainsi calculée avoisine le 1 TPa pour des faibles diamètres  $D < 10$  nm et se dégrade jusqu'à environ 100 GPa pour les nanotubes de diamètres plus larges [PON 99]. Cette dégradation est due à la distorsion et l'apparition d'ondulations sur l'arc intérieur comprimé du nanotube fléchi [PON 99] ou selon Salvetat et al, elle peut être due à un comportement dynamique inhabituel induit par l'anisotropie des nanotubes de carbone multi-feuillets [SAL 99].

Wang et al. en 2000 et 2001 présentent un complément à l'étude de la résonance électromécanique faite par Poncharal et al. [PON 99] de deux types de nanotubes, ceux produits par arc électrique et ceux produits par pyrolyse. Pour les nanotubes produits par arc électrique, le module de Young mesuré est d'environ 1.2 TPa pour les diamètres inférieurs à 8 nm, et d'environ 0.2 TPa pour les diamètres supérieurs à 30 nm. Les nanotubes qui ont été synthétisés par pyrolyse possédaient une structure en bambou, le MET a permis d'observer certains défauts dans la structure qui seraient la cause d'un module de Young très faible de  $27 \pm 3$  GPa. Pour un nanotube anisotrope il peut y exister deux fréquences fondamentales de résonance, ceci est dû au fait que le moment d'inertie est différent suivant les deux axes perpendiculaires au nanotube [WAN 00, WAN 01].

L'enjeu des techniques à excitation par champ électrique variable est de déterminer la fréquence de résonance électromécanique des nanotubes. Pour trouver cette fréquence, la détection électrique de la résonance électromécanique [CIO 05] peut se présenter comme une alternative à l'observation au MET des amplitudes maximales de vibrations, le module de Young calculé par cette technique pour un nanotube multi-feuillet est de  $29.6 \pm 2.9$  GPa.

En 2002 Demczyk et al. ont observé la fracture d'un nanotube de carbone multi-feuillet produit par arc électrique pour la première fois dans MET. Le nanotube a été soumis à une tension appliquée par un bras manipulateur piézoélectrique, il a subi plusieurs cycles de compression-élongation, l'allongement maximal qui a pu être observé avant rupture est de 5%. La résistance à la traction mesurée est de 0.15 TPa, cette valeur correspond à la force maximale par unité de surface pouvant être supportée par le nanotube avant de provoquer sa fracture. Un test de flexion a également été effectué et a permis, en mesurant la déflexion correspondante à la force appliquée et en tenant compte de la nature du nanotube, de calculer un module de Young du nanotube de 0.8 TPa. Les tests montrent que les nanotubes sont capables de subir de très grandes déformations élastiques avec des grands angles de déflexion leur permettant d'absorber une quantité considérable d'énergie [DEM 02].

Un système hybride combinant MET, MEB<sup>5</sup> et AFM [NAK 06] tire profit de ces trois instruments pour se présenter comme un outil très performant pour l'observation, la manipulation, et l'étude des propriétés de nanotubes de carbone. Le module de Young d'un nanotube multi-feuillet mesuré par cet instrument à l'aide de la pointe AFM et observé sous MET est de 1.23 TPa. L'observation sous MET semble être donc une technique prometteuse pour étudier les propriétés mécaniques, électriques et d'émission de champ des nanotubes, elle permet d'accéder à la structure du nanotube.

Une autre étude visant à déterminer le module de Young par observation des vibrations thermiques sous MEB [BAB 03] d'un nanotube mono-feuillet doublement encastré montre la difficulté et l'incertitude liées à la détection des faibles amplitudes de vibrations

---

<sup>5</sup> MEB : Microscope électronique à balayage

thermiques. Néanmoins le module de Young de nanotubes mono-feuillets synthétisés par CVD a été estimé à 1 TPa avec une précision de 75%.

Les techniques évoquées précédemment nécessitent une préparation préalable de l'échantillon ou du dispositif comportant le nanotube à caractériser. Pour s'affranchir de ces difficultés, le nano-indenteur est utilisé pour caractériser un réseau de nanotubes de carbone multi-feuillets alignés verticalement synthétisé par PECVD [QI 03]. Sur des matériaux homogènes, des films minces par exemple, le nano-indenteur donne accès au module de Young. Dans le cas de tapis de nanotubes, la résistance du réseau de nanotubes à la pénétration est liée à la superposition de la rigidité de chaque tube et de sa flexion quand l'indenteur rencontre les tubes. La mesure de la force appliquée en fonction de la pénétration dans le réseau, associée à un modèle mécanique, conduit à des valeurs de module de Young de l'ordre de 0.9~1.23 TPa.

**Les nanotubes peuvent aussi subir de très grandes déformations réversibles, avec un rayon de courbure < 100 nm [PON 99, DEM 02] prouvant expérimentalement leur grande flexibilité.**

La table 1 récapitule les différentes mesures de modules de Young des différents nanotubes de carbone et les techniques de caractérisation utilisées. **Les valeurs du module de Young citées précédemment pour des nanotubes multi-feuillets ou mono-feuillet sont cohérentes avec les différents calculs théoriques du module de Young des nanotubes de carbone (~1.24 TPa en moyenne [HER 98]) et sont du même ordre que le module de Young calculé le long de l'axe du plan de graphite 1.026 TPa. Cette valeur peut être réduite à quelques dizaines de GPa si des défauts sont présents dans la structure, la méthode de synthèse jouant un rôle important dans la production de nanotubes de bonne qualité. Les nanotubes de carbone allient résistance à la traction (0.15 TPa [DEM 02]) et une très grande élasticité.**

<i>Auteur</i>	<i>Module de Young [TPa]</i>	<i>Type du nanotube</i>	<i>Méthode</i>
<i>Treacy et al. [TRE 96]</i>	<i>1.8</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>Vibration thermique (TEM)</i>
<i>Krishnan et al. [KRI98]</i>	<i>1.25</i>	<i>SWCNT<sub>ablation laser</sub></i>	<i>Vibration thermique (TEM)</i>
<i>Wong et al. [WON 97]</i>	<i>1.28</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>AFM</i>
<i>Salvetat et al. [SAL 99]</i>	<i>0.81</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>AFM</i>
<i>Poncharal et al. [PON 99]</i>	<i>1</i> diamètre < 10 nm <i>0.1</i> diamètre > 10 nm	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>Résonance électromécanique (TEM)</i>
<i>Wang et al. [WAN 01]</i>	<i>1.2</i> diamètre < 8 nm <i>0.2</i> diamètre > 30 nm <i>0.027</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i> <i>MWCNT<sub>Pyrolyse</sub></i>	<i>Résonance électromécanique (TEM)</i>
<i>Ciocan et al. [CIO 05]</i>	<i>29.6 GPa</i>	<i>MWCNT</i>	<i>Résonance électromécanique (détection électrique)</i>
<i>Demczyk et al. [DEM 02]</i>	<i>0.81</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>Tension (TEM)</i>
<i>Nakajima et al. [NAK 06]</i>	<i>1.23</i>	<i>MWCNT<sub>ARC</sub></i>	<i>AFM sous TEM</i>
<i>Babic et al. [BAB 03]</i>	<i>1</i>	<i>SWCNT<sub>CVD</sub></i>	<i>Vibration thermique (MEB)</i>
<i>Qi et al. [QI 03]</i>	<i>0.9~1.23</i>	<i>MWCNT<sub>PECVD</sub></i>	<i>Nanoindentation</i>

**Table 1: Variation du module de Young obtenu pour différents nanotubes de carbone et différentes techniques de caractérisation et de fabrication**

L'avancement des recherches sur les nanotubes de carbone et notamment la mesure de leurs propriétés physiques est fortement lié au développement des outils d'observation à haute résolution et des systèmes de manipulation des objets nanométriques. Nous pouvons remarquer que toutes les techniques citées précédemment se basent sur le même principe, il s'agit de provoquer une déflexion du nanotube dont l'origine est connue et ensuite mesurer cette déflexion. Ce qui fait la différence entre ces méthodes sont les outils d'actionnement et d'observation. La précision de la mesure du module de Young dépend de la précision de ces outils.

#### 1.4.2 Technique proposée pour l'extraction du module de Young

Notre objectif n'est pas de choisir dans cet état de l'art la technique qui nous paraît la plus performante, mais plutôt de nous en inspirer pour développer une méthode adaptée à notre propos. Les systèmes électromécaniques en constante croissance suscitent notre intérêt pour le développement d'applications à base de nanotubes de carbone. Les études reportées ci-dessus ont mis en évidence la grande dépendance des propriétés électromécaniques des NTC à leur structure et donc aux techniques de croissance utilisées. Il est donc nécessaire d'effectuer la mesure du module de Young des nanotubes de carbone que nous allons utiliser, obtenus par les procédés technologiques dont dispose le LITEN. Nous devons donc définir une méthode de mesure in-situ du module de Young des NTC.

**Nous proposons une technique de mesure du module de Young basée sur la mesure de la tension de commutation d'un commutateur électrostatique à base de nanotubes de carbone.** La tension de commutation (ou tension de "pull-in") dépend de la géométrie du commutateur, des dimensions et des propriétés mécaniques du nanotube utilisé comme élément mécanique dans le commutateur. La mesure de cette tension associée à un modèle électromécanique permet d'extraire la valeur du module de Young du nanotube utilisé. Les principales difficultés dans la mise en œuvre d'une telle technique sont la réalisation technologique de dispositifs, la croissance localisée de nanotubes de carbone afin de les intégrer aux dispositifs, ainsi que la modélisation fine du comportement électromécanique du commutateur électrostatique. La modélisation du commutateur sera présentée au chapitre suivant.

**La réalisation de ce commutateur a un double avantage, le premier est celui de l'extraction du module de Young et le second est la fonctionnalité propre au dispositif lui-même. Ces fonctions seront aussi décrites dans un état de l'art au chapitre suivant.**

#### **Principe de fonctionnement du commutateur électrostatique**

La Figure 1.9 présente le schéma d'un commutateur électrostatique constitué d'un nanotube encastré-libre et d'un plan de masse. Le système est actionné par une tension électrique continue. Le nanotube est soumis à une force électrostatique et aux forces d'attraction de van der Waals. Le système est maintenu à l'équilibre par une force élastique qui s'oppose aux forces électrostatiques et aux forces de van der Waals. Le nanotube et l'électrode sont séparés d'un gap initial  $H$ ,  $L$  est la longueur du nanotube et  $w$  est la déflexion du nanotube à son extrémité.

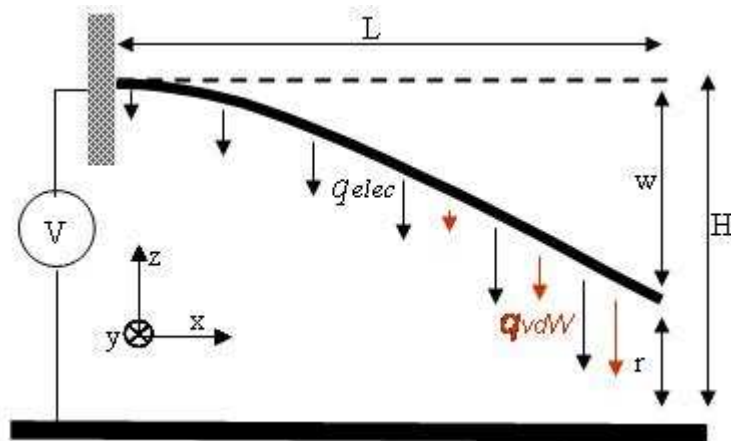
## Forces de van der Waals :

Les forces de van der Waals sont des forces électromagnétiques résiduelles faibles, d'origine quantique, s'exerçant entre des molécules et même des atomes neutres. Ces forces varient en fonction de  $1/R^7$  où  $R$  est la distance qui sépare les deux molécules ou atomes. L'énergie de van der Waals peut être calculée en utilisant le potentiel de Lennard-Jones qui possède un terme attractif et un terme répulsif. Le terme répulsif est important au contact, il est négligeable avant le contact. Le potentiel de Lennard-Jones décrivant une interaction attractive entre deux atomes  $i$  et  $j$  est donné par :  $\phi_{ij} = -\frac{C_6}{r_{ij}^6}$  où  $r_{ij}$  est la distance entre les

atomes  $i$  et  $j$  et  $C_6$  est une constante caractérisant l'interaction entre les deux atomes. Pour une interaction entre atomes de carbone,  $C_6$  est égale à  $15.2\text{eV}\text{\AA}^6$ .

Dequesnes et al. ont utilisé le potentiel de Lennard-Jones pour calculer l'énergie d'interaction de van der Waals entre un nanotube monofeuillet et un plan de masse supposé formé par une seule couche de graphène [DEQ 02].

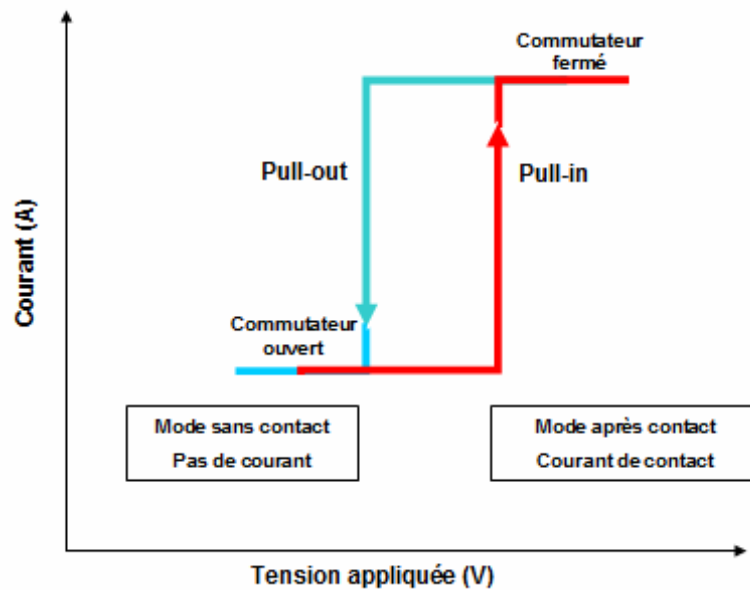
L'énergie par unité de longueur est donnée par : 
$$\frac{E_{vdW}}{L} = -\frac{C_6 \sigma^2 \pi^2 R(R+r)(3R^2 + 2(r+R)^2)}{2((r+R)^2 - R^2)^{7/2}}$$



**Figure 1.9 :** Nanocommutateur électrostatique à base de nanotube de carbone.  $q_{elec}$  et  $q_{vdW}$  sont les forces exercées au nanotube.  $L$  longueur du nanotube,  $H$  gap initial,  $r$  le gap l'équilibre du système et  $w$  la déflexion de l'extrémité du nanotube.  $V$  est la tension électrique appliquée au nanotube par rapport au plan de masse.

Pour chaque tension inférieure à la tension seuil de commutation correspond un état d'équilibre où les forces d'attraction sont compensées par la force de rappel élastique du nanotube. La commutation de la structure a lieu lorsque la tension appliquée atteint la tension de commutation comme le montre le tracé bleu de la Figure 1.10. Le système passe d'un mode sans contact où il est en circuit ouvert à un mode de contact ou court circuit. En effet, le système est en déséquilibre au delà de la tension de commutation, la force de rappel du nanotube est insuffisante pour compenser les forces électriques et les forces de van der Waals. Pour séparer le nanotube du plan de masse une fois qu'ils sont en contact, il faut baisser la tension jusqu'à  $V_{pull-out}$ , représenté sur la courbe rouge de la Figure 1.10.  $V_{pull-out}$  est inférieure à  $V_{pull-in}$  à cause des forces de van der Waals qui ont tendance à maintenir le nanotube collé. En mode contact les forces de van der Waals sont très grandes. Un problème qui est souvent rencontré et qui empêche le bon fonctionnement du commutateur est celui du collage de la structure après le premier actionnement. En effet, lorsque la tension appliquée au nanotube a

été réduite à zéro, le nanotube reste collé au plan de masse si les forces de van der Waals s'exerçant entre eux sont supérieures à la force de rappel du nanotube.



*Figure 1.10 : Tracé du courant en fonction de la tension appliquée à un commutateur électrostatique. La courbe montante indique le passage de l'état ouvert du commutateur à l'état fermé et la courbe descendante indique l'inverse.*

## 1.5 Conclusion

Nous avons introduit à travers ce chapitre les nanotubes de carbone et nous avons montré que les techniques de synthèse de NTC par CVD sont plus prometteuses que les techniques de synthèse par arc électrique ou par ablation laser pour la production industrielle de nanotubes de carbone. Cette technique employée au LITEN permet de produire des NTC de longueurs et diamètres plus homogènes. Elle a l'avantage aussi de synthétiser des NTC localisés directement sur substrat plat à partir de catalyseurs métalliques préalablement déposés à la surface de celui-ci et donc de permettre la réalisation de composants électroniques notamment des systèmes électromécaniques.

Nous avons ensuite exposé les différentes propriétés des nanotubes et leur vaste champ d'application. A travers un état de l'art des techniques de mesure du module de Young des NTC nous avons pu montrer que ce dernier est en général très élevé de l'ordre de 1 TPa pour des NTC synthétisés par la méthode d'arc électrique ou CVD mais varie en fonction des procédés. C'est pour cette raison que nous avons décidé de caractériser le module de Young des NTC produits au LITEN pour nous permettre de disposer de données précises nécessaires à la conception de nos systèmes électromécaniques.

Nous avons estimé qu'il est judicieux de proposer une méthode de caractérisation in-situ permettant d'actionner des nanotubes intégrés dans un dispositif. Notre technique consiste à mesurer la tension de commutation d'un commutateur électrostatique à base de NTC. Ensuite à l'aide d'un modèle électromécanique précis nous pouvons extraire le module de Young. Ce module de Young pourra ainsi être utilisé pour concevoir d'autres composants électromécaniques. La réalisation de ce commutateur a un double avantage, le premier est celui de l'extraction du module de Young et le second est la fonctionnalité qu'offre ce dispositif. Ces fonctionnalités seront décrites au chapitre suivant.



## 1.6 Bibliographie

- [BAB 03] B. Babic, J. Furer, S. Sahoo, Sh. Farhangfar, and C. Schonenberger  
*Intrinsic Thermal Vibrations of Suspended Doubly Clamped Single-Wall Carbon Nanotubes*,  
Nanoletters, Vol. 3, No.11, 1577-1580, 2003
- [BUR 05] P.J. Burke, Z. Yu and C.Rutherglen,  
*Carbon Nanotubes for RF and Microwaves*,  
Gallium Arsenide applications symposium. GAAS 2005, 3-7 octobre 2005, Paris
- [CHE 05] Jia Chen et al.,  
*Bright Infrared Emission from Electrically Induced Excitons in Carbon Nanotubes*,  
Science 310, 1171 (2005)
- [CIO 05] R. Ciocan, J. Gaillard, M. J. Skove, and A. M. Rao  
*Determination of the Bending Modulus of an Individual Multiwall Carbon Nanotube using an  
Electric Harmonic Detection of Resonance Technique*,  
Nanoletters, Vol.5, No.12, 2389-2393, 2005
- [DEM 02] B. G. Demczyk, Y. M. Wang, J. Cumings, M. Hetman, W. Han, A. Zettl, R. O.  
Ritchie,  
*Direct mechanical measurement of the tensile strength and elastic modulus of multiwalled  
carbon nanotubes*,  
Materials sciences & Engineering, A334, 173-178, 2002
- [DEQ 02] M. Desquesnes, S.V. Rotkin, N.R. Aluru,  
*Calculation of Pull-in Voltage for Carbon-Nanotube-Based-Nanoelectromechanical Switches*,  
Nanotechnology, 13, pp. 120-131, 2002
- [DRA 06] M.Dragoman, K.Grenier, E.Flahaut,  
*Experimental determination of microwave attenuation and electrical permittivity of double-  
walled carbon nanotubes*,  
Applied Physics Letters 88, 2006
- [DRE 01]M.S. Dresselhaus, G.Dresselhaus, G. Dresselhaus,  
*Carbon Nanotubes : Synthesis, Structure, Properties and Applications*,  
Springer 2001, ISBN : 3540410864
- [HAN 05] J.Han et al.,  
*Field Emission Properties of Carbon Nanotube Paste on Cathode with A Curved Surface for  
Microwave Power Amplifier*,  
IEEE 2005
- [HER 98] E. Hernández, C. Goze, P. Bernier and A. Rubio  
*Elastic Properties of C and BxCyNz Composite Nanotubes*,  
Physical Review Letters, Vol. 80, No. 20, May 1998

- [HIG 06] C. Highstrete et al.,  
*Microwave dissipation in arrays of single-wall carbon nanotubes*,  
Applied Physics Letters 89, 2006
- [IJJ 91] S.Iijima,  
*Helical Microtubules of graphitic carbon*,  
Nature 354, 56, 1991
- [KOM 05] Y.Komijany, H.Sadaghat Pisheh, Y.Abdi,  
*Design and Fabrication of an Infrared Planar Reflector Using Carbon Nanotubes*,  
IEEE 2005
- [KRI 98] A. Krishnan, E. Dujardin, T. W. Ebbesen, P. N. Yianilos, M. M .J. Treacy,  
*Young's modulus of single-walled nanotubes*,  
Physical Review B, Vol. 58, No. 20, November 1998
- [LEG 05] P.Legagneux et al.,  
*GHz Modulation of carbon nanotube cathodes for microwave amplifiers*,  
Proceedings of 2005 5<sup>th</sup> IEEE Conference on Nanotechnology, 2005
- [LU 06] S.Lu, B.Panchapakesan,  
*Photoconductivity in single wall carbon nanotube sheets*,  
Institute of Physics Publishing, Nanotechnology 17, 2006, 1843-1850
- [MOD 03] A.Modi et al.,  
*Miniaturized gas ionisation sensors using carbon nanotubes*,  
Nature, vol. 424, 2003, p171-174
- [NAK 06] M. Nakajima, F. Arai, T. Fukuda,  
*In Situ Measurement of Young's Modulus of Carbon Nanotubes Inside a TEM Through a hybrid Nanorobotic Manipulation System*,  
IEEE Transactions on Nanotechnology, Vol. 5, No. 3, May 2006
- [PEN 06] M.Penza, G.Cassano, P.Aversa,  
*Acoustic and Optical VOCs sensors Incorporating Carbon Nanotubes*,  
IEEE Sensors Journal, vol.6, No. 4, August 2006
- [PON 99] P. Poncharal, Z. L. Wang, D. Ugarte, Walt A. de Heer,  
*Electrostatic Deflections and Electromechanical Resonances of Carbon Nanotubes*,  
Science, Vol. 283, March 1999
- [QI 03] H.J. Qi, K.B.K. Teo, K.K.S. Lau, M.C Boyce, W.I. Milne, J. Robertson, K.K Gleason,  
*Determination of mechanical properties of carbon nanotubes and vertically aligned carbon nanotube forests using nanoindentation*,  
Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 51, 2213-2237, 2003
- [RAB 06] L.Rabieirad, S.Mohammadi,  
*Single-Walled Carbon Nanotube Mixers*,  
IEEE 2006, 2055-2058

- [SAI 06] A.Saib et al.,  
*Carbon Nanotube Composites for Broadband Microwave Absorbing Materials*,  
IEEE Trans. On Microwave Theory and Techniques, Vol.54, NO.6, 2006
- [SAL 99] J.-P. Salvetat, J.-M. Bonard, N.H. Thomson, A.J. Kulik, L. Forro, W. Benoit, L. Zuppiroli,  
*Mechanical properties of carbon nanotubes*,  
Applied Physics A 69, 255-260, 1999
- [TRE 96] M. M. J. Treacy, T.W. Ebbessen and J. M. Gibson,  
*Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes*,  
Nature, Vol. 381, June 1996
- [WAN 04] Y.Wang et al.,  
*Receiving and transmitting light radio waves: Antenna effect in arrays of aligned carbon nanotubes*,  
Applied Physics Letters, Vol.85, No.13, 2004
- [WAN 00] Z.L. Wang, R.P. Gao, P. Poncharal, W.A. de Heer, Z.R. Dai, Z.W. Pan,  
*Mechanical and electrostatic properties of carbon nanotubes and nanowires*,  
Materials Science and Engineering C 16, 3–10, 2001
- [WAN 01] Z.L. Wang, P. Poncharal, W.A. de Heer,  
*Measuring physical and mechanical properties of individual carbon nanotubes by in situ TEM*,  
Journal of Physics and Chemistry of Solids 61, 1025–1030, 2000
- [WON 97] Eric W. Wong, Paul E. Sheehan, Charles M. Lieber,  
*Nanobeam Mechanics: Elasticity, Strength, and Toughness of Nanorods and Nanotubes*,  
Science, Vol. 277, September 1997
- [ZHA 06] M.Zhang et al.,  
*Radio-Frequency Transmission Properties of Carbon Nanotubes in a Field-Effect Transistor Configuration*,  
IEEE Electron Device Letters, Vol. 27, No. 8, August 2006



# Chapitre 2 Modélisation et conception de commutateurs électrostatiques à base de NTC

<b>CHAPITRE 2 MODELISATION ET CONCEPTION DE COMMUTATEURS ELECTROSTATIQUES A BASE DE NTC .....</b>	<b>36</b>
<b>2.1 INTRODUCTION.....</b>	<b>37</b>
<b>2.2 ETAT DE L'ART DES NEMS A BASE DE NTC .....</b>	<b>37</b>
2.2.1 EXEMPLES DE NEMS A BASE DE NTC.....	38
2.2.2 CONCLUSION .....	46
<b>2.3 MODELISATION ELECTROMECHANIQUE.....</b>	<b>46</b>
2.3.1 MODELE MECANIQUE D'UN NANOTUBE ENCASTRE-LIBRE .....	46
2.3.1.1 <i>Calcul de la déformée du nanotube soumis à un chargement mécanique</i> .....	47
2.3.1.2 <i>Constante de raideur du nanotube</i> .....	47
2.3.2 ELECTROSTATIQUE.....	48
2.3.3 NANOTUBE ENCASTRE-LIBRE SOUMIS A UNE FORCE ELECTROSTATIQUE .....	50
2.3.3.1 <i>Modélisation</i> .....	51
2.3.3.2 <i>Evaluation de la tension de pull-in</i> .....	52
2.3.3.3 <i>Nanotube encastré-libre : Solution numérique</i> .....	65
<b>2.4 CONCEPTION DE COMMUTATEURS A BASE DE NTC INDIVIDUELS.....</b>	<b>71</b>
2.4.1 COMMUTATEUR A BASE DE NANOFIBRES DE CARBONE : CALCUL DE LA TENSION PULL-IN .....	72
2.4.2 COMMUTATEUR A BASE DE NANOTUBES SYNTHETISES PAR CVD.....	73
<b>2.5 CONCEPTION DE COMMUTATEURS A BASE DE FAISCEAUX DE NTC.....</b>	<b>74</b>
2.5.1 MODELISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DU MATERIAU (NTC-AIR) ET ADAPTATION DES MODELES DE CALCUL DE TENSION DE PULL-IN .....	74
2.5.1.1 <i>Calcul du module de Young effectif du faisceau</i> .....	75
2.5.1.2 <i>Calcul du moment quadratique de la section du faisceau</i> .....	75
2.5.2 COMMUTATEURS A BASE DE FAISCEAUX DE NANOTUBES : CALCUL DE LA TENSION PULL-IN.....	82
<b>2.6 DEFINITION DES STRUCTURES A REALISER.....</b>	<b>87</b>
2.6.1 NANOPINCE A BASE DE NANOFIBRES DE CARBONE PAR LITHOGRAPHIE ELECTRONIQUE .....	87
2.6.2 PINCE A BASE DE FAISCEAU LOCALISES DE NANOTUBES PAR PHOTOLITHOGRAPHIE .....	88
<b>2.7 CONCLUSION.....</b>	<b>89</b>
<b>2.8 BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>91</b>

## 2.1 Introduction

Ce chapitre porte sur la modélisation et la conception de commutateurs électrostatiques à base de NTC, il est principalement composé de trois parties.

La première partie passe en revue les principales réalisations et fonctions basées sur l'actionnement électromécanique de structures à nanotubes de carbone. Cet état de l'art permet de situer le travail de cette thèse dans un contexte international.

La seconde partie traite de la modélisation de commutateurs électrostatiques à base de poutres encastrées-libres. Nous présentons différents modèles analytiques ainsi que notre modèle pour le calcul de la tension de pull-in de ce type de commutateurs. Nous présentons aussi le calcul numérique que nous avons établi afin de calculer la déformée du nanotube soumis à une tension électrique et prédire d'une manière précise la tension de pull-in.

La conception de pinces électromécaniques à base de nanofibres de carbone synthétisées au laboratoire LCRE (Laboratoire des composants pour la récupération d'énergie) du CEA LITEN et de pinces à base de faisceaux de nanotubes sera proposée dans la troisième partie. L'adaptation des modèles électromécaniques pour permettre de calculer la tension de pull-in des commutateurs à base de faisceau y sera proposée. Nous présentons le calcul analytique et numérique du moment quadratique et du module de Young effectif du faisceau de nanotubes. A la fin de cette partie nous présentons les dispositifs que nous avons définis afin qu'ils soient réalisés dans le chapitre suivant.

## 2.2 Etat de l'art des NEMS à base de NTC

Un nanosystème électromécanique (NEMS) est un système dont l'élément mobile possède une dimension inférieure à une centaine de nanomètres et pour lequel il existe un couplage électromécanique. L'élément mobile peut être une plaque ou une poutre encastré-libre ou doublement encastrée. Le système peut même être constitué de deux ou plusieurs éléments mobiles. Le couplage électromécanique peut se faire par l'intermédiaire d'un matériau piézoélectrique, ou par variation de la capacité formée par l'élément mobile en mouvement. Les nanotubes de carbone possèdent des propriétés piézorésistives permettant un nouveau type de couplage électromécanique. En effet, un courant traversant un NTC peut être modulé par le mouvement mécanique de celui-ci. Cet effet a déjà été exploité pour la réalisation d'oscillateurs électromécanique. [SAZ 04]

Les NEMS possèdent de part leurs faibles masses des fréquences de résonance mécanique très élevées qui pourraient coïncider avec la gamme des microondes et des ondes millimétriques et sous-millimétriques du spectre électromagnétique. Les NEMS ont aussi des facteurs de qualité  $Q \sim 10^3$ - $10^5$  bien supérieurs à ceux des circuits résonants électriques.

Nous ne pouvons pas aborder les NEMS à base de NTC sans souligner les efforts et les avancées qui ont été réalisés dans le domaine des NEMS par l'approche « top down » qui consiste à réduire la taille des structures en utilisant les procédés et les outils de la microélectronique. De nombreux dispositifs NEMS ont ainsi été réalisés et testés par cette approche. Le lecteur pourra consulter les travaux du groupe de recherche dirigé par Mickael Roukes de Caltech (Université de technologie de Californie) pour avoir un aperçu sur ce type de NEMS [EKI 05, ROU 00]

Plusieurs avantages font des NTC de bons candidats à intégrer dans les NEMS. Parmi ceux-ci on peut citer leur très bonne conductivité électrique et leur forte rigidité. Grâce à leur module de Young très élevé d'environ 1TPa et leur faible masse, leur fréquence de résonance fondamentale entre naturellement dans la gamme des GHz. Leur structure cristalline assure d'une part leur stabilité chimique et d'autre part un bon coefficient de qualité. Leur rapport de forme les rend utilisables en tant que poutres en flexion. Cependant à cause de la réduction des dimensions, les interactions électrostatiques et de van der Waals sont de plus en plus importantes. Par conséquent, une plus grande précision est nécessaire dans la conception des nanosystèmes. De très nombreuses études concernent aujourd'hui les NEMS à base de NTC. Mais un grand nombre d'entre elles se limitent à des études théoriques. En effet plusieurs défis dans la réalisation technologique sont à relever, ce qui rend le nombre de réalisations limité à nos jours. Parmi les techniques de réalisations de NEMS à base de NTC on peut distinguer celles basées sur la fabrication par report des NTC par voie humide [HIE 07, SAL 99, AUV 05] ou celles par voie sèche mettant en œuvre une croissance in-situ directement sur dispositifs. C'est dans cette dernière catégorie que s'inscrit le travail de cette thèse. Dans la suite, nous allons présenter quelques exemples d'études et de réalisations de NEMS à base de NTC.

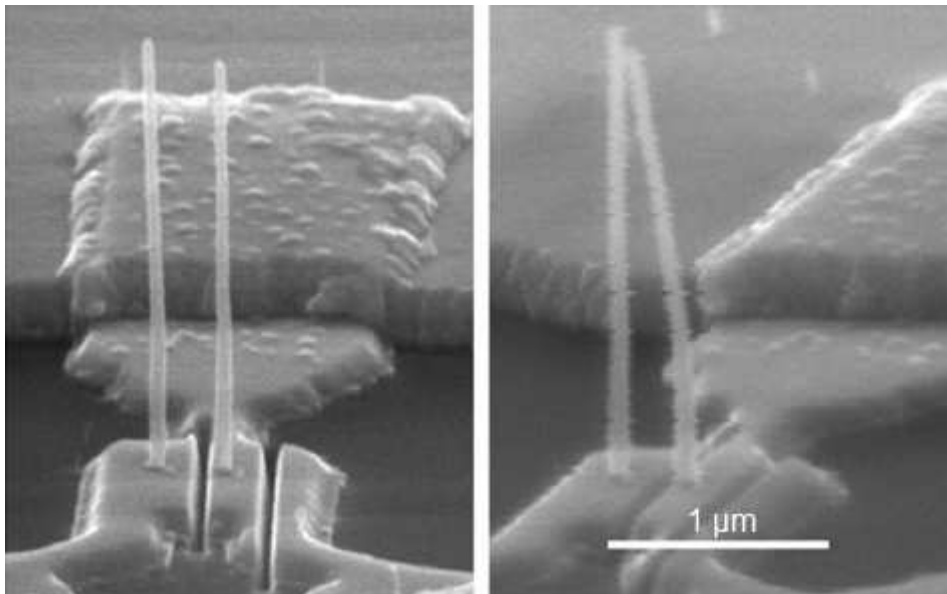
### 2.2.1 Exemples de NEMS à base de NTC

#### **Nano interrupteurs :**

Il existe peu d'exemples de réalisation de nano-interrupteurs à partir de croissance in-situ par CVD de NTC verticaux et alignés par localisation de plots de catalyseur à des endroits bien spécifiques. Nous pouvons noter que ce type de géométrie de structure permet d'améliorer la densité d'intégration de dispositifs. Parmi ces réalisations nous pouvons citer les travaux de Jang et *al.* [JAN 05]. Les auteurs ont réalisé deux interrupteurs électromécaniques, le premier est formé par trois NTC et le second par deux NTC avec une troisième électrode. Le premier NTC est relié à la masse, le second NTC est à un potentiel de 0.05 V. La tension appliquée au troisième NTC est augmentée tout en maintenant constante la tension appliquée au deuxième NTC. Au-delà d'un certain seuil de tension, les deux premiers NTC rentrent en contact. Ils peuvent rester collés même après remise à zéro de la tension appliquée au troisième NTC si les forces de van der Waals sont supérieures à la force de rappel élastique du second NTC. Dans le cas contraire les deux NTC se séparent. Il est donc possible de fabriquer deux types de dispositifs présentant un comportement d'interrupteur volatile ou non volatile. La tension de commutation mesurée est de 22.5 V pour des MWCNT de longueur et diamètre respectifs de 2  $\mu\text{m}$  et 70 nm. Ce dispositif présente l'avantage de minimiser les dommages portés aux interrupteurs électrostatique dus aux tensions de commande élevées dans le cas d'interrupteurs formés par deux électrodes. Dans ce cas les NTC restent collés après élimination de la tension de commande. Pour rétablir l'état ouvert de l'interrupteur le second NTC a été relié à une masse flottante, ce qui lui permet de récupérer ses électrons en contact du premier NTC relié à la terre. Dans ce cas le second NTC peut être attiré par le troisième NTC ayant un potentiel positif élevée.

Dans le cas du second type d'interrupteur réalisé (voir Figure 2.1) la tension de commutation s'élève à 24 V. Cette alternative permet d'éviter de détruire le second NTC lorsqu'il est tiré par le troisième NTC lors de l'établissement de l'état ouvert.

Pour pallier au problème de collage entre NTC, des NTC plus courts d'une longueur de 1.4  $\mu\text{m}$  ont été utilisés, l'état ouvert est établi dès lors que la tension de la troisième électrode est éliminée. Ceci ne nécessite plus que le second NTC soit connecté à la masse flottante.



*Figure 2.1 : Photos MEB de nano interrupteur électromécanique constituée de deux MWCNT, 2 $\mu\text{m}$  de longueur [JAN 05]*

### **Mémoire :**

La structure présentée ci-dessus a été exploitée pour réaliser une cellule mémoire [Jan-1 05]. Les auteurs ont enrobé le NTC de gauche (voir Figure 2.2) par un diélectrique et ont déposé une couche de chrome pour former une capacité autour du NTC. Pour écrire et sauvegarder un bit dans la cellule mémoire en tant que charge dans la capacité, la tension appliquée au second NTC (drain) et la tension appliquée à l'électrode d'activation (grille) doivent être positives avec une tension de grille supérieure à la tension de seuil de telle sorte que l'interrupteur puisse passer à l'état fermé. Si la capacité possède initialement une charge nulle 'bit 0' alors une charge circule pour stocker un bit '1'. Pour lire le bit stocké dans la cellule, une tension de grille et une tension de drain positives sont appliquées. Si la cellule mémoire possède déjà une charge, le second MWCNT ne bouge pas vers la source à cause de la force répulsive créée par les charges stockées dans la capacité et donc aucun courant ne circule dans le drain. Si aucune charge n'est présente dans la capacité, l'interrupteur se ferme et un courant circule dans le drain. Le circuit de détection mesure le courant de charge et détermine si un '1' ou un '0' est stocké dans la cellule mémoire.



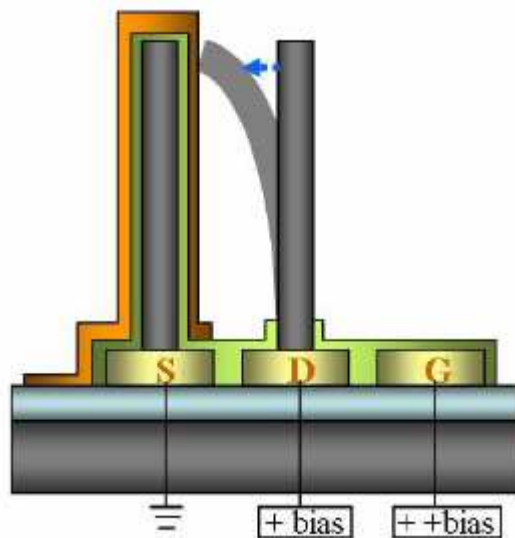


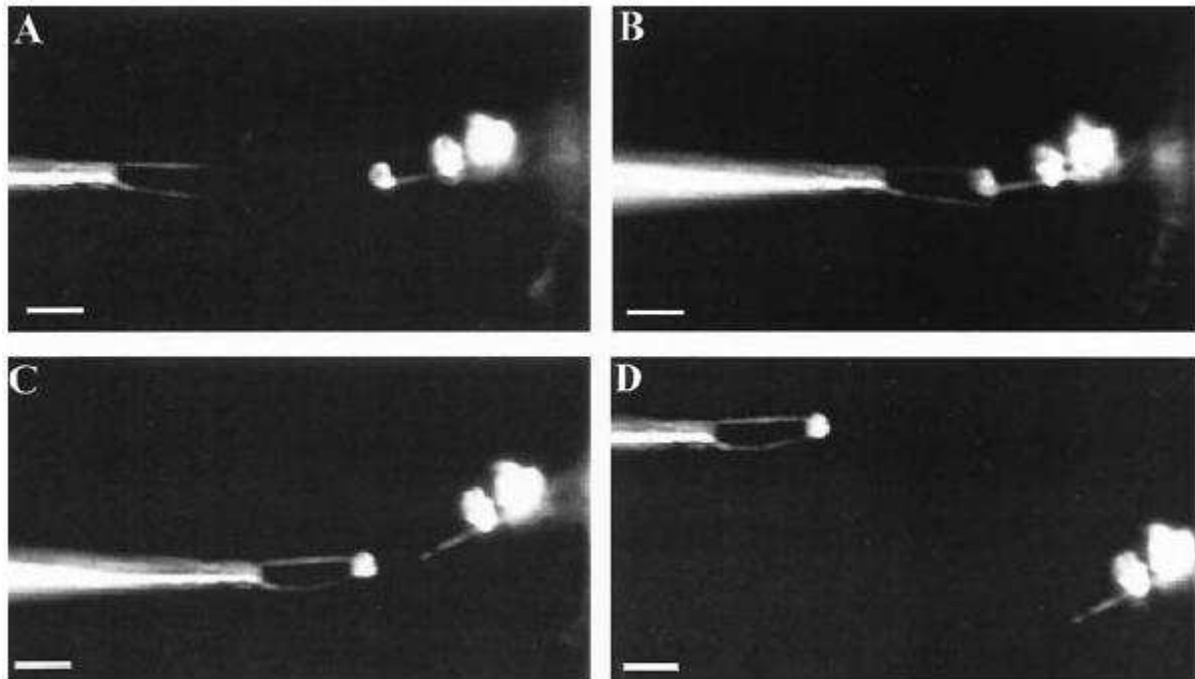
Figure 2.2 : Schéma d'une cellule mémoire formé par des NTC

### Nanopinces :

L'interrupteur présenté en Figure 2.1 a été utilisé en tant que nanopince permettant d'attraper des nano-objets [JAN 08]. Les conditions de fonctionnement de la nanopince dépendent de la conductivité électrique de l'objet. Deux phénomènes définissent ces conditions dans le cas des objets conducteurs. Le premier est la différence de potentiel entre les deux bras du manipulateur. L'objet manipulé peut brûler si un fort courant le traverse dû à une différence de potentiel élevée entre les NTC. Le dépôt d'une couche isolante sur les MWCNT serait une solution à ce problème mais cela complexifie significativement le procédé de fabrication. De ce fait la réduction de la différence de potentiel appliquée au bras manipulateur est un élément clé dans le control du dispositif. C'est cet avantage là que présente la structure à trois électrodes fabriquée par les auteurs. Le deuxième phénomène est le maintien de la force électrostatique lorsque la nanopince est fermée sur l'objet conducteur. En effet un courant traverse l'objet et par conséquent la différence de potentiel peut être réduite ou même annulée. A son tour, la force électrostatique qui maintient la pince fermée est réduite ou annulée. Cependant, la résistance de contact et les forces de van der Waals peuvent maintenir l'état fermé même si l'objet porté est conducteur. Si la résistance de contact entre le MWCNT et l'objet est grande, une différence de potentiel subsiste donc entre les MWCNT, la préhension de l'objet et la déflexion du MWCNT restent maintenues. Les résistances de contact mesurées pour deux dispositifs réalisés sont de 7.14 et 11.7 Mohms. Ces valeurs sont suffisamment élevées pour développer la force électrostatique nécessaire pour maintenir l'état fermé de la nanopince. Dans le cas où la résistance de contact est faible, si les forces de van der Waals entre le MWCNT et l'objet porté est supérieure à la force de rappel élastique du MWCNT fléchi, la préhension de l'objet peut être maintenue même après que la force électrostatique soit éliminée.

Kim et Lieber ont réalisé la première nanopince à nanotubes [KIM 99]. Ils ont affiné une fine baguette de verre jusqu'à 100 nm de diamètre, puis déposé par évaporation thermique deux films métalliques sur celle-ci. Ensuite ils ont collé par la technique de Dai et *al* [DAI 96] sous microscope optique deux MWCNT à l'extrémité de la baguette (voir Figure 2.3). Les bras de la nanopince ont une longueur de 4  $\mu\text{m}$ . Les MWCNT utilisés ont un diamètre de 50 nm. Pour fermer la nanopince il faut appliquer une différence de potentiel entre les films métalliques. Les nanotubes de carbone étant conducteurs, une force électrostatique d'attraction se forme entre les deux bras et tend à réduire le gap entre les MWCNT. Au-delà

d'une tension de 8.5 V les MWCNT se touchent. Les auteurs ont démontré en saisissant un nano agrégat de polystyrène sous un microscope optique la capacité de la nanopince à manipuler des nanoparticules.



*Figure 2.3: Images optiques en fond noir montrant une séquence (A-D) de nanomanipulation de nanoparticules de polystyrène avec d'une nanopince. La nanopince est réalisée par deux MWCNT accrochés à l'extrémité d'une baguette de verre affinée. Les nanoparticules contiennent des molécules fluorescentes [KIM 99]*

En 2001, Akita et *al.* [AKI 01] ont développé une nouvelle technique de fabrication d'une nanopince à base de NTC compatible avec un AFM. La nanopince dans un AFM permet de manipuler les nanomatériaux pour la construction de structures tridimensionnelles et l'étude d'interactions entre nanomatériaux. Elle permet de plus de mesurer la masse et la conductance électrique des nanomatériaux. Les MWCNT utilisés ont été fabriqués par la technique de l'arc électrique et possèdent une longueur dans la gamme de 5 à 20 nm et un diamètre moyen de 10 nm. Les MWCNT ont été alignés sur le bord d'une lame de rasoir par di-électrophorèse sous champ alternatif. Une pointe d'AFM en Si a été utilisée pour servir de substrat pour la nanopince. Une couche métallique a été déposée sur la pointe puis séparée par un faisceau d'ions en deux pour permettre de connecter électriquement les MWCNT. L'attachement des MWCNT s'est déroulé dans un MEB, une des deux parties métalliques a été ramenée au contact d'un MWCNT cible qui dépasse de la lame de rasoir, ensuite du carbone amorphe a été déposé sur le contact par décomposition par faisceau d'électrons de contaminants. Le MWCNT a été finalement détaché de la lame de rasoir. Le second MWCNT a été attaché par la même technique et la position des MWNTs a été ajustée par une pointe en tungstène. Les bras de la nanopince ont une longueur de 2.5  $\mu\text{m}$  et sont séparés par un gap de 780 nm. Des photos MEB montrant différents gaps de la nanopince pour des différentes tensions appliquées ont été enregistrées. La tension de commutation mesurée pour cette nanopince est de 4.5 V. [AKI 01] Les auteurs ont ensuite pu démontrer la manipulation de nanoparticules de silice à l'aide de cette nanopince à NTC. [AKI 02]

Lee et *al.* [LEE-J 05] ont fabriqué une nanopince à base de NTC en attachant des MWCNT sur une pointe en tungstène. Le système final correspond à deux pointes en tungstène au bout

desquelles deux MWCNT forment la nanopince. Une pointe en tungstène de  $1\ \mu\text{m}$  a été réalisée par gravure électrochimique d'une baguette de tungstène de  $500\ \mu\text{m}$ . Les MWCNT utilisés ont été synthétisés par CVD sur un substrat en alumine et possèdent un diamètre moyen de  $100\ \text{nm}$ . Ces MWCNT ont été dispersés en solution par sonication. Une goutte de cette solution a été prélevée et déposée sur une lame en verre. Après évaporation des solvants, quelques MWCNT ont été attachés à la pointe provisoire par contact mécanique et un film de carbone adhésif a été collé sur la pointe cible. Ensuite sous un microscope optique la pointe cible a été ramenée en contact d'un seul MWCNT de la pointe provisoire. La longueur des MWCNT a été contrôlée par gravure électrochimique pour obtenir une longueur de  $6.5\ \mu\text{m}$ . Les deux pointes en tungstène ont été rapprochées l'une de l'autre pour obtenir un gap entre les extrémités des MWCNT de  $2.4\ \mu\text{m}$ . La tension de pull-in mesurée pour cette nanopince est de  $28\ \text{V}$ .

## NEMS RF :

### Nano commutateur pour ondes millimétriques:

Ce système consiste en un interrupteur identique à l'interrupteur présenté précédemment imbriqué sur une ligne de propagation (voir Figure 2.4). L'interrupteur permet d'activer et de désactiver la propagation du champ électromagnétique. Lorsque l'interrupteur est à l'état fermé le signal microonde est court-circuité à la masse et il est ainsi réfléchi. Dragoman et al [DRA 07] ont effectué la simulation de ce système. La durée de commutation de l'interrupteur calculée est de  $49\ \text{ns}$ , trois ordres de grandeur inférieure à celle des MEMS RF. Ils ont aussi calculé les coefficients de réflexion et de transmission dans les états ouvert et fermé de l'interrupteur. La simulation a été effectuée dans une bande de  $10$  à  $100\ \text{GHz}$ . A  $25\ \text{GHz}$  le coefficient d'insertion est de  $0.5\ \text{dB}$  tandis que le coefficient d'isolation est de  $-23\ \text{dB}$ . L'impédance caractéristique est de  $47.2\ \text{Ohm}$  à  $60\ \text{GHz}$ . L'isolation est élevée à  $50\ \text{GHz}$  et diminue jusqu'à  $-16\ \text{dB}$  à  $100\ \text{GHz}$ . Ces valeurs sont très bonnes dans une bande passante extrêmement large, ce qui rend l'interrupteur efficace et agile.

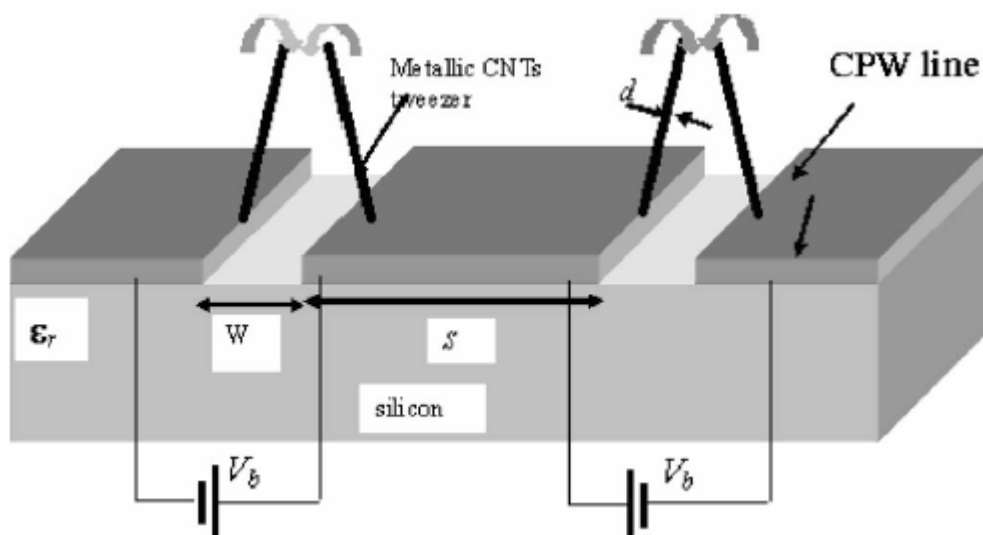


Figure 2.4 : Interrupteur électrostatique à base de NTC intégré à un guide d'onde coplanaire [DRA 07]

## Les nanorésonateurs :

Un nano résonateur électromécanique consiste en une poutre ou un NTC simplement ou doublement encastré d'une certaine raideur et une certaine masse. Le NTC est mis en

résonance lorsque le signal d'excitation possède une fréquence égale à la fréquence de résonance de l'élément mobile. Il est possible d'accorder cette fréquence de résonance soit par la modification de la masse de l'élément mobile ou par la variation de sa raideur. L'ajout d'un poids sur l'élément mobile fait varier sa masse et par conséquent sa fréquence de résonance. C'est ce principe qui est utilisé pour les mesures gravimétriques. Les résonateurs à base de NTC de masses très faibles sont capables de mesurer des masses dans la gamme du femtogramme. [PON 99]. Pour faire varier la raideur du NTC, une force électrostatique créée par une tension continue est appliquée au NTC pour le contraindre. La fréquence de résonance augmente lorsque la tension appliquée augmente. Comme dans le cas d'un résonateur électrique, lorsque le système est à la résonance le courant qui le traverse est maximisé. Les nanorésonateurs électromécaniques sont accordables en fréquence et ont l'avantage de consommer peu, de plus ils possèdent des vitesses de commutation très élevées rendant possible leur utilisation dans la gamme des fréquences millimétriques.

Eriksson et al. [ERI 08] ont effectué la mesure en transmission direct de la fréquence de résonance d'un relai basé sur une nanofibre de carbone simplement encastrée (voir Figure 2.5). Ils ont réalisé des simulations basées sur un modèle petit signal et ont comparé celles-ci aux données expérimentales. Le modèle a permis de prédire correctement l'amplitude et l'allure du signal à la résonance pour des fréquences accordées par une tension continue. Ils montrent qu'il est possible de mesurer le signal cependant celui-ci est très faible pour un tel dispositif basé sur une nanofibre de carbone. L'utilisation d'un réseau de NTC permet de remédier à ce problème.

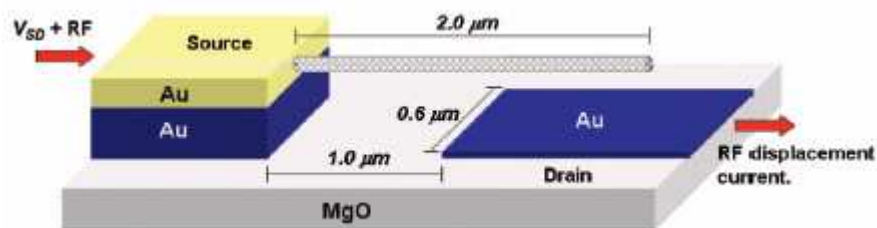
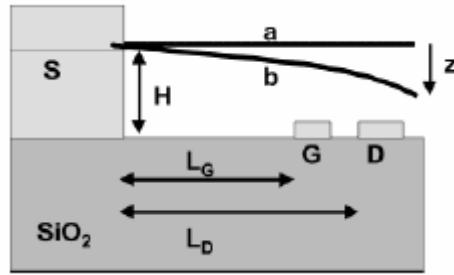


Figure 2.5 : Schéma du résonateur à base d'une nanofibre de carbone simplement encastrée [ERI 08]

### Les nanorelais :

Les nano relais à trois électrodes sont constitués d'une grille permettant d'actionner le NTC relié à la source et un drain permettant de détecter le signal (voir Figure 2.6 ). En mode sans contact un courant de déplacement est créé dans le drain dû à la variation temporelle de la capacité. Pour des distances très courtes entre le NTC en vibration et le drain un courant tunnel peut avoir lieu. La fréquence de résonance dépend de la tension de grille ce qui permet d'accorder le système à une fréquence spécifiée. Le relai peut aussi fonctionner en mode contact entre drain et source en tant qu'interrupteur commandé par la grille. Les nano relais à base de NTC sont des composants très prometteurs pour des applications RF, on peut trouver dans la littérature plusieurs études théoriques de ces systèmes [ISA 07, JON 04, KIN 03] mais cependant très peu d'exemples de réalisation [LEE-S 04] ont été reportés.



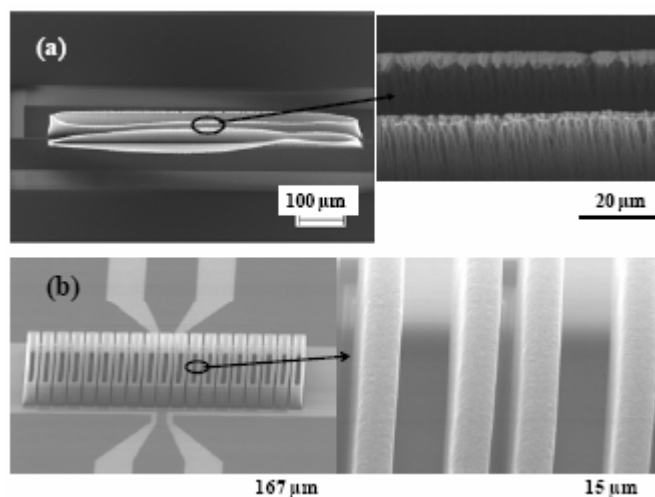
**Figure 2.6 :** Schéma d'un nanorelai, le nanotube est maintenu par l'électrode source et suspendu en dessus de la grille et le drain,  $H=150\text{nm}$ ,  $L_G=1\mu\text{m}$ ,  $L_D=1.5\mu\text{m}$  [LEE-S 04]

### Capacités variables :

Lorsqu'il est possible de contrôler d'une manière continue le gap entre les électrodes on parle de capacité variable. Ces capacités variables mécaniquement sont des nouveaux composants pour des applications en RF tels que les oscillateurs contrôlés en tension.

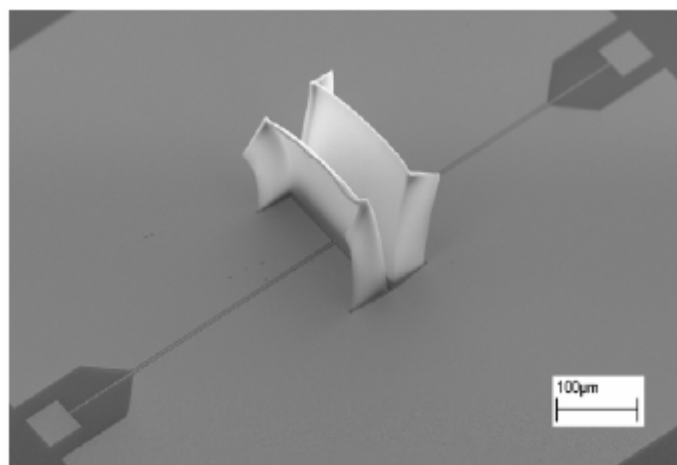
La fabrication de capacités variables à base de murs de NTC (*en anglais*, brush-like) est en cours d'étude. Lorsque les gaps entre électrodes ainsi que les épaisseurs des électrodes sont réduits la capacité formée par unité de surface occupée du circuit augmente. Ceci est un avantage par rapport aux capacités réalisées par des technologies MEMS. Mais les valeurs de capacités atteintes du fait que les surfaces des électrodes sont réduites sont faibles et sont dans le cas des capacités à base de NTC inférieures au picofarad. Nous présentons ici deux études datant de 2009 et réalisées dans le cadre du projet européen NanoRF.

Les premières preuves de concept ont été réalisées par l'EPFL (Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne) [ARU 09] en collaboration avec le LITEN du CEA. Une structure en peigne interdigité ainsi qu'une structure avec deux simples électrodes intégrées à un guide d'onde coplanaire ont été fabriquées par procédé de lithographie optique. Les hauteurs de murs obtenues par les différents procédés de croissance varient entre  $47\mu\text{m}$  et  $140\mu\text{m}$ . Une tension de pull-in de  $48\text{V}$  a été mesurée pour le dispositif présenté en Figure 2.7a ayant un gap de  $22.5\mu\text{m}$  et une hauteur d'une centaine de  $\mu\text{m}$ . A partir des valeurs des tensions de pull-in le module de Young effectif du mur a été extrait il est en moyenne de  $162\text{MPa}$  pour le premier type de croissance (voir Figure 2.7a) et en moyenne de  $10\text{MPa}$  pour le second type de croissance (voir Figure 2.7b). Les capacités mesurées à  $200\text{MHz}$  pour le premier type de croissance varient entre  $53\text{fF}$  et  $63.7\text{fF}$ . Un faible facteur de qualité de  $2.5$  a été obtenu. Pour le second type de croissance les mesures de capacité effectuées à  $4\text{GHz}$  varient de  $199\text{fF}$  à  $207\text{fF}$ . Le facteur de qualité du dipôle obtenu est de  $1.7$ .



**Figure 2.7 :** Image MEB du dispositif fabriqué Les images (a) (design 1) et (b) (design 2) correspondent à deux procédés de croissance différents [ARU 09].

La seconde étude [OLO 09] a permis la réalisation d'une capacité variable à base de deux murs de NTC verticaux. L'actionnement de ce dispositif (voir Figure 2.8) a été effectué sous microscope optique, une tension de pull-in de 48.5V a été mesurée. Le module de Young effectif du mur a été déterminé par comparaison de la tension de pull-in mesurée avec celle obtenue par simulation par éléments finis de la structure. La valeur extraite de ce module de Young est très faible, elle est entre 1-10 MPa. La capacité et le facteur de qualité ont été obtenus en mesurant le signal transmis en fonction de la fréquence. La capacité mesurée est d'environ 22fF et varie de 20%. Le facteur de qualité est dans la gamme 100-10 pour des fréquences dans la gamme 0.2-1.5GHz.



**Figure 2.8 :** Image MEB d'une capacité variable à base de nanotubes de carbone verticaux. Le mur de NTC a une largeur de 4μm et une hauteur de 135 μm. [OLO 09]

### Les filtres RF :

Un état de l'art de ces filtres RF sera dressé dans le chapitre concernant l'étude du filtre RF basé sur un réseau périodique de NTC verticaux et alignés. Ce type de filtre a été étudié durant cette thèse. Son principe de fonctionnement est basé sur le couplage électromécanique entre le champ électromagnétique transmis et la résonance mécanique du réseau de NTC. L'effet collectif des NTC joue un rôle important pour le filtrage du signal.

## 2.2.2 Conclusion

Nous avons présenté à travers cet état de l'art le vaste champ d'applications des nanotubes de carbone dans le domaine de l'électromécanique. Nous pouvons constater qu'une même structure ou brique de base comme par exemple une pince à base de nanotubes verticaux laisse entrevoir plusieurs systèmes à fonctions différentes. Selon comment cette pince est disposée et le type d'actionnement envisagé (statique ou dynamique avec deux ou trois électrodes) différents systèmes tels que les interrupteurs, les manipulateurs, les résonateurs, les cellules mémoires, les interrupteurs RF peuvent être réalisés. **C'est ainsi dans ce cadre là que se situe le travail de cette thèse qui vise à réaliser des pinces électromécaniques à base de nanotubes verticaux.** D'autres systèmes tels que les capacités variables nécessitent des surfaces plus importantes que celles des pinces et peuvent donc être réalisées par des murs verticaux de NTC. Les résonateurs et les relais peuvent être réalisés par des nanotubes disposés horizontalement dans une géométrie de transistor.

## 2.3 Modélisation électromécanique

### 2.3.1 Modèle mécanique d'un nanotube encastré-libre

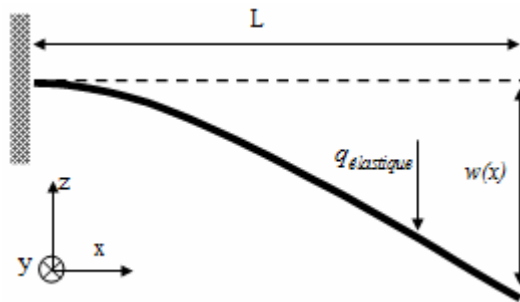


Figure 2.9 : Schéma d'un nanotube encastré-libre soumis à un chargement mécanique

Nous supposons que les conditions d'Euler Bernoulli sont respectées, c'est-à-dire qu'au cours de la déformation du nanotube les sections droites restent perpendiculaires à l'axe neutre, dans ce cas le nanotube subit de faibles déformations  $L \gg w$ . On aboutit alors à la relation suivante :

$$EI \frac{d^4 w}{dx^4} = -q_{\text{élastique}} \quad \text{Équation 2.1}$$

Avec  $E$  le module de Young du nanotube,  $I$  le moment quadratique de la section du nanotube. Pour ce type de structure  $I$  s'exprime par :  $I = \pi(R_{\text{ext}}^4 - R_{\text{int}}^4)/4$ , avec  $R_{\text{ext}}$  le rayon extérieur du tube et  $R_{\text{int}}$  le rayon intérieur.

Nous considérons que  $R_{\text{int}} = \frac{R_{\text{ext}}}{3}$  dans ce cas le moment quadratique peut se simplifier à

$I \cong \frac{\pi}{4} R_{\text{ext}}^4$ . Dans la suite de ce manuscrit  $R_{\text{ext}}$  sera désigné par  $R$ .  $w(x)$  est la déformée du nanotube à la position  $x$  le long du nanotube,  $q_{\text{élastique}}$  en N/m est le chargement mécanique par unité de longueur appliqué le long du nanotube.

L'équation d'équilibre ci-dessus est simplifiée, elle ne comporte pas le terme élastique non-linéaire puisqu'on considère négligeable l'allongement du nanotube pour un nanotube encasté-libre. Dans le cas d'un nanotube doublement encasté, le terme élastique est à prendre en compte car lors de la déformation ce dernier s'allonge.

### 2.3.1.1 Calcul de la déformée du nanotube soumis à un chargement mécanique

La résolution de l'équation d'Euler-Bernoulli de manière analytique dans trois cas différents a permis d'obtenir la valeur de la déformée du nanotube  $w(x)$ .

#### Cas d'un chargement constant réparti uniformément le long du nanotube :

La déformée du nanotube s'exprime par :  $w(x) = -\frac{q_{élastique}}{24EI}(x^4 - 4Lx^3 + 6L^2x^2)$ , avec  $L$  la longueur du nanotube et  $q_{élastique}$  le chargement uniforme.

La déflection de l'extrémité du nanotube est :  $\delta_L = -w(L) = \frac{q_{élastique}L^4}{8EI}$  **Équation 2.2**

#### Cas d'une force qui croît linéairement suivant l'axe du nanotube :

La déformée du nanotube s'exprime par  $w(x) = -\frac{q_{élastique}}{120LEI}(x^5 - 10L^2x^3 + 20L^3x^2)$

$q_{élastique} = q_0 \frac{x}{L}$ ,  $q_0$  étant la force maximale par unité de longueur

La déflection de l'extrémité du nanotube est alors :  $\delta_L = -w(L) = \frac{11q_0L^4}{120EI}$  **Équation 2.3**

#### Cas d'une force ponctuelle qui s'exerce sur l'extrémité du nanotube :

La déformée du nanotube s'exprime par :  $w(x) = \frac{Fx^3}{6EI} - \frac{FLx^2}{2EI}$

La déflection de l'extrémité du nanotube s'exprime par :

$\delta_L = -w(L) = \frac{FL^3}{3EI}$  avec  $F$  en N **Équation 2.4**

Dans le cas de grandes déformations des effets non linéaires sont à prendre en compte dans l'équation d'équilibre. Dans ce cas les hypothèses d'Euler-Bernoulli ne sont plus vérifiées. Dans notre cas nous allons concevoir nos commutateurs de telles sortes que les nanotubes subissent de faibles déformations lors du passage de l'état ouvert à l'état fermé.

### 2.3.1.2 Constante de raideur du nanotube

Le nanotube se comporte mécaniquement comme un ressort avec  $F = kx$ ,  $x$  l'allongement du ressort traduit la déflection  $\delta_L$  de l'extrémité du nanotube et  $k$  sa constante de raideur.



Dans le cas d'un chargement constant, la force totale est  $q_{totale} = \int_0^L q_0 dx = q_0 L$ , on en déduit

$$\text{la constante de rappel } k = \frac{8EI}{L^3}$$

Dans le cas d'un chargement linéaire croissant  $q_{élastique} = q_0 \frac{x}{L}$ , la force totale appliquée sur

$$\text{le nanotube est } q_{totale} = \int_0^L q_0 \frac{x}{L} dx = q_0 \frac{L}{2}, \text{ on peut déduire une constance de rappel } k = \frac{60EI}{11L^3}$$

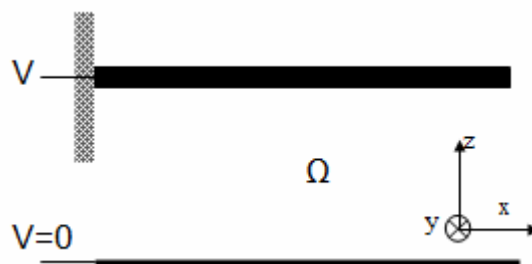
$$\text{Dans le cas d'une force ponctuelle } k = \frac{3EI}{L^3}.$$

Pour une même force totale appliquée au nanotube, la déflexion peut être plus ou moins importante en fonction de la répartition de cette force sur le nanotube. Ceci se traduit par des constantes de raideur différentes selon les cas.

**Dans le cas d'un nanotube actionné électromécaniquement, la force électrostatique appliquée au nanotube est répartie en fonction de la répartition de charge à l'intérieur du nanotube. Cette répartition de charges dépend du gap entre le nanotube et le plan de masse et donc dépend directement de la déformée du nanotube. Donc pour un calcul précis de la déformée nous ne pouvons plus considérer un cas simple de force uniforme, ponctuelle, ou linéaire mais il va falloir considérer le profil de la force réelle appliquée. Une solution analytique de la déformée du nanotube ne pourrait plus être obtenue. Nous présentons dans le paragraphe 2.3.3.3 le résultat de notre résolution numérique de l'équation d'équilibre.**

### 2.3.2 Electrostatique

Considérons un nanotube suspendu au dessus d'un plan de masse considéré infini. Le nanotube conducteur est soumis à une tension  $V$ .



*Figure 2.10 : Le nanotube est soumis à une polarisation  $V$ . Le nanotube de rayon  $R$  et de longueur  $L$  est suspendu au dessus d'un plan de masse infini*

Considérons l'espace  $\Omega$  qui sépare le nanotube du plan de masse. En appliquant l'équation de Maxwell donnée par  $div \vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon_0}$  sur l'espace  $\Omega$  démunie de charges ( $\rho = 0$ ), nous obtenons l'équation de Poisson qui exprime le potentiel électrique dans l'espace  $\Omega$

$$div \vec{E} = div(\overrightarrow{gradV}) = \Delta V = \nabla^2 V = 0 \quad \text{Équation 2.5}$$

Cela veut dire que le champ  $E$  est conservatif dans l'espace  $\Omega$  par conséquent le potentiel varie linéairement dans l'espace  $\Omega$ .

Les lignes équipotentielles sont parallèles aux plans conducteurs et le champ  $E$  en tout point est perpendiculaire aux lignes équipotentielles. Ceci est vrai dans le cas d'un nanotube infini en dessus d'un plan de masse infini. Dans le cas contraire les effets de bord sont à prendre en compte.

### Distribution de charges dans le nanotube

Le nanotube de carbone est en équilibre électrostatique, aucune charge ne se déplace plus à l'intérieur du nanotube conducteur. Le champ à l'intérieur du nanotube (conducteur plein) est donc nul, le champ à l'extérieur est perpendiculaire à la surface. Comme le champ dérive d'un potentiel, cela implique que le nanotube conducteur à l'équilibre électrostatique est équipotentiel.

On s'intéresse dans la suite à savoir où les charges non compensées sont localisées à l'intérieur du nanotube. Supposons qu'elles soient distribuées avec une distribution volumique  $\rho$ . Prenons un volume quelconque  $\tau$  situé à l'intérieur du nanotube à l'équilibre électrostatique.

En vertu du théorème de Gauss, on a  $\oiint_S \vec{E} d\vec{S} = \iiint_{\tau} \frac{\rho}{\epsilon_0} d\tau = 0$  car le champ  $E$  est nul partout.

Cela signifie que  $\rho = 0$  (autant de charges + que de charges -), donc aucune charge non compensée ne se trouve dans le volume  $\tau$ . Toutes les charges non compensées se trouvent donc nécessairement localisées à la surface du nanotube.

Le champ électrostatique à proximité immédiate du nanotube conducteur de densité surfacique de charges  $\sigma$  est donné par le théorème de Coulomb :

$$\vec{E} = \frac{\sigma}{\epsilon_0} \vec{n} \quad \text{Équation 2.6}$$

où  $\vec{n}$  est un vecteur unitaire normal à la surface du nanotube et dirigé vers l'extérieur.

La charge électrique totale sur la surface du nanotube est

$$Q = \oint_S \sigma \cdot dS = \oint_S \epsilon_0 \vec{E} \cdot \vec{n} dS \quad \text{Équation 2.7}$$

où  $S$  est la surface totale du nanotube incluant les deux extrémités.

Pour un cylindre infiniment long et parfaitement conducteur, placé au dessus d'un plan conducteur, Figure 2.10, la quantité de charges par unité de longueur ( $C.m^{-1}$ ) présentes à la surface du nanotube de rayon  $R$ , séparé d'une distance  $H$  du plan de masse et soumis à une tension  $V_0$  s'exprime par [HAY 01] :

$$\lambda_{L0} = \frac{2\pi\epsilon_0 V_0}{a \cosh(1 + H/R)} \quad \text{Équation 2.8}$$

Dans notre cas le nanotube est de longueur finie, l'équation 2.8 permet de calculer la distribution de charge le long du nanotube.

Ke et al. [KE-1 05] ont pu calculer la quantité de charges présentes sur les extrémités du nanotube. Leur résolution numérique de l'équation 2.5 et de l'équation 2.7 a permis de tracer la quantité de charges le long du nanotube et aboutir à une expression qui quantifie les charges concentrées à l'extrémité du nanotube [KE-1 05] :

$$Q_c \cong A \lambda_{L0} [R(H + R)^2]^{1/3} \quad \text{Équation 2.9}$$

Où  $A$  est un paramètre qui dépend de  $R$  et  $H$ , ses valeurs estimées numériquement sont présentées en Tableau 1.

H(nm) \ R(nm) / A	10	20	30
100	0.8342	0.8625	0.8671
250	0.8304	0.8452	0.8651
500	0.8307	0.8320	0.8699
1000	0.8521	0.8393	0.8655
1500	0.8646	0.8541	0.8555

**Tableau 1 : Valeurs du paramètre  $A$  estimée numériquement permettant de calculer la charge concentrées à l'extrémité du nanotube [KE-1 05]**

La distribution totale de charges par unité de longueur est donnée par la somme de la distribution de charges sur la longueur du nanotube et de la quantité de charges concentrées sur l'extrémité du nanotube:

$$\lambda_L(x) \cong \lambda_{L0}(x) \left\{ 1 + A [R(H + R)^2]^{1/3} \delta(x - L) \right\} \quad \text{Équation 2.10}$$

$\delta(x)$  est la fonction Dirac. L'effet des charges concentrées à l'extrémité du nanotube est important. En considérant ces charges, équation 2.9, la valeur de la tension de commutation  $V$  pull-in diminue de 14% [KE-II 05] comparée au cas où seule la distribution uniforme de charges est considérée.

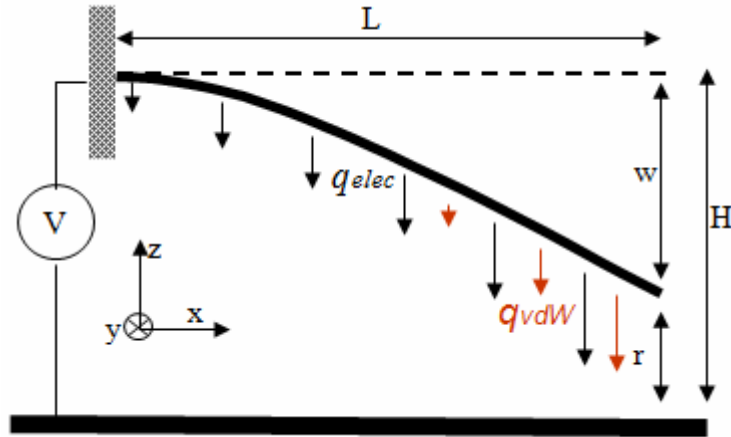
## Conclusion

Cette étude de répartition de charges à la surface et à l'extrémité de nanotubes va nous permettre par la suite de calculer une valeur plus réelle de la force électrostatique qui s'exerce sur une poutre cylindrique encastrée-libre.

### 2.3.3 Nanotube encastré-libre soumis à une force électrostatique

Le commutateur électrostatique étudié ici comporte un nanotube encastré-libre considéré comme une structure flexible et continue de module de Young  $E$  et de moment quadratique  $I$ . Le nanotube se déforme sous l'application d'une force électrostatique distribuée à la surface

du nanotube. Dans ce cas le problème est non-linéaire à cause du couplage électromécanique dû à l'interaction mutuelle entre le champ électrostatique et la déflexion du nanotube. Le commutateur à base de NTC est un système à deux degrés de liberté. A chaque état d'équilibre correspond une déformée  $w(x)$  du nanotube et donc un gap  $r(x) = H - w(x)$ . La Figure 2.11 décrit le cas considéré : un nanotube de longueur  $L$ , de rayon  $R$ , une tension  $V$  est appliquée entre le nanotube et le plan de masse immobile distant d'un gap initial  $H$ .



**Figure 2.11:** Nanocommutateur électrostatique à base de nanotube de carbone.  $q_{elec}$  et  $q_{vdW}$  sont les forces exercées sur le nanotube.  $L$  longueur du nanotube,  $H$  le gap initial,  $r$  le gap l'équilibre du système et  $w$  la déflexion de l'extrémité du nanotube.  $V$  est la tension électrique appliquée au nanotube par rapport au plan de masse.

### 2.3.3.1 Modélisation

L'équilibre du système en faible déformation en régime élastique est traduit par l'équation d'Euler-Bernouilli. L'équation d'équilibre du système électromécanique en couplage fort est :

$$EI \frac{d^4 w}{dx^4} = q_{\text{électrique}} + q_{vdW} \quad \text{Équation 2.11}$$

Dans ce cas, le nanotube est soumis à la force électrostatique  $q_{\text{électrique}}$  et les forces de van der Waals  $q_{vdW}$ . Les forces de Van der Waals sont considérées négligeables pour des gaps de plusieurs centaines de nanomètres [DEQ 02]. L'énergie de van der Waals a été présentée dans le chapitre précédent. Dans la suite du manuscrit  $q_{vdW} = 0$ .

D'après [KE-1 05] la capacité par unité de longueur le long du nanotube, sous une faible déflexion, est approximé par :

$$C[r(x)] = C_d[r(x)] \left\{ 1 + A [R(H+R)^2]^{1/3} \delta(x-L) \right\} = C_d[r(x)] \{ 1 + f_c \} \quad \text{Équation 2.12}$$

où le premier terme correspond à la charge le long de la surface du tube et le second terme,  $f_c$ , comptabilise la charge concentrée à l'extrémité du nanotube.

$C_d[r(x)]$  est la capacité par unité de longueur distribuée le long de la surface du nanotube pour un tube infiniment long au dessus d'une surface infinie, elle est donnée par:

$$C_d[r(x)] = \frac{2\pi\epsilon_0}{a \cosh\left(1 + \frac{r(x)}{R}\right)} \quad \text{Équation 2.13}$$

où  $r(x)$  est la distance entre l'extérieur du nanotube et l'électrode,  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide ( $\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F.m}^{-2}$ ). Ainsi, la force électrostatique par unité de longueur du nanotube est donnée par le gradient de l'énergie potentielle  $E = \frac{1}{2} QV$  en considérant un actionnement à tension constante :

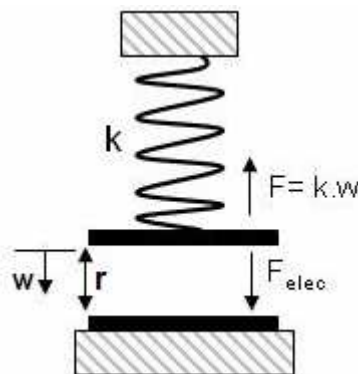
$$q_{\text{électrique}} = \frac{1}{2} V^2 \frac{dC}{dr} = \frac{1}{2} V^2 \frac{dC_d}{dr} \{1 + f_c\} = \frac{\pi\epsilon_0 V^2}{\sqrt{r(r+2R)} a \cosh^2\left(1 + \frac{r}{R}\right)} \{1 + f_c\} \quad \text{Équation 2.14}$$

### 2.3.3.2 Evaluation de la tension de pull-in

Nous proposons dans cette partie d'étudier le cas d'un commutateur à plans parallèles et les cas de commutateurs à base d'une poutre rectangulaire encastree-libre et d'un nanotube encastree-libre. Nous allons présenter les différentes approches analytiques évoquées dans la littérature de calcul des tensions de pull-in de ces commutateurs. **Notre objectif est de proposer un modèle de calcul de la tension de pull-in pour les pinces électromécaniques à base de nanofibres de carbone et à base de faisceaux de NTC cylindriques et à section rectangulaire.** L'étude de l'instabilité au pull-in est nécessaire pour déterminer la plage de fonctionnement stable en terme de tension d'actionnement appliquée à l'élément mobile du dispositif afin d'éviter son dysfonctionnement ou même sa destruction.

#### Cas d'un commutateur à plans parallèles

La Figure 2.12 illustre le schéma d'un commutateur à plans parallèles. L'armature mobile de surface  $S$  est attachée à un ressort de raideur  $k$ . Lorsqu'une tension est appliquée à la capacité, la force électrique créée tend à réduire le gap  $r$ . Pour des faibles tensions la force électrique est compensée par la force de rappel  $F = k.w$ , mais quand la tension atteint la tension pull-in les deux armatures se collent. L'estimation de la tension de commutation  $V_p$  et du gap avant la commutation est nécessaire pour le dimensionnement du commutateur.



**Figure 2.12 : Schéma d'un commutateur électrostatique. L'armature mobile est attachée à un ressort de raideur  $k$ . La capacité  $C$  dépend de la surface de l'armature et du gap  $r$ . Une force électrique et une force de rappel s'exercent sur l'armature.**

Pour trouver la tension de commutation, nous commençons par écrire l'énergie potentielle totale dans le système:  $E = -E_{source} + E_{elec} + E_{ressort}$ .  $-E_{source}$  correspond à l'énergie apportée au système par la source de tension.  $E_{source} = 2E_{elec}$ .  $E_{elec} + E_{ressort}$  est l'énergie emmagasinée; le premier terme correspond à l'énergie électrique stockée dans la capacité et le second terme correspond à l'énergie mécanique stockée dans le ressort.

$$E = -\frac{1}{2} \frac{\epsilon_0 \cdot S}{H - w} V^2 + \frac{1}{2} k w^2 \quad \text{Équation 2.15}$$

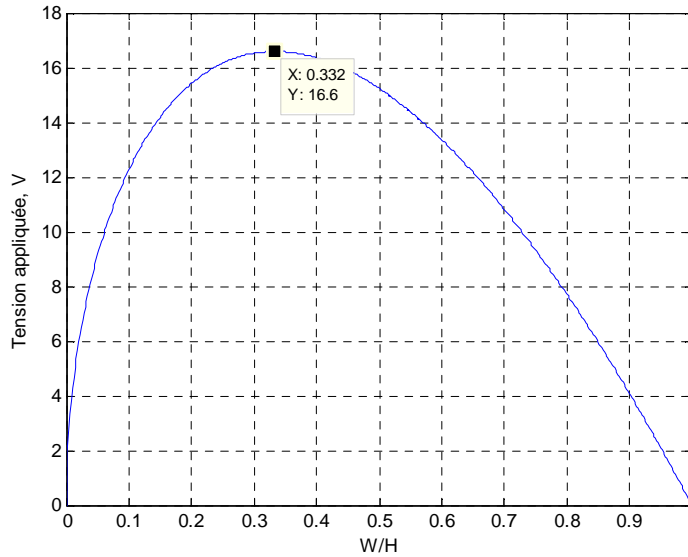
La force s'exerçant sur l'armature mobile est obtenue en dérivant l'énergie dans le système :

$$F = \frac{\partial E}{\partial w} = -\frac{1}{2} \frac{\epsilon_0 \cdot S}{(H - w)^2} V^2 + k w \quad \text{Équation 2.16}$$

A l'équilibre, les forces électriques et de rappel se compensent ( $F=0$ ) et l'équation 2.16 devient :

$$k w = \frac{1}{2} \frac{\epsilon \cdot S}{(H - w)^2} V^2 \quad \text{Équation 2.17}$$

**L'équation 2.17 permet de déterminer les différentes positions d'équilibre en fonction de la tension comme l'illustre la Figure 2.13.** Au-delà de la tension de pull-in  $V_p$ , l'équation 2.17 ne possède pas de solutions. Toutes les solutions au-delà du point de commutation, point maximale de la courbe de la Figure 2.13, correspondent à un état instable et sont physiquement impossible. Nous avons considéré à titre d'exemple un ressort de raideur  $k = \frac{8EI}{L^3}$  équivalente à celle d'une poutre rectangulaire encastree-libre subissant un chargement uniforme. Les dimensions choisies de la poutre sont une longueur  $L=3\mu m$ , une largeur  $l=200nm$ , une épaisseur  $t=20nm$ . Le gap initial  $H$  est de  $500nm$ . Le moment quadratique d'une section rectangulaire est  $I = \frac{t^3 l}{12}$ . Le module de Young  $E$  considéré est de 1TPa.



**Figure 2.13 :** Tracé de la tension appliquée en fonction du déplacement  $w$  illustrant l'effet de commutation au point  $x = 0.33$ . Au-delà du point  $x = 0.33$ , le commutateur est instable

La raideur du système est obtenue en dérivant l'équation 2.16 :

$$\frac{\partial F}{\partial w} = -\frac{\epsilon_0 S}{(H-w)^3} V^2 + k \quad \text{Équation 2.18}$$

La substitution par l'équation 2.17 donne la raideur autour du point d'équilibre :

$$\frac{\partial F}{\partial w} = -\frac{2kw}{(H-w)} + k \quad \text{Équation 2.19}$$

Le point d'instabilité est donné par  $\frac{\partial F}{\partial w} = 0$ , ce qui donne

$$w = \frac{1}{3} H \quad \text{Équation 2.20}$$

La substitution de l'équation 2.20 dans l'équation 2.17 donne la tension de commutation à laquelle le système devient instable :

$$V_p = \sqrt{\frac{8}{27} \frac{kH^3}{\epsilon_0 S}} \quad \text{Équation 2.21}$$

### Cas d'une poutre rectangulaire encastree-libre

Considérons une poutre rectangulaire de longueur  $L$ , de largeur  $l$  et d'épaisseur  $t$  encastree à une extrémité et libre à l'autre et une tension  $V$  appliquée à la poutre par rapport à un plan de masse fixé à une distance  $H$ . La force électrique par unité de longueur qui s'exerce sur la surface inférieure de la poutre est donnée par l'expression suivante :

$$q_{elec} = \frac{1}{2} \frac{\epsilon.l}{(H-w(x))^2} V^2 \quad \text{Équation 2.22}$$

Une solution analytique de l'équation d'équilibre de la poutre pour une force électrique représentée par l'équation précédente n'est pas possible. Selon Choi et al. (1997) [CHOI 97], dans le cas de faibles déformations, il serait utile de considérer le développement par la série de Taylor de l'expression de la force électrostatique  $q_{elec}$  :

$$q_{elec} = \frac{l\varepsilon}{2} V^2 \left( \frac{1}{H^2} + \frac{2w}{H^3} + \dots \right) \quad \text{Équation 2.23}$$

En Annexe 1 nous présentons le calcul de la déformée de la poutre  $w(x)$  et de sa constante de raideur  $k(x)$  en considérant seulement le terme constant de la force  $q_{elec}$ . Ce calcul permet d'introduire le calcul itératif par couplage faible proposée par Dufour et al. et qui permet de converger vers une position d'équilibre de la poutre et de calculer aussi la tension de pull-in. Le calcul de la tension de pull-in de la poutre en considérant les deux termes constant et linéaire de la force  $q_{elec}$  est aussi présenté en Annexe 1.

Le Tableau 2 regroupe les expressions de tension de pull-in issues des différentes études analytiques et la valeur du déplacement de l'extrémité de la poutre pour des structures rectangulaires et circulaires.

	<i>Tension pull-in</i>	<i>Déplacement de l'extrémité au pull-in</i>	<i>Structure considérée</i>
<i>Un seul degré de liberté</i>	$V_{Pull-in} = \sqrt{\frac{8}{27} \frac{kH^3}{\varepsilon_0 S}} = \sqrt{0.2 \frac{Et^3 H^3}{L^4 \varepsilon_0}}$	$w_{pull-in} = 0.33H$	<i>Plans parallèles</i>
<i>Taylor (cste+ terme linéaire)</i>	$V_{Pull-in} = \sqrt{\frac{Et^3 H^3}{L^4 \varepsilon_0}}$	-	<i>Poutre rectangulaire</i>
<i>Dufour (1999)</i>	$V_{Pull-in} = \frac{4}{9L^2} \sqrt{\frac{Et^3 H^3}{\varepsilon_0}} = \sqrt{0.2 \frac{Et^3 H^3}{L^4 \varepsilon_0}}$	$w_{pull-in} = 0.15H$	<i>Poutre rectangulaire</i>
<i>Osterberg (1997)</i>	$V_{Pull-in} = \sqrt{0.28 \frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \varepsilon_0}}$	$w_{pull-in} = 0.21H$	<i>Poutre rectangulaire</i>
<i>Dequesnes (2002) (1 seul degré de liberté)</i>	$V_{Pull-in} = \sqrt{0.2 \frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \varepsilon_0}}$	$w_{pull-in} = 0.33H$	<i>Poutre rectangulaire</i>
<i>Dequesnes (2002) (1 seul degré de liberté)</i>	$V_{Pull-in} = 0.4472 \sqrt{\frac{8ER^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{8H}{3\pi R}\right) L^4 \varepsilon_0}}$	$w_{pull-in} = 0.33H$	<i>Poutre cylindrique</i>
<i>Ke et al. (2005)</i>	$V_{PI}^{TIP} = \frac{V_{PI}}{\sqrt{1 + K^{TIP}}}$		<i>Poutre cylindrique</i>



	$K^{TIP} \approx \frac{2.55[(H + R_{ext})^2 R_{ext}]^{1/3}}{L}$ $V_{PI} \approx 0.85 \sqrt{1 + \frac{8H^2}{9L^2} \frac{H}{L^2} \ln\left(\frac{2H}{R_{ext}}\right)} \sqrt{\frac{EI}{\epsilon_0}}$		
<b>Notre modèle (Iseul degré de liberté)</b>	$V_{pull-in} = \sqrt{\frac{2.E.R^4 .w_{eq} .\sqrt{r_{eq} (r_{eq} + 2R_{ext})} a \cosh^2}{L^4 \epsilon_0}}$ $w_{eq} = \frac{H}{3} \text{ et } r_{eq} = \frac{2H}{3}$	$w_{pull-in} = 0.33H$	<b>Poutre cylindrique</b>

Tableau 2 : Tension de pull-in pour des poutres encastree-libre : comparaison entre plus méthodes

Nous pouvons constater que l'expression de pull-in issue du calcul itératif proposé par Dufour et al. est identique à celle du commutateur à plans parallèles. En considérant les termes constant et linéaire de la décomposition en série de Taylor de la force électrostatique nous sous-estimons la force réelle appliquée à la poutre et par conséquence l'expression de pull-in obtenue est surestimée, celle-ci est au moins deux fois supérieure à celle calculée par les autres modèles pour une poutre rectangulaire. Le rapport entre la tension de pull-in calculée par Osterberg et al. et celle proposée par Dequesnes et al. est de 1.18. La tension de pull-in calculée par Dequesnes est inférieure à celle de commutateur à plans parallèles car elle considère les effets du champ aux bords.

Nous allons nous intéresser par la suite aux modèles d'Osterberg et al., de Dequesnes et al. qui semblent mieux correspondre au cas d'une poutre rectangulaire. Nous allons aussi proposer une amélioration du modèle de Dequesnes et al. appliqué à une poutre cylindrique et présenter le modèle de Ke et al.

#### Modèle d'Osterberg et al. [OST 97]:

L'expression de la tension de pull-in proposée par Osterberg et al. (1997) s'exprime par:

$$V_{Pull-in} = \sqrt{0.28 \frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.24}$$

Pour justifier cette expression nous l'avons comparée à l'expression de la tension de pull-in d'un commutateur à plans parallèles à un seul degré de liberté :

$$V_{pull-in} = \sqrt{\frac{8}{27} \frac{kH^3}{\epsilon_0 S}} \quad \text{Équation 2.25}$$

En effet, le commutateur à base de poutre encastree-libre a été modélisé par un commutateur à plans parallèles. La surface  $S=l.L$  de l'armature est considérée égale à la surface inférieure de la poutre avec un gap initial égal à  $H$ . La constante de raideur  $k$  du ressort est obtenue en

considérant le rapport entre un chargement uniforme le long de la poutre et le déplacement correspondant de son extrémité:  $k = \frac{8EI}{L^3}$

La tension de pull-in du commutateur est ainsi donnée par l'expression :

$$V_{Pull-in} = \sqrt{\frac{8}{27} \frac{kH^3}{\epsilon_0 S}} = \sqrt{0.2 \frac{Et^3 H^3}{L^4 \epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.26}$$

En comparant la dernière équation obtenue avec l'expression proposée par Osterberg et al.(1997) :

$$V_{Pull-in} = \sqrt{0.28 \frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \epsilon_0}} = \sqrt{\frac{1.4}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right)} 0.2 \frac{Et^3 H^3}{L^4 \epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.27}$$

On constate qu'il y a un terme correctif :  $\sqrt{\frac{1.4}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right)}}$

qui a été rajouté pour prendre en compte le fait que l'évaluation de  $k$  a fortement été approximée (numérateur) et que les effets de bord n'ont pas été considérés (dénominateur). Ces termes de correction ont été obtenus par des simulations numériques.

Une valeur approximative du déplacement de l'extrémité de la poutre pour lequel le pull-in a lieu est obtenu en substituant l'expression de la tension de pull-in (équation 2.27) dans l'équation du déplacement de l'extrémité de la poutre obtenu pour une force électrostatique constante (Annexe 1):

$$w_{pull-in} = \frac{3}{4} \frac{\epsilon L^4}{EH^2 t^3} V_{pull-in}^2 = \frac{3}{4} \frac{\epsilon L^4}{EH^2 t^3} \left(0.28 \frac{Et^3 H^3}{L^4 \epsilon_0}\right) \frac{1}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right)} = 0.21H \frac{1}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right)}$$

#### Équation 2.28

Dans une configuration plane sans effet de bord :  $w_{pull-in} = 0.21H$

Ce résultat s'écarte notablement des résultats numériques obtenus par Cheng et al. (2004) [CHE 04] montrant que le pull-in a toujours lieu pour :  $w_{pull-in} = (0.45 - 0.47)H$

#### Modèle de Desquesnes et al.:

Desquesnes et al. (2002) [DEQ 02] ont approximé le comportement électromécanique du commutateur à base de nanotube encastree-libre par le modèle unidimensionnel à un seul degré de liberté de commutateurs à plans parallèles. Dans leur modèle, le nanotube suspendu au dessus du plan de masse est représenté par une armature plane rectangulaire parallèle au plan de masse. Le seul degré de liberté de l'armature est donc le gap uniforme entre le nanotube droit et le plan de masse. Ce gap est défini comme étant la distance entre l'extrémité du nanotube et le plan de masse. L'épaisseur  $t$  de l'armature est égale au diamètre du nanotube et la largeur  $l$  est calculée de telle sorte que le moment quadratique de la section de l'armature soit égal à celui de la section du nanotube. Nous rappelons que le moment

quadratique de la section rectangulaire de l'armature est  $I = \frac{t^3 l}{12}$ . Pour un nanotube de rayon

$R$  le moment quadratique s'exprime par  $I = \frac{\pi}{4} R^4$ . Pour obtenir un moment quadratique de la

section rectangulaire égal au moment quadratique du nanotube cylindrique, il faut  $l = \frac{3\pi R}{8}$ .

Par ailleurs, la constante de raideur considérée dans ce travail est celle calculée dans le cas d'un chargement uniforme appliqué au nanotube c'est à dire:  $k = \frac{8EI}{L^3}$ .

L'expression de la force électrostatique considérée est la suivante :

$$q_{elec} = \frac{\epsilon_0 l L V^2}{2r^2} \left( 1 + \frac{2r}{\pi l} \right) \quad \text{Équation 2.29}$$

avec le premier terme qui correspond à la capacité de deux plans parallèles et le second terme qui correspond à la correction dû à l'effet du champ aux bords.

L'expression finale de la tension de pull-in obtenue en prenant en compte les effets de bord (terme de correction proposé par Osterberg et al. [OST 97]) est donnée par :

$$V_{Pull-in} = \sqrt{\frac{8}{27} \frac{k.H^3}{\left(1 + \frac{4H}{3\pi l}\right) l.L\epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.30}$$

En remplaçant la raideur  $k$  par sa valeur dans l'expression de la tension de pull-in, on obtient :

$$V_{Pull-in} = \sqrt{0.2 \frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \epsilon_0}} = 0.4472 \sqrt{\frac{Et^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right) L^4 \epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.31}$$

**En remplaçant  $l$  par son expression en fonction de  $R$ , l'expression finale de tension de pull-in obtenue pour un commutateur à base de poutre cylindrique devient:**

$$V_{Pull-in} = 0.4472 \sqrt{\frac{8ER^3 H^3}{\left(1 + 0.42 \frac{8H}{3\pi R}\right) L^4 \epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.32}$$

### Discussions :

Dans le modèle proposé par Dequesnes et al. la constante de raideur du ressort est calculée à partir du module de flexion  $EI$  du nanotube. Cette condition a permis de calculer la largeur  $l$  de l'armature en fonction du rayon  $R$  du nanotube en considérant que le nanotube est modélisé par une poutre rectangulaire de même raideur. Cependant il serait judicieux de vérifier si la force électrostatique appliquée sur la surface  $l.L$  de l'armature est identique à celle appliquée réellement sur la surface du nanotube de rayon  $R$  et de longueur  $L$  pour une même tension appliquée et un même gap.

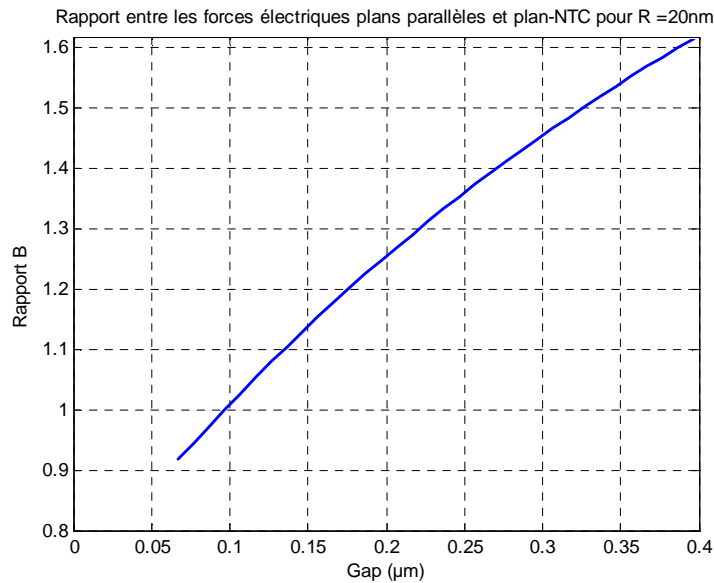
Pour cela nous allons calculer le rapport de la force électrostatique considérée par Dequesnes et al. dans le cas de plans parallèles prenant en compte l'effet de champ aux bords sur la force appliquée au nanotube calculée par Ke et al., on désigne par  $B$  ce rapport:

$$B = q_{elec//} / q_{elec-tube} = \frac{\epsilon_0 l L V^2}{2r^2} \left(1 + \frac{2r}{\pi.l}\right) \bigg/ \frac{\pi \epsilon_0 V^2 . L}{\sqrt{r(r+2R)} a \cosh^2 \left(1 + \frac{r}{R}\right)} \quad \text{Équation 2.33}$$

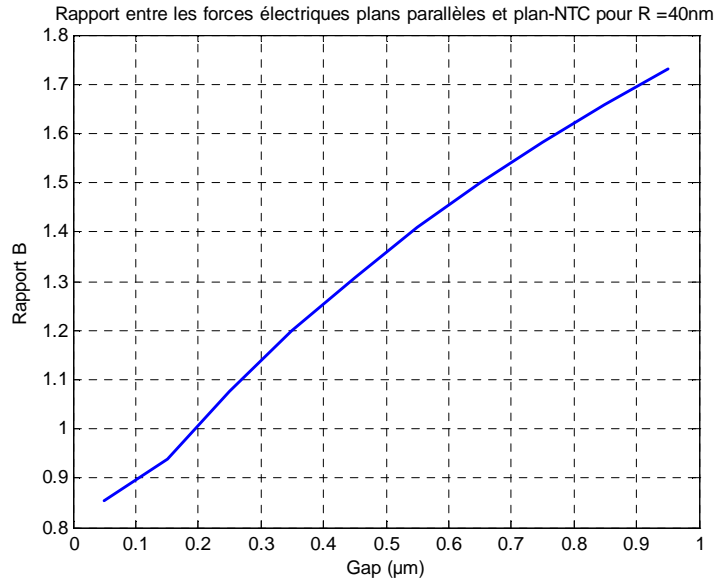
$$B = \frac{l}{2r^2} \left(1 + \frac{2r}{\pi.l}\right) \bigg/ \frac{\pi}{\sqrt{r(r+2R)} a \cosh^2 \left(1 + \frac{r}{R}\right)} \quad \text{Équation 2.34}$$

avec  $l = \frac{3\pi R}{8}$ .

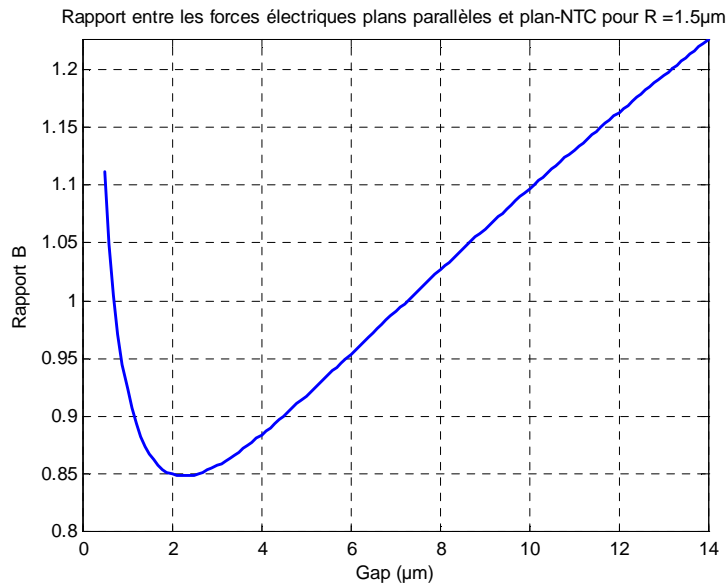
Nous avons calculé ce rapport pour des nanotubes de rayon 20nm, 40nm et 1.5 $\mu$ m et de longueurs respectives de 2 $\mu$ m, 5 $\mu$ m, 70 $\mu$ m en considérant le gap  $r$  compris entre  $L/30$  et  $L/5$  (hypothèse de faible déformation).



**Figure 2.14 :** Rapport entre la force électrostatique exercée sur une armature plane de surface  $l.L$  et celle exercée sur un nanotube  $R=20nm$  et  $L=2\mu m$



**Figure 2.15 :** Rapport entre la force électrostatique exercée sur une armature plane de surface  $l.L$  et celle exercée sur un nanotube  $R= 40nm$  et  $L=5\mu m$



**Figure 2.16 :** Rapport entre la force électrostatique exercée sur une armature plane de surface  $l.L$  et celle exercée sur un nanotube de  $R= 1.5\mu m$  et  $L= 70\mu m$

D'après les tracés des trois figures précédentes, nous constatons que le rapport  $B$  est différent de 1, il varie entre 0.85 et 1.7. Ce rapport  $B$  dépend fortement du gap  $r$  et du rayon  $R$  du nanotube. Le rapport de la tension de pull-in  $V_{pull-in\_tube}$  calculée pour le cas où la force s'exerce sur un NTC sur la tension de pull-in  $V_{pull-in//}$  calculée dans le cas de plans parallèles est donné par :

$$\frac{V_{pull-in\_tube}}{V_{pull-in//}} = \sqrt{B} \quad \text{Équation 2.35}$$

Ce rapport est compris entre 0.92 et 1.3.

### Notre modèle de calcul de tension de pull-in d'un commutateur à poutre cylindrique:

Nous proposons donc, pour pallier à l'erreur faite sur la valeur de la force électrique appliquée au nanotube en considérant celle appliquée à une poutre rectangulaire, un modèle unidimensionnel similaire au modèle de commutateurs à plans parallèles dans lequel l'armature mobile est remplacée par un nanotube.

La force électrostatique par unité de longueur qui s'exerce sur le nanotube est donnée par l'équation 2.14 :

$$q_{\text{électrique}} = \frac{1}{2} V^2 \frac{dC}{dr} (1 + f_c) = \frac{\pi \epsilon_0 V^2}{\sqrt{r(r+2R)a} \cosh^2 \left( 1 + \frac{r}{R} \right)} (1 + f_c)$$

Nous avons évalué l'effet des charges concentrées à l'extrémité pour les mêmes cas de calcul précédent de  $B$  et nous avons trouvé que le terme  $(1 + f_c) \cong 1$ .

$$\text{A l'équilibre : } F_{\text{élastique}} = q_{\text{électrique}} L \Rightarrow kw = \frac{\pi \epsilon_0 V^2 \cdot L}{\sqrt{r(r+2R)a} \cosh^2 \left( 1 + \frac{r}{R} \right)} \quad \text{Équation 2.36}$$

avec  $k = \frac{8EI}{L^3}$ . La tension de pull-in est égale à la tension calculée pour  $w_{eq} = \frac{H}{3}$  et  $r_{eq} = \frac{2H}{3}$  le déplacement et le gap respectifs pour lesquels le pull-in a lieu dans le cas de commutateur à plans parallèles, l'expression de la tension pull-in est la suivante :

$$V_{\text{pull-in}} = \sqrt{\frac{kw_{eq} \sqrt{r_{eq}(r_{eq}+2R)a} \cosh^2 \left( 1 + \frac{r_{eq}}{R} \right)}{L\pi\epsilon_0}} = \sqrt{\frac{2ER^4 w_{eq} \sqrt{r_{eq}(r_{eq}+2R)a} \cosh^2 \left( 1 + \frac{r_{eq}}{R} \right)}{L^4 \epsilon_0}}$$

### Équation 2.37

Un second modèle de calcul de la tension de pull-in d'un commutateur à base de poutre cylindrique est présenté ci-après.

### Modèle de Ke, Espinosa et Pugno [KE-1 05, KE-2 05, KE 05] pour un nanotube encastré-libre :

L'étude de Ke et Espinosa est composée de deux parties, la première comporte une analyse numérique de la répartition de charge dans un tube cylindrique fini, suspendu au dessus d'un plan de masse infini [KE-1 05] et la deuxième partie effectue une analyse non linéaire du système. L'équation d'équilibre non linéaire a été résolue numériquement pour prédire la tension de commutation. Le rôle de la concentration de charge dans l'actuation électromécanique de la structure a été analysé, il a un effet significatif sur la tension de commutation [KE-2 05].

L'expression analytique de la tension de commutation a été donnée par Ke et Pugno [KE 05] en prenant égale à zéro les deux premières dérivées de l'énergie libre dans le système. Les forces de Van der Waals ont été négligées.

Par conséquent, la tension de commutation pour un commutateur à base de nanotube de type poutre encastrée-libre a été estimée par:

$$V_{PI} \approx 0.85 \sqrt{1 + \frac{8H^2}{9L^2}} \frac{H}{L^2} \ln\left(\frac{2H}{R_{ext}}\right) \sqrt{\frac{EI}{\epsilon_0}} \quad \text{Équation 2.38}$$

En prenant en compte l'énergie supplémentaire cumulée à l'extrémité libre du nanotube et en suivant la méthode analytique décrite dans [KE 05], le terme additionnel de correction pour la charge concentrée à l'extrémité fournit l'équation :

$$V_{PI}^{TIP} = \frac{V_{PI}}{\sqrt{1 + K^{TIP}}}, \quad K^{TIP} \approx \frac{2.55[(H + R_{ext})^2 R_{ext}]^{1/3}}{L} \quad \text{Équation 2.39}$$

Le Tableau 3 reporte des valeurs de tension de pull-in obtenues par la résolution analytique et numérique pour différentes géométries de structures simplement ou doublement encastrées [KE-2 05]. Pour les structures simplement encastrées, l'effet des non linéarités n'est pas très influent, les charges accumulées à l'extrémité réduisent significativement la tension de commutation.

**Table 1** Comparison between pull-in voltages evaluated numerically and theoretically ([24,25]) by Eqs. (10) for doubly (*D*) and singly (*C*) clamped nanotube devices, respectively,  $E=1$  TPa,  $R_{int}=0$ . For cantilever nanotube device the symbol (w) denotes that the effect of charge concentration has been included.

Case	BC	<i>H</i> [nm]	<i>L</i> [nm]	$R=R_{ext}$ [nm]	$V_{PI}$ [V] (theo. linear)	$V_{PI}$ [V] (num. linear)	$V_{PI}$ [V] (theo. non- linear)	$V_{PI}$ [V] (num. non- linear)
1	<i>D</i>	100	4000	10	3.20	3.18	9.06	9.54
2	<i>D</i>	100	3000	10	5.69	5.66	16.14	16.95
3	<i>D</i>	100	2000	10	12.81	12.73	36.31	38.14
4	<i>D</i>	150	3000	10	9.45	9.43	38.93	40.92
5	<i>D</i>	200	3000	10	13.53	13.52	73.50	77.09
6	<i>D</i>	100	3000	20	19.21	18.74	31.57	32.16
7	<i>D</i>	100	3000	30	38.57	37.72	51.96	50.63
8	<i>S</i>	100	500	10	27.28(w)	27.05(w)	27.52(w)	27.41 (w)
9	<i>S</i>	100	500	10	27.28(w)	27.05(w)	30.87	31.66

**Tableau 3 :** Comparaison entre les tensions pull-in évaluées numériquement et analytiquement

### Analyse et discussions:

Au final plusieurs modèles ont été proposés pour comptabiliser la tension de pull-in pour une poutre rectangulaire et cylindrique. Pour les poutres rectangulaires, le calcul de Dufour et al. aboutit à une formule de la tension de pull-in identique à celle de commutateurs à plans parallèles. Osterberg et al. rajoutent un terme de correction  $\sqrt{\frac{1.4}{\left(1 + 0.42 \frac{H}{l}\right)}}$  à cette dernière

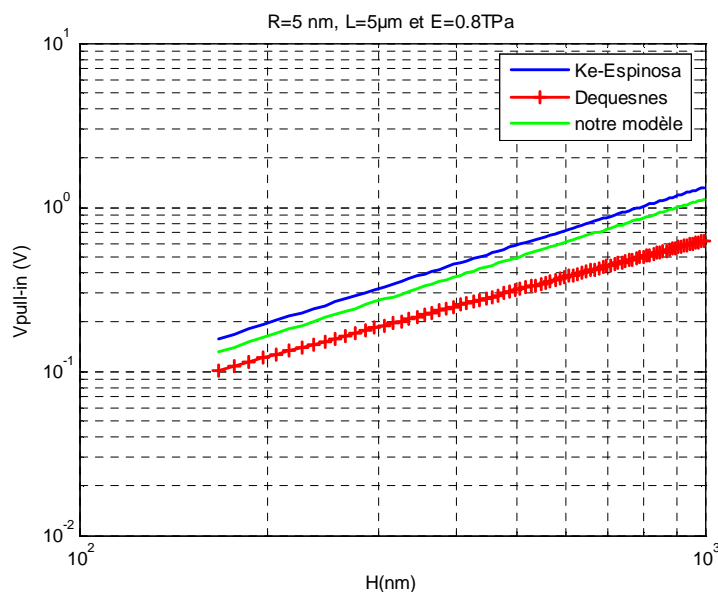
formule pour prendre en compte l'effet du champ aux bords (dénominateur) et le fait que la constante de raideur est approximative (numérateur). La tension de pull-in calculée par Dequesnes et al. reprend celle du commutateur à plans parallèles et lui rajoute le terme correctif proposé par Osterberg et al. pour prendre en compte uniquement l'effet du champ

aux bords. La tension de pull-in proposée par Osterberg et al. est 1.18 fois supérieure à celle proposée de Dequesnes et al.

Le modèle unidimensionnel considère un chargement uniforme, cette hypothèse n'est valable qu'en très faible déformation. Pour des fortes déformations, le chargement est non-linéaire puisqu'il est lié à la déformée du nanotube, dans ce cas la constante de raideur adéquate est comprise entre deux cas extrêmes : le premier cas où un chargement uniforme s'applique au nanotube  $k = \frac{8EI}{L^3}$  et le second cas où une force ponctuelle s'applique à l'extrémité du nanotube  $k = \frac{3EI}{L^3}$  lorsque le nanotube subit une forte déformation. Cependant il n'est pas possible d'évaluer précisément la raideur  $k$  du nanotube puisque cette dernière évolue avec la distribution de la force électrique qui évolue en fonction de la déformée. En considérant un chargement uniforme appliqué à la poutre sa constante de raideur est surestimée. Ainsi pour compenser l'erreur faite sur  $k$  un terme correctif multiplicateur inférieur à 1 devrait être rajouté. **Cependant le terme proposé par Osterberg et al. est de 1.4, c'est donc pour cette raison que nous n'allons pas retenir le modèle d'Osterberg et al. Nous allons par la suite utiliser le modèle de Dequesnes pour le calcul de tension de pull-in d'un commutateur à base de poutre rectangulaire.**

Pour une poutre cylindrique, Dequesnes et al ont adapté leur modèle en prenant en compte le module de flexion du nanotube mais ils ont considéré la force électrostatique s'exerçant entre deux plans parallèles. **Nous avons amélioré ce modèle en remplaçant l'armature mobile par un tube cylindrique tout en considérant un déplacement parallèle au plan de masse. Ke et al. ont proposé une formule permettant de prendre en compte les non-linéarités de la force électrostatique, la forme cylindrique du nanotube de carbone ainsi que l'effet des charges cumulées à l'extrémité du nanotube.**

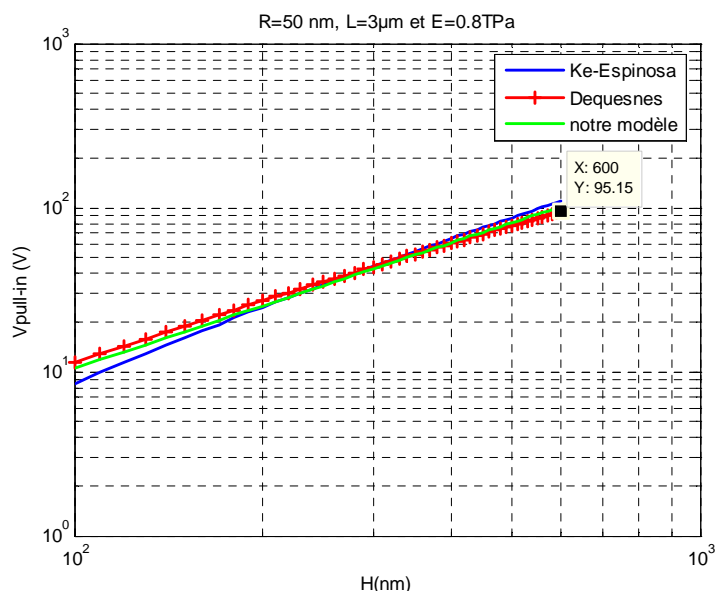
Nous proposons par la suite de comparer le modèle de Dequesnes et al. adapté au nanotube, notre modèle ainsi que celui de Ke et al. en traçant la tension de pull-in en fonction du gap initial  $H$  pour plusieurs nanotubes de carbone de rapports de forme de 10, 20, 30 et 500. Le gap initial  $H$  considéré est compris entre  $L/30$  et  $L/5$  (hypothèse de faible déformation).





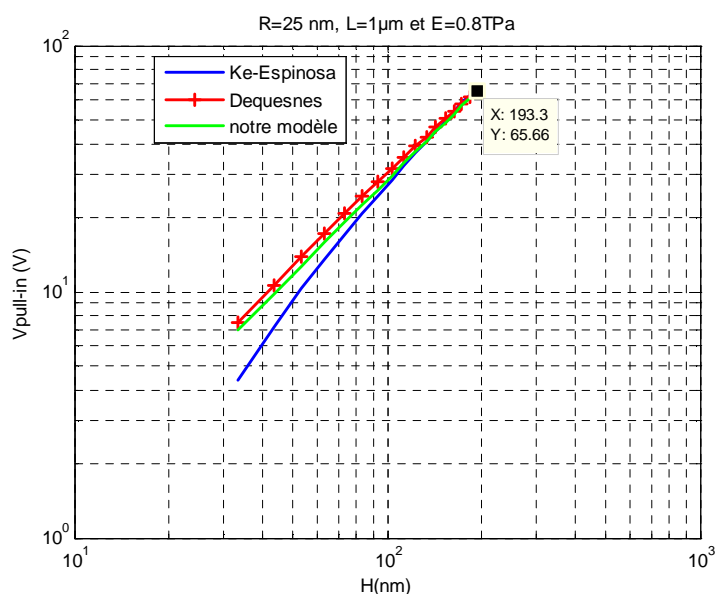
**Figure 2.17 : Tension de commutation pour différents gaps pour une même géométrie de nanotube.  $R=5\text{nm}$ ,  $L=5\mu\text{m}$ ,  $E=0.8\text{TPa}$ . Le rapport de forme du NTC est de 500.**

Nous pouvons remarquer que pour un rapport de forme de 500 l'écart entre les deux tensions calculées par notre modèle et celui modèle de Ke est plus faible que l'écart entre les deux tensions calculées par le modèle de Dequesnes et celui de Ke et al.



**Figure 2.18 : Tension de commutation pour différents gaps pour une même géométrie de nanotube.  $R=50\text{nm}$ ,  $L=3\mu\text{m}$ ,  $E=0.8\text{TPa}$ . Le rapport de forme du NTC est de 30.**

Pour un rapport de forme de 30 l'erreur relative entre les différents modèles devient négligeable.



**Figure 2.19 : Tension de commutation pour différents gaps pour une même géométrie de nanotube.  $R=25\text{nm}$ ,  $L=1\mu\text{m}$ ,  $E=0.8\text{TPa}$ . Le rapport de forme du NTC est de 20.**

Pour un rapport de forme de 20 le modèle de Ke et al. s'écarte des deux autres modèles lorsque  $H$  diminue.

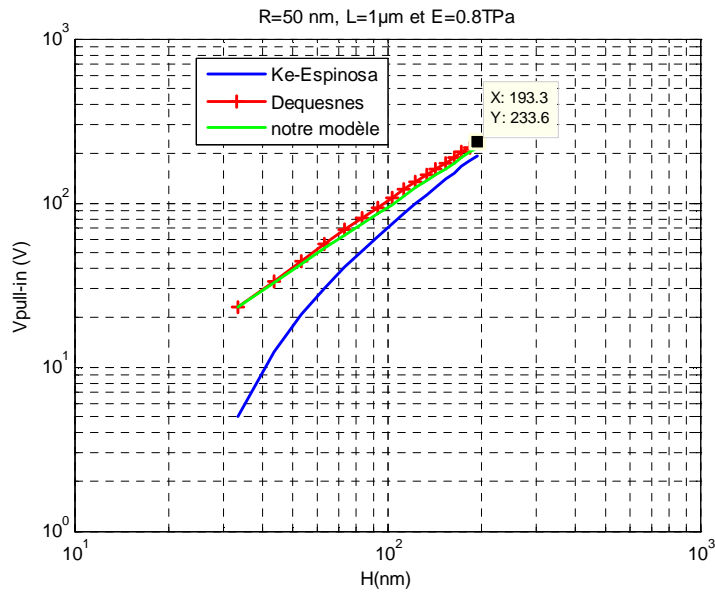


Figure 2.20 : Tension de commutation pour différents gaps pour une même géométrie de nanotube.  $R=50\text{nm}$ ,  $L=1\mu\text{m}$ ,  $E=0.8\text{TPa}$ . Le rapport de forme du NTC est de 10.

L'écart entre les tensions calculées par notre modèle et celui de Dequesnes est très faible. Le rapport entre ces deux tensions a été calculé précédemment.

Son expression est : 
$$\frac{V_{\text{pull-in}_{\text{tube}}}}{V_{\text{pull-in}_{\parallel}}} = \sqrt{B}.$$

**Pour des rapports de forme inférieurs à 20, le gap diminue et devient du même ordre que le rayon. En effet, le gap est lié à la longueur (hypothèse de faible déformation). Cependant le rayon n'est désormais plus négligeable devant le gap (voir Figure 2.20). Le modèle de Ke et al. n'est ainsi plus valable puisque dans l'expression de la tension de pull-in le terme  $\ln\left(\frac{2H}{R_{\text{ext}}}\right)$  tend vers zéro ainsi que la tension de pull-in. Dans ce cas notre modèle peut s'avérer plus précis que les deux autres modèles.**

Cependant Pour obtenir une meilleure précision de calcul, les méthodes basées sur des techniques numériques sont préférables. De ce fait, nous avons développé une solution numérique dans la suite du chapitre.

### 2.3.3.3 Nanotube encastré-libre : Solution numérique

Le système possède deux degrés de liberté ce qui rend le calcul de la déflexion et du point de déséquilibre plus compliqué à déterminer. Dans ce cas une solution analytique de la déformée du nanotube ne peut être trouvée. Nous présentons dans la suite le calcul numérique de la déformée du nanotube actionné par une force électrostatique et le calcul de la tension de commutation.

Nous rappelons que  $w(x)$  est la déformée du nanotube,  $x$  est la position le long de l'axe longitudinal du nanotube. La résolution numérique de l'équation différentielle d'ordre 4, correspondant au problème physique d'actionnement du nanotube par couplage fort entre la

mécanique et l'électrostatique, doit tenir compte des conditions aux limites. A l'encastrement, la déflexion du nanotube est nulle  $w_{x=0} = 0$  et la première dérivée de cette déflexion est nulle  $\left[\frac{dw}{dx}\right]_{x=0} = 0$ . A l'extrémité libre du nanotube les dérivées troisième et quatrième de la

déflexion du nanotube sont nulles,  $\left[\frac{d^2w}{dx^2}\right]_{x=L} = 0$  et  $\left[\frac{d^3w}{dx^3}\right]_{x=L} = 0$ . La méthode numérique

utilisée pour la résolution de cette équation est la méthode de Simpson proposée par Matlab sous la fonction « bvp4c ». La fonction bvp4c « Boundary Value Problem » ou problème de valeurs aux frontières est celle qui convient à notre problème, la fonction ODE « Ordinary Differential Equation » est aussi capable de résoudre des équations différentielles mais ne prend en compte que les conditions initiales du problème.

### Approximation de la force électrostatique par un développement limité en série de Taylor :

La force électrostatique linéique appliquée au nanotube est donnée par l'équation 2.14 dans:

$$q_{\text{électrique}} = \frac{1}{2} V^2 \frac{dC}{dr} = \frac{\pi \epsilon_0 V^2}{\sqrt{r(r+2R)} a \cosh^2\left(1 + \frac{r}{R}\right)}$$

Cette expression peut être réécrite en fonction de la déflexion  $w$  du nanotube qui est la solution de l'équation d'équilibre, en remplaçant  $r$  par  $H-w$ , équation 2.11. La force électrostatique linéique varie en fonction de la déflexion  $w$  du nanotube.

$$q_{\text{elec}} = \frac{\pi \epsilon_0 V^2}{\sqrt{(H-w)(H-w+2R)} a \cosh^2\left(1 + \frac{H-w}{R}\right)} = \frac{\pi \epsilon_0 V^2}{f(w, H, R)} \quad \text{Équation 2.40}$$

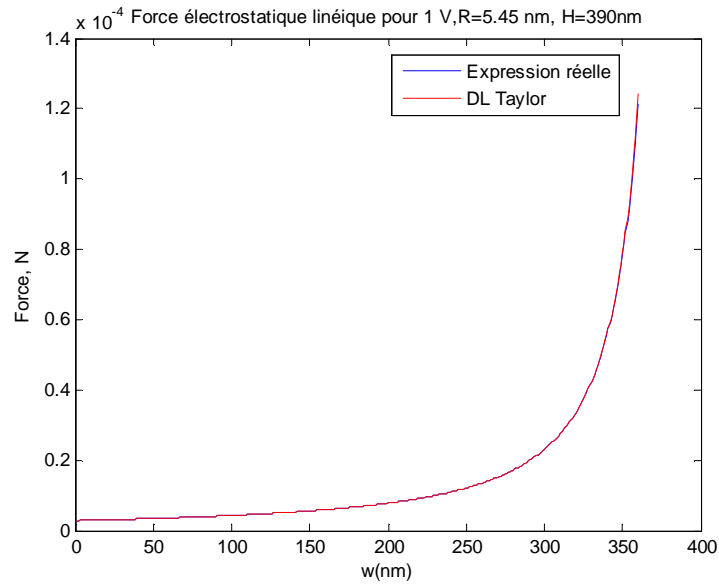
En utilisant telle quelle l'expression de la force électrostatique linéique le programme ne peut pas aboutir au calcul d'une solution numérique. Il est nécessaire de remplacer le dénominateur  $f(w, H, R)$  de la force par un polynôme en faisant un développement limité autour de zéro. Le polynôme doit être valable sur tout l'intervalle de variation du gap  $r$  même au-delà du gap où le déséquilibre de la structure a lieu.

Le développement limité au point  $a$  d'une fonction  $f$  consiste à décomposer  $f$  en série de Taylor selon l'expression  $f(x) = \sum_0^{\infty} (x-a)^n \cdot \frac{f^{(n)}(a)}{n!}$ . Dans un premier temps, nous avons

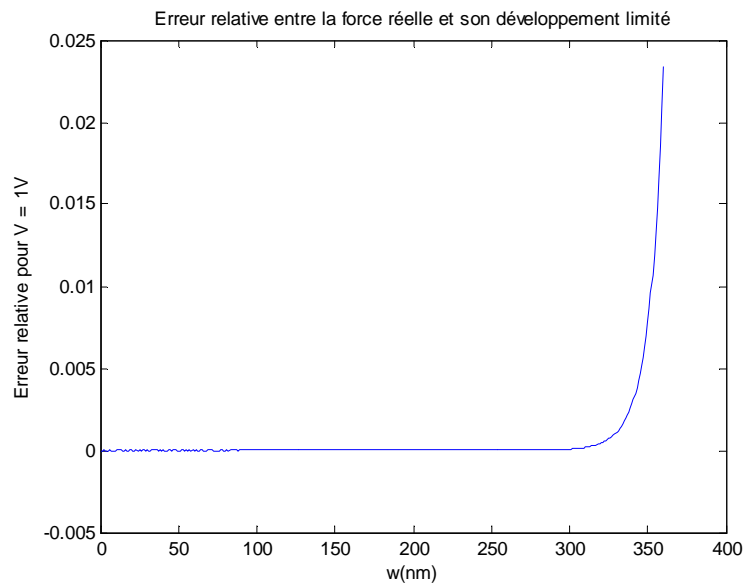
opté pour le calcul numérique des dérivées d'ordre  $n$  jusqu'à l'ordre 10. Nous avons trouvé une forte erreur d'approximation, cette erreur dépendait de la résolution  $dx$  considérée.

Nous avons abandonné cette méthode pour un calcul par la fonction « Taylor » de Matlab. Nous avons considéré l'exemple étudié par Dequesnes et al.: un nanotube de 5.45 nm de rayon, une longueur de 2.5  $\mu\text{m}$  et un gap initial de 390 nm. La force électrostatique linéique et son approximation par Taylor à l'ordre 18 sont présentées par la Figure 2.21 pour une tension appliquée de 1 V. Le développement à l'ordre 18 est nécessaire pour réduire l'erreur relative en dessous de  $3 \cdot 10^{-2}$ . Une erreur relative entre la force électrostatique réelle et son développement limité par la fonction « Taylor » de Matlab est présentée par la Figure 2.22.

Cette erreur varie de  $10^{-8}$  pour un gap de 390 nm où la force est faible à  $3.10^{-2}$  pour un faible gap de 30 nm où la force devient très grande.



**Figure 2.21 : Tracé de la force électrostatique linéique et de son approximation en fonction de la déflexion  $w$  du nanotube.  $R=5.45\text{nm}$ ,  $H=390\text{nm}$**



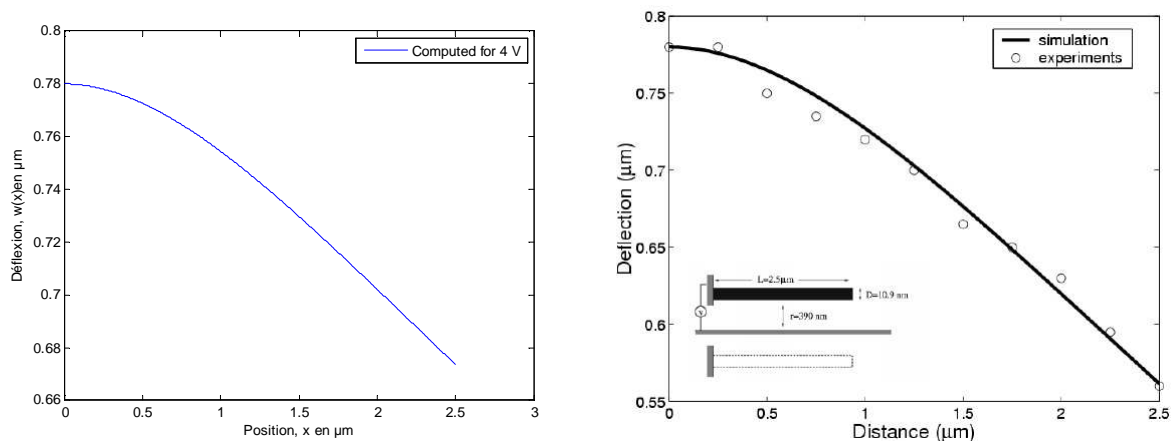
**Figure 2.22 : Erreur relative entre la force électrostatique linéique et son développement limité à l'ordre 18.  $R=5.45\text{ nm}$ ,  $H=390\text{nm}$**

Nous supposons que la précision d'approximation obtenue est suffisante. Pour calculer une solution numérique de la déformée nous avons remplacé la déflexion du nanotube  $w$  par une variable adimensionnelle  $y = w/L$  pour éviter les ordres de grandeur très faibles ou très grands dans le calcul numérique.

Dans ce cas l'équation d'équilibre devient  $\frac{EI}{L^3} \frac{d^4 y}{dx^4} = \frac{\pi \epsilon_0 V^2}{f(y)}$  avec  $f(y)$  le développement limité de  $\sqrt{(H - y.L)(H - y.L + 2R)}$   $a \cosh^2 \left( 1 + \frac{H - y.L}{R} \right)$

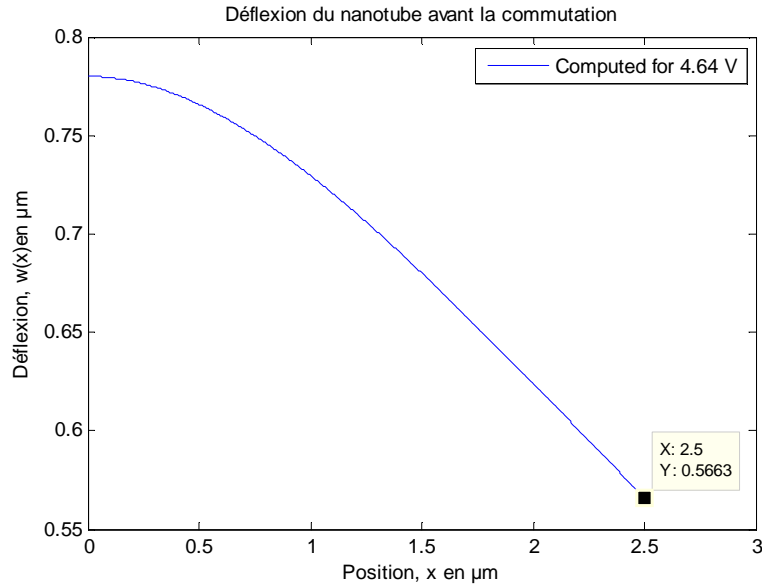
### Premier exemple de structure :

Nous pouvons maintenant procéder au calcul de la déformée du nanotube. Nous considérons l'exemple donné par Dequesnes et *al.* d'une nanopince formée par deux nanotubes de 5.45nm de rayon ayant un module de Young de 1 TPa, les deux nanotubes sont séparés de 780 nm. Nous effectuons le calcul pour un commutateur classique formé par un nanotube séparé de 390 nm du plan de masse. Par symétrie nous pouvons extraire le résultat correspondant à un commutateur de type nanopince. La déformée que nous avons calculée et celle calculée par Dequesnes et *al.* pour une tension de 4 V appliquée au commutateur type nanopince sont présentées par la Figure 2.23. La déflexion de l'extrémité du nanotube que nous avons calculée pour une tension de 4 V est de 107 nm tandis que Dequesnes et *al.* ont calculé pour la même tension une déflexion de 220 nm.



**Figure 2.23 :** Tracé de la déformée du nanotube par notre méthode de calcul (courbe à gauche) et par Dequesnes et *al.* (courbe à droite)  $V= 4 \text{ V}$ ,  $R= 5.45 \text{ nm}$ ,  $L=2.5 \mu\text{m}$ . Les deux NTC sont séparés de 780 nm.

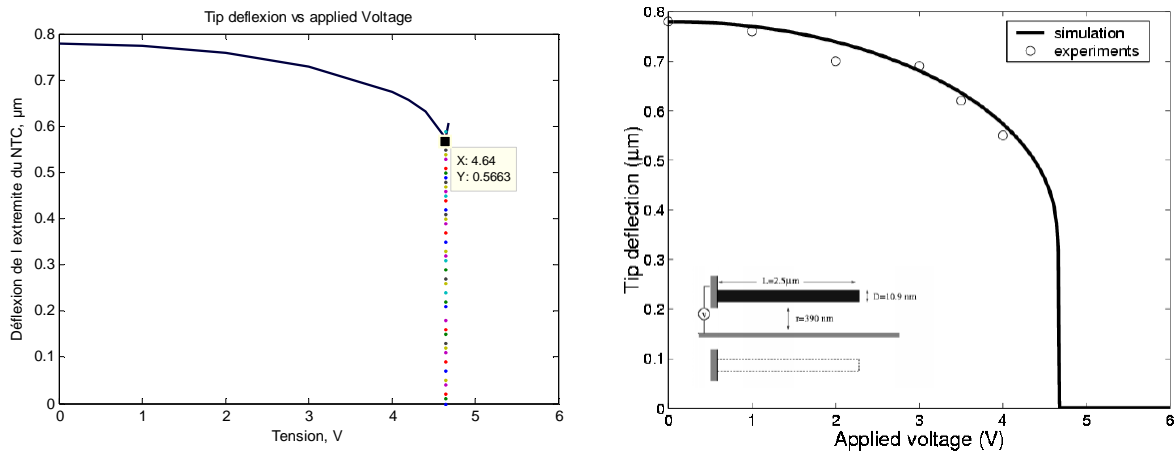
La Figure 2.24 illustre le tracé de la déformée du nanotube pour une tension appliquée de 4.64V égale à la tension de pull-in, la déflexion maximale atteinte est de 214 nm, cette valeur correspond à 54.8% du gap initial, et à 8.5% de la longueur du nanotube. La commutation dans une structure à deux plans parallèles a lieu pour un déplacement égal au tiers du gap initial, ici nous dépassons largement cette valeur.



**Figure 2.24 :** Tracé de la déformée du nanotube avant la commutation pour une tension de 4.64 V

Notre calcul de la déflexion de l'extrémité du nanotube en fonction de la tension appliquée ainsi que le calcul de Dequesnes et al. sont présentés par la Figure 2.25.

Nous avons calculé une tension de commutation de 4.64 V, proche de la tension de pull-in de 4.65 V calculée pour ce même exemple par Dequesnes et al. [DEQ 02], Figure 2.25. Ce résultat a été aussi conforté par le calcul de cette tension de pull-in par l'expression fournie par Ke et al. [KE 05]. La tension ainsi obtenue est de 4.7 V si nous ne tenons pas compte de l'effet des charges cumulées à l'extrémité du nanotube et elle est de 4.48 V si nous tenons compte de ces charges. Akita et al. [AKI 01] ont mesuré expérimentalement une tension supérieure à 4.5 V pour un commutateur de type nanopince.



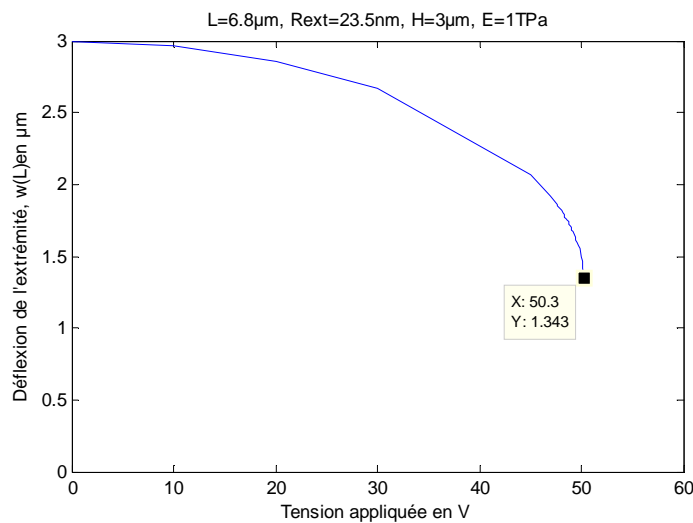
**Figure 2.25 :** Déflexion de l'extrémité du nanotube en fonction de la tension appliquée, notre calcul numérique (courbe à gauche) est identique à celui de Dequesnes et al. (courbe à droite)

**Nous pouvons donc conclure que notre calcul dans ce cas de faible déformation est très proche des mesures expérimentales et des simulations utilisant les modèles de Dequesnes et al. et Ke et al.**

**Deuxième exemple de structure :**

Pour bien évaluer notre méthode de calcul de déformée du nanotube permettant de déterminer la tension de commutation, nous avons considéré un second exemple cité par Ke et al. [KE 05] pour lequel nous avons calculé la déflexion de l'extrémité du nanotube pour différentes tensions appliquées au commutateur, Figure 2.26. Le nanotube possède un rayon de 23.5 nm, une longueur de 6.8  $\mu\text{m}$  et un module de Young de 1 TPa, le gap initial est de 3  $\mu\text{m}$ . La tension de commutation calculée par notre simulation est de 50.3 V et celle calculée par Ke et al est de 47.8 V et celle mesurée expérimentalement est de 48 V.

Cette différence de l'ordre de 4% entre notre calcul et la valeur mesurée peut être due à la contribution des charges cumulées à l'extrémité du nanotube et qui ne sont pas prises en compte dans notre calcul. Cette différence pourrait être liée à la précision de la mesure du rayon du nanotube mais celui-ci a été déterminé par observation d'image TEM haute résolution [KE 05]. Elle peut être liée à la précision du calcul qui utilise un modèle valable en faible déformation. En effet le nanotube subit une déflexion égale à 24% de sa longueur. Pour vérifier si le modèle est valable pour cette valeur de déformation nous allons vérifier si nous respectons l'hypothèse de faible déformation qui suppose que  $\text{tg}(\theta) = \theta$  avec  $\theta$  l'angle formé entre le nanotube avant déflexion et le nanotube après déflexion. Nous avons dans notre cas  $\text{tg}(\theta) = \frac{w}{L} = 0.243$ , ce qui correspond à un  $\theta = 0.239$ , angle maximal obtenu supérieur à l'angle réel formé par la déformée du nanotube. Dans ce cas l'erreur d'approximation maximale commise est de 2%. Cette erreur pourrait contribuer à la différence de 4% entre la tension calculée et celle mesurée. Nous pouvons donc considérer que notre calcul est acceptable pour des déflexions allant jusqu'à 24% de la longueur.



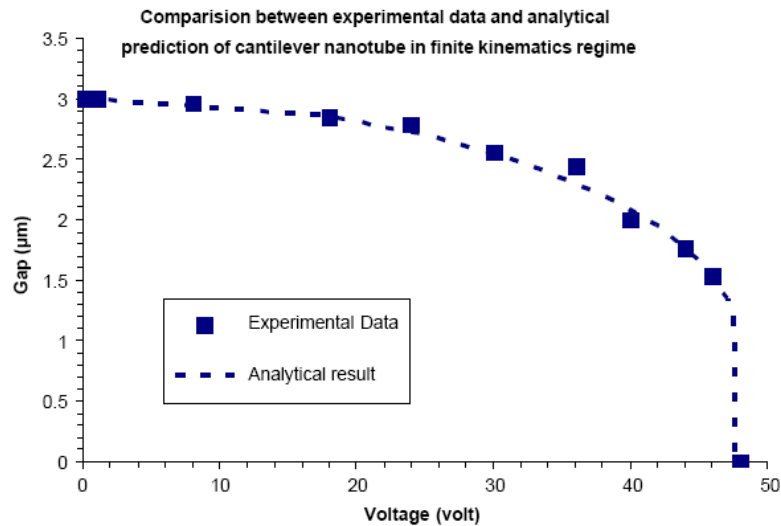


Figure 2.26 : Déflexion de l'extrémité du nanotube en fonction de la tension. Courbe supérieure correspond à notre calcul,  $V_{pull-in}=50.3$  V, en bas le tracé de Ke et al. [KE 05],  $V_{pull-in}$  mesurée est de 48 V et celle calculée est de 47.8V

## 2.4 Conception de commutateurs à base de NTC individuels

Dans cette partie, nous proposons de concevoir des commutateurs de type nanopince à base de nanotubes de carbone verticaux comme le montre la Figure 2.27 afin de pouvoir les réaliser par les procédés de fabrication et de croissance de nanotubes à notre disposition.

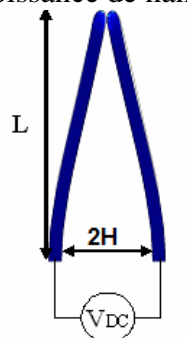


Figure 2.27 : Schéma du commutateur électrostatique type nanopince actionné par une tension  $V_{DC}$

Les modèles électromécaniques de calcul de tension de pull-in proposés dans la partie précédente du chapitre sont valables pour des nanocommutateurs classiques (voir Figure 2.28) (nanotube-plan de masse; l'électrode formée par le nanotube est mobile). Pour obtenir le modèle correspondant à un commutateur de type nanopince, nous considérons la symétrie du système.

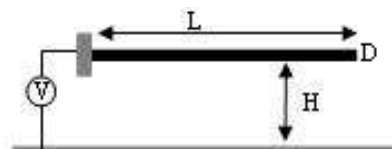


Figure 2.28 : Nanocommutateur constitué d'un nanotube mobile et d'une électrode fixe



La conception d'un nanocommutateur consiste à déterminer ses dimensions qui lui permettent de satisfaire un cahier de charges bien défini. **Le cahier de charges comporte les spécifications du système final :**

- **le système doit opérer à des tensions raisonnables et accessibles (~1V- ~20V)**
- **le nanotube ne doit pas subir de fortes déformations ; gap (L/30-L/5)**
- **la réalisation ne doit pas nécessiter des procédés de réalisation technologiques difficiles à mettre en œuvre.**

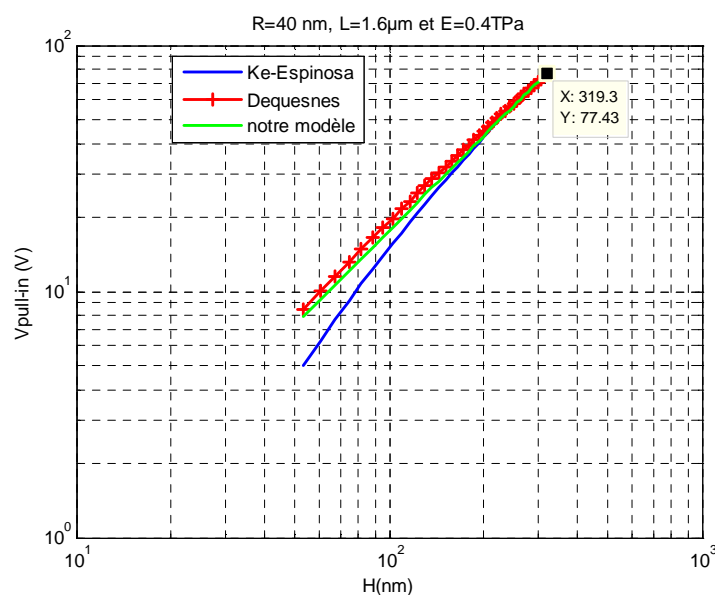
Le calcul de la tension de pull-in nécessite la connaissance préalable des dimensions du nanotube utilisé et le module de Young des nanotubes. Nous disposons de nanotubes de longueurs et diamètres bien définis. **Cependant, leurs modules de Young sont inconnus, pour cela nous considérons une valeur de 0.8 TPa pour les nanotubes synthétisés par CVD et une valeur de 0.4 TPa pour les nanofibres synthétisées par PECVD.**

#### 2.4.1 Commutateur à base de nanofibres de carbone : calcul de la tension Pull-in

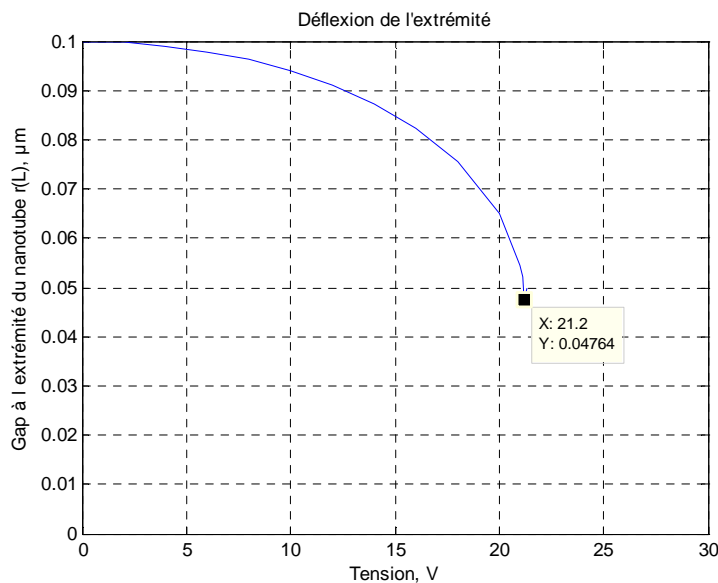
Le calcul de la tension de pull-in en fonction du gap pour un commutateur **nanofibre-plan de masse** est présenté par la courbe de la Figure 2.29. Nous considérons que le commutateur fonctionne en faible déformation, et donc le gap varie entre L/30 et L/5. La nanofibre de carbone considérée possède une longueur de 1.6µm, un rayon de 40nm et un module de Young supposé de 0.4 TPa. Les tensions calculées selon notre modèle sont comprises entre 8V pour un gap de 53nm et 75V pour un gap de 320 nm.

Pour une nanopince les tensions de pull-in attendues seront comprises entre 16V pour un gap de 106nm et 150V pour un gap de 640nm.

Pour un gap entre nanofibres de 200nm (point  $H=100nm$ ,  $V_{pull-in}=18V$  de la Figure 2.29), la tension de commutation de la nanopince que nous avons calculée numériquement (voir Figure 2.30) est de 42.4V contre 32V par Ke et al. et 36V par notre modèle analytique. Le point La Figure 2.30 présente le calcul numérique de la déflexion de l'extrémité de la nanofibre en fonction de la tension appliquée entre la nanofibre et un plan de masse. La déflexion de l'extrémité du NTC pour laquelle le pull-in a lieu est de  $y= H-0.047H=0.53H$ .



**Figure 2.29 : Variation de  $V_{pull-in}$  en fonction du gap  $H$  d'un commutateur nanofibre-plan de masse. Trois modèles sont représentés.  $V_{pull-in}$  est comprise entre 8 V pour un gap de 53nm et 75 V pour un gap de 320nm.**



**Figure 2.30 : Déflexion de l'extrémité de la nanofibre en fonction de la tension appliquée entre la nanofibre et un plan de masse distant de  $H=100\text{nm}$ .  $L=1.6\mu\text{m}$ ,  $R=40\text{nm}$ .  $V_{pull-in}$  calculée numériquement est de 21.2V. Le pull-in a lieu pour une déflexion de l'extrémité du NTC de  $0.53H$ .**

### Analyse et contraintes

Compte tenu des dimensions des nanofibres, la fabrication de nanocommutateurs présente des contraintes, parmi lesquelles nous citons :

- la réalisation de croissances individuelles de nanofibres (diamètre = 80nm)
- la réalisation des dispositifs à gaps de dimensions sub-microniques (106 - 586 nm)

Les croissances individuelles nécessitent obligatoirement des techniques de lithographie de haute résolution comme la lithographie électronique pour la localisation de plots de catalyseur de 80 nm de diamètre. Par contre, une manière de pallier au problème de réalisation de dispositifs à gaps submicroniques serait d'augmenter le gap entre les nanotubes tout en augmentant leur longueur. En effet, pour une même tension de commutation le gap dépend de la longueur du nanotube mais à l'heure actuelle les longueurs de nanotubes considérées sont les longueurs maximales qui ont pu être obtenues par les procédés de croissance disponibles au laboratoire LCRE du CEA LITEN.

Le choix du gap pour le dimensionnement final du dispositif avant fabrication se fait en fonction de la tension de commutation souhaitée pour faire fonctionner le système. Pour des gaps importants les tensions nécessaires à l'actionnement sont élevées (plusieurs dizaines de volts). Nous décrivons dans le chapitre de caractérisation électrique des commutateurs l'inconvénient inhérent aux tensions appliquées très élevées.

### 2.4.2 Commutateur à base de nanotubes synthétisés par CVD

#### Nanotubes synthétisés par CVD à partir d'un catalyseur en nickel :

Ces NTC possèdent une longueur de  $2\mu\text{m}$  et un diamètre de  $20\text{nm}$ . Pour un fonctionnement du commutateur en faible déformation les tensions de pull-in sont de l'ordre de quelques volts.

### **Nanotubes synthétisés par CVD avec un catalyseur en fer:**

Plusieurs hauteurs de tapis de nanotubes synthétisés à base d'un catalyseur en fer peuvent être obtenues. Des tapis de NTC de  $71\mu\text{m}$ ,  $40\mu\text{m}$ ,  $20\mu\text{m}$  de hauteur ont déjà été réalisés au LITEN. Ces NTC possèdent un diamètre moyen de  $5\text{nm}$  et donc des rapports de forme supérieures à 4000. Les tensions de pull-in calculées en faible déformation pour des commutateurs à base de ces NTC sont de l'ordre du mV.

### **Analyse et contraintes de réalisations de commutateurs à base de NTC individuels obtenus par CVD :**

L'avantage de ce type de commutateurs est qu'ils opèrent à des faibles tensions réduisant ainsi le risque de détérioration. Cependant la réalisation de ces commutateurs par le moyen de NTC individuel synthétisé par CVD n'est pas possible. En effet, pour les techniques de croissance par CVD, l'alignement des NTC est du à l'effet stérique dans le réseau et donc à la présence collectif de nanotubes. Une croissance individuelle de nanotube n'aboutirait pas à un nanotube vertical et aligné, le nanotube ayant un rapport de forme très élevé a tendance à se courber. De plus des contraintes de réalisation technologique se posent, nous pouvons citer notamment la localisation de plots de catalyseur (diamètre= $20$  ou  $5\text{nm}$ ) nécessaire à la croissance et la réalisation des dispositifs à gaps de dimensions sub-microniques.

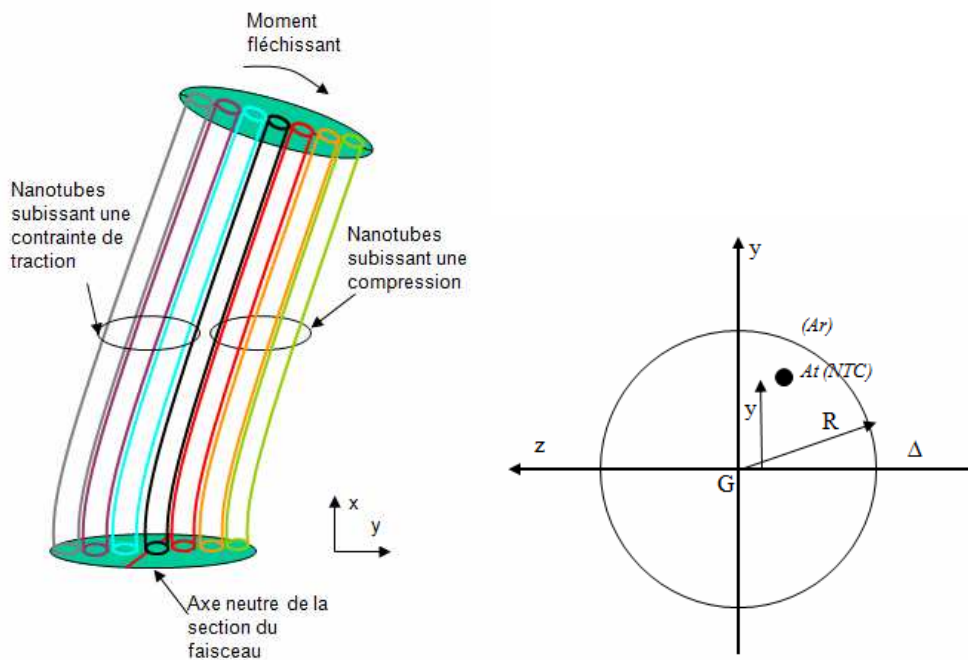
**Enfinement pour réaliser des nanocommutateurs avec des nanotubes synthétisés par CVD, nous allons opter pour la croissance de faisceaux localisés de nanotubes. Les éléments mobiles du commutateur de type nanopince sont deux faisceaux de nanotubes. La réalisation de ces commutateurs accessible par les procédés de lithographie optique est possible et reste moins contraignante que la réalisation par des procédés de lithographie électronique.**

## **2.5 Conception de commutateurs à base de faisceaux de NTC**

### **2.5.1 Modélisation du comportement mécanique du matériau (NTC-air) et adaptation des modèles de calcul de tension de pull-in**

Les modèles électromécaniques utilisés précédemment, issus de la mécanique des milieux continus décrivent le cas d'une poutre classique et s'appliquent à un nanotube unique. Un faisceau de NTC ne possède pas les mêmes propriétés mécaniques qu'un NTC. **Dans un faisceau, les NTC ne peuvent pas être considérés indépendamment les uns des autres, l'ensemble des NTC doit être considéré comme un seul objet anisotrope.** Un réseau de NTC est un matériau composite constitué de NTC et d'air, il a une porosité définie par la densité de NTC. Cette porosité tend à réduire son module de flexion. Par conséquent, le module de Young effectif du matériau (NTC-air) et le moment quadratique défini pour une géométrie de section donnée diminuent.

Nous présentons par la suite le calcul du module de Young effectif du réseau de NTC,  $E_r$ , par la loi des mélanges, à partir du module de Young d'un NTC,  $E_t$ . Nous présentons aussi notre calcul du moment quadratique d'une section du faisceau de NTC rectangulaire et circulaire par le théorème de Huygens. Dans le cas d'une section rectangulaire une formule analytique du moment quadratique a été établie. Ce calcul permet d'adapter le modèle électromécanique initialement prévu pour une poutre classique en introduisant le module de flexion correspondant au faisceau de NTC afin de calculer la tension de pull-in d'un commutateur à base de faisceaux de NTC localisés.



**Figure 2.31 :** Schéma d'un faisceau de nanotubes sollicité en flexion. L'axe neutre longitudinal du faisceau passant par le nanotube situé au milieu du faisceau ainsi que l'axe neutre  $\Delta$  de la section du faisceau ne subissent aucune contrainte. À droite une section transversale du faisceau contenant une section  $A_t$  d'un NTC à une distance  $y$  de  $\Delta$  l'axe neutre de la section du faisceau

### 2.5.1.1 Calcul du module de Young effectif du faisceau

Nous avons effectué un calcul d'homogénéisation du matériau composite (NTC-air) pour déterminer le module de Young effectif des faisceaux. La résistance à la traction des faisceaux de NTC est la même que pour les NTC individuels [SAL-1 99]. Le module de Young effectif,  $E_r$ , d'après la loi des mélanges, est donc donné par :

$$E_r \cdot A_r = N E_t A_t \Rightarrow E_r = n \cdot E_t A_t \quad \text{Équation 2.41}$$

avec  $N$  le nombre de nanotubes présents dans une section de surface  $A_r$ ,  $n$  la densité de NTC et  $A_t$  la surface de la section d'un NTC.

### 2.5.1.2 Calcul du moment quadratique de la section du faisceau

Dans un cas général, la déflexion d'une poutre implique à la fois des déformations dues à la flexion et au cisaillement. La déflexion totale est la somme de ces deux types de déformation. Le rapport entre la déformation due à la flexion et celle due au cisaillement augmente avec le

rapport de forme de la poutre. L'effet du cisaillement devient négligeable pour des longs faisceaux de NTC de petits diamètres [SAL 99]. Le cisaillement à l'intérieur d'un faisceau de NTC traduit la faculté que les NTC ont à glisser les uns sur les autres.

### Définition du moment quadratique

Le moment quadratique est une grandeur qui caractérise la géométrie d'une section et se définit par rapport à un axe ou un point. Il est indispensable pour calculer la résistance à la déformation de la section. En effet, la résistance d'une section sollicitée selon un axe donné varie avec son moment quadratique par rapport à cet axe.

Le moment quadratique de la section du faisceau dépend de la résistance à la déformation des sections de tous les NTC. Ce moment est d'autant plus faible que le cisaillement est important.

### Comportement en flexion d'un faisceau de NTC

Dans un faisceau dense de nanotubes de carbone, les nanotubes sont collés entre eux par les forces de Van der Waals que nous appelons forces intertubes. Lorsqu'on soumet le faisceau à un moment de flexion, les NTC à l'intérieur du faisceau subissent des contraintes.

Nous faisons l'hypothèse que les NTC ainsi que le faisceau de NTC obéissent à la loi de Hooke. Donc la contrainte  $\sigma_x$  normale appliquée à la surface de la section d'un nanotube est

liée à son rayon de courbure par la relation  $\sigma_x = -\frac{E}{\rho} \cdot y$ ,  $E$  étant le module de Young du NTC,  $\rho$  le rayon de courbure du NTC et  $y$  la distance qui sépare le NTC de l'axe par rapport auquel la section du NTC doit tourner (voir Figure 2.31).

Lorsque le faisceau est soumis à un moment de flexion, un certain rayon de courbure est imposé à l'axe longitudinal du milieu du faisceau. L'axe longitudinal ainsi que l'axe neutre de la section du faisceau ne subissent aucune contrainte. Nous pouvons distinguer plusieurs situations concernant les rayons de courbure des différents NTC à l'intérieur du faisceau.

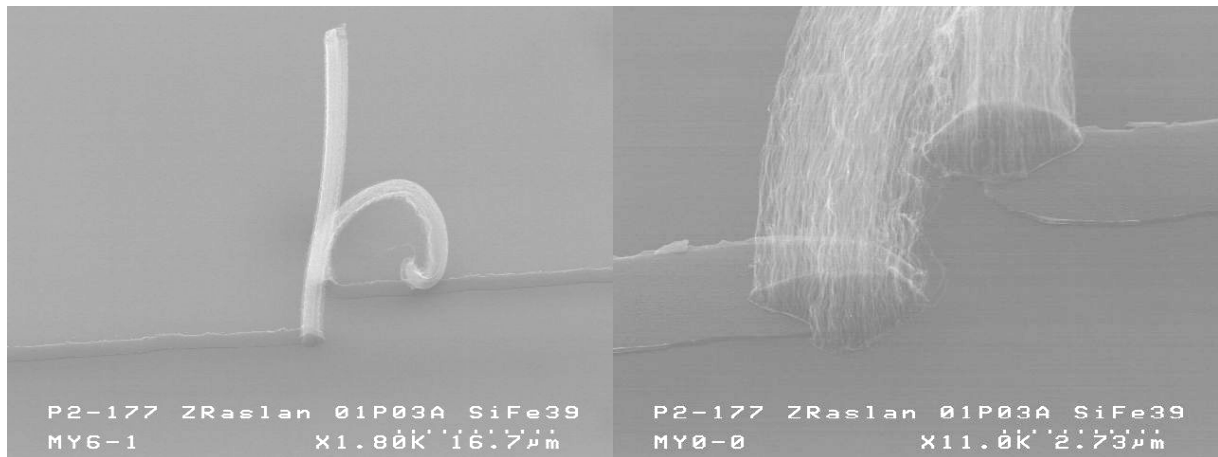
Un NTC, situé à une distance  $y$  de l'axe neutre de la section du faisceau, peut posséder le même rayon de courbure que l'axe longitudinal du faisceau si la contrainte correspondante à ce rayon  $\sigma_x = -\frac{E}{\rho} \cdot y$  peut être supportée par les liaisons intertubes. Dans ce cas, elle peut être transmise au NTC sans qu'il y ait glissement entre les NTC. Dans ce cas le cisaillement est négligeable. Les sections des NTC tournent toutes autour de l'axe neutre du faisceau (voir Figure 2.31). Le moment quadratique de la section du faisceau est donc égal à la somme des moments quadratiques des NTC. Chaque moment quadratique d'un NTC est calculé par le théorème de Huygens par rapport à l'axe neutre du faisceau.

Par contre lorsque le rayon de courbure de l'axe neutre du faisceau conduit à des contraintes imposées aux NTC supérieures aux forces intertubes, ces contraintes sont soulagées par un glissement entre les NTC. Les contraintes finalement transmises correspondent à des rayons de courbure plus grands. Les sections des NTC ne tournent pas autour de l'axe neutre du faisceau. Ils pourraient tourner autour de leurs propres axes s'ils étaient indépendants les uns des autres. Mais dans ce cas, ils tournent plutôt autour des axes plus proches de leurs sections que l'axe neutre de la section du faisceau. En effet, il est très difficile de situer ces axes mais

nous pouvons dire que le moment quadratique total est inférieur à celui du cas de NTC non glissants.

Il serait intéressant de noter que dans le cas d'une force électrostatique qui s'exerce sur la paroi du faisceau, des NTC peuvent être arrachés si le faisceau résiste à la flexion et que la force appliquée aux NTC de la paroi est supérieure à la force d'adhésion intertubes.

Dans notre cas, le faisceau de NTC se comporte mécaniquement comme une unité cohésive. Compte tenu du rapport de forme de nos faisceaux, nous allons considérer que le cisaillement est négligeable. En effet, d'après les observations au MEB des NTC synthétisés au LITEN par CVD à partir d'un catalyseur en fer (voir Figure 2.32) nous avons constaté que les faisceaux de nanotubes courbés ont leurs sections qui tournent autour de son propre axe. Compte tenu de la forme en zig-zag des NTC, le calcul de moment quadratique considéré est approximatif mais demeure plus réaliste que le calcul du moment quadratique d'une section pleine. Nous avons donc calculé suivant cette hypothèse le moment quadratique de la section d'un faisceau cylindrique et rectangulaire.



**Figure 2.32 : Photos MEB de faisceau de nanotubes courbé, à droite grossissement de la photo de gauche, les nanotubes de la paroi extérieure sont dépliés tandis ce que ceux de la paroi intérieure sont pliés et en forme de zig-zag**

### **Calcul du moment quadratique de la section du faisceau :**

Considérons une section  $A_t$  d'un NTC dont le barycentre passe par un axe  $\Delta$  parallèle à un axe de référence  $\Delta'$ . Les deux axes sont séparés d'une distance  $d$ . (voir Figure 2.33) Le moment quadratique de cette section par rapport à l'axe  $\Delta'$  est donné par le théorème de Huygens :

$$I_{\Delta'} = I_{\Delta} + A_t \cdot d^2 \quad \text{Équation 2.42}$$

La démonstration du théorème de Huygens est présentée en Annexe 2.

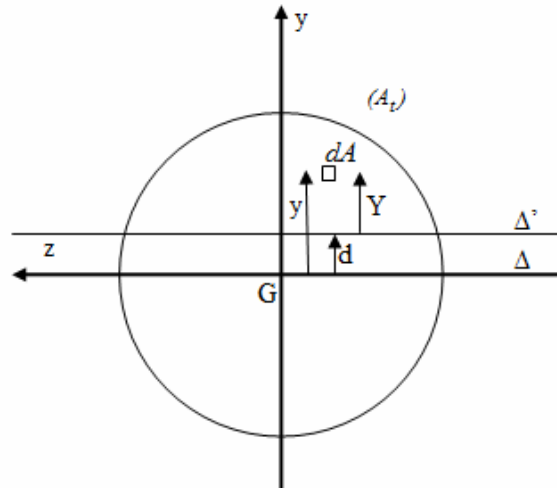


Figure 2.33 : Schéma en coupe de la section d'un NTC

Le moment quadratique d'une section circulaire pleine d'un NTC de rayon  $R_t$  par rapport à l'axe  $\Delta$  s'exprime par la relation suivante, son calcul est présenté en Annexe 2 :

$$I_{\Delta} = \frac{\pi R_t^4}{4} \quad \text{Équation 2.43}$$

Nous avons calculé le moment quadratique total de la section du faisceau par rapport à l'axe neutre  $\Delta'$  du faisceau en supposant une répartition uniforme des NTC dans le faisceau (voir Figure 2.34 et Figure 2.35).

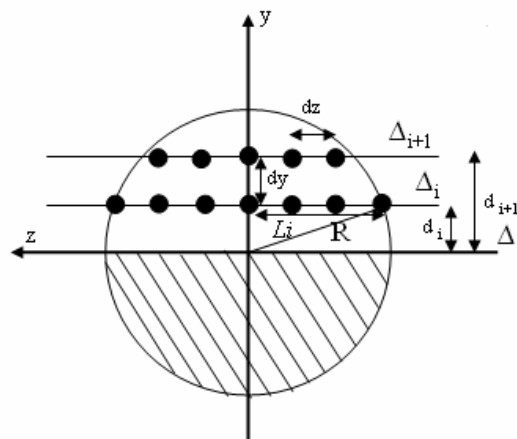


Figure 2.34 : Schéma en coupe d'une section d'un faisceau de NTC, calcul sur la moitié de la section (symétrie par rapport aux 2 axes), répartition supposée uniforme des nanotubes à l'intérieur du faisceau.  $R$  étant le rayon du faisceau

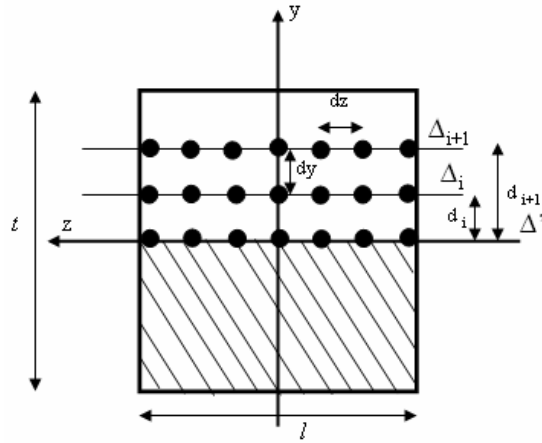


Figure 2.35: Schéma en coupe d'une section d'un faisceau de NTC, calcul sur la moitié de la section (symétrie par rapport aux 2 axes), répartition supposée uniforme des nanotubes à l'intérieur du faisceau.  $t$  est l'épaisseur de la section et  $l$  sa largeur.

Le moment quadratique total calculé pour la section du faisceau est donnée par :

$$I_{\Delta'_{tot}} = p_0 I_{\Delta} + \sum_{i=1}^k 2p_i I_{\Delta'}(i) \quad \text{Équation 2.44}$$

Cette formule est valable dans le cas des sections circulaires et rectangulaires.  $p_0$  est le nombre de sections de NTC ayant pour axe  $\Delta'$  l'axe de la section du faisceau. Pour obtenir l'expression précédente nous avons tout d'abord calculé pour un  $i$  donné la contribution des moments quadratiques des  $p_i$  sections de NTC d'une même rangée d'axe  $\Delta_i$  distant de  $d_i$  de l'axe  $\Delta'$  de la section du faisceau. Ensuite nous avons additionné les moments quadratiques de toutes les rangées d'indice  $i$  pour  $i$  allant de 1 à  $k$ .  $k$  est le nombre de rangées présentes dans la demi-section du faisceau. Le facteur 2 résulte de l'axe de symétrie considéré.

$I_{\Delta'}(i)$  est le moment quadratique de la section d'un NTC, de rayon  $R_t$  et d'axe  $\Delta_i$  par rapport à l'axe  $\Delta'$  de la section du faisceau, il est donné par l'expression suivante (théorème de Huygens) :

$$I_{\Delta'}(i) = \frac{\pi R_t^4}{4} + d_i^2 \pi R_t^2 \quad \text{Équation 2.45}$$

avec  $d_i = i\Delta y$ ,  $\Delta y$  étant le pas du réseau de NTC,  $\Delta z = \Delta y = \frac{1}{\sqrt{n}}$  avec  $n$  étant la densité surfacique des NTC.

**Cas d'une section rectangulaire (voir Figure 2.35)**

Le nombre de sections de NTC le long de  $l$  pour cette section est constant pour toutes les rangées de NTC distances de  $d_i$  par rapport à l'axe  $\Delta'$  de la section rectangulaire. Ce nombre est donné par  $p_0 = p_i = \frac{l}{\Delta z} = l\sqrt{n}$ . Le nombre de rangées présentes dans la demi-section du



faisceau  $k = \frac{t}{2\Delta y}$ . En substituant  $I_{\Delta} = \frac{\pi R_t^4}{4}$  et  $I_{\Delta}(i) = \frac{\pi R_t^4}{4} + d_i^2 \pi R_t^2$  par leurs expressions

dans l'équation du moment quadratique totale  $I_{\Delta'tot} = p_0 I_{\Delta} + \sum_{i=1}^k 2p_i I_{\Delta}(i)$  on obtient :

$$I_{\Delta'tot} = p_0 \frac{\pi R_t^4}{4} + 2p_0 \sum_{i=1}^k \left( \frac{\pi R_t^4}{4} + d_i^2 A_t \right) = p_0 \frac{\pi R_t^4}{4} + 2p_0 k \frac{\pi R_t^4}{4} + 2p_0 A_t \sum_{i=1}^k d_i^2 \quad \text{Équation 2.46}$$

En substituant  $k = \frac{t}{2\Delta y}$ ,  $p_0 = p_i = \frac{l}{\Delta z} = l\sqrt{n}$  et  $d_i = i\Delta y$  par leurs expressions on obtient :

$$I_{\Delta'tot} = l\sqrt{n} \frac{\pi R_t^4}{4} + 2l\sqrt{n} \frac{t\sqrt{n}}{2} \frac{\pi R_t^4}{4} + 2l\sqrt{n} A_t \Delta y^2 \sum_{i=1}^k i^2 \quad \text{Équation 2.47}$$

$\sum_{i=1}^k i^2$  est la forme connue de la série de Gauss. Elle s'exprime par :

$$\sum_{i=1}^k i^2 = \frac{k(k+1)(2k+1)}{6} = \frac{1}{24} t\sqrt{n} (t^2 n + 3t\sqrt{n} + 2)$$

En remplaçant cette expression dans l'équation du moment quadratique, nous obtenons l'expression analytique suivante:

$$I_{\Delta'tot} = A_t \left( \frac{l\sqrt{n} R_t^2}{4} + \frac{lt n R_t^2}{4} + \frac{2l}{\sqrt{n}} \left( \frac{1}{24} t\sqrt{n} (t^2 n + 3t\sqrt{n} + 2) \right) \right) = A_t \left( (l\sqrt{n} + ltn) \frac{R_t^2}{4} + \frac{lt}{12} (t^2 n + 3t\sqrt{n} + 2) \right)$$

**Équation 2.48**

**Dans le cas où  $R_t \leq \frac{t}{10}$  notre calcul aboutit à une expression analytique simplifiée.** Cette expression finale du moment quadratique d'une section rectangulaire de densité de NTC,  $n$ , de côtés  $l$  et  $t$  est donnée par :

$$I_{\Delta'tot} = A_t A_r \left( \frac{t^2 n}{12} + \frac{t\sqrt{n}}{4} + \frac{1}{6} \right) \quad \text{Équation 2.49}$$

$A_r = lt$  est la surface de la section du faisceau de NTC.

Pour  $n \gg \frac{1}{t^2}$  le moment quadratique peut encore être simplifiée par :

$$I_{\Delta'tot} = A_t A_r \frac{t^2 n}{12} \cong an \quad \text{Équation 2.50}$$

$$\text{avec } a = \frac{A_r A_r}{12} t^2.$$

**Cas d'une section circulaire du faisceau (voir Figure 2.34):**

$p_i$  est le nombre de nanotubes passant par l'axe  $\Delta_i$  le long de la corde  $2L_i$  et donc:

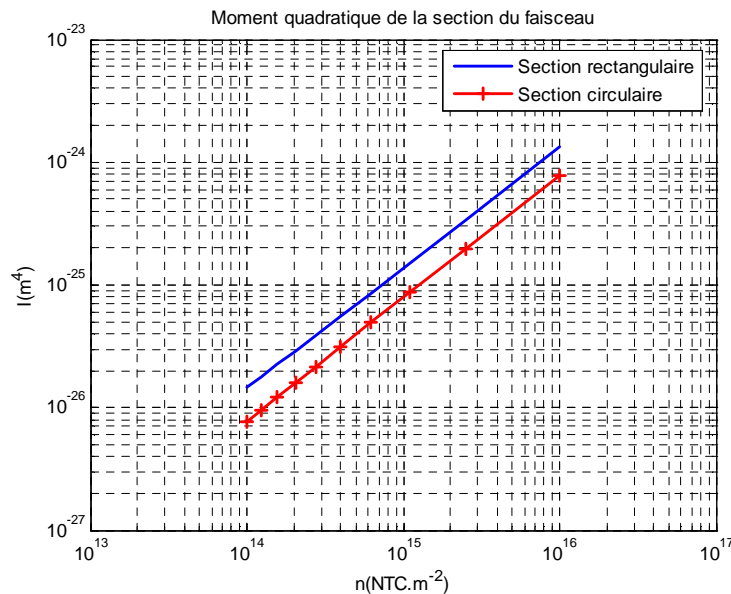
$$p_i = \frac{2L_i}{\Delta z} = 2L_i \sqrt{n} \text{ et } L_i = \sqrt{R^2 - d_i^2}$$

Le nombre  $k$  correspond au nombre de rangées de NTC distantes de  $d_i$  de l'axe  $\Delta'$  et présentes dans le demi-cercle, avec  $i$  allant de 1 à  $k$ ,  $k = \frac{R}{\Delta y}$  et  $p_0 = \frac{2R}{\Delta z} = 2R\sqrt{n}$ .

$$I_{\Delta'_{tot}} = p_0 I_{\Delta} + \sum_{i=1}^k 2p_i I_{\Delta'}(i) = 2R\sqrt{n} \frac{\pi R_t^4}{4} + \sum_{i=1}^k 4\sqrt{n} \sqrt{R^2 - d_i^2} \left( \frac{\pi R_t^4}{4} + d_i^2 \pi R_t^2 \right) \quad \text{Équation 2.51}$$

Le moment quadratique d'une section circulaire sera calculé numériquement, nous n'avons pas trouvé une formule analytique qui simplifie l'équation précédente.

La Figure 2.36 présente la courbe du moment quadratique de la section d'un faisceau de NTC en fonction de la densité. Le calcul a été réalisé pour une section carrée d'une surface de  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$  et une section circulaire de  $1.5 \mu\text{m}$  de rayon. Le rayon du NTC considéré est de  $2.5 \text{nm}$ . **Nous pouvons constater que la courbe du moment quadratique est linéaire en fonction de la densité pour les deux sections rectangulaire et circulaire.** Pour une section rectangulaire le calcul analytique a permis d'anticiper ce résultat. Le moment quadratique peut s'écrire par  $I_r = a.n$  avec  $a$  la pente de la courbe du moment quadratique en fonction de la densité  $n$  pour des dimensions bien définies de la section du faisceau.



**Figure 2.36 : Tracé du moment quadratique d'une section rectangulaire ( $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ ) et d'une section circulaire de  $R = 3 \mu\text{m}$  d'un faisceau en fonction de la densité des NTC de rayon  $R_t = 2.5 \text{nm}$**

**Le module de flexion final d'un faisceau cylindrique ou rectangulaire peut s'écrire sous la forme :**

$$E_r I_r = a \cdot E_t A_t n^2 \quad \text{Équation 2.52}$$

Pour une section rectangulaire  $a = \frac{A_t A_r}{12} t^2$ , le module de flexion du faisceau devient alors :

$$E_r I_r = n^2 A_t^2 \frac{A_r t^2}{12} E_t \quad \text{Équation 2.53}$$

**Il est donc possible de faire varier de différentes façons le module de flexion du faisceau :**

- **soit en faisant varier les paramètres du procédé de croissance pour modifier le paramètre  $n$  tout en conservant les mêmes dimensions de dispositifs**
- **soit en modifiant les dimensions  $A_r$  du faisceau. Ceci nécessite de fabriquer un nouveau jeu de masques pour la réalisation de dispositifs.**

**Le module de Young  $E_t$  est lié aux propriétés intrinsèques du nanotube, il est le même pour tous les nanotubes synthétisés par le même mode de croissance. Pour le modifier il faut développer un nouveau mode de croissance qui donnera lieu à un autre type de NTC.  $A_t$  dépend de l'épaisseur du film de catalyseur utilisé pour la croissance de NTC, la tendance générale est que lorsque l'épaisseur du film augmente  $A_t$  augmente et la densité  $n$  diminue. Cependant, les épaisseurs du film de catalyseur, permettant d'activer le mode de croissance, sont situées dans un intervalle très étroit offrant pratiquement peu de possibilités pour contrôler  $A_t$ .**

### 2.5.2 Commutateurs à base de faisceaux de nanotubes : calcul de la tension pull-in

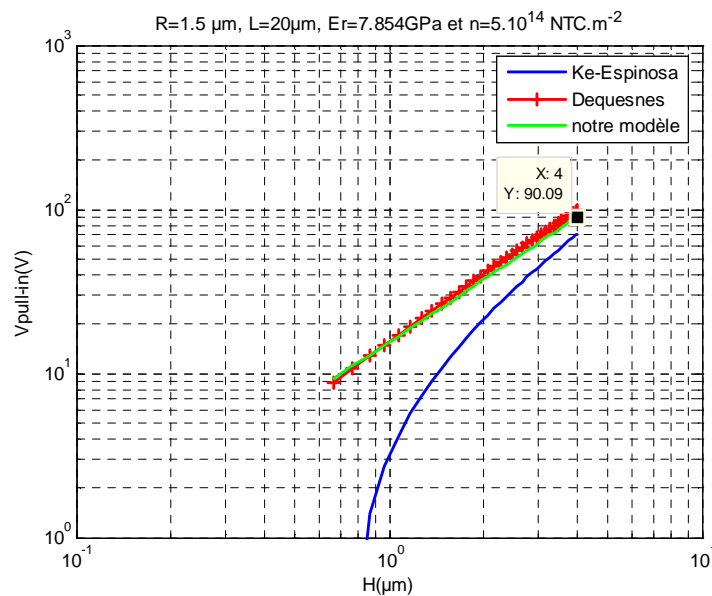
La tension de pull-in dans le cas des trois modèles que nous allons utiliser (Ke et al., Dequesnes et al. et notre modèle) est proportionnelle à  $\sqrt{E_r I_r}$ . Comme le module de flexion peut s'écrire sous la forme  $E_r I_r = a \cdot E_t A_t n^2$ , la tension de pull-in est donc proportionnelle à  $n$  la densité des NTC. Par conséquent, il ne serait pas intéressant de calculer la tension de pull-in en fonction de ce paramètre, nous allons par la suite calculer cette tension pour une densité  $n$  de  $5 \cdot 10^{14}$  NTC/m<sup>2</sup>. En effet celle-ci a été choisie parmi les densités pouvant être obtenues par les procédés de croissance développés au LCRE du CEA LITEN et qui varient de  $5 \cdot 10^{14}$  à  $10^{16}$  NTC/m<sup>2</sup>. De même la tension de pull-in est proportionnelle à  $\sqrt{E_t}$ . Les NTC que nous allons utiliser sont synthétisés par le même mode de croissance et possèdent en moyenne tous le même module de Young.  $E_t$  est donc supposé égal à 0.8 TPa, ce qui donne un module de Young effectif du faisceau de 7.85 GPa. Le diamètre moyen mesuré des NTC est de 5nm.

#### **Cas d'un faisceau cylindrique :**

Nous avons fait le choix d'un rayon de faisceau de 1.5µm pour pouvoir réduire la tension de pull-in, ce diamètre est réalisable par les procédés de lithographie optique de localisation des

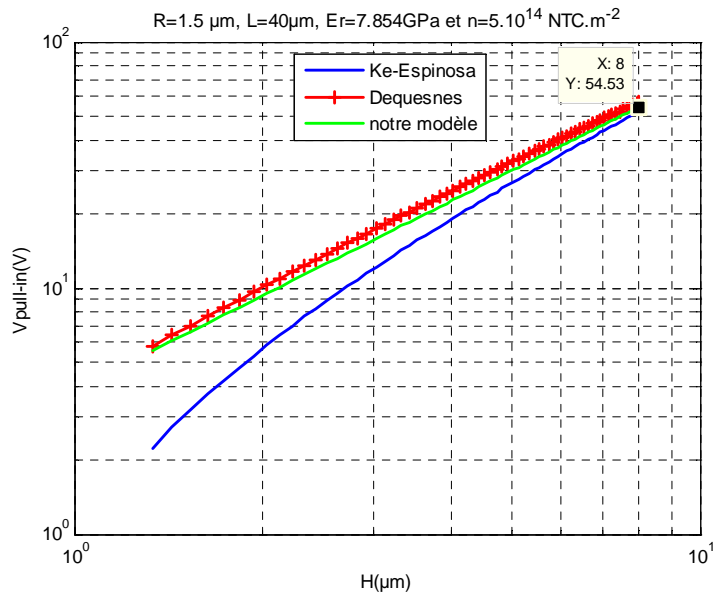
plots de catalyseur. La longueur du faisceau et sa densité sont définies par le procédé de croissance des NTC. Les longueurs de NTC que l'on peut réaliser sont de  $20\mu\text{m}$ ,  $40\mu\text{m}$  et  $70\mu\text{m}$ . **Nous allons calculer la tension de pull-in d'un commutateur faisceau-plan de masse en fonction du gap  $H$  pour les trois longueurs.** Le gap  $H$  est considéré compris entre  $L/30$  et  $L/5$  pour respecter l'hypothèse de faible déformation. **Nous rappelons que les tensions de pull-in pour une pince sont obtenues en multipliant par 2 les tensions de pull-in du commutateur faisceau-plan de masse, le gap de la pince est égale à deux fois le gap du commutateur faisceau-plan de masse.**

Les tensions calculées selon notre modèle pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=20\mu\text{m}$  (voir Figure 2.37) sont comprises entre  $9.2\text{V}$  pour un gap de  $666\text{nm}$  et  $90\text{V}$  pour un gap de  $4\mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre  $18.4\text{V}$  pour un gap de  $1.3\mu\text{m}$  et  $180\text{V}$  pour un gap de  $8\mu\text{m}$ .



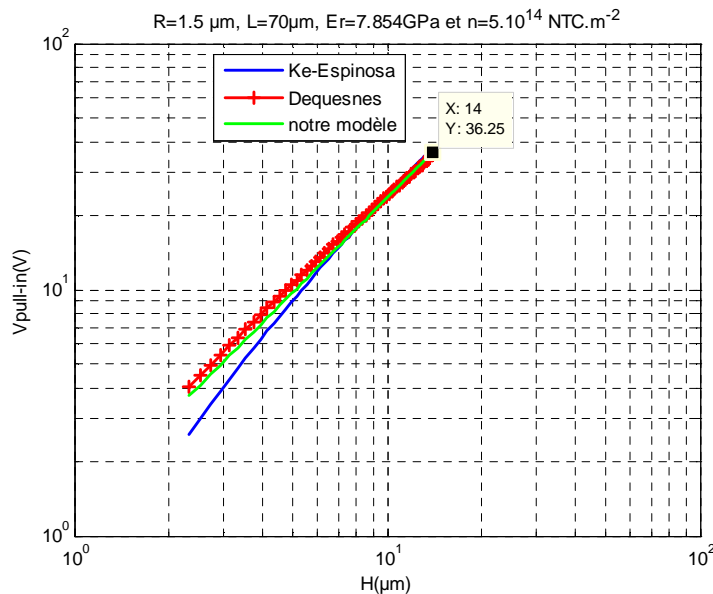
**Figure 2.37 : Variation de  $V_{\text{pull-in}}$  en fonction du gap  $H$  d'un commutateur faisceau-plan de masse. Trois modèles sont représentés. Selon notre modèle  $V_{\text{pull-in}}$  est comprise entre  $9.2 \text{V}$  pour un gap de  $666\text{nm}$  et  $90\text{V}$  pour un gap de  $4\mu\text{m}$ .  $L=20\mu\text{m}$ ,  $R=1.5\mu\text{m}$ ,  $n=5.10^{14} \text{NTC.m}^{-2}$**

Les tensions calculées selon notre modèle pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=40\mu\text{m}$  (voir Figure 2.38) sont comprises entre  $5.6\text{V}$  pour un gap de  $1.33\mu\text{m}$  et  $54.5\text{V}$  pour un gap de  $8\mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre  $11.2\text{V}$  pour un gap de  $2.6\mu\text{m}$  et  $109\text{V}$  pour un gap de  $16\mu\text{m}$ .



**Figure 2.38 :** Variation de  $V_{\text{pull-in}}$  en fonction du gap  $H$  d'un commutateur faisceau-plan de masse. Trois modèles sont représentés. Selon notre modèle  $V_{\text{pull-in}}$  est comprise entre 5.6 V pour un gap de 1.33  $\mu\text{m}$  et 54.5V pour un gap de 8  $\mu\text{m}$ .  $L=40\mu\text{m}$ ,  $R=1.5\mu\text{m}$ ,  $n=5.10^{14}\text{NTC.m}^{-2}$

Les tensions calculées selon notre modèle pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=70\mu\text{m}$  (voir Figure 2.39) sont comprises entre 3.7V pour un gap de 2.33  $\mu\text{m}$  et 36.25V pour un gap de 14  $\mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre 7.4V pour un gap de 4.6  $\mu\text{m}$  et 72.5V pour un gap de 28  $\mu\text{m}$ .



**Figure 2.39 :** Variation de  $V_{\text{pull-in}}$  en fonction du gap  $H$  d'un commutateur faisceau-plan de masse. Trois modèles sont représentés. Selon notre modèle  $V_{\text{pull-in}}$  est comprise entre 3.7 V pour un gap de 2.33  $\mu\text{m}$  et 36.25V pour un gap de 14  $\mu\text{m}$ .  $L=70\mu\text{m}$ ,  $R=1.5\mu\text{m}$ ,  $n=5.10^{14}\text{NTC.m}^{-2}$

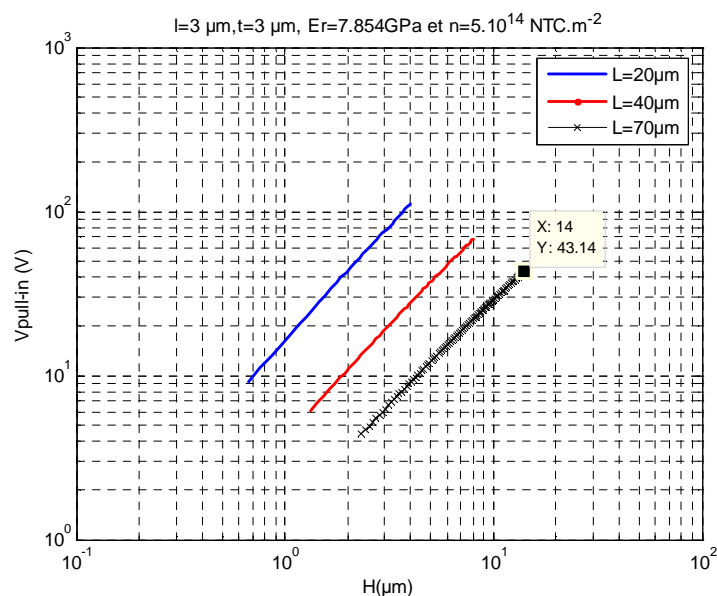
Nous avons montré précédemment que pour les rapports de forme inférieurs à 20 le modèle de Ke et al. n'est plus valable.

**Analyse :**

Nous pouvons constater d'après les valeurs de tensions de pull-in calculées qu'il serait possible de réaliser des pinces avec les NTC que l'on sait synthétiser tout en respectant le cahier de charges fixé précédemment. En effet les gaps nécessaires au bon fonctionnement de la pince sont de l'ordre de quelques microns et sont réalisables par les procédés de lithographie optique. De même la localisation du plot de catalyseur de  $1.5\ \mu\text{m}$  de rayon pour la croissance de faisceau de NTC est faisable par le même procédé technologique.

#### Cas d'un faisceau à section rectangulaire :

Nous avons considéré toutes les conditions et les hypothèses valables dans ce cas et évoquées dans le cas de faisceau cylindrique. Le faisceau a une section de surface de  $3 \times 3\ \mu\text{m}^2$  et possède les mêmes caractéristiques que celles du faisceau cylindrique. Nous allons effectuer le calcul de tensions de pull-in pour les mêmes longueurs de faisceau utilisées précédemment  $20\ \mu\text{m}$ ,  $40\ \mu\text{m}$  et  $70\ \mu\text{m}$  (voir Figure 2.40). L'expression de  $V_{\text{pull-in}}$  proposée par Dequesnes et al. pour une poutre rectangulaire et que nous avons présentée dans le **Tableau 2** sera utilisée pour ce calcul.



**Figure 2.40 :** Variation de  $V_{\text{pull-in}}$  en fonction du gap  $H$  d'un commutateur faisceau-plan de masse.  $V_{\text{pull-in}}$  calculées par le modèle de Dequesnes et al., Section du faisceau =  $3 \times 3\ \mu\text{m}^2$ ,  $R=1.5\ \mu\text{m}$ ,  $n=5.10^{14}\ \text{NTC.m}^{-2}$

Les tensions calculées pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=20\ \mu\text{m}$  et une section de  $3 \times 3\ \mu\text{m}^2$  sont comprises entre 9V pour un gap de  $666\ \text{nm}$  et 111V pour un gap de  $4\ \mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre 18V pour un gap de  $2.6\ \mu\text{m}$  et 222V pour un gap de  $8\ \mu\text{m}$ .

Les tensions calculées pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=40\ \mu\text{m}$  et une section de  $3 \times 3\ \mu\text{m}^2$  sont comprises entre 6.15V pour un gap de  $1.3\ \mu\text{m}$  et 67.5V pour un gap de  $8\ \mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre 12.3V pour un gap de  $2.6\ \mu\text{m}$  et 135V pour un gap de  $16\ \mu\text{m}$ .

Les tensions calculées pour un commutateur faisceau-plan de masse pour une longueur du faisceau  $L=70\mu\text{m}$  et une section de  $3\times 3\mu\text{m}^2$  sont comprises entre 4.4V pour un gap de  $2.3\mu\text{m}$  et 43V pour un gap de  $14\mu\text{m}$ . Pour une pince les tensions de pull-in sont comprises entre 8.8V pour un gap de  $4.6\mu\text{m}$  et 86V pour un gap de  $28\mu\text{m}$ .

Une conséquence évidente de l'augmentation de la longueur est la diminution de la tension de pull-in. Cette réduction de la tension de pull-in est possible même si le gap initial augmente. Pour une même longueur il est important de réduire le gap pour accéder à des tensions de pull-in raisonnables. Le Tableau 4 résume les tensions de pull-in calculées précédemment pour les pinces à base de faisceaux cylindrique et à section rectangulaire :

$n=5.10^{14} \text{ NTC.m}^{-2}$	$L=20\mu\text{m}$		$L=40\mu\text{m}$		$L=70\mu\text{m}$	
Gap $H$ ( $\mu\text{m}$ )	1.3	8	2.6	16	4.6	28
$V_{\text{pull-in}}$ pince à faisceau cylindrique (V), $R=1.5\mu\text{m}$	18.4	180	11	108	7.4	72
$V_{\text{pull-in}}$ (V) pince à faisceau de section carrée= $3\times 3\mu\text{m}^2$	18	222	12.6	135	8.8	86

*Tableau 4 : Tensions de pull-in calculées pour des pinces à base de faisceaux de NTC de section circulaire de  $1.5\mu\text{m}$  de rayon et carrée de  $3\times 3\mu\text{m}^2$  pour une densité de  $5.10^{14} \text{ NTC.m}^{-2}$  pour des différents longueurs et gaps*

#### Conclusion :

Ce tableau présente les caractéristiques attendues de pinces électromécaniques à base de faisceaux de nanotubes. Pour les faisceaux de  $20\mu\text{m}$  de longueur et de rapport de forme de 6.6 il faut réaliser un gap d'environ  $1\mu\text{m}$  pour que les tensions de pull-in restent inférieures à 20V. En effet pour un gap de  $3\mu\text{m}$  la tension de pull-in passe à 60V dans le cas d'un faisceau à section carrée. Lorsque la longueur du faisceau augmente la variation de la tension de pull-in en fonction du gap  $H$  devient plus faible. Pour les plus longs faisceaux de  $70\mu\text{m}$  la contrainte sur le gap est relaxée, un gap allant jusqu'à  $8\mu\text{m}$  permet toujours d'obtenir des tensions de pull-in inférieures à 20V. Les procédés de lithographie optique possèdent une résolution maximale de  $1\mu\text{m}$  permettant de réaliser des gaps de  $1\mu\text{m}$ .

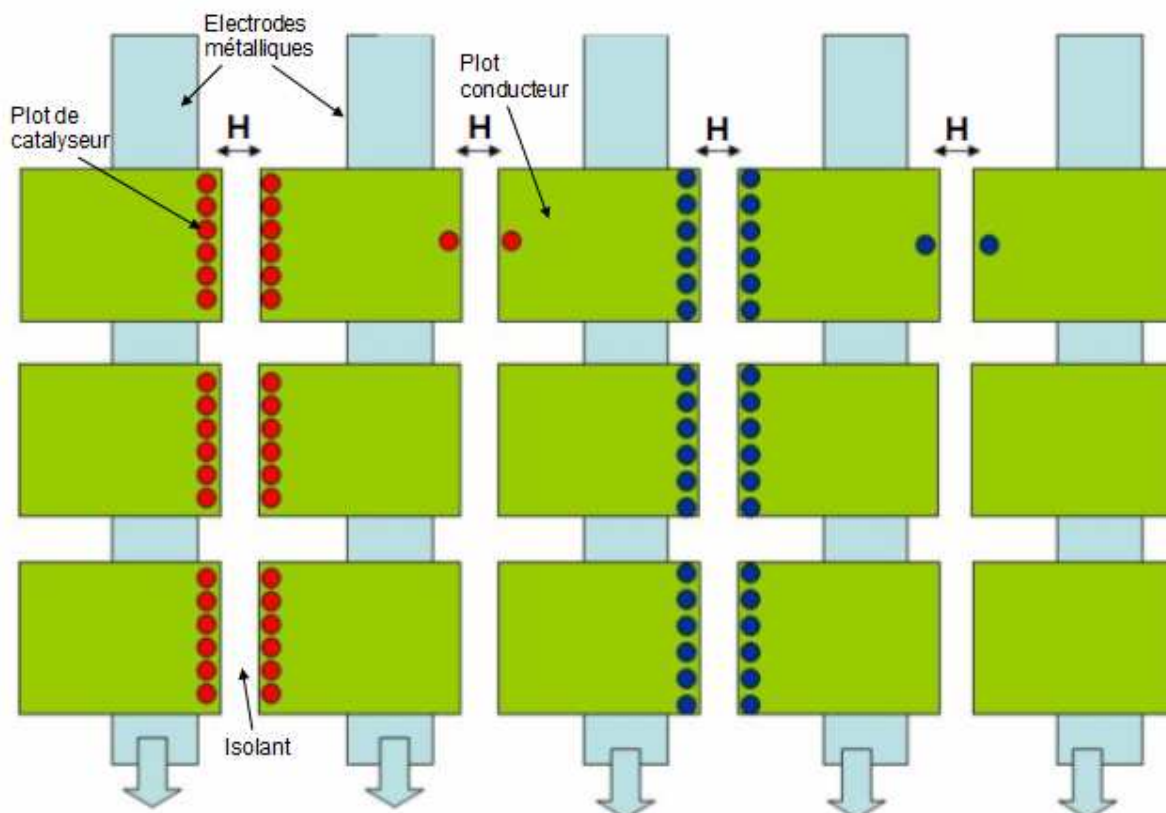
De plus pour contrôler la tension de pull-in nous avons vu précédemment qu'il est possible de faire varier le module de flexion du faisceau en agissant sur la densité  $n$  des NTC, sur la taille de la section du NTC  $A_t$  ou sur les dimensions de la section du faisceau. La densité  $n$  peut être contrôlée en ajustant les paramètres du procédé de croissance.  $n$  et  $A_t$  sont liés et dépendent de l'épaisseur du film déposé de catalyseur, en général lorsque  $n$  augmente  $A_t$  diminue, cela sera discuté dans le chapitre suivant. Cependant notre marge de manœuvre de l'épaisseur du film de catalyseur est très réduite. Les dimensions de la section du faisceau sont définies à l'avance, leurs modifications nécessitent de fabriquer de nouveaux masques pour la réalisation technologique par procédé de lithographie optique ce qui est très pénalisant en termes de coût et de délais. La taille de la section du faisceau que nous avons choisie est pratiquement la plus petite réalisable par le procédé de lithographie optique et donc ne peut pas être réduite pour diminuer le module de flexion du faisceau.

## 2.6 Définition des structures à réaliser

Nous avons à notre disposition un appareil de photolithographie d'une résolution de  $1\mu\text{m}$ , facile d'accès, nous permettant de réaliser nous même nos dispositifs avant croissance de nanotubes de carbone. La lithographie électronique de haute résolution inférieure à  $10\text{ nm}$  est adaptée à la réalisation de croissances individuelles, elle sera utilisée par nos partenaires dans la réalisation de certains dispositifs que nous avons définis dans le cadre du projet européen NanoRF.

### 2.6.1 Nanopince à base de nanofibres de carbone par lithographie électronique

Les premières structures de type nanopince à croissance individuelle de nanofibres de carbone (voir Figure 2.41) ont été définies en collaboration avec le département d'intégration hétérogène sur silicium DIHS du LETI et le LITEN en synergie avec le projet européen NanoRF. Parmi les étapes technologiques, la lithographie électronique a été utilisée pour localiser les plots de catalyseur. Les motifs définis comportent des lignes parallèles qui constituent les électrodes, sur ces électrodes se trouvent des plots métalliques espacés selon les motifs d'un gap de largeur de  $250\text{ nm}$  à  $1.5\mu\text{m}$ . Les motifs sont définis à partir de masques existants destinés à d'autres applications. Nous avons défini des plots de catalyseur de  $50\text{ nm}$  de diamètre espacés d'un gap  $H$  d'environ  $300\text{ nm}$  (voir Figure 2.41) afin de faire croître des nanofibres qui formeront des nanopinces. La localisation des plots de catalyseur n'a finalement pas pu aboutir. En effet des problèmes d'alignement du faisceau d'électrons sur les plots lors de l'étape de lithographie électronique ont été rencontrés. La mise au point de telle technique semble être très difficile et peu reproductible. De ce fait les commutateurs à base de nanofibres ne seront plus abordés par la suite.





*Figure 2.41 : Nanocommutateurs à base de nanofibres de carbone individuelles définis sur des masques existants destinés à d'autres applications*

## 2.6.2 Pince à base de faisceau localisés de nanotubes par photolithographie

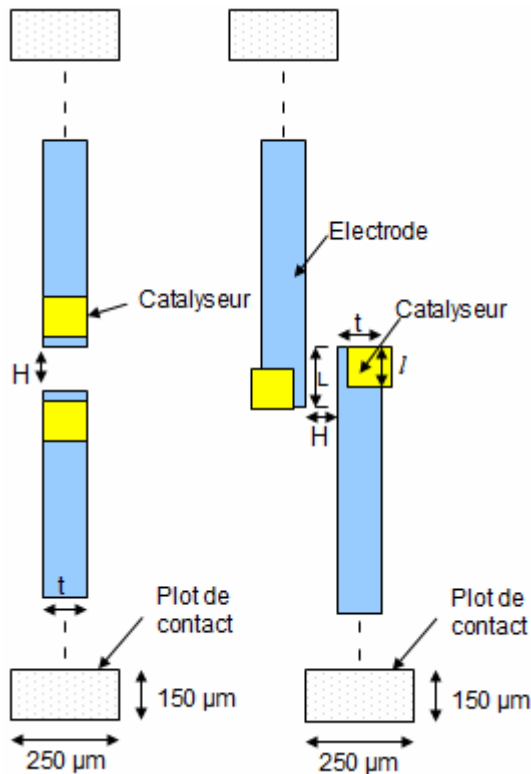
Nous avons défini et réalisé par procédé de lithographie optique des dispositifs permettant d'exploiter les tapis de nanotubes obtenus par CVD avec catalyseur en fer.

Pour réaliser des dispositifs communs aux différents types de croissance, nous allons définir plusieurs motifs avec des gaps variables de  $0.5 \mu\text{m}$  à  $50 \mu\text{m}$ . La résolution de l'équipement de photolithographie utilisé est d'environ  $1\mu\text{m}$ .

**Nous avons défini deux types de structures (voir Figure 2.42)**

La première est constituée de deux électrodes en vis-à-vis, isolées électriquement par un gap  $H$  qui varie de  $0.5 \mu\text{m}$  à  $50 \mu\text{m}$ . Un intervalle assez large a été choisi puisque la définition des masques a eu lieu avant d'avoir pu affiner le résultat des calculs de modélisation. La largeur choisie des électrodes est de  $t = 3\mu\text{m}$ , elle permet de réduire au maximum la capacité formée par les deux électrodes. Le plot de catalyseur déposé en bout de ligne a une surface fixe de  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ .

La deuxième structure a été conçue dans le but de s'affranchir de la résolution de la photolithographie pour arriver à un gap entre électrodes en dessous du micron. Les plots de catalyseur en bout de ligne ont aussi une surface de  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ . La zone en regard de longueur  $L$  entre les plots de catalyseur varie de  $0$  à  $6 \mu\text{m}$ . Le gap  $H$  qui sépare les électrodes varie de  $0$  à  $50 \mu\text{m}$ . Exceptionnellement, nous avons prévu deux motifs avec des plots de catalyseur de  $3 \times 50 \mu\text{m}^2$  dont le but est d'obtenir une plus grande quantité de nanotubes afin de réduire la résistance électrique globale de contact entre les NTC. L'équipement de lithographie induit une erreur classique d'alignement entre les différents niveaux d'environ  $1\mu\text{m}$ . Pour éviter cette erreur, nous avons décalé les plots de catalyseur de  $1\mu\text{m}$  de chaque côté, les plots de catalyseur se retrouvent espacés de  $H + 2\mu\text{m}$ . Dans ce cas nous pourrions tolérer une erreur d'alignement de  $1\mu\text{m}$  sans qu'aucun plot de catalyseur ne soit localisé sur l'isolant entre les deux électrodes.



*Figure 2.42 : Dispositifs conçus pour la réalisation de pinces à base de faisceau de nanotubes localisés. Ces dispositifs sont constitués d'électrodes métalliques, à l'extrémité de chaque électrode un plot carré de catalyseur est défini, il correspond à la zone de croissance du faisceau de NTC*

L'assemblage complet de la puce est présenté en Annexe 3, elle rassemble 63 dispositifs ou commutateurs.

## 2.7 Conclusion

En conclusion plusieurs modèles électromécaniques d'actionnement électrostatique de poutres encastree-libre ont été analysés. Sur la base de cette étude nous avons proposé un modèle qui améliore les modèles existants et permet d'approximer au mieux la tension de pull-in d'un commutateur électromécanique à base de nanotubes encastree-libres. Ce modèle unidimensionnel remplace la poutre rectangulaire par un nanotube, le nanotube est suspendu au dessus d'un plan de masse et se déplace parallèlement à ce dernier. Compte tenu des effets non-linéaires une meilleure précision dans le calcul ne peut être obtenue que par simulation numérique. Nous avons pour cela résolu numériquement l'équation d'équilibre du nanotube afin de calculer sa déformée et prédire sa tension de commutation. Ce calcul a été confronté à des résultats expérimentaux de la littérature et semble présenter une précision limitée à quelques pour cent.

Ensuite nous avons conçu des pinces électromécaniques à base de nanofibres de carbone et de faisceaux de NTC synthétisés par CVD. Pour ce dernier cas le comportement électromécanique de faisceaux de NTC a été étudié. Nous avons calculé son module de Young effectif en fonction de ses caractéristiques et son moment quadratique. Nous avons mis au point une formule analytique du calcul du moment quadratique d'une section rectangulaire d'un faisceau qui a abouti à une expression analytique du module de flexion du faisceau. Ainsi nous avons pu adapter les modèles électromécaniques afin de calculer les tensions de pull-in de pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC.

Nous avons montré que les pinces à base de faisceaux, du fait qu'elles soient formées par un matériau composite (NTC-air), nous offrent la possibilité de faire varier leur tension de pull-in en faisant varier la densité de nanotubes des faisceaux. En effet en contrôlant les paramètres de croissance de NTC la densité de NTC peut être modifiée, ceci présente un avantage, il ne serait donc pas nécessaire de modifier les dimensions des dispositifs déjà réalisés.

La réalisation de nanopinces à base de nanofibres nécessite l'utilisation d'une lithographie haute résolution tel que la lithographie électronique pour la réalisation de croissances individuelles et de dispositifs de dimensions submicroniques. Des difficultés de mise au point de ce procédé ont été rencontrées, nous avons donc été contraints d'abandonner leur réalisation. La réalisation de pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC est possible par procédé de lithographie optique. Nous avons défini deux types de structures de pinces à base de faisceaux de NTC de différentes dimensions. Leur réalisation sera présentée dans le chapitre suivant qui décrit la fabrication de pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC.

## 2.8 BIBLIOGRAPHIE

[AKI 01] S.Akita et Y. Nakayama, S. Mizooka, Y. Takano, T. Okawa, Y. Miyatake, S. Yamanaka, M. Tsuji, T. Nosaka,  
*Nanotweezers consisting of carbon nanotubes operating in an atomic force microscope*,  
Applied Physics Letters, Vol. 79, No. 11, Sept. 2001

[AKI 02] S.Akita et Y. Nakayama  
*Manipulation of Nanomaterial by Carbon Nanotube Nanotweezers in Scanning Probe Microscope*,  
Japan. J. Appl. Phys. Vol. 41 (2002) pp. 4242-4245, Part I, No. 6B, June 2002

[ARU 09] A. Arun, D. Acquaviva, M. Fernández-Bolaños, P. Salet, H. Le-Poche, T. Idda, R. Smajda, A. Magrez, L. Forro, A. M. Ionescu,  
*Micro-Electro-Mechanical Capacitors Based on Vertical Carbon Nanotube Arrays*,  
ESSDERC 2009, Athens, Greece, 14-18 September 2009

[AUV 05] S. Auvray, V. Derycke, M. F. Goffman, A. Filoramo, O. Jost and J.P. Bourgoin,  
*Chemical optimization of self-assembled carbon nanotube transistors*,  
Nanolett. 5, 451 (2005)

[CHE 04] J. Cheng, J. Zhe, X. Wu,  
*Analytical and finite element model pull-in study of rigid and deformable electrostatic microactuators*,  
J. Micromech. Microeng. 14 (2004) 57-68

[CHOI 97] B. Choi, E. G. Lovell,  
*Improved analysis of microbeams under mechanical and electrostatic loads*,  
J. Micromech. Microeng. 7 (1997) 24-29

[DAI 96] H. Dai, E. W. Wong, C. M. Liebert,  
*Probing Electrical Transport in Nanomaterials: Conductivity of Individual Carbon nanotubes*,  
Science 272, 523 (1996)

[DE BONA 06] F. De Bona, E. T. Enikov,  
*Microsystems Mechanical Designs*,  
Sept. 27, 2006, Springer, ISBN: 978-3-211-37453-5

[DEQ 02] M. Desquesnes, S.V. Rotkin, N.R. Aluru,  
*Calculation of Pull-in Voltage for Carbon-Nanotube-Based-Nanoelectromechanical Switches*,  
Nanotechnology, 13, pp. 120-131, 2002

[DRA 07] M. Dragoman, A. Takacs, and A. A. Muller, H. Hartnagel, R. Plana, K. Grenier et D. Dubuc,  
*Nanoelectromechanical switches based on carbon nanotubes for microwave and millimetre waves*,  
Applied Physics Letters 90, 113102, 2007

- [DUF 99] I. Dufour et E. Sarraute,  
*Analytical Modeling of Beam Behavior Under Different Actuations : Profile and Stress Expressions*,  
Journal of Modeling and Simulation of Microsystems, Vol. 1, No. 1, Pages 57-64, 1999
- [EKI 05] K. L. Ekinici, M. L. Roukes,  
*Nanoelectromechanical systems*,  
Rev. Sci. Instrum. 76, 061101, 2005
- [ERI 08] A. Eriksson, S. Lee, A. A. Sourab, A. Isacsson, R. Kaunisto, J. M. Kinaret, et E. E. B. Campbell,  
*Direct Transmission Detection of Tunable Mechanical Resonance in an Individual Carbon Nanofiber Relay*,  
Nanoletters, Vol. 8, No. 4, 1124-1228, 2008
- [HAY 01] W. Hayt, and J. Buck,  
*Engineering Electromagnetics*,  
6th ed. McGraw Hill, New York, 2001
- [HIE 07] C. Hierold, A. Jungen, C. Stampfer, T. Helbling,  
*Nano electromechanical sensors based on carbon nanotubes*,  
Sens. Actuators A: Phys. (2007), doi: 10.1016/j.sna.2007.02.007
- [ISA 07] A. Isacsson, J. M. Kinaret et R. Kaunisto  
Nonlinear resonance in a three-terminal carbon nanotube resonator,  
Nanotechnology 18 (2007) 195203 (8pp)
- [JAN 05] J. E. Jang, S. N. Cha, Y. Choi, G. A. J. Amaratunga, D. J. Kang, D. G. Hasko, J. E. Jung et J. M. Kim,  
*Nanoelectromechanical switches with vertically aligned carbon nanotubes*,  
Applied Physics Letters 87, 163114 (2005)
- [JAN-1 05] J.E. Jang, S.N. Cha, Y Choi, T. P. Butler, D.J Kang, D. G. Hasko, J. E. Jung, J. M. Kim et G. A. J. Amaratunga,  
*Nanoelectromechanical DRAM for ultra-large-scale integration (ULSI)*,  
Electron Devices Meeting, IEDM Technical Digest. IEEE International (2005), pp. 261–264
- [JAN 08] J. E. Jang, S. N. Cha, Y. Choi, D. J. Kang, D. G. Hasko, J. E. Jung, J. M. Kim et G. A. J. Amaratunga,  
*A Nanogripper Employing Aligned Multiwall Carbon Nanotubes*,  
IEEE Transactions On Nanotechnology, Vol. 7, No. 4, JULY 2008
- [JAN-1 08] J. E. Jang, S. N. Cha, Y. Choi, D. J. Kang, T. P. Bulter, D. G. Hasko, J. E. Jung, J. M. Kim et G. A. J. Amaratunga,  
*Nanoscale memory cell based on a nanoelectromechanical switched capacitor*,  
Nature 3, 26-30, 2008
- [JON 04] L. M. Jonsson, S. Axelsson, T. Nord, S. Viefers et J. M. Kinaret,

*High frequency properties of a CNT-based nanorelay,*  
Nanotechnology 15 (2004) 1497–1502

[KE-1 05] C.H. Ke et H.D. Espinosa,  
*Numerical Analysis of Nanotube-Based NEMS Devices- Part I: Electrostatic Charge Distribution on Multiwalled Nanotubes,*  
Journal of Applied Mechanics, Vol.72, Sept. 2005

[KE-2 05] C.H. Ke et H.D. Espinosa, N. Pugno,  
*Numerical Analysis of Nanotube-Based NEMS Devices- Part II: Role of finite Kinematics, Stretching and Charge Concentrations,*  
Journal of Applied Mechanics, vol. 72, 727-731, Sept. 2005

[KE 05] C.H. Ke, N. Pugno, B. Peng et H.D. Espinosa  
*Experiments and Modelling of carbon nanotubes Based NEMS Devices,*  
J. Mech. Phys. Solids 53, 1314–1333, 2005

[KIN 03] J. M. Kinaret, T. Nord, and S. Viefers,  
*A Carbon Nanotube based Nanorelay,*  
Applied Physics Letters, Vol.82, No. 8, Feb 2003

[LEE-J 05] J. Lee, S. Kim,  
*Manufacture of a nanotweezer using a length controlled CNT arm,*  
Sensors and Actuators A 120 (2005) 193-198

[LEE-S 04] S. W. Lee, D. S. Lee, R. E. Morjan, S. H. Jhang, M. Sveningsson, O. A. Nerushev, Y. W. Park et E. E. B. Campbell,  
*A Three-Terminal Carbon Nanorelay,*  
Nano Letters 2004, Vol. 4, No. 10, 2027-2030

[OLO 09] N. Olofsson, J. Ek-Weis, A. Eriksson, T. Idda, E. E. B. Campbell,  
*Determination of the effective Young's modulus of vertically aligned carbon nanotube arrays: a simple nanotube-based varactor,*  
Nanotechnology 20 (2009) 385710 (6pp)

[OST 99] P. M. Osterberg et S. D. Senturia,  
*M-TEST : A Test Chip for MEMS Material Property Measurement Using Electrostatically Actuated Test Structures,*  
J. of Microelectromechanical Systems, Vol. 6, No. 2, June 1997

[PON 99] P. Poncharal, Z. L. Wang, D. Ugarte, Walt A. de Heer,  
*Electrostatic Deflections and Electromechanical Resonances of Carbon Nanotubes,*  
Science, Vol. 283, March 1999

[ROU 00] M. L. Roukes,  
*Nanoelectromechanical Systems,*  
Technical Digest of the 2000 Solid-State Sensor and Actuator Workshop, Hilton Head Isl., SC, 4 June 2000

[SAL 99] J.-P. Salvetat, J.-M. Bonard, N.H. Thomson, A.J. Kulik, L. Forro, W. Benoit, L. Zuppiroli,  
*Mechanical properties of carbon nanotubes*,  
Applied Physics A 69, 255-260, 1999

[SAL-1 99] J.-P. Salvetat, G. Andrew D. Briggs, J.-M. Bonard, R. R. Bacsa, A.J. Kulik, T. Stöckli, N. A. Burnham, L. Forro, W. Benoit,  
Physical Review Letters, Vol. 82, No. 5, 1999

[SAZ 04] V. Sazonova, Y. Yaish, H. Ustunel, D. Roundy, T. A. Arias, P. L. McEuen,  
*A tunable carbon nanotube electromechanical oscillator*,  
Nature, Vol.431, Sept. 2004





# Chapitre 3 Fabrication de micro-pinces électromécaniques

<b>CHAPITRE 3 FABRICATION DE MICRO-PINCES ELECTROMECHANIQUES .....</b>	<b>96</b>
<b>3.1 INTRODUCTION .....</b>	<b>97</b>
<b>3.2 ETUDE DES CROISSANCES DE NANOTUBES SUR SUBSTRATS PLEINES COUCHES .....</b>	<b>98</b>
3.2.1 ETAT DE L'ART DES CROISSANCES DE NTC AU LITEN .....	98
3.2.1.1 Réacteur CVD.....	98
3.2.1.2 Croissance de NTC à partir du catalyseur Fe.....	99
3.2.1.2.a / Bibliographie .....	99
3.2.1.2.b / Etat de l'art des croissances au LITEN à partir du catalyseur Fe.....	102
3.2.2 CROISSANCES SUR SUBSTRATS PLEINES COUCHES REPRESENTATIFS DES DISPOSITIFS .....	107
3.2.2.1 Croissances à partir du bi-couche Si/Fe .....	107
3.2.2.2 Croissances à partir du catalyseur bi-couche Al/Fe .....	109
<b>3.3 REALISATIONS TECHNOLOGIQUES DES DISPOSITIFS .....</b>	<b>110</b>
3.3.1 EMPLEMENT TECHNOLOGIQUE .....	111
3.3.2 PROCEDE LIFT-OFF .....	111
3.3.3 FABRICATION DES ELECTRODES ET DES PLOTS DE CATALYSEUR.....	114
3.3.3.1 Procédé lift-off mono-couche AZ1512HS.....	114
<b>3.4 INTEGRATION DES NTC.....</b>	<b>116</b>
3.4.1 CATALYSEUR BICOUCHE FE-SI.....	116
3.4.2 CATALYSEUR BICOUCHE AL-FE .....	119
<b>3.5 CONCLUSION.....</b>	<b>121</b>
<b>3.6 BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>123</b>

## 3.1 Introduction

Nous allons nous intéresser dans ce chapitre à la réalisation de pinces électromécaniques à base de faisceaux de nanotubes de carbone (NTC). Le commutateur de type pince électromécanique est constitué de deux électrodes métalliques reliées aux plots de contact et isolées l'une de l'autre électriquement. Les plots de contact assurent le lien avec le monde extérieur pour la caractérisation électrique. Sur les deux extrémités des électrodes deux faisceaux de nanotubes verticaux et alignés, isolés électriquement forment une pince électromécanique.

Afin de réaliser ces dispositifs nous avons choisi d'utiliser la technique de lithographie optique dans un procédé lift-off. Cette technique possède une résolution de  $0.8\ \mu\text{m}$  et permet de réaliser des motifs de dimensions proche du micromètre ce qui la rend adaptée à la fabrication des électrodes et à la localisation des matériaux nécessaire à la croissance de NTC. Les dimensions visées pour les dispositifs sont définies au chapitre précédent. La largeur des électrodes est de  $3\ \mu\text{m}$ , le gap entre électrodes varie de  $0.5$  à  $10\ \mu\text{m}$ , la section des faisceaux de NTC est de  $3 \times 3\ \mu\text{m}^2$ . Ces dimensions sont à la limite de la résolution du procédé lift-off utilisé conduisant à un certain nombre de difficultés dans la réalisation de ces dispositifs.

Les caractéristiques visées pour les nanotubes sont une longueur ou une hauteur du faisceau d'environ  $40\ \mu\text{m}$  pour un rapport de forme d'environ 13, ce qui devrait permettre d'obtenir des tensions de pull-in de quelques dizaines de volts calculées lors de la conception des pinces au chapitre précédent. La densité des NTC devrait être suffisamment élevée pour permettre la tenue verticale du faisceau de nanotubes et pour induire des interactions de type van der Waals entre les NTC. Ces forces d'attractions entre NTC permettent d'associer un mouvement d'ensemble aux NTC et d'éviter le mouvement de NTC indépendamment les uns des autres. Par conséquent chaque faisceau de NTC peut être assimilé à un bras mobile formé par un matériau composite (NTC-air).

Pour la réalisation de ces dispositifs à NTC verticaux, une approche dite « in-situ » a été retenue : la croissance des NTC a été réalisée directement sur le dispositif par CVD (Chemical Vapor Deposition) catalytique. Dans ce type d'approche, la structure et la morphologie des NTC obtenus sont principalement régies par la nature du catalyseur et de la sous-couche sur laquelle est déposé le catalyseur, l'épaisseur du catalyseur et de la sous-couche associée ainsi que par les paramètres du procédé de croissance. Le catalyseur peut être déposé soit sous forme de particules soit sous forme d'un film mince. Nous limiterons cette étude aux catalyseurs déposés sous forme de films minces afin de bénéficier des acquis de l'industrie de la microélectronique en termes d'intégration de matériaux sous forme de couches minces.

**La démarche classique à mettre en œuvre pour fabriquer des dispositifs à base de NTC par CVD consiste en 2 étapes :**

- **une étude matériau sur substrats dits « pleines couches » (ce terme désignant le dépôt de couches de matériaux sans étapes technologiques de localisation)**
- **une étape d'intégration des nanotubes sur dispositifs**

La première étape consiste à développer un mode de croissance de NTC présentant des propriétés morphologiques et structurales adaptées au dispositif visé sur un empilement de matériaux « pleines couches » représentatif du futur dispositif. Il s'agit de définir à la fois un

couple catalyseur / sous-couche, et les paramètres du procédé de croissance à mettre en œuvre. L'étape d'intégration consiste ensuite à localiser ces matériaux sur le dispositif et à réaliser la croissance des NTC selon le procédé de croissance mis au point durant l'étude matériau.

La première partie de ce chapitre est dédiée à l'étude matériau sur substrats pleines couches pour développer un procédé de croissance de NTC par CVD à partir du catalyseur Fe sur un matériau conducteur représentatif des électrodes du dispositif. La deuxième et troisième partie correspondent à la fabrication des pinces à base de nanotubes, respectivement les étapes technologiques à mettre en œuvre jusqu'à la localisation du catalyseur par procédé « lift-off » puis la croissance par CVD in-situ des NTC sur les dispositifs.

La grande majorité du travail présenté dans ce chapitre a été mené au sein du laboratoire LCRE (Laboratoire des composants pour la récupération d'énergie) du CEA LITEN, notamment l'intégration des NTC et en partie la réalisation technologique des dispositifs. La réalisation technologique des dispositifs a aussi été menée à la PTA (plate-forme technologique amont), ressource technologique en salle blanche commune au CEA et au CNRS.

## **3.2 Etude des croissances de nanotubes sur substrats pleines couches**

### **3.2.1 Etat de l'art des croissances de NTC au LITEN**

Au début du travail de thèse, l'équipe du CEA LITEN avait développé un savoir-faire en terme de modes de croissance par CVD à partir du catalyseur Ni. Un mode de croissance de type « tip growth » (particule de catalyseur qui se retrouve au sommet du tube après croissance) avait été développé par CVD thermique conduisant à des nanotubes de carbone multi-parois d'une vingtaine de nanomètres de diamètre et quelques micromètres de haut [GOI 05]. La morphologie et les dimensions de ces nanotubes obtenus n'étaient cependant pas adaptées aux dispositifs envisagés. Un autre mode de croissance de type « tip growth » avait également été mis au point par CVD assistée plasma conduisant à des nanofibres de carbone individuelles verticales de quelques dizaines de nanomètres de diamètres et de quelques centaines de nanomètres de haut [LEP 07]. Les difficultés rencontrées lors de l'étape de localisation du catalyseur pour l'intégration de ces nanofibres ont été décrites au chapitre précédent, ces nanofibres n'ont finalement pas été retenues pour la fabrication de nanopinces.

Des résultats de croissance récemment obtenus par l'équipe du CEA LITEN à partir du catalyseur Fe étaient apparus comme plus prometteurs par rapport aux dispositifs visés. Un mode de croissance de type « base growth » (particule de catalyseur qui se retrouve au pied du tube après croissance) avait été développé par CVD thermique. Il conduisait à des tapis verticaux denses de NTC multi-parois de très faibles diamètres (quelques nm) et de plusieurs dizaines de micromètres de haut.

#### **3.2.1.1 Réacteur CVD**

La croissance des nanotubes de carbone a été réalisée dans le réacteur CVD Plassys vertical à parois chaudes présenté en Figure 3.1 précédemment décrit dans la littérature [GOI 05, LEP 07].

Le substrat est placé sur un porte-échantillon en graphite en forme de disque de 250mm de diamètre. Le milieu réactionnel est délimité par une cloche en quartz et la plate-forme porte-échantillon. Le chauffage de la zone réactionnelle est assuré par 2 bobinages résistifs indépendants situés sous le porte-échantillon et au-dessus de la cloche en quartz. L'alimentation en gaz à l'intérieur de la chambre réactive s'effectue par le haut du réacteur. Un débitmètre massique contrôle l'apport en gaz. Une pompe turbo-moléculaire est utilisée pour évacuer le mélange de gaz post-réaction. La pression est réglée via une vanne de laminage située en sortie de réacteur. Un plasma à décharge lumineuse utilisant une configuration à diodes dissymétriques peut être induit et confiné à l'intérieur de la chambre réactionnelle en appliquant une polarisation RF à 13.56MHz sur le porte-échantillon et en reliant à la masse le cadre du réacteur.

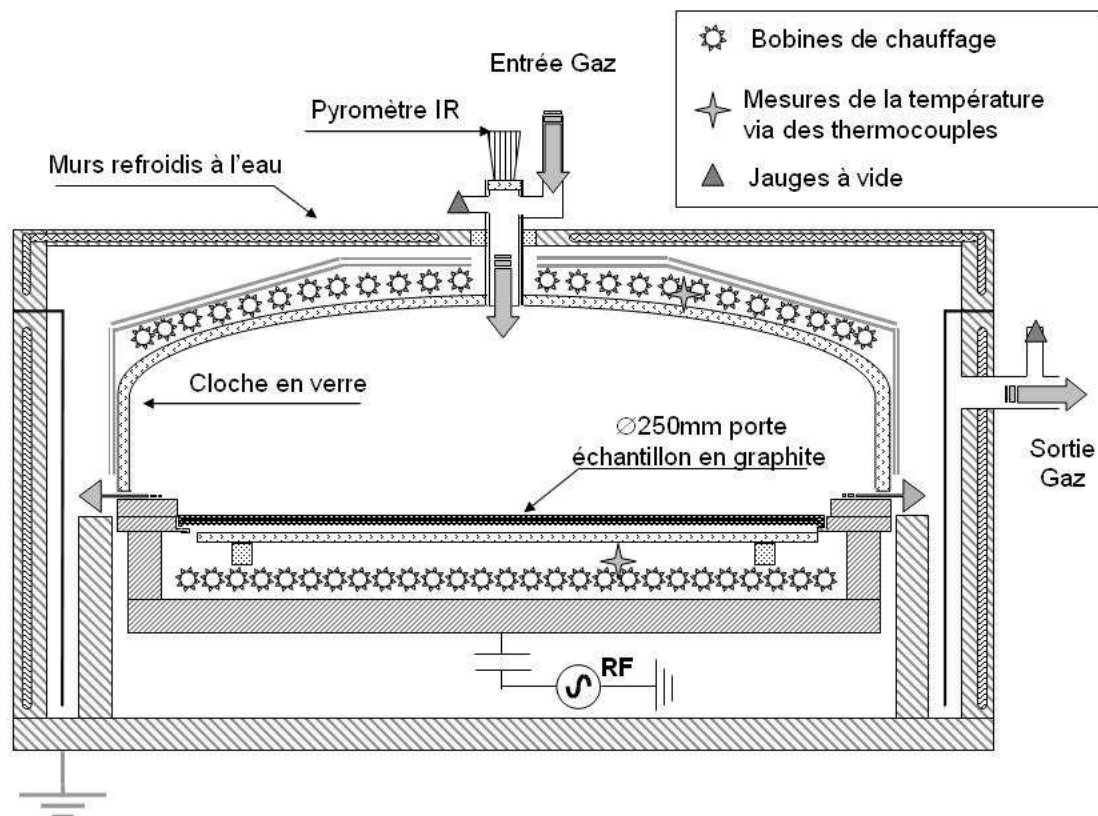


Figure 3.1 : Schéma du réacteur utilisé pour la croissance in-situ de NTC par CVD

### 3.2.1.2 Croissance de NTC à partir du catalyseur Fe

#### 3.2.1.2.a / Bibliographie

Le développement des techniques CVD pour contrôler la croissance in-situ de NTC alignés sur des substrats appropriés a reçu beaucoup d'intérêts au même titre que l'attention portée aux NTC pour de diverses applications. En effet, les techniques de synthèse de NTC à hautes températures par décharge électrique ou par ablation laser fournissent une grande quantité de NTC désordonnés. Cependant les applications de ces nanotubes ont été limitées à cause des problèmes d'alignement des NTC et des difficultés à manipuler les nanotubes pour les incorporer dans des dispositifs. La technique CVD de croissance in-situ sur substrat permet de palier à ce type de problème par la croissance de NTC directement sur dispositifs. En effet,

différents modes de croissance par CVD à partir d'un film mince de catalyseur déposé sur un substrat permettent d'obtenir des tapis tridimensionnels de nanotubes de carbone denses, longs, verticaux et alignés. Ce type de nanotubes organisés ont d'ores et déjà permis de réaliser de composants à émission de champ, des dispositifs électromécaniques et des interconnexions.

Depuis la découverte des NTC en 1991 de nombreuses recherches sur la synthèse de tapis de NTC alignés par CVD à partir d'un film mince de catalyseur en fer ont été reportées [FAN 99, YAM 06, ZHA 05, PIN 09]. Le mode commun de croissance à partir du catalyseur fer est caractérisé par des tapis de NTC denses et longs. Cependant il est intéressant de noter que la plupart de ces études sont basées sur une optimisation empirique des conditions de croissance. Les mécanismes mis en jeu pendant la croissance sont très complexes et rendent le contrôle du procédé CVD difficile. A ce jour plusieurs hypothèses tentent d'expliquer ces mécanismes mais nous pouvons constater que celles-ci ne convergent pas. Il est par conséquent difficile d'extraire des généralités permettant d'éclaircir tous les mécanismes intervenants dans le procédé de croissance. Des recherches sont encore à mener afin de déterminer le rôle des différents paramètres expérimentaux (température, pression, taux d'apport en carbone, nature de gaz, épaisseur du catalyseur et de sous couches, nature de sous-couches) dans la croissance des NTC. **Nous allons donc nous limiter à la description de l'état du catalyseur et son interaction avec des sous-couches de différentes natures dans le procédé de croissance.**

Un des paramètres cruciaux dans la croissance des NTC est la forme et l'état chimique de la particule de catalyseur employée. Dans le cas de croissance direct sur substrat, ces deux facteurs sont fortement dépendants de la nature du substrat. Les particules de catalyseur sont obtenues par démouillage d'un film mince du catalyseur déposé sur le substrat suite à un recuit. **D'après les études publiées à ce jour, il est clair qu'il est très important de sélectionner la combinaison appropriée du catalyseur et du substrat. Cependant le rôle exact de la composition chimique et de la structure des particules du catalyseur est pratiquement inconnu.** En effet les températures élevées et les gaz associés au procédé de croissance par CVD provoquent un changement complexe des caractéristiques initiales de la forme et de la composition chimique du catalyseur. Cette évolution des caractéristiques du catalyseur dépend de la nature du substrat.

#### **Etat chimique du catalyseur et mode de croissance :**

L'oxydation du catalyseur à base de fer permet d'augmenter sa durée de vie et son activité catalytique [DEL 07]. Nous allons par la suite décrire quelques expériences montrant l'importance de l'oxydation du catalyseur fer.

Le changement de l'état du catalyseur a été étudié in-situ par une analyse par diffraction des rayons X. Le recuit du film de fer au-delà de 100°C provoque son oxydation du fait qu'il absorbe l'humidité et se transforme en particules à 600°C. A 700°C, les particules de catalyseur sont sous forme d'oxyde. Avec un apport en  $C_2H_2$  le catalyseur commence à se désoxyder pour absorber les atomes de carbone et permettre leur diffusion pour former le nanotube [NIS 04].

Il a aussi été montré que le recuit du film de catalyseur de fer sous air, déposé sur un substrat en silicium, améliore considérablement la croissance par CVD de NTC. La vitesse de croissance avec recuit préalable du film de fer est sept fois plus élevée que sans recuit du film de fer. Des observations au MEB montrent que le recuit du catalyseur sous air permet d'accroître la rugosité du film mince. Les analyses par spectroscopie par rayon X « XPS » et par diffraction des électrons de haute énergie ont montré que le recuit du film de catalyseur

sous air permet de l'oxyder et de former des nanoparticules de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Le recuit permet aussi d'éviter la formation de siliciure de fer qui pourrait désactiver l'effet du catalyseur Fe [SAT 06].

D'autres expériences ont aussi été menées afin de déterminer le type du mode de croissance. En effet, la croissance de NTC à partir d'un catalyseur Fe-Si déposé sur une sous-couche d'aluminium a été effectuée en deux temps. La croissance de NTC a été arrêtée au bout de dix minutes. A la fin de cette première étape le catalyseur se retrouve partiellement ou entièrement empoisonné par la formation de siliciure de fer et par la présence de carbone amorphe. Il a été supposé que l'exposition de l'échantillon à l'air pendant cette interruption a permis d'oxyder le catalyseur et d'éliminer le carbone amorphe déposé dessus. Après cette interruption la croissance a été poursuivie, la longueur des NTC obtenus dépasse alors les  $100\mu\text{m}$ . Cette longueur n'aurait pas été accessible sans interruption de la croissance. Les analyses dispersive en énergie EDS ou EDX (*en anglais*, energy dispersive X-ray spectrometry) indique la formation de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Les différentes couches de NTC formées mettent en évidence un mode de croissance de type « base growth » des NTC. [TIN 09]. En effet l'interruption de la croissance provoque une marque entre les deux couches de nanotubes ce qui permet de distinguer les NTC issus des différents temps de croissance. On appellera cette technique de croissance en plusieurs paliers la croissance en mode pulsé.

Iwasaki et al. ont utilisé la croissance en mode pulsé pour montrer que leur mode de croissance de SWCNT par plasma CVD était de type « base growth ». L'arrêt du plasma durant la croissance des SWCNT leur permet de continuer à croître sous CVD thermique. Les SWCNT qui croient par CVD plasma n'ont pas la même morphologie que ceux qui croissent par CVD thermique, d'où la présence d'une marque visible entre les différentes couches de SWCNT. Nous notons que les SWCNT obtenus par ce procédé croient à partir d'un film mince de fer (0.3-0.5 nm) pris en sandwich entre une couche d'alumine et une sous-couche d'aluminium (5 nm) qui s'est oxydé à l'air pour former l'alumine. La couche d'alumine déposée au dessus du film de fer permet d'éviter l'agrégation des atomes de carbone pendant l'étape de recuit. Par conséquent une densité élevée de petites particules de fer est obtenue, ce qui est essentiel pour synthétiser des SWCNT denses d'environ un millimètre de long. La vitesse de croissance diminue lorsque la longueur de SWCNT dépasse le millimètre. Le gaz précurseur de carbone n'arrive plus à diffuser jusqu'aux particules de fer sur le substrat à cause des SWCNT denses. Lorsque la croissance se fait par le sommet « tip growth » le gaz atteint toujours les particules de catalyseur sans que les SWCNT le bloquent. Le mode « tip growth » pourrait donc être intéressant pour la croissance de longs SWCNT [IWA 05].

La croissance en mode pulsé de MWCNT de 1.2mm de long par CVD à partir d'un film de fer (1nm) déposé sur alumine a montré que le mode de croissance correspondant est de type « base growth ». L'interruption de la croissance se fait par l'arrêt du flux de  $\text{C}_2\text{H}_2$  [ZHA 08].

Le même type de mode a été mis en évidence par Hata et al. En effet les auteurs ont éliminé les SWCNT qu'ils ont synthétisés sur un substrat par une lame de rasoir. Ce même substrat a permis de synthétiser à nouveau des SWCNT, sans la nécessité de déposer de catalyseur, montrant que les particules de catalyseurs étaient présentes sur le substrat et non pas au sommet des nanotubes qui ont été éliminés [HAT 04].

A contrario des études présentées précédemment, le mode « tip growth » a été identifié lors de la croissance de MWCNT de 4mm de long par CVD assistée par de l'eau à partir d'un film de fer déposé sur une sous-couche d'alumine sur un substrat Si oxydé. En effet, les particules de

fer ont été observées aux sommets des MWCNT par rétro-diffusion des électrons en microscopie électronique à balayage (MEB). Les particules de fer ont été transportées aux sommets des NTC à cause de l'adhésion relativement faible entre la couche d'alumine et le film de fer déposé par dessus. Cette force d'adhésion pourrait être plus importante si la sous-couche est métallique. Dans ce cas, le mode « base growth » peut avoir lieu [YUN 06]. Comme par exemple lorsqu'il s'agit d'un film de fer déposé sur un substrat Si, la formation de siliciure de fer à l'interface entre le film de fer et le substrat Si aide à l'attachement du catalyseur au substrat et résulte en un mode « base growth ». Le siliciure de fer pénètre dans le substrat Si ainsi les nanotubes formés par croissance CVD sur un substrat en silicium sont fortement attachés au substrat [AUB 05].

**En conclusion, des efforts ont été effectués pour comprendre l'état du catalyseur et les mécanismes qui favorisent le mode « base growth » ou « tip growth ». Les études reportées sont spécifiques à des conditions particulières de procédé de croissance et ne peuvent pas être généralisées. Le mode « base growth » est le plus souvent rencontré dans la littérature pour les croissances de tapis de nanotubes à partir du catalyseur Fe. Nous pouvons conclure de cette étude bibliographique qu'un degré d'oxydation précis du catalyseur fer (non clairement défini) est nécessaire pour activer la croissance de tapis de nanotubes denses et longs, tandis que l'évolution chimique de l'état du catalyseur reste pour l'instant indéterminée.**

Les NTC correspondant au mode tapis sont alignés verticalement et très denses. Ils ont un diamètre de 2-3 nm pour les SWCNT et qui peut aller jusqu'à 8-9 nm pour les MWCNT. Il a été montré qu'un film mince de catalyseur en fer d'une épaisseur de l'ordre du nanomètre favorise la formation de nanoparticules de faible diamètre et de haute densité permettant la croissance de nanotubes monoparoi SWCNT ou double paroi DWCNT. Des films plus épais permettent la formation de nanoparticules de plus grand diamètre, moins denses qui favorisent la croissance de MWCNT [ZHA 09]. La longueur des CNT varie de quelques dizaines de micromètres jusqu'à quelques millimètres. Les modes de croissance qui permettent d'obtenir des NTC de longueur millimétrique sont désignés par « supergrowth ». En général, il s'agit de mode de type « base growth ». **Dans la suite du manuscrit, l'ensemble de procédés de croissance conduisant à ce type de nanotubes sera désigné par le terme « mode tapis ».**

### **3.2.1.2.b / Etat de l'art des croissances au LITEN à partir du catalyseur Fe**

Il est à ce jour connu que les croissances sur oxydes tel que l'alumine [BRO 06, YUN 06, ZHA 08, IWA 05, PIN 09, AMA 08, HAR 06, YAM 06] ou la silice [ZHA 05, FAN 99] permettent d'aboutir à des réseaux de NTC denses et très alignés d'une manière reproductible. Au LITEN, ce mode de croissance a été développé dans le réacteur précédemment décrit pour des températures de 600°C sur des substrats à base de Si à partir de films minces de fer d'épaisseur de l'ordre de quelques nanomètres (1 à 2 nm).

#### **Description générale du procédé de croissance :**

Le procédé de croissance mis au point au LITEN se décompose en 3 étapes successives réalisées dans le même réacteur :

Une étape de pré-traitement à froid du catalyseur par un plasma RF sous atmosphère oxydante « air ». Pour des raisons de sécurité, l'atmosphère oxydante utilisée est un mélange gazeux O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub> dans les proportions de l'air, plutôt que de l'O<sub>2</sub> pur. Cette étape est notamment

réalisée dans un souci de reproductibilité pour oxyder le catalyseur à un degré d'oxydation donné indépendamment de sa durée de stockage entre son élaboration et son utilisation.

Une étape de pré-traitement à chaud du catalyseur : montée en température à 600°C en 15 minutes et éventuellement un palier de stabilisation en température de 20 minutes sous atmosphère réductrice ou oxydante. Cette étape sert à démouiller le film initial de catalyseur pour former des nanoparticules qui servent de germes à la croissance des nanotubes. Cette étape permet également de contrôler le degré d'oxydation du catalyseur nécessaire pour activer le mode tapis. Ce degré d'oxydation n'est pas connu à l'heure actuelle mais il apparaît comme crucial pour pouvoir activer les modes de croissance considérés.

Enfin vient l'étape de croissance des nanotubes, cette étape est réalisée à 600°C pendant une heure à partir d'un mélange gazeux  $C_2H_2/H_2/He$  à des pressions de quelques dixièmes de mbar.

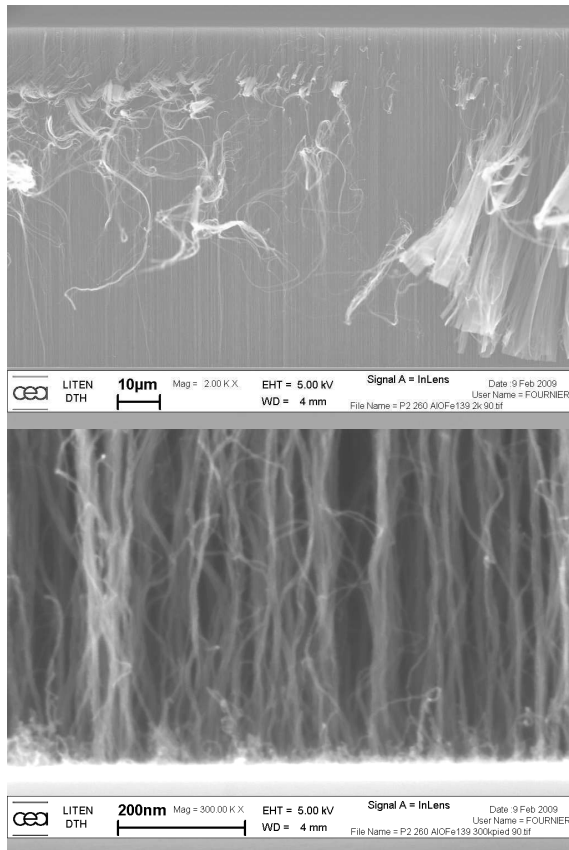
- **Exemples de croissance sur une sous-couche en  $Al_2O_3$**

Des croissances de NTC ont été effectuées à partir d'un film catalytique de fer de 1 nm d'épaisseur déposé par pulvérisation par faisceaux d'ions ou IBS (Ion Beam Sputtering en anglais). Cette technique de dépôt permet de contrôler des épaisseurs de film très fines. Le film de fer a été déposé sur un substrat Si recouvert d'une couche d'alumine  $Al_2O_3$  de 20 nm d'épaisseur. Notons que les clichés MEB des croissances en pleine couche ont tous été réalisés au moyen de l'équipement MEB-FEG (canon à émission de champ) « Leo 1530 » à une tension d'extraction de 5kV.

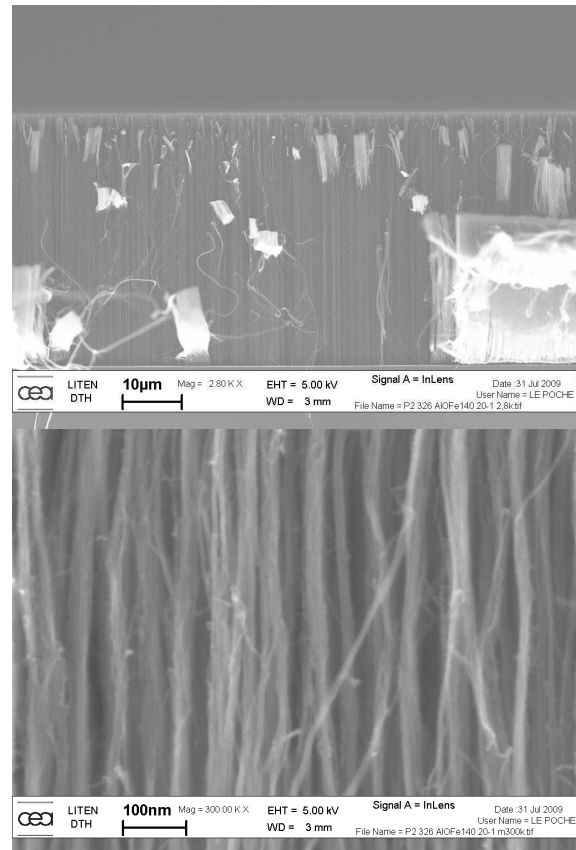
Deux exemples de croissance sont présentés sur les clichés MEB en Figure 3.2 et Figure 3.3. Ils correspondent aux résultats de croissance obtenus suite à deux procédés de croissance différents : la montée et la stabilisation en température à 600°C a été effectuée sous  $H_2$  pour la première croissance (Figure 3.2) et sous mélange réactif ( $C_2H_2/H_2/He$ ) pour la deuxième croissance (Figure 3.3). Dans les deux cas, un mode tapis a pu être activé. Il conduit à un tapis de NTC de plusieurs dizaines de micromètres de haut (en général de 40 à 80 $\mu$ m). Les nanotubes obtenus présentent typiquement un diamètre de l'ordre de 3 à 5 nm et correspondent en majorité à des nanotubes bi-parois ou tri-parois. Ceci a été déterminé par microscopie électronique en transmission, MET. Ils s'organisent en faisceaux verticaux de NTC (*en anglais*, bundles). Ils sont formés selon un mode de type « base growth », déterminé par MEB en imagerie par électrons rétro-diffusés. Les nanotubes s'organisent en un réseau vertical très dense. Il est particulièrement difficile d'estimer expérimentalement la densité de NTC dans le tapis. Une approximation grossière a pu être faite à partir d'échantillons observés par MEB sur la tranche : en connaissant le diamètre moyen des nanotubes déterminé par MET, **une densité linéique est estimée par comptage puis une densité surfacique est ensuite extrapolée sur des images correspondant à des grossissements de 300K.**

Dans le cas d'une montée en température sous  $H_2$ , la densité a été estimée à environ  $8 \pm 4 \cdot 10^{15}$  NTC.m<sup>-2</sup> ; le fait d'introduire le mélange réactif dès la montée en température permet d'obtenir des densités plus élevées de l'ordre de  $2 \pm 1 \cdot 10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup>. On suppose que dans ce cas dès que le catalyseur atteint le degré d'oxydation adapté, la croissance des nanotubes peut s'activer sans que le démouillage du film mince soit nécessairement finalisé.





**Figure 3.2 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur alumine avec une montée en température sous  $H_2$ ,  $n = 8 \pm 4.10^{15} NTC.m^{-2}$**



**Figure 3.3 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur alumine avec une montée en température sous mélange réactif ( $C_2H_2/H_2/He$ ),  $n = 2 \pm 1.10^{16} NTC.m^{-2}$**

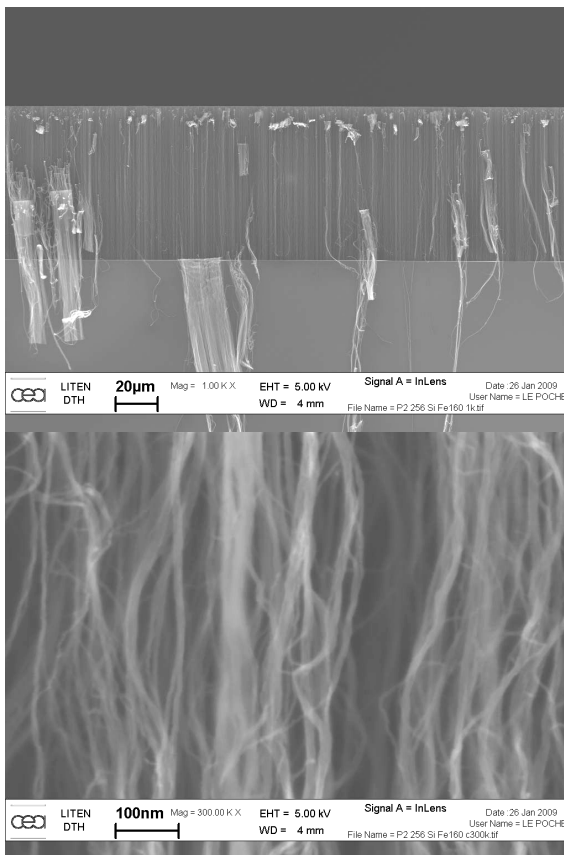
De part leur morphologie et leur densité, les NTC résultant de la croissance sur une sous-couche d'alumine satisfont le cahier de charges pour la réalisation de pinces électromécaniques. Cependant ce mode tapis s'active sur une couche isolante tandis que l'activation du mode tapis sur un métal pour assurer une bonne conductivité électrique est requise pour le développement de systèmes électromécaniques à base de NTC. Par conséquent, il est important d'adapter le procédé pour des croissances de NTC sur métal ou d'identifier des métaux appropriés sur lesquels le mode tapis peut s'activer facilement avec le procédé de croissance déjà développé.

**Dans la littérature, quelques études ont démontré qu'il est possible d'activer le mode tapis sur des métaux à partir du catalyseur fer ou de catalyseur à base de Fe mais cette approche reste une problématique délicate.** Parthangal et al. ont étudié la croissance de NTC à partir d'un mélange de Fe et  $Al_2O_3$  préparé en solution sur différents métaux comme le Si, Au, Ag, Cu, Al, Pt, W, TiN, NiCr et l'acier [PAR 07]. Sur Si, Au, Ag, Al, et W, il y a activation du mode tapis ainsi que sur les alliages TiN, NiCr et acier la croissance résulte en des réseaux très alignés. Sur Pt il n'y a pas eu de croissance de NTC. D'autre part, les NTC sur Cu ne sont pas uniformes et ont des diamètres de 10 à 75 nm et une orientation en « plat de spaghetti » [PAR 07]. Ng et al. ont étudié les effets de plusieurs catalyseurs sous forme de films minces dont le Fe et le FeNi et de sous-couches déposés sur un substrat Si. Ils ont montré que le fer déposé sur Si ou sur Al permet d'activer le mode tapis [NG 03]. Une autre étude effectuée par Wang et al. montre qu'il y a activation du mode tapis sur des sous-couches comme le Ni, Ti, Ta et Al déposés sur un substrat Si, le catalyseur fer a été introduit par

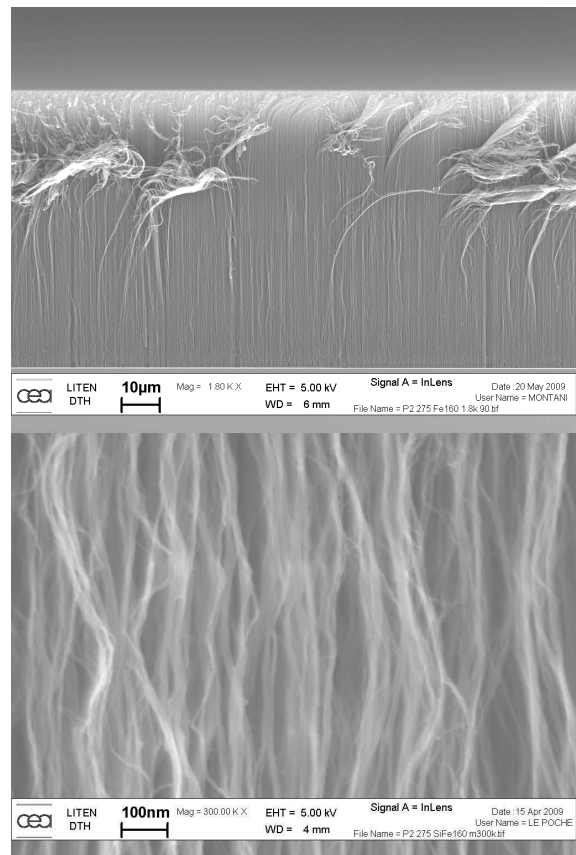
pyrolyse de phthalocyanime de fer à 950 °C. Cependant il n'y a pas eu de croissance de NTC sur Au, Cu ou NiCr [WAN 03]. D'autre part, Bronikowski et al. ont montré que la croissance des NTC sur un substrat en Si non oxydé ne peut se faire d'une manière reproductible que si une couche d'alumine est intercalée entre le catalyseur et le substrat. Cette difficulté à reproduire les croissances sur Si a été expliquée par la formation de siliciure de fer qui peut inhiber le catalyseur [BRO 06].

- **Exemples de croissance sur Si**

L'équipe du LITEN a pu également démontrer des croissances de tapis de nanotubes sur un substrat en Si en utilisant les mêmes types de procédés de croissance que ceux utilisés sur alumine. Le substrat en Si a été traité à l'acide fluorhydrique HF pour éliminer la couche d'oxyde natif. Un film mince de 1 nm de fer a été déposé par pulvérisation par faisceaux d'ions IBS. Deux exemples de croissance sont présentés en Figure 3.4 et Figure 3.5: la montée et la stabilisation en température à 600°C a été effectuée sous air pour la première croissance (Figure 3.4) et sous mélange réactif C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He pour la deuxième croissance (Figure 3.5).



**Figure 3.4 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur Si avec une montée en température sous air,  $n=1$  à  $2.10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup>**



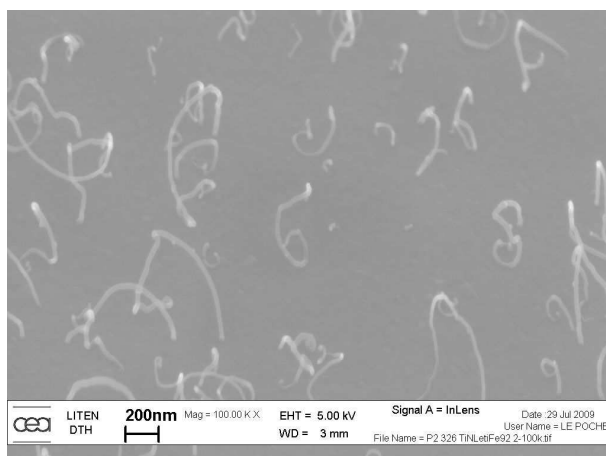
**Figure 3.5 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur Si avec une montée en température sous mélange réactif,  $n=1$  à  $2.10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup>**

Dans les deux cas, le mode tapis est activé. Il conduit à des nanotubes équivalents à ceux obtenus sur alumine en termes de diamètre et de nombre de parois. La hauteur du tapis obtenu est typiquement de l'ordre de 70±2µm. Des densités très élevées ont également pu être obtenues sur ce type de substrats de l'ordre de 1 à 2.10<sup>16</sup> NTC.m<sup>-2</sup>.

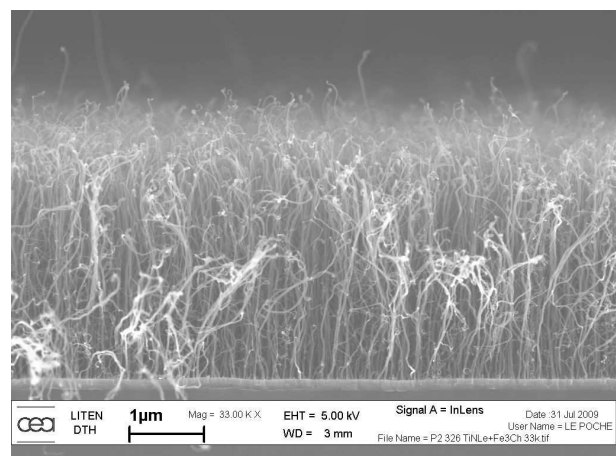
A noter cependant que l'activation d'un mode tapis est plus délicate sur Si que sur  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Des problèmes de reproductibilité ont pu être mis en évidence entre plusieurs manipulations de croissance et dans une même manipulation de croissance, des problèmes d'homogénéité du dépôt ont parfois pu être observés sur certains échantillons. En effet certaines fois le tapis de nanotubes ne s'active pas sur toute la surface de l'échantillon.

- **Exemples de croissance sur TiN déposé sur un substrat en Si**

Des essais de croissance ont également été tentés au-dessus d'une couche de TiN en déposant le film catalytique de Fe directement sur la couche de TiN. Un empilement Si/Ti (60nm) /TiN (40nm) a été réalisé. Deux exemples de croissance avec un film de fer de 1 nm d'épaisseur déposé par IBS (Figure 3.6 ) et un film de fer de 3nm déposé par évaporation par faisceaux d'électrons (Figure 3.7) ont été réalisés. Le même procédé de croissance que pour les croissances sur alumine et Si avec une montée sous mélange réactif  $\text{C}_2\text{H}_2/\text{H}_2/\text{He}$  a été effectué.



**Figure 3.6 :** Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur TiN avec une montée en température sous mélange réactif, épaisseur Fe = 1nm



**Figure 3.7 :** Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur TiN avec une montée en température sous mélange réactif, épaisseur Fe = 3nm

Nous pouvons constater d'après les observations MEB qu'il n'y a pas eu d'activation du mode tapis avec les paramètres de croissance considérés. Pour un film de catalyseur de 1nm d'épaisseur, la croissance de rares NTC multi-parois de diamètre élevé (typiquement 20nm) se produit. S'interrogeant quant à la diffusion d'une partie du Fe dans le TiN, des essais ont été effectués à partir d'un film mince de catalyseur plus épais (3nm). On active cette fois une « forêt » de NTC, mais ces derniers possèdent toujours un diamètre élevé d'environ 20 nm en moyenne et sont relativement courts avec une longueur de 3 à 4µm. Le mode de croissance activé reste différent du mode tapis et ne fournit pas des NTC adaptés à la réalisation de nos dispositifs.

Au début du travail de thèse, il n'existait donc pas de procédés de croissance disponibles au CEA LITEN pour activer les modes de type tapis au-dessus du TiN. A noter que dans la littérature, il n'existe que très peu d'exemples d'activation du mode tapis directement sur TiN [PAR 07]. Ce type de matériau était cependant intéressant à considérer comme matériau d'électrode dans les dispositifs visés car c'est un matériau conducteur relativement inerte chimiquement que l'on sait intégrer couramment dans des dispositifs via les techniques de dépôt et de localisation développées dans l'industrie de la micro-électronique. Dans le cadre de ce travail de thèse, un effort particulier a donc été mis en

**œuvre au LITEN pour tenter d'activer des modes de croissance de type tapis sur ce genre de matériau.**

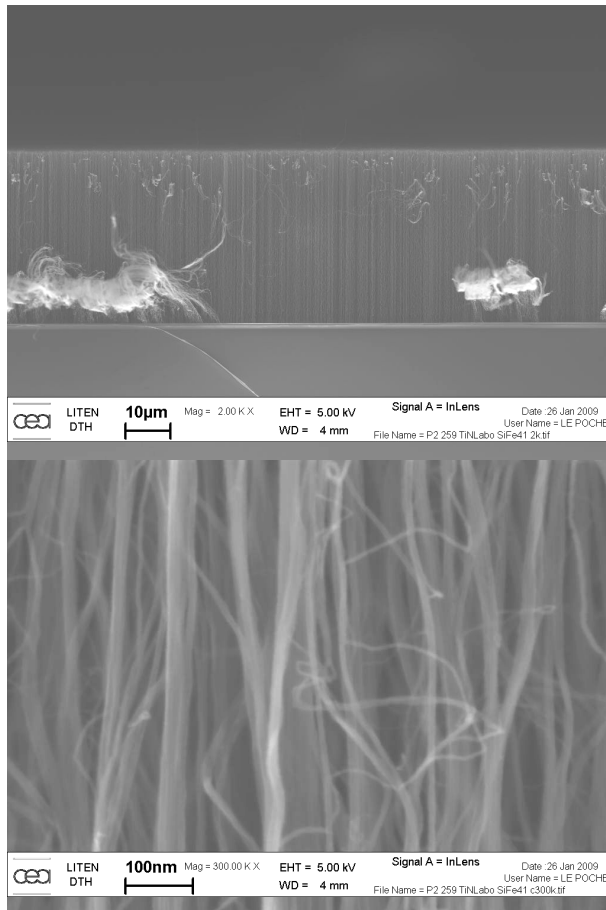
### 3.2.2 Croissances sur substrats pleines couches représentatifs des dispositifs

Nous rappelons que nos dispositifs sont constitués d'électrodes conductrices au bout desquelles nous voulons faire croître des NTC. Le TiN déposé par pulvérisation cathodique a finalement été retenu comme matériau d'électrode dans nos dispositifs pour bénéficier du savoir-faire existant au LITEN en termes d'intégration de ce type de matériau conducteur. Nous avons commencé par étudier les modes de croissance en pleine couche sur l'empilement Si/ SiO<sub>2</sub> / Ti 5nm/ TiN 100nm représentatif des dispositifs. Etant donné que le mode tapis ne s'active pas lorsque la couche catalytique de Fe est directement déposée sur TiN, nous avons choisi une **approche « catalyseur » bi-couche qui est décrite dans la littérature comme une alternative pour activer le mode tapis sur des matériaux qui ne le permettent pas.** Cette approche consiste à intercaler une fine sous-couche de quelques nanomètres entre le catalyseur et la couche de surface initiale. La nature de cette sous-couche est choisie pour permettre d'activer le mode de croissance tapis indépendamment de la nature de la surface sur laquelle on souhaite réaliser la croissance des NTCs. Cette couche désignée dans la littérature sous le terme de « buffer » permet de masquer la surface initiale et d'activer la croissance par mode tapis à partir du catalyseur considéré. Elle n'entre pas dans la composition du catalyseur. Nous allons nous intéresser aux sous-couches métalliques compatibles avec notre application. Deux natures de bi-couches, Si/Fe et Al/Fe, ont été évaluées en croissance.

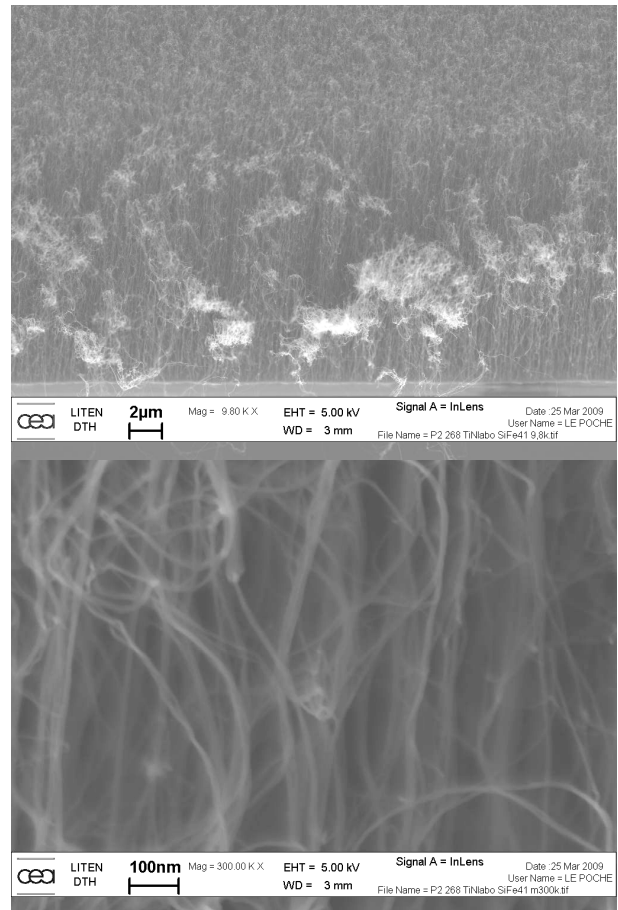
Dans la littérature, différentes études ont montré que les croissances à partir d'un film de fer déposé sur une sous-couche en Al mènent à des tapis de hautes densités, avec un excellent alignement. De plus, le procédé de croissance sur Al est plus rapide que sur d'autres matériaux. Hata et al ont réussi à synthétiser des tapis de SWNTs sans impuretés, de très hautes densités et de 2.5 mm de hauteur à partir d'un empilement bicouche Fe/Al [HAT 04]. Yoshihara et al. ont, quant à eux, synthétisé à partir d'un empilement bicouche Fe(2nm)/Al(3nm) traité à chaud dans une atmosphère acétylène des tapis atteignant des densités de  $2 \cdot 10^{15}$  NTC/m<sup>2</sup> [YOS 08]. Komukai et al. ont étudié l'influence des épaisseurs du film de catalyseur Fe et de la couche d'Al sur la densité des NTC. La densité et la longueur de NTC maximales ont été obtenus pour un empilement Fe (2nm)/Al (3nm). La densité estimée à partir des images MEB est de  $4 \cdot 10^{14}$  NTC/m<sup>2</sup> et la longueur des NTC mesurée est de 220 μm. Ils ont montré aussi que la croissance donne des NTC courts pour une faible densité surfacique [KOM 06]. La présence d'une couche d'Al a été démontrée comme essentielle pour la croissance de NTC bien alignés. [YOS 08, CAN 06, DEL 02]. Les réseaux de NTC adhèrent fortement au substrat avec une faible résistance électrique entre les NTC et le substrat [LIU 09].

#### 3.2.2.1 Croissances à partir du bi-couche Si/Fe

Vu qu'il était possible d'activer un mode tapis sur substrat Si à partir du catalyseur Fe, le bi-couche Si/Fe déposé sur TiN a été évalué. Un empilement Si (5nm) /Fe (2nm) a été déposé par IBS sur l'empilement représentatif des dispositifs Si/SiO<sub>2</sub>/Ti5nm/TiN100nm. Deux exemples de croissance ont été réalisés, la montée et la stabilisation en température à 600°C a été effectuée sous air pour la première croissance (Figure 3.8) et sous mélange réactif C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He pour la deuxième croissance (Figure 3.9).



**Figure 3.8 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur Si/Fe avec une montée en température sous air, (MEB-tilt 45°) Htapis=38µm**



**Figure 3.9 : Photos MEB correspondant au procédé de croissance de NTC sur Si/Fe avec une montée en température sous C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, (MEB-tilt 45°) Htapis=21µm**

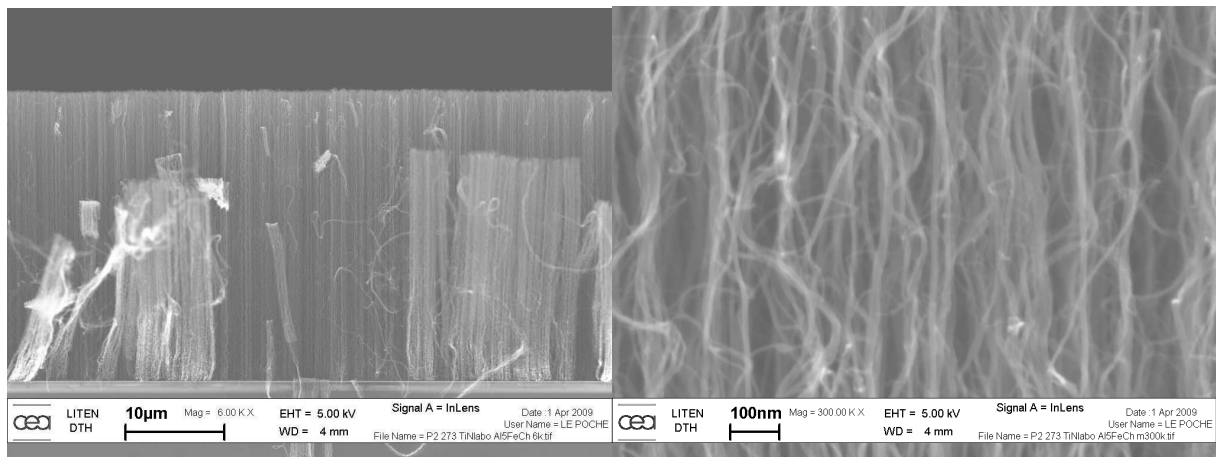
Pour pouvoir activer le mode tapis à partir d'une bi-couche Si/Fe sur TiN, il est apparu que la montée en température sous atmosphère oxydante (air) est plus favorable que la montée en température sous atmosphère réductrice (mélange C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He). Ces dernières conditions de croissance soulèvent effectivement des problèmes en termes de reproductibilité entre plusieurs manipulations de croissance et en termes d'homogénéité sur un même échantillon. Les procédés de croissance avec montée sous air, conduisent de façon reproductible à des tapis homogènes de NTC présentant des hauteurs de l'ordre de 37±3µm. A noter qu'en comparaison aux tapis de NTC obtenus à partir du Fe directement déposé sur un substrat Si (Figure 3.4 et Figure 3.5), les hauteurs de tapis sur TiN sont environ deux fois plus faibles. Les NTC obtenus n'ont pas été caractérisés en MET mais on peut supposer qu'ils présentent des structures et des diamètres équivalents aux NTC obtenus sur substrats Si : NTC bi-parois et tri-parois avec un diamètre moyen de l'ordre de 4 nm. En supposant de tels diamètres pour les NTC, des densités élevées ont pu être estimées dans le tapis de l'ordre de 1,2±0,3.10<sup>16</sup> NTC.m<sup>-2</sup>.

**Pour conclure, ce type de bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm) associé au procédé de croissance avec montée en température sous air conduit à des NTC compatibles avec l'application visée. Il a donc été retenu pour l'intégration dans les dispositifs.**

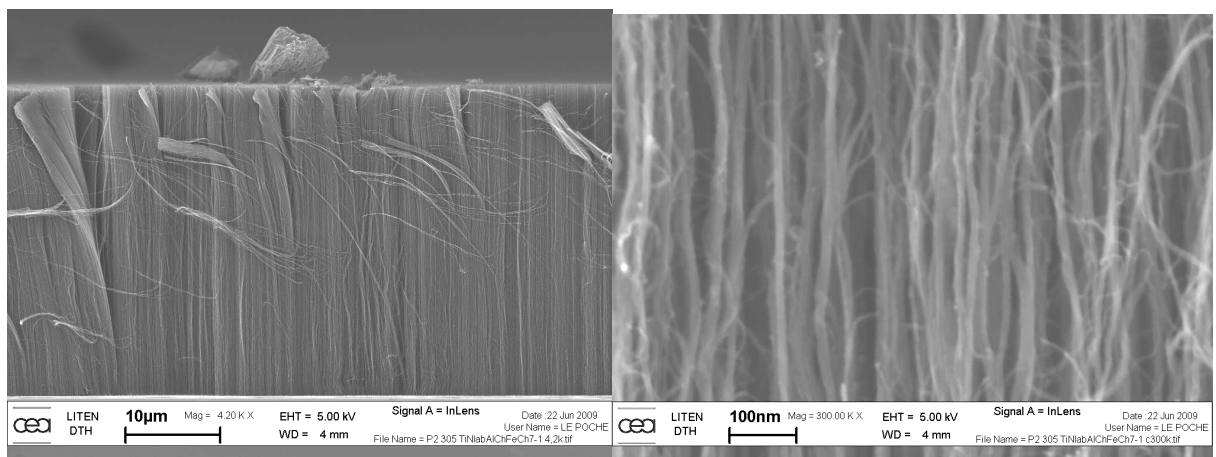
### 3.2.2.2 Croissances à partir du catalyseur bi-couche Al/Fe

Comme décrit précédemment, d'après la littérature, l'activation de modes tapis a pu être mise en évidence à partir d'un film mince de Fe déposé sur une couche d'Al. L'empilement bi-couche Al/Fe déposé consécutivement sans remise à l'air dans un bâti d'évaporation par faisceau d'électrons sur l'empilement représentatif des dispositifs (Si/SiO<sub>2</sub>/Ti5nm/TiN 100nm) a donc été évalué.

L'épaisseur du film mince de Fe a été fixée à 1 nm. Deux épaisseurs d'Al ont été testées : 5 nm et 7 nm. La Figure 3.10 et la Figure 3.11 présentent des exemples de résultats de croissance typiques obtenus à la suite d'un procédé de croissance avec montée en température sous mélange réactif (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He) pour les deux bi-couches évaluées.



**Figure 3.10 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur Al(5nm)/Fe(1nm) avec une montée en température sous mélange réactif (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He) H<sub>tapis</sub>=30 à 40µm, n=1,2 ±0,4.10<sup>16</sup> NTC.m<sup>-2</sup>**

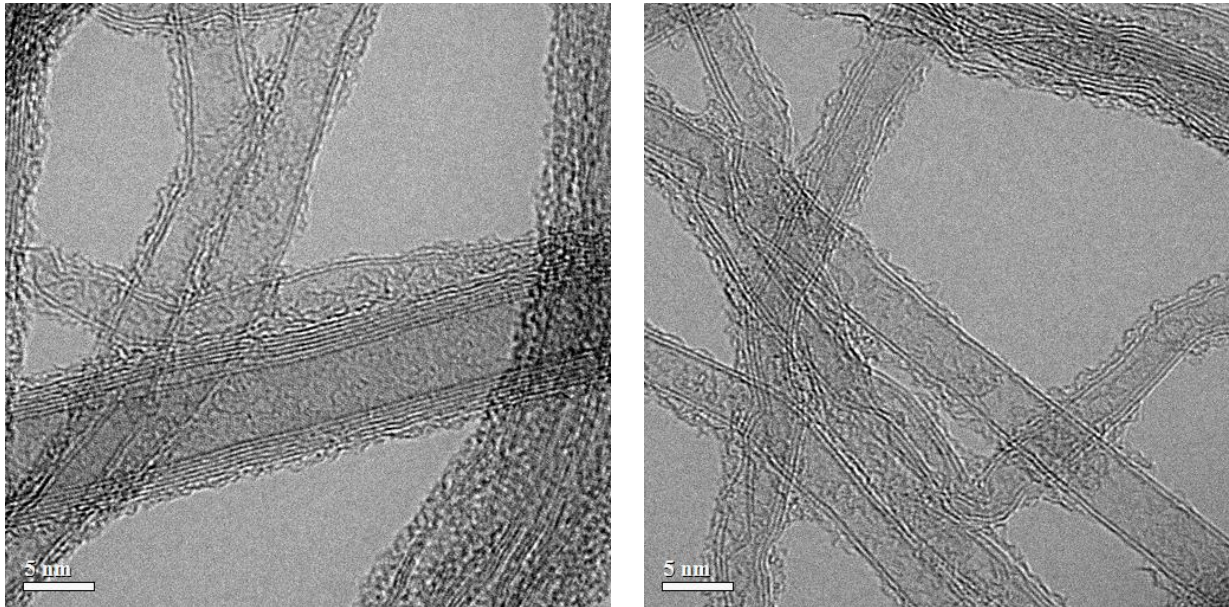


**Figure 3.11 : Photos MEB correspondant à la croissance de NTC sur Al(7nm)/Fe(1nm) avec une montée en température sous mélange réactif (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He) H<sub>tapis</sub>=30 à 40µm, n=1,2 ±0,4.10<sup>16</sup> NTC.m<sup>-2</sup>**

Des tapis de NTC ont été activés avec succès au-dessus du TiN à partir des deux bi-couches testés. **A noter néanmoins, que le couple Al 7nm/Fe 1nm est plus favorable à l'activation d'un mode tapis de façon reproductible et homogène. Des problèmes de ce type sont**

**parfois apparus pour une sous-couche en Al plus fine (5nm).** Les tapis présentent des hauteurs typiques d'environ 30 à 40µm de haut.

Des observations MET n'ont pas été réalisées directement sur ce type d'échantillon. Néanmoins, dans le cadre du projet européen Nano-RF, l'équipe du CEA LITEN a déjà été amenée à effectuer des observations en MET de NTC obtenus avec le même procédé de croissance issu du même couple Al/Fe déposé sur un TiN élaboré dans un autre laboratoire (Figure 3.12). En termes de diamètre et de nombre de parois par NTC, les distributions sont relativement larges : diamètre moyen d'environ 5 nm (3nm à 10nm) et nombre de parois moyen par nanotubes de 3 (2 à 10 parois). Il est fort probable que l'on obtienne la même nature de NTC avec l'empilement de matériaux considéré.



*Figure 3.12 : Observations MET en haute résolution de NTCs extraits de tapis obtenus à partir du bi-couche Al 7nm / Fe 1nm avec un procédé de croissance où la montée en température s'effectue sous mélange réactif C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>/He (projet européen Nano-RF).*

En supposant un diamètre moyen de NTC d'environ 5 nm pour les NTC considérés dans ce travail de thèse, des densités élevées ont également pu être estimées pour le Al/Fe comparables aux densités obtenues à partir du bi-couche Si/Fe :  $1,2 \pm 0,4 \cdot 10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup>.

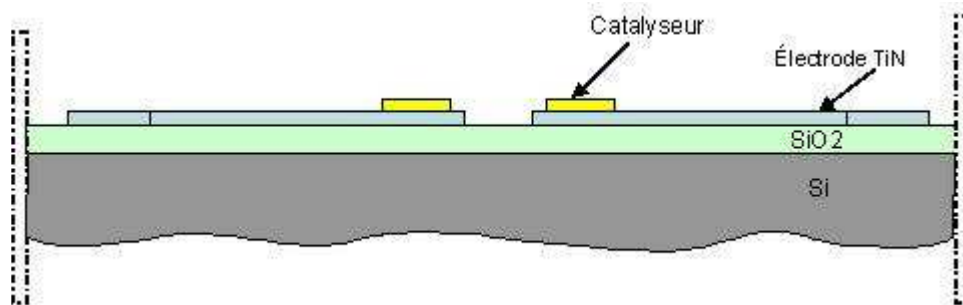
**Pour conclure, les deux bi-couches Al/Fe évalués associés à un procédé de croissance avec montée sous mélange réactif ont finalement été aussi retenues pour la fabrication des pinces électromécaniques.**

### 3.3 Réalisations technologiques des dispositifs

Dans cette partie nous allons présenter tout d'abord les procédés utilisés pour la réalisation de dispositifs nécessaires à la fabrication des pinces électromécaniques à base de NTC puis les dispositifs obtenus. Ces dispositifs sont formés par deux niveaux : le premier correspond aux deux électrodes métalliques reliées aux plots de contact et isolées l'une de l'autre électriquement et le deuxième correspond aux plots de catalyseur localisés aux deux extrémités des électrodes. Chaque niveau a été réalisé par lithographie optique dans un procédé lift-off suivi par un dépôt du matériau correspondant.

### 3.3.1 Empilement technologique

L'empilement technologique des différentes couches utilisées pour former le dispositif est présenté en Figure 3.13. Celui-ci est constitué d'un substrat en silicium recouvert par une couche de silice de  $2\mu\text{m}$  d'épaisseur, une couche de Ti (5nm) qui sert de couche d'accroche est ensuite déposée par-dessus la silice ainsi qu'une couche de TiN (100 nm) pour former les deux électrodes métalliques. Ensuite nous déposons à l'extrémité de chaque électrode les couches du catalyseur.



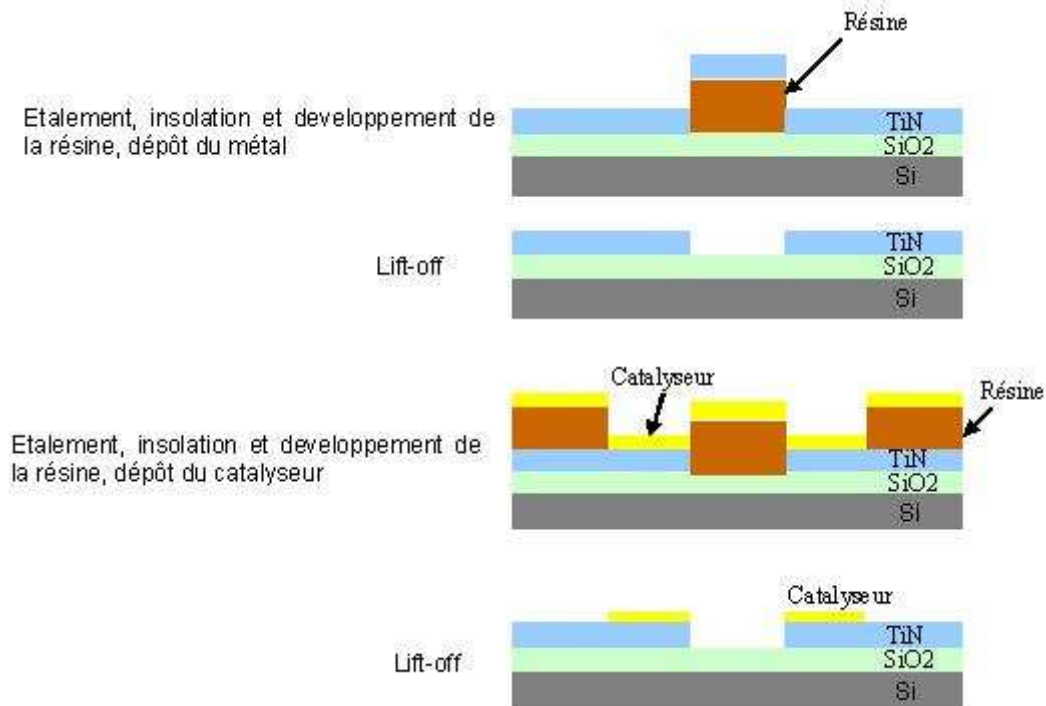
*Figure 3.13 : Empilement technologique de couches pour la réalisation des dispositifs dédiés à la fabrication de pince à base de NTC*

Un substrat en Si oxydé de 100mm (4 pouces) de diamètre sera utilisé comme support pour les dispositifs. Pour réaliser l'empilement de matériaux nous avons fait fabriquer deux masques en quartz avec une précision de  $0.5\ \mu\text{m}$ . Ces masques sont nécessaires pour reproduire les dessins des structures que nous avons définies. Le premier masque permet de réaliser les électrodes et le second permet de localiser les plots de catalyseur.

### 3.3.2 Procédé Lift-Off

Nous avons réalisé chaque niveau par la technique de photolithographie combinée à un lift-off. La photolithographie est une technique de fabrication, largement répandue en microélectronique. Cette méthode utilise un polymère photosensible, appelé résine photosensible étalée sur le substrat afin de transférer l'image d'un masque et de greffer un relief tridimensionnel par attaque chimique. Le lift-off est un procédé qui permet de réaliser un motif sur un substrat sans avoir recours à la gravure du matériau. Ce procédé est adapté pour le dépôt de métaux difficiles à graver comme le fer. Il présente une flexibilité pour le dépôt de couches de catalyseur sans se préoccuper de la nature du catalyseur et son épaisseur. Ce procédé consiste à déposer un métal après avoir transféré le motif du masque sur la résine. La résine est ensuite éliminée avec le métal déposé au-dessus pour ne garder que le métal qui constitue le motif. Ce procédé est décrit brièvement en Figure 3.14.





**Figure 3.14 : Etapes de réalisation technologique du dispositif par lithographie optique et lift-off.**

Nous rappelons les étapes technologiques de base de ce procédé pour une résine monocouche et nous décrivons le rôle et l'importance de chacune de ces étapes dans le procédé de fabrication.

### **Etapes technologiques :**

**1) Nettoyage du substrat** à l'acétone, l'isopropanol et à l'eau DI puis séchage à la centrifugeuse

**2) Déshydratation** 2 minutes à 115° C puis repos de quelques minutes

**3) Enduction d'un promoteur d'adhérence HMDS**

Le hexamethyldisilazane (HMDS) est recommandé pour promouvoir l'adhérence de la résine au substrat. Il permet d'éliminer chimiquement l'eau.

**4) Enduction de la résine photosensible** à l'aide d'une tournette (*en anglais, spin coating*)

L'épaisseur de la résine est déterminée par la vitesse de rotation de la tournette. La courbe d'épaisseur de la résine en fonction de la vitesse est donnée par le fabricant de cette dernière. L'épaisseur de la résine varie légèrement selon le procédé, les équipements et les conditions ambiantes comme la température et l'humidité. L'homogénéité et la planéité de la couche de résine sont des paramètres très importants, ils sont définis par l'accélération et la durée du cycle d'enduction de la résine. En effet la planéité de la couche de résine intervient pendant la phase d'insolation lorsque le substrat est mis au contact du masque, ce paramètre pourrait conditionner la réussite du procédé. En pratique, lorsque l'épaisseur de la résine n'est pas homogène la pression de contact entre le masque et le substrat n'est pas identique sur toute la surface du substrat, ceci a une conséquence directe sur la résolution limite pouvant être atteinte. La déviation standard qui caractérise l'uniformité de la couche de résine est de

l'ordre d'une dizaine de nanomètres pour une utilisation de la résine dans la gamme des épaisseurs nominales.

Un autre phénomène est à prendre en compte, celui de l'accumulation de la résine sur le bord du substrat. L'épaisseur de la résine au niveau des bords est d'environ le double de l'épaisseur de la couche de résine au milieu de la plaque. Cet excès de résine peut empêcher le contact entre le masque et le milieu du substrat. Deux moyens existent pour éliminer cette couche. Nous pouvons soit utiliser un coton-tige imbibé d'acétone soit appliquer une accélération très élevée pendant quelques secondes à la fin du cycle d'étalement de la résine pour projeter et éliminer cet excès sur les bords du substrat. Une résine est aussi caractérisée par son indice de réfraction et son absorption qui varient en fonction de la longueur d'onde de la source de lumière.

### **5) Recuit de la résine (*soft bake*)**

Recuit à 115°C pendant 1min 30 pour des couches d'épaisseur inférieure à 4 µm. Plusieurs heures sont requises pour qu'une résine se stabilise à la température ambiante. Un recuit accélère la densification et le processus d'évaporation des solvants et stabilise la couche de résine en environ une minute. Le recuit permet de relâcher les contraintes mécaniques internes à la couche de résine et améliore les qualités d'adhésion.

### **6) Insolation de la résine par lithographie optique**

Théoriquement, la plus haute résolution d'impression par cette technique est seulement limitée par la diffraction au niveau des bords des motifs du masque.

En pratique, avant exposition le substrat est ramené au contact du masque. La qualité du contact et le choix de l'épaisseur de résine sont des éléments primordiaux pour la réalisation de motif de taille proche du micromètre. Le phénomène de diffraction est dépendant de ces deux paramètres. En effet pendant l'insolation de la résine les rayons se diffractent sur les bords des motifs dessinés sur le masque et insolent sous un certain angle une partie de la résine inaccessible par incidence normale ou la résine sous la zone noire. C'est pourquoi le choix d'une résine d'épaisseur fine permet d'augmenter la résolution de la technique. D'autre part un contact à vide est primordial pour ramener le substrat au plus près du masque augmentant ainsi la résolution. L'insolation de la résine se fait par une source lumineuse possédant une certaine longueur d'onde et une certaine puissance. A chaque épaisseur de résine correspond une quantité d'énergie par unité de surface nécessaire pour l'insolation. Connaissant la puissance de la source il est possible de calculer la durée d'exposition. Pour éviter une insolation variable par endroits sur le substrat l'intensité lumineuse doit être homogène sur toute la surface du substrat.

**7) Recuit post-insolation (*PEB- Post Exposure Bake*)** permet de lisser le profil de la résine

### **8) Développement**

Le développement se fait par un produit standard. Le substrat est immergé pendant un certain temps dans le développeur qui permet de dissoudre la résine insolée. Le temps de développement peut varier de 30 secondes à 1 minute en fonction de la nature et l'épaisseur de la résine. Pour stopper le processus de développement le substrat est plongé dans l'eau désionisée pendant quelques minutes puis séché.

Après le développement de la résine nous obtenons le profil de la résine qui va nous permettre de localiser le dépôt de métal et de former les électrodes à des positions bien définis.

## 9) Dépôt du métal

Nous déposons ensuite une couche de métal sur l'ensemble du substrat. Le métal se dépose sur la résine non insolée ainsi qu'au fond des motifs greffés dans la résine. Il existe différentes techniques de dépôt : par pulvérisation par faisceaux d'ions IBS avec un angle de dépôt bien défini, par évaporation par faisceaux d'électrons avec un dépôt à incidence normale, par pulvérisation cathodique avec un dépôt non directif. En fonction du métal qui sera déposé par la suite une de ces techniques sera choisie.

## 10) Lift-off de la résine

Cette étape consiste à éliminer la résine non insolée et le dépôt de métal qui s'est formé dessus. Un « remove » ou de l'acétone sont utilisés pour cet effet, la compatibilité résine-remove est donnée par le fabricant de la résine. Le substrat est plongé dans le « remove » ou dans l'acétone pendant plusieurs heures. Pour rendre plus efficace cette réaction, le récipient peut être chauffé dans un bac à ultrasons qui permet de dégager mécaniquement la résine.

### 3.3.3 Fabrication des électrodes et des plots de catalyseur

Des procédés monocouche réalisés à l'aide de la résine S1813 et S1818 et un procédé bicouche réalisé à l'aide d'un empilement d'une résine monocouche et du LOR 10B ont été réalisés et sont présentés en Annexe 4.

Les procédés qui ont été développés en monocouche avec de la résine S1818 et S1813 n'ont pas fourni de résultats satisfaisants. Plusieurs problèmes ont été rencontrés : une faible résolution de 3 $\mu$ m, formation de collerettes, inhomogénéité du dépôt de TiN pour la réalisation des électrodes, problèmes suspectés de non débouchage de la résine et de formation de résidu au fond des motifs. Nos essais d'amélioration de ces procédés ont été interrompus par des pannes survenues sur les équipements (tournette et aligneur pour la photolithographie) présentant initialement des défaillances. Par conséquent nous avons transféré la réalisation des dispositifs à la PTA.

Les deux procédés, présentés en Annexe 4, permettant de former une casquette afin d'éviter la formation de collerettes ne sont pas compatibles avec la technique utilisée de dépôt par pulvérisation cathodique. Ils nécessitent aussi un développement dont les délais nécessaires ne sont pas compatibles avec les délais de notre projet. Puisque notre dépôt de métal est toujours fait par pulvérisation cathodique nous avons décidé d'abandonner ces deux procédés et tenter d'améliorer le procédé monocouche. Une solution alternative aurait été d'utiliser un procédé de photolithographie par gravure chimique du TiN. Ce procédé consiste à déposer en premier temps le film de métal en dessous de la résine, ensuite à effectuer les étapes de photolithographie puis graver par attaque chimique le métal à travers les motifs greffés dans la résine. Ce procédé est largement répandu pour des applications en microélectronique mais nous ne l'avons pas exploré à cause des délais insuffisants.

#### 3.3.3.1 Procédé lift-off mono-couche AZ1512HS

Nous avons modifié notre procédé monocouche (Annexe 4) et nous avons utilisé à la PTA un nouvel équipement de lithographie optique (marque MJB4) ainsi qu'une résine AZ1512HS

d'une épaisseur nominale de 1.4  $\mu\text{m}$ . La longueur d'onde des rayons UV de l'équipement de lithographie est de 365nm, sa résolution maximale donnée est de 0.8  $\mu\text{m}$ . Le procédé que nous avons utilisé est décrit ci-après. Ce procédé existait déjà pour la résine AZ1512HS il fallait seulement définir le temps d'insolation nécessaire du nouvel équipement MJB4.

### Fabrication des électrodes

Deux essais ont été effectués avec des temps de 15s et 17s pour ainsi améliorer le résultat du procédé.

### Etapes du procédé Lift-off AZ1512HS

- 1/ Nettoyage du substrat et séchage
- 2/ Enduction de la résine AZ 1512 HS pendant 50 s à une vitesse de 4000 tours/min avec une accélération de 2000 tours/min.sec
- 3/ Elimination de l'excès de résine formé sur le bord de la plaque par une augmentation pendant 3s de la vitesse de 4000 à 8000 tours/min avec une accélération de 2000 tours/min.sec
- 4/ Recuit de la résine pendant 1min30 à 100° C
- 5/ Insolation de la résine pendant 17 secondes sous une puissance de 8 mW/cm<sup>2</sup>. Un contact à vide a lieu entre la plaque et le masque.
- 6/ Recuit post-insolation pendant 2 min à 100° C
- 7/ Développement à l'AZ développeur pendant 30s
- 8/ Recuit post-développement pendant 30 s à 120 °C
- 9/ Gravure sèche par plasma oxygène pour nettoyer le résidu de résine au fond des motifs
- 10/ Dépôt d'une couche de Ti5nm et d'une couche de TiN (100 nm) par pulvérisation cathodique
- 11/ Lift-off à l'acétone

Nous avons pu conserver avec ce procédé un bon contrôle des dimensions des motifs transférés et gaps définis (Figure 3.15, Figure 3.16, Figure 3.17 et Figure 3.18). Les lignes sont beaucoup moins irisées (Figure 3.19) et le rendement final de procédé est meilleur que ce que nous avons obtenu précédemment. Nous avons réussi à réaliser un gap de 1 $\mu\text{m}$  pour le premier type de structures (électrodes face à face) et de 0.7 $\mu\text{m}$  dans le cas du second type de structure (électrodes décalées) (Figure 3.16).

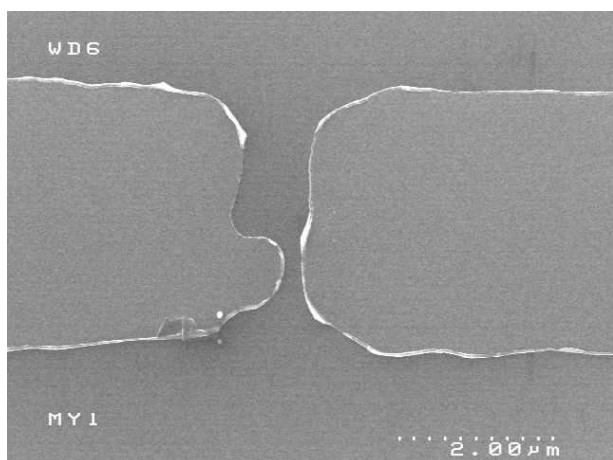


Figure 3.15 : Photo MEB des électrodes en TiN, gap visé de 1 $\mu\text{m}$

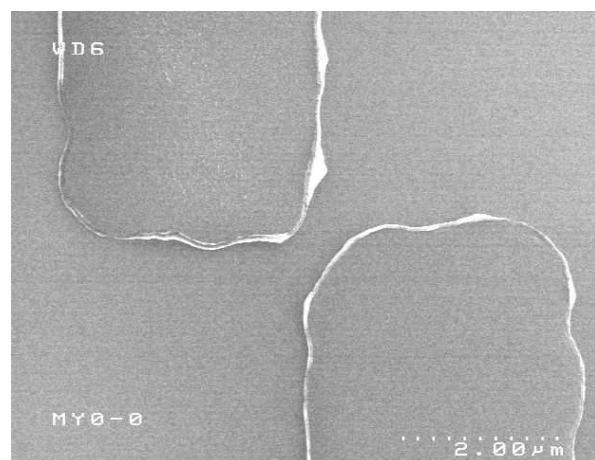
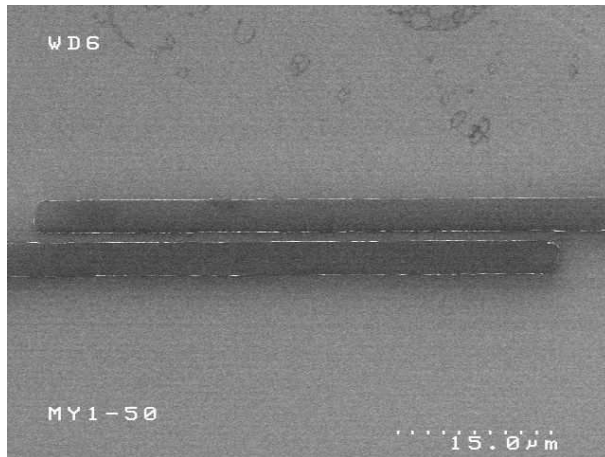
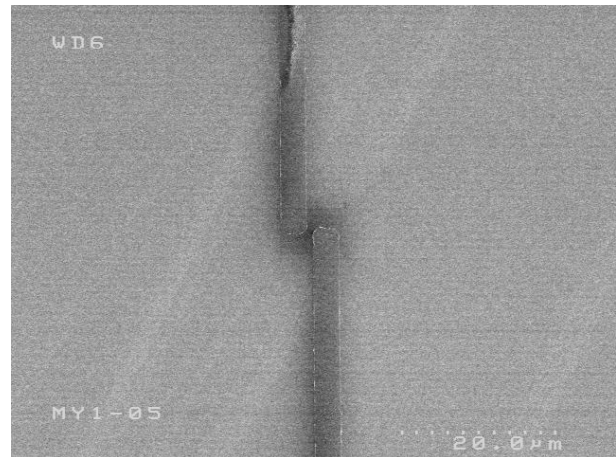


Figure 3.16 : Photo MEB des électrodes en TiN, aucun gap n'était prévu, gap réel de 0.7 $\mu\text{m}$



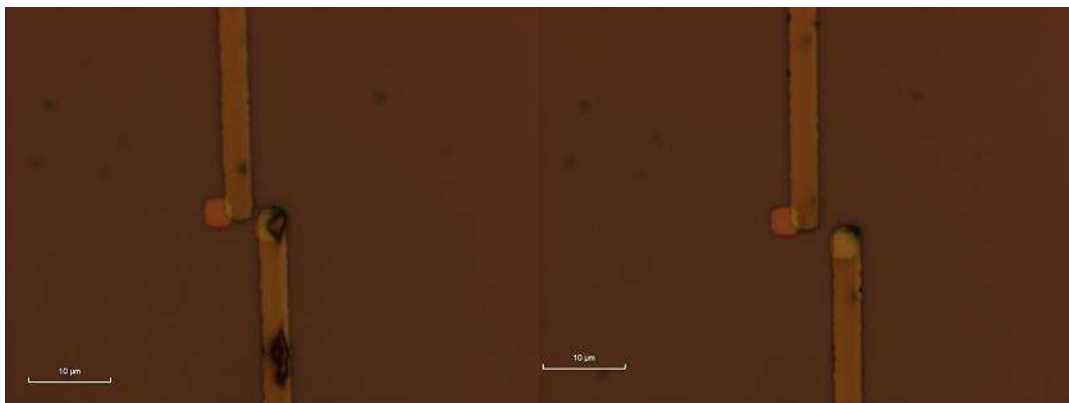
*Figure 3.17 : Photo MEB d'électrodes espacées de 1 $\mu$ m sur 50  $\mu$ m de longueur*



*Figure 3.18 : Photo MEB d'électrodes à leurs extrémités par un gap de 1 $\mu$ m*

### Dépôt des plots de catalyseur

Les mêmes étapes du procédé lift-off que pour la fabrication des électrodes ont été réutilisées pour la localisation du catalyseur. Le « catalyseur » de type bi-couche Al(5nm)/Fe(1nm) ou Al(7nm)/Fe(1nm) a été déposé par évaporation par faisceau d'électrons. Une erreur dans l'alignement du second niveau de définition du catalyseur sur les électrodes d'environ 1 $\mu$ m a été produite (Figure 3.19). Cette erreur est liée à la précision de l'équipement de lithographie optique en termes d'alignement. Les plots de bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm) sont à cheval entre les électrodes et la silice.



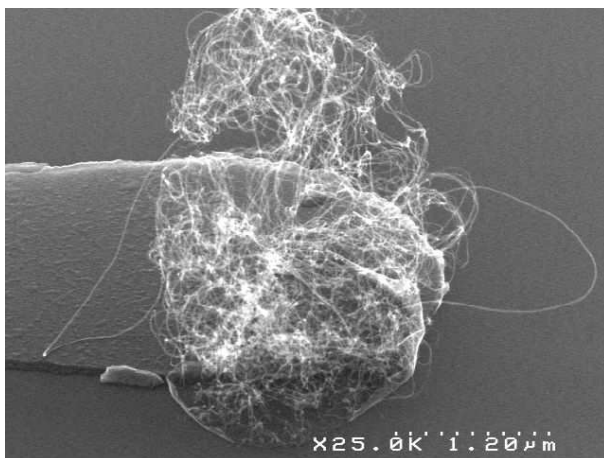
*Figure 3.19 : Image en microscopie optique permettant de voir les plots du bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm) déposé sur les électrodes, les plots sont à cheval entre les électrodes et la silice à cause d'une erreur d'alignement entre les différents niveaux de masque*

## 3.4 Intégration des NTC

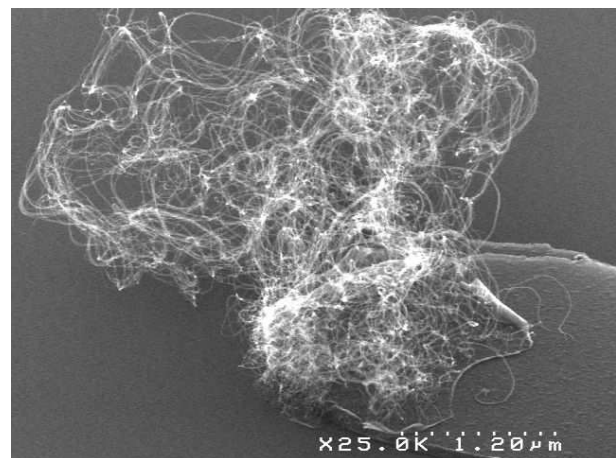
### 3.4.1 Catalyseur bicouche Fe-Si

Nous avons déposé sur les dispositifs réalisés par le procédé lift-off utilisant la résine S1818 (1.8 $\mu$ m d'épaisseur) une bicouche Si(5nm)/Fe(2nm) par pulvérisation par faisceau d'ions (IBS) sous un angle d'incidence de 30° sans étape de gravure par plasma O<sub>2</sub> préalable. Le lift-off du catalyseur pour ces dispositifs a été effectué à l'acétone.

A partir de ce bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm) le même procédé de croissance que celui effectué pour les croissances en pleine couche sur Si avec montée en température sous air (Figure 3.4) a été reproduit. Plusieurs essais ont été réalisés sur différents échantillons issus du même procédé de réalisation, le mode tapis ne s'est pas activé (Figure 3.20 et Figure 3.21). Le catalyseur est absent à certains endroits, son activité catalytique est très réduite, il semble être empoisonné. Les nanotubes qui ont cru ne restent pas droits à cause de leur très faible densité. A chaque essai un échantillon témoin pleine couche a été introduit lors de la phase de croissance des dispositifs. Le mode de croissance de tapis a pu être activé sur les échantillons témoins ayant le même empilement de couches que les dispositifs. Les NTC obtenus sont identiques à ceux présentés en Figure 3.4. **Nous pouvons conclure que le problème de croissance sur les dispositifs ne provient pas du procédé de croissance mais il est probablement dû aux étapes technologiques de fabrication d'électrodes et d'intégration du catalyseur. En effet nous supposons qu'un résidu de résine a subsisté au fond des motifs et que ce résidu a transformé le catalyseur qui a été déposé par-dessus.**



*Figure 3.20 : Croissance de NTC sur un bicouche Si(5nm)/Fe(2nm) avec une montée en température sous air, pas de mode tapis, catalyseur empoisonné et absent par endroit*



*Figure 3.21 : Croissance de NTC sur un bicouche Si(5nm)/Fe(2nm) avec une montée en température sous air, pas de mode tapis, catalyseur empoisonné et absent par endroits*

Néanmoins sur une seule puce le catalyseur a été actif, le mode tapis s'est activé et la croissance a donné lieu à des faisceaux de nanotubes (Figure 3.22 à Figure 3.25). Ses faisceaux avaient une faible densité estimée à  $5 \cdot 10^{14}$  NTC.m<sup>-2</sup> comparée aux croissances en pleine couche (Figure 3.4) qui ont une densité de 1 à  $2 \cdot 10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup>. Cette faible densité est illustrée par la Figure 3.25. A noter que ce même phénomène a été observé dans la littérature à partir de motifs de catalyseur définis par lithographie optique combinée à un procédé de lift-off [OLO 09]. La taille du motif de catalyseur influe sur la densité des NTC : plus les dimensions du motif sont réduites, plus la densité résultante est faible. Une interprétation possible pourrait être qu'en dessous d'une taille critique de motif, pour une épaisseur donnée du film mince de catalyseur, la surface du motif influe sur la densité de particules résultant du démouillage du film. En d'autres termes, une plus grande surface est favorable à la formation de particules plus petites et plus denses après démouillage et donc des NTC plus denses. Les faisceaux de NTC obtenus ont une longueur d'environ 40µm et un diamètre de 3µm, ils sont courbés (Figure 3.23 et Figure 3.24) à cause de leur rapport de forme de 13 et de leur faible densité et donc le gap obtenu n'est pas uniforme.

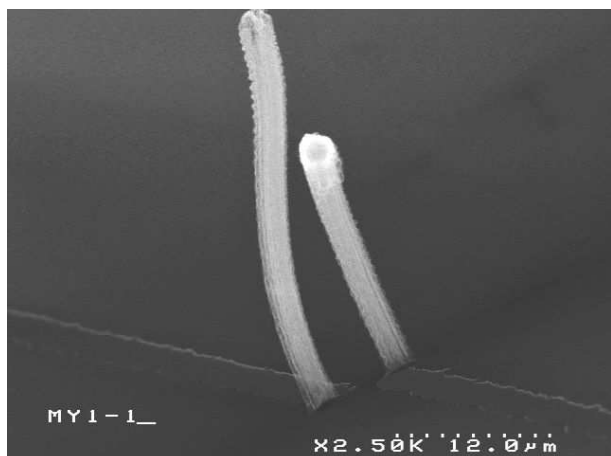


Figure 3.22 : Faisceaux de NTC à partir du bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm), gap non uniforme de 3 $\mu$ m à la base des faisceaux (MEB inclinaison de 60°)

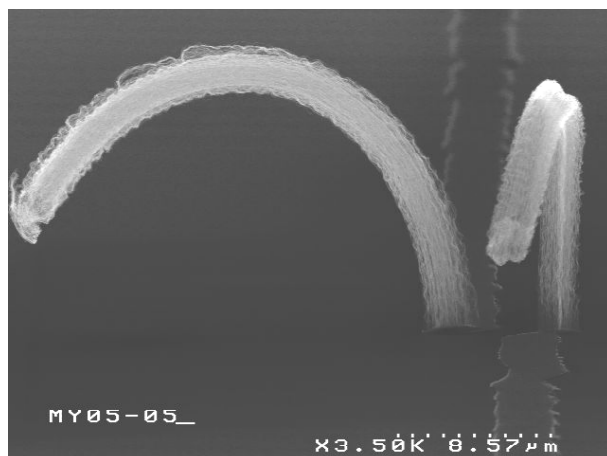


Figure 3.23 : Faisceaux de NTC à partir du bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm), gap de 2.5 $\mu$ m à la base des faisceaux

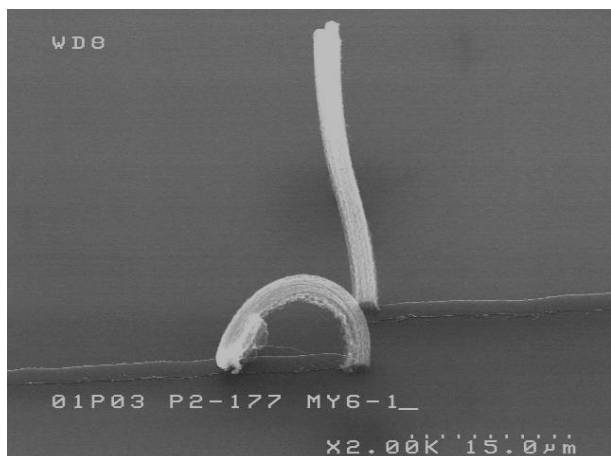


Figure 3.24 : Faisceaux de NTC à partir du bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm), gap non uniforme de 6 $\mu$ m à la base des faisceaux

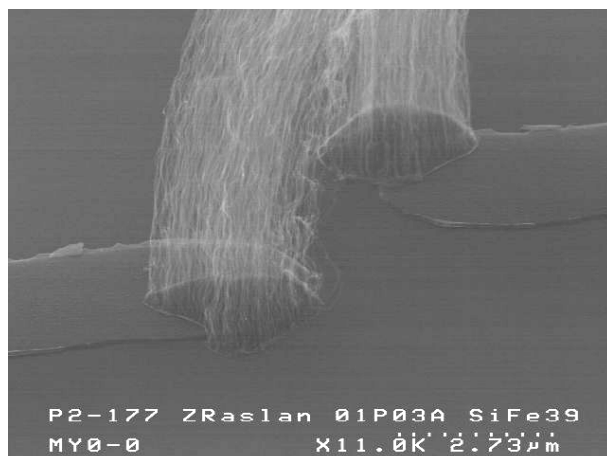


Figure 3.25 : Faisceaux de NTC à partir du bi-couche Si(5nm)/Fe(2nm), densité estimée à 5.10<sup>14</sup>NTC/m<sup>2</sup> pour un pas entre NTC de 44 nm

## Conclusion

Nous avons pu constater que le couple Si/Fe permet la croissance de faisceaux de NTC. Ces faisceaux ont une faible densité comparée à celle obtenue en pleine couche, ceci est probablement dû à l'effet de la taille du plot de catalyseur ainsi qu'à son état. Cependant les croissances en mode tapis sur dispositifs issus de la même plaque sont non-reproductibles malgré l'activation du mode tapis en pleine couche sur des échantillons introduits en même temps que les dispositifs dans la même manipulation de croissance. A ce stade de notre étude, nous pouvons dire que la non-reproductibilité est probablement due à l'enchaînement des étapes technologiques de fabrication d'électrodes et d'intégration du catalyseur. En effet nous supposons qu'un résidu de résine a subsisté au fond des motifs et qu'il a dû transformer le catalyseur qui a été déposé par-dessus. Le « remove 1165 » et l'acétone qui ont servi au lift-off du catalyseur ont été appliqués sur le catalyseur de l'échantillon témoin. Le catalyseur n'a pas été désactivé et donc le « remove 1165 » et l'acétone ne peuvent pas être à l'origine de la non-reproductibilité des croissances.

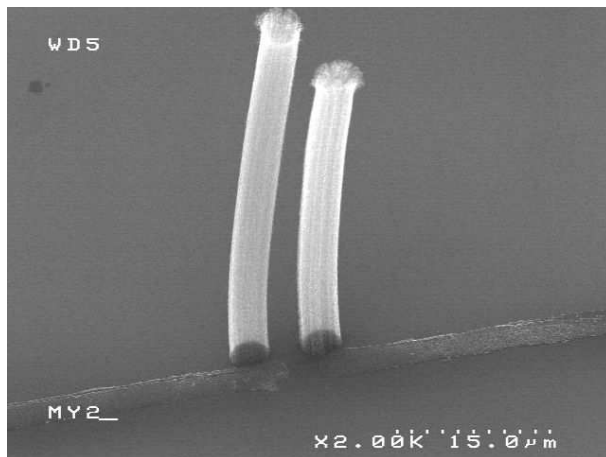
### 3.4.2 Catalyseur bicouche Al-Fe

#### Dispositifs réalisés par procédé utilisant la résine S1813

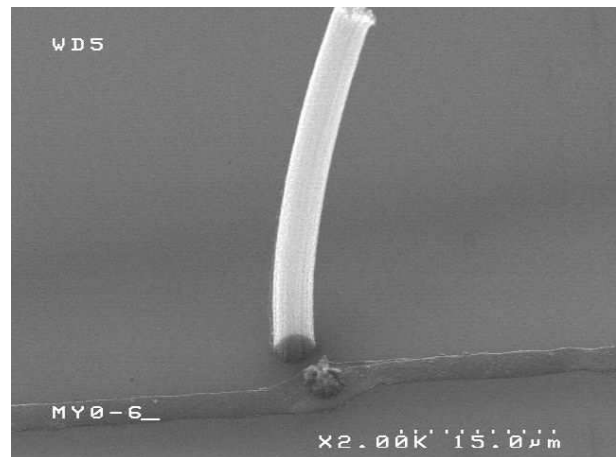
Nous avons déposé sur les dispositifs réalisés par le procédé lift-off utilisant la résine S1813 (1.3 $\mu\text{m}$  d'épaisseur) deux bi-couches Al(5nm)/Fe(1nm) et Al(7nm)/Fe(1nm) afin d'étudier l'épaisseur critique de la couche d'aluminium. Ces dépôts ont été réalisés par évaporation par faisceau d'électrons sans étape de gravure par plasma O<sub>2</sub> préalable. L'étape de lift-off a été réalisée au « remover 1165 ».

Les plots de catalyseurs déposés ont été localisés à cheval entre les électrodes et la silice ou entièrement sur la silice ou sur les électrodes à cause d'une erreur d'alignement entre les deux niveaux de masque lors de l'étape de lithographie optique (Figure 3.27 et Figure 3.29 ).

Pour les croissances à partir des deux épaisseurs de bi-couche Al/Fe un échantillon témoin pleine couche a été introduit en même temps que les dispositifs dans la même manipulation de croissance avec une montée en température sous acétylène. Le mode de croissance de tapis a pu être activé sur les échantillons témoins ayant le même empilement de couches que les dispositifs. Les NTC en pleine couche ainsi obtenus sont ceux présentés en Figure 3.10 et Figure 3.11 et possèdent une densité d'environ  $1,2 \pm 0,4 \cdot 10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup> et une hauteur de 30 à 40 $\mu\text{m}$ . Ces croissances avaient montré que le couple Al(7nm)/Fe(1nm) est plus favorable à l'activation d'un mode tapis de façon reproductible et homogène. Des problèmes de ce type sont effectivement parfois apparus pour une sous-couche en Al plus fine (5nm).



**Figure 3.26 :** Croissance à partir du bi-couche Al(5nm)/Fe(1nm) sur silice de faisceaux présentant un bon alignement, L=40 et 50  $\mu\text{m}$

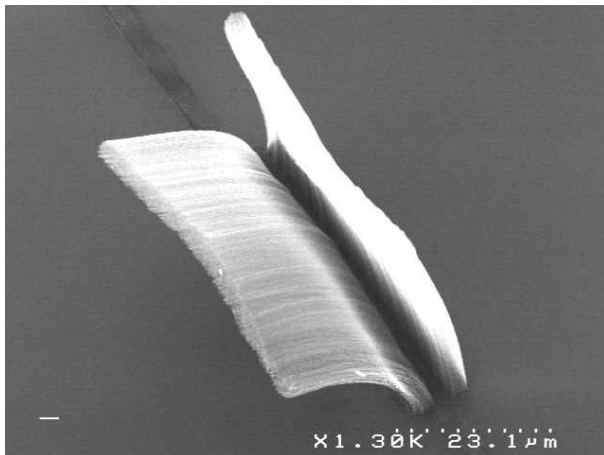


**Figure 3.27 :** Croissance à partir du bi-couche Al(5nm)/Fe(1nm) réussie sur silice, catalyseur pollué sur l'électrode en TiN

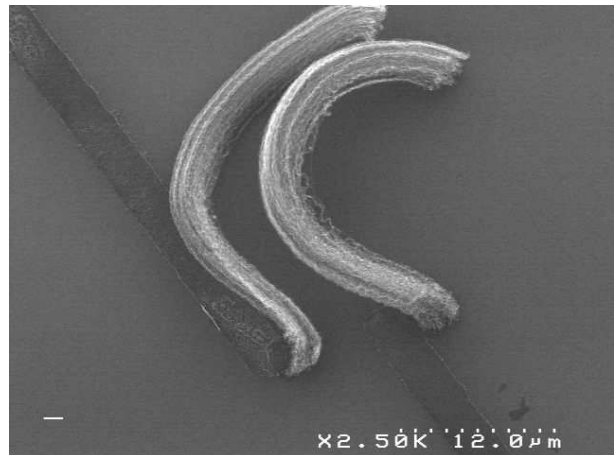
Sur les dispositifs, le mode tapis s'est activé à partir du plot de catalyseur déposé sur la silice (Figure 3.26), des faisceaux de NTC alignés d'une densité estimée à  $4 \pm 1 \cdot 10^{15}$  NTC.m<sup>-2</sup> et de longueurs de 40 et 50 $\mu\text{m}$  espacés d'un gap de 3  $\mu\text{m}$  à la base et de 2 $\mu\text{m}$  au sommet ont été obtenus. Ce dispositif a été retenu pour la caractérisation électrique, en effet son actionnement est possible car les deux plots de catalyseur sont en contact avec les électrodes. Par contre, lorsque le catalyseur était déposé sur TiN, la croissance ne s'est pas activée. Une explication possible pourrait être une pollution du catalyseur par des résidus de résine préférentiellement présents sur TiN (Figure 3.27).



De même pour le bicouche Al(7nm)/Fe(1nm) (Figure 3.28 et Figure 3.29), la croissance ne s'est pas activée à partir de la surface des plots de catalyseur située sur TiN, seule celle située sur la silice active le mode tapis. De plus dans certains cas, le catalyseur sur TiN semble avoir été éliminé par lift-off. Ces résultats peuvent être expliqués comme dans le cas de croissance à partir du bi-couche Si/Fe par la présence d'un résidu de résine au fond des motifs sur TiN qui aurait transformé le catalyseur durant la croissance à 600°C, ce résidu n'existant probablement pas sur la silice. En effet il est possible que l'étape d'insolation dépende du matériau présent en dessous de la résine. En effet la dose d'énergie fournie pour l'insolation de la résine était probablement suffisante pour qu'elle débouche sur silice mais pas sur TiN. On peut donc supposer que le catalyseur a pu être pollué par le résidu sur TiN et est resté actif sur la silice.



*Figure 3.28 : Croissance de deux murs de 50  $\mu\text{m}$  de large et de 3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur à partir du bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm) réussie sur silice*

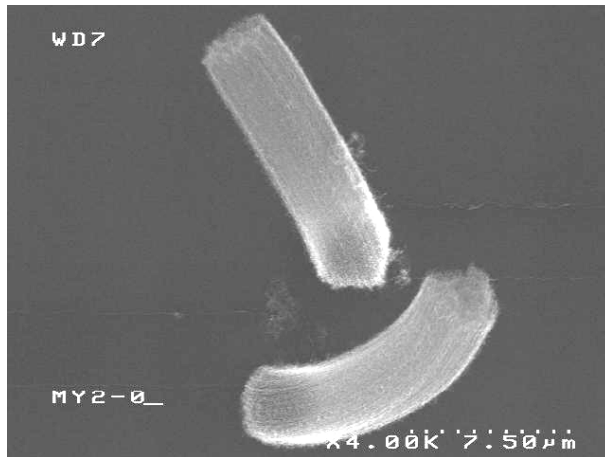


*Figure 3.29 : Croissance à partir du bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm) réussie sur silice, catalyseur pollué ou éliminé sur TiN*

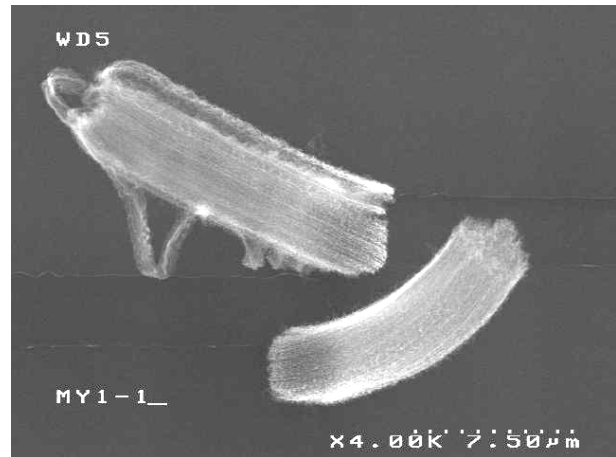
**Nous avons donc amélioré nos dispositifs en utilisant un procédé et des équipements plus adaptés présents à la PTA, nous avons aussi introduit une étape de gravure sèche par plasma O<sub>2</sub> après développement de la résine et juste avant dépôt du TiN et du bi-couche.**

Nous avons déposé sur les dispositifs réalisés par le procédé lift-off utilisant la résine AZ1512HS (1.4  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) un bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm) par évaporation par faisceau d'électrons. Ce dépôt a été précédé par une étape de gravure par plasma O<sub>2</sub>. L'étape de lift-off a été réalisée au « remover 1165 ». Ces dispositifs sont visibles sur la Figure 3.19.

La croissance de NTC sur ses dispositifs a été effectuée selon le même procédé de croissance utilisé précédemment pour le bi-couche Al/Fe. Le mode tapis a pu être activé sur TiN, des faisceaux de NTC ont cru à l'extrémité des électrodes horizontales présentées en Figure 3.30 et Figure 3.31.



*Figure 3.30 : Photo MEB des croissances sur dispositifs de faisceau de NTC, vue de dessus, le faisceau supérieur est localisé entièrement sur l'électrode horizontale en TiN*



*Figure 3.31 : Photo MEB des croissances sur dispositifs de faisceau de NTC, vue de dessus, le faisceau supérieur est localisé entièrement sur l'électrode horizontale en TiN*

En supposant un diamètre moyen pour les nanotubes d'environ 5 nm, la densité de nanotubes dans le faisceau est estimée à environ  $4 \pm 1.10^{15}$  NTCs.m<sup>-2</sup>. Toujours nettement plus faible comparé aux résultats en pleines couches présentant des densités estimées à environ  $1,2 \pm 0,4.10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup> ceci a pu être constaté même lorsque l'intégration par procédé lift-off des plots de catalyseur a été réussie. Nous supposons comme dans le cas de croissance à partir du bi-couche Si/Fe que cette chute de densité est due aux dimensions réduites du plot de catalyseur. Une interprétation possible pourrait être qu'en dessous d'une taille critique de motif, pour une épaisseur donnée du film mince de catalyseur, la surface du motif influe sur la densité de particules résultant du démouillage du film : une plus grande surface est favorable à la formation de particules plus petites et plus denses après démouillage et donc des NTC plus denses.

La résine déposée semble cette fois avoir débouché parfaitement après insolation et développement dans le cas des motifs sur TiN et sur silice. Nous supposons que si, après ces étapes, un résidu très fin était resté au fond des motifs, celui-ci a été éliminé par l'étape de gravure par plasma O<sub>2</sub>. **Le procédé de réalisation ainsi développé combiné au procédé de croissance à partir du bi-couche Al/Fe se présente comme une solution pour l'intégration des faisceaux de nanotubes dans des dispositifs électromécaniques.** Cependant l'alignement des faisceaux reste une véritable défi. En effet le gap obtenu entre les faisceaux est non-uniforme. Par manque de temps d'autres essais n'ont pas pu être réalisés afin d'étudier le taux d'alignement des faisceaux.

### 3.5 Conclusion

Ce volet du travail de cette thèse a consisté à fabriquer des pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC par croissance in-situ des nanotubes directement sur dispositifs par CVD catalytique. Ce travail a été réalisé en deux grandes étapes : une première étape d'étude matériau sur substrats pleines couches, une seconde étape de fabrication des dispositifs et d'intégration des NTC.

Durant l'étude matériau nous avons essayé de développer un mode de croissance de tapis sur un matériau conducteur représentatif des électrodes du dispositif à partir du savoir faire en terme de mode de croissance par CVD à partir du catalyseur Fe sur alumine et sur Si. Le

mode commun de croissance à partir du catalyseur fer est caractérisé par des tapis denses de NTC multi-parois de très faibles diamètres (quelques nm) et de plusieurs dizaines de micromètres de haut. Ce type de NTC était donc intéressant à considérer pour la fabrication de microdispositifs.

Nous avons utilisé le TiN comme matériau d'électrode car c'est un matériau conducteur relativement inerte chimiquement que l'on sait intégrer au LITEN couramment dans des dispositifs via les techniques de dépôt et de localisation développées dans l'industrie de la micro-électronique. Nous avons essayé d'activer le mode tapis directement sur TiN mais celui-ci n'a pas fonctionné. Nous avons donc choisi une approche « catalyseur » bi-couche qui est décrite dans la littérature comme une alternative pour activer le mode tapis sur des matériaux qui ne le permettent pas. La bicouche est constituée d'une sous-couche qui permet de masquer le matériau initial et d'une couche de catalyseur Fe. De plus nous nous sommes intéressés aux sous-couches métalliques compatibles avec notre application. Deux natures de bicouches, Si/Fe et Al/Fe, ont été évaluées en croissance. Vu qu'il était possible d'activer un mode tapis sur substrat Si à partir du catalyseur Fe, la bicouche Si(5nm)/Fe(2nm) déposé sur TiN a été évalué. Les procédés de croissance avec montée sous air, conduisent de façon reproductible à des tapis homogènes de NTC présentant des hauteurs de l'ordre de  $37 \pm 3 \mu\text{m}$  et des densités élevées de l'ordre de  $1.2 \pm 0.3 \cdot 10^{16} \text{ NTC} \cdot \text{m}^{-2}$ .

Les procédés de croissance à partir de bicouche Al/Fe avec montée sous mélange réactif conduisent à des tapis de densités élevées de  $1.2 \pm 0.4 \cdot 10^{16} \text{ NTC} \cdot \text{m}^{-2}$  et de 30 à 40  $\mu\text{m}$  de haut. Nous avons constaté que le couple Al 7nm/Fe 1nm était plus favorable à l'activation d'un mode tapis de façon reproductible et homogène. Des problèmes de ce type sont effectivement parfois apparus pour une sous-couche en Al plus fine (5nm). Les deux bicouches Si/Fe et Al/Fe ont été retenues pour l'intégration du mode de croissance correspondant sur dispositifs.

Nous avons utilisé la lithographie optique dans un procédé lift-off pour réaliser les électrodes et localiser le catalyseur. Deux procédés à partir des résines S1818 (1.8 $\mu\text{m}$  d'épaisseur) et S1813 (1.3 $\mu\text{m}$  d'épaisseur) ont été utilisés, ils ont conduit à des dispositifs de mauvaise qualité. La résolution obtenue en utilisant ces procédés était faible (3 $\mu\text{m}$ ). Les électrodes fabriquées étaient jointives pour les gaps inférieurs à 3 $\mu\text{m}$ , elles présentaient des collerettes et étaient irisées à certains endroits. De plus le dépôt de TiN n'était pas homogène sur toute la surface. Nous avons essayé deux procédés qui permettent de créer un profil de résine en forme de casquette afin d'éliminer les collerettes. Cependant la casquette formée n'était pas suffisamment efficace. En effet le matériau pénétrait en dessous à cause de la technique de dépôt de TiN par pulvérisation cathodique qui n'est pas à incidence normale, ces procédés ont été donc abandonnés. D'autre part le catalyseur déposé s'éliminait dans certains cas lors du lift-off. Ce dernier problème ainsi que celui des électrodes irisées ont été affectés par la présence d'un résidu de résine au fond des motifs. Nous avons essayé de mettre au point le procédé en ajustant les temps d'insolation, de développement, et du lift-off de la résine mais notre démarche a été interrompue par des pannes successives sur l'équipement de lithographie optique et la tournette.

Nous avons essayé d'intégrer les modes de croissance à partir des bicouches Si/Fe et Al/Fe sur les dispositifs obtenus par ce procédé. Il n'a clairement pas été possible d'activer ce mode sur les électrodes en TiN. Ceci n'est pas dû au procédé de croissance, qui s'active dans les mêmes conditions en pleine couche et sur le catalyseur localisé sur silice sur les mêmes dispositifs, mais au catalyseur déposé sur TiN qui était pollué par le résidu de résine présent au fond des motifs.

Nous avons fabriqué des dispositifs par un autre procédé utilisant la résine AZ1512HS et des équipements récents et nous avons introduit une étape de gravure sèche par plasma  $O_2$  dans le procédé afin de nettoyer le fond des motifs. Ce procédé a permis d'atteindre des gaps de  $0.7\ \mu\text{m}$  et de bien contrôler les dimensions définies. Le dépôt de TiN a été mieux réussi. Ces dispositifs ont été utilisés pour intégrer le mode de croissance à partir du bi-couche Al(7nm)/Fe(1nm). La croissance sur TiN a donné lieu à des faisceaux de nanotubes denses et longs.

Le procédé de réalisation ainsi développé combiné au procédé de croissance à partir de la bicouche Al/Fe se présente comme une solution pour l'intégration des faisceaux de nanotubes dans des dispositifs électromécaniques. Cependant l'alignement reste une problématique, en effet le gap obtenu entre les faisceaux est non-uniforme. **Ce procédé nécessite d'être encore étudié pour améliorer l'alignement des faisceaux.** Ceci est possible en augmentant la densité des NTC ou en réduisant le rapport de forme des faisceaux, cependant nous avons vu que ceci augmente le module de flexion du faisceau augmentant ainsi la tension de pull-in des pinces électromécaniques. Si on considère la densité maximale ( $n=5.10^{15}\text{NTC.m}^{-2}$ ) et la longueur ( $L=40\mu\text{m}$ ) maximale obtenues à partir du bicouche Al(7nm)/Fe(1nm), la tension de pull-in d'une pince à base de faisceaux à section carrée de  $3\times 3\mu\text{m}^2$  espacés d'un gap de  $2.6\mu\text{m}$  pour un module de Young des NTC supposé égal à  $0.8\ \text{TPa}$  est de  $121\text{V}$ . Cette tension appliquée au dispositif provoquerait certainement sa destruction.

### 3.6 BIBLIOGRAPHIE

[AMA 09] P. B. Amama, C. L. Pint, L. McJilton, S. Min Kim, E. A. Stach, P. T. Murray, R. H. Hauge, B. Maruyama,

*Role of Water in Super Growth of Single-Walled Carbon Nanotube Carpets*,  
Nano Letters 2009 Vol. 9, No. 1, 44-49

[AUB 05] J.F. AuBuchon, C. Daraio, L. Chen, A.I. Gapin, S. Jin,

*Iron Silicide Root Formation in Carbon Nanotubes Grown by Microwave PECVD*,  
The Journal of Physical Chemistry B Letters, 2005, 109, 24215-24219

[BRO 06] M. J. Bronikowski, H.M. Manohara, B. D. Hunt,

*Growth of carbon nanotube bundle arrays on silicon surfaces*,  
J. Vac. Sci. Technol. A, Vol.24, No. 4, Jul/Aug 2006

[CAN 06] M. Cantoro, S. Hofmann, S. Pisana, V. Scardaci, A. Parvez, C. Ducati, A. C. Ferrari, A. M. Blackburn, K.-Y. Wang, J. Robertson,

*Catalytic Chemical Vapor Deposition of Single-Wall Carbon Nanotubes at Low Temperatures*,  
Nano Letters, 2006 Vol. 6, No. 6, 1107-1112

[DEL 07] T. De Los Arcos, P. Oelhafen, V. Thommen, D. Mathys,

*The Influence of Catalyst's Oxidation Degree on Carbon Nanotube Growth as a Substrate-Independent Parameter*,  
J. Phys. Chem. C, 2007, 111, 16392-16396

[DEL 02] L. Delzeit, C. V. Nguyen, B. Chen, R. Stevens, A. Cassell, J. Han, M. Meyyappan,  
*Multiwalled Carbon Nanotubes by Chemical Vapor Deposition Using Multilayered Metal Catalysts*,

J. Phys. Chem. B 2002, 106, 5629-5635

[FAN 99] S. Fan, M. G. Chapline, N. R. Franklin, T. W. Tombler, A. M. Cassell, H. Dai,

*Self-Oriented Regular Arrays of Carbon Nanotubes and Their Field Emission Properties*,  
Science, Vol 283, 22 January 1999

[GOI 05] T. Goislard de Monsabert, J. Dijon, P. Gadelle,

*Density control of carbon nanotubes and filaments films by wet etching of catalyst particles and effects on field emission properties*,  
Carbon 43, 2441-2452, 2005

[HAR 06] A. J. Hart, A. H. Slocum,

*Rapid Growth and Flow-Mediated Nucleation of Millimeter-Scale Aligned Carbon Nanotube Structures from a Thin-Film Catalyst*,  
J. Phys. Chem. B, 2006, 110, 8250-8257

[HAT 04] K. Hata, D. N. Futaba, K. Mizuno, T. Namai, M. Yumura, S. Iijima,

*Water-Assisted Highly Efficient Synthesis of Impurity-Free Single-Walled Carbon Nanotubes*,  
Science, Vol 306, 19 november 2004, 1362

- [IWA 05] T. Iwasaki, G. Zhong, T. Aikawa, T. Yoshida, H. Kawarada,  
*Direct Evidence for Root Growth of Vertically Aligned Single-Walled Carbon Nanotubes by Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition*,  
The Journal of Physical Chemistry B Letters, 2005, 109, 19556-19559
- [KOM 06] T. Komukai, K. Aoki, H. Furuta, M. Furuta, K. Oura, T. Hirao,  
*Density Control of Carbon Nanotubes through the Thickness of Fe/Al Multilayer Catalyst*,  
Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 45, No. 7, 2006, pp. 6043–6045
- [LEP 07] H. Le Poche, J. Dijon, T. Goislard de Monsabert,  
*Radio-frequency plasma system to selectively grow vertical field-aligned carbon nanofibers from a solid carbon source*,  
Carbon, Volume 45, Issue 15, December 2007, pp. 2904-2916
- [LIU 09] X. Liu, K. H.R. Baronian, A. J. Downard,  
*Direct growth of vertically aligned carbon nanotubes on a planar carbon substrate by thermal chemical vapour deposition*,  
Carbon, No 47 (2009) 500–506
- [NAK 06] Y. Nakayama, L. Pan, G. Takeda,  
*Low-Temperature Growth of Vertically Aligned Carbon Nanotubes Using Binary Catalysts*,  
Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 45, No. 1A, 2006, pp. 369–371
- [NIS 04] K. Nishimura, N. Okazaki, L. Pan, Y. Nakayama,  
*In Situ Study of Iron Catalysts for Carbon Nanotube Growth Using X-Ray Diffraction Analysis*,  
Japanese Journal of Applied Physics Vol. 43, No. 4A, 2004, pp. L 471–L 474
- [NG 03] H. T. Ng, B. Chen, J. E. Koehne, A. M. Cassell, J. Li, J. Han, M. Meyyappan,  
*Growth of Carbon Nanotubes: A Combinatorial Method to Study the Effects of Catalysts and Underlayers*,  
J. Phys. Chem. B 2003, 107, 8484-8489
- [OLO 09] N. Olofsson, J. Ek-Weis, A. Eriksson, T. Idda, E. E. B. Campbell,  
*Determination of the effective Young's modulus of vertically aligned carbon nanotube arrays: a simple nanotube-based varactor*,  
Nanotechnology 20 (2009) 385710 (6pp)
- [PAR 07] P. M. Parthangal, R. E. Cavicchi, M. R. Zachariah,  
*A generic process of growing aligned carbon nanotube arrays on metals and metal alloys*,  
Nanotechnology 18 (2007) 185605 (5pp)
- [PIN 09] C. L. Pint, S. T. Pheasant, A. Nicholas G. Parra-Vasquez, C. Horton, Y. Xu, R. H. Hauge,  
*Investigation of Optimal Parameters for Oxide-Assisted Growth of Vertically Aligned Single-Walled Carbon Nanotubes*,  
J. Phys. Chem. C, Vol. 113, No. 10, 2009, 4125–4133
- [SAT 06] H. Sato, Y. Hori, K. Hata, K. Seko, H. Nakahara, Y. Saito,

*Effect of catalyst oxidation on the growth of carbon nanotubes by thermal chemical vapor deposition,*

Journal of Applied Physics 100, 104321 (2006)

[TIN 09] J. Ting, W. Lin,

*Unprecedented re-growth of carbon nanotubes on in situ re-activated catalyst,*

Nanotechnology 20 (2009) 025608 (5pp)

[WAN 03] B. Wang, X. Liu, H. Liu, D. Wu, H. Wang, J. Jiang, X. Wang, P. Hu, Y. Liu, D. Zhu,

*Controllable preparation of patterns of aligned carbon nanotubes on metals and metal-coated silicon substrates,*

J. Mater. Chem., 2003, 13, 1124–1126

[YAM 06] T. Yamada, T. Namai, K. Hata, D. N. Futaba, K. Mizuno, J. Fan, M. Yudasaka, M. Yumara, S. Iijima,

*Size-selective growth of double-walled carbon nanotube forests from engineered iron catalysts,*

Nature nanotechnology, Vol. 1, November 2006, 131-136

[YOS 08] K. Yoshihara, S. Honda, J. Lee, H. Mori, K. Oura, M. Katayama,

*High-Density Growth of Vertically Aligned Carbon Nanotubes with High Linearity by Catalyst Preheating in Acetylene Atmosphere,*

Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 47, No. 4, 2008, pp. 1941–1943

[YOS 08] N. Yoshikawa, T. Asari, N. Kishi, S. Hayashi, T. Sugai, H. Shinohara,

*An efficient fabrication of vertically aligned carbon nanotubes on flexible aluminium foils by catalyst-supported chemical vapor deposition,*

Nanotechnology 19 (2008) 245607 (5pp)

[YUN 06] Y. Yun, V. Shanov, Y. Tu, S. Subramaniam, M.J. Schulz,

*Growth Mechanism of Long Aligned Multiwall Carbon Nanotube Arrays by Water-Assisted Chemical Vapor Deposition,*

J. Phys. Chem. B, 2006, 110, 23920-23925

[ZHA 05] G. Zhang, D. Mann, L. Zhang, A. Javey, Y. Li, E. Yenilmez, Q. Wang, J. P. McVittie, Y. Nishi, J. Gibbons, H. Dai,

*Ultra-high-yield growth of vertical single-walled carbon nanotubes: Hidden roles of hydrogen and oxygen,*

PNAS, November 8, 2005, Vol. 102, No. 45, 16141–16145

[ZHA 08] C. Zhang, S. Pisana, C.T. Wirth, A. Parvez, C. Ducati, S. Hofmann, J. Robertson,

*Growth of aligned millimeter-long carbon nanotube by chemical vapor deposition,*

Diamond & Related Materials 17 (2008) 1447–1451

[ZHA 09] B. Zhao, D. N. Futaba, S. Yasuda, M. Akoshima, T. Yamada, K. Hata,

*Exploring Advantages of Diverse Carbon Nanotube Forests with Tailored Structures Synthesized by Supergrowth from Engineered Catalysts,*

ACS Nano, Vol. 3, No. 1, 108–114, 2009





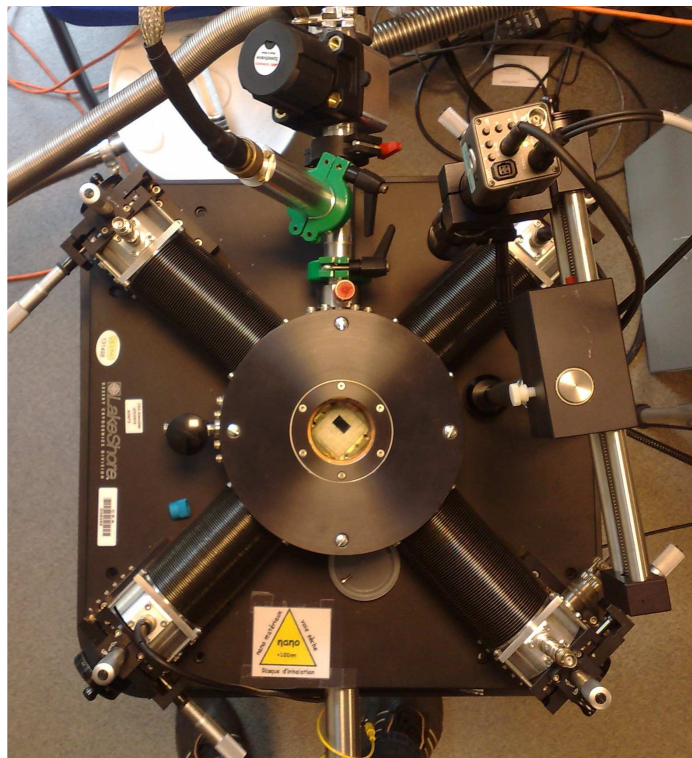
# Chapitre 4 Caractérisation électrique de pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC

<b>CHAPITRE 4 CARACTERISATION ELECTRIQUE DE PINCES ELECTROMECHANQUES A BASE DE FAISCEAUX DE NTC.....</b>	<b>128</b>
<b>4.1 INTRODUCTION.....</b>	<b>129</b>
<b>4.2 MATERIEL ET PROTOCOLE DE MESURE.....</b>	<b>129</b>
<b>4.3 CARACTERISATION ELECTRIQUE DES DISPOSITIFS A BASE DE FAISCEAUX DE NTC.....</b>	<b>130</b>
4.3.1 ANALYSE DU COMPORTEMENT ELECTROMECHANIQUE DE DISPOSITIFS ACTIONNES.....	131
4.3.2 SCHEMA EQUIVALENT ELECTRIQUE DU CIRCUIT.....	134
4.3.3 EXTRACTION D'UNE VALEUR APPROXIMATIVE DU MODULE DE YOUNG DES NTC.....	135
<b>4.4 CARACTERISATION ELECTRIQUE SOUS MEB INSTRUMENTE .....</b>	<b>137</b>
<b>4.5 CONCLUSION.....</b>	<b>138</b>
<b>4.6 BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>139</b>

## 4.1 Introduction

Ce chapitre porte sur la caractérisation électrique des pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC que nous avons réalisées durant cette thèse. Nous avons caractérisé ses pinces sous vide dans une station de test sous pointes. Nous avons également monté une expérience dans un microscope à balayage électronique instrumenté afin de pouvoir visionner le mouvement des nanotubes. La caractérisation électrique a pour intérêt d'améliorer notre compréhension du fonctionnement de tels dispositifs, elle permet de mettre en lumière des phénomènes et comportements méconnus qu'il serait indispensable de prendre en compte dans la conception de nos dispositifs. Idéalement, elle permet d'accéder à plusieurs paramètres de la structure mobile tels que sa résistance électrique, les courants électriques maximaux pouvant être supportés, son intervalle d'élasticité ou sa résistance à la rupture. La description des expérimentations menées ainsi que les constatations observées sur ces premiers dispositifs sont présentées dans ce chapitre.

## 4.2 Matériel et protocole de mesure



*Figure 4.1 : Photographie de l'enceinte de test sous vide des dispositifs*

Les dispositifs ont été caractérisés dans un bâti dédié aux mesures à basse température (3K) sur des composants électroniques. Le bâti dispose d'une pompe turbo-moléculaire qui permet la régulation en pression de l'enceinte du bâti, de sorte que des niveaux de vide allant jusqu'à  $10^{-6}$  Torr soient accessibles. Le bâti dispose de pointes en tungstène classiques. A titre indicatif, la capacité parasite  $C_{C_{po\text{int}es}}$  (capacité directe  $C_{C_{po\text{int}es}}$  entre la pointe d'excitation à l'entrée et la pointe de mesure à la sortie) introduite par des pointes en tungstène est de 3.3 pF. Nos tests électriques en tension continue ont été réalisés à l'aide de ces pointes.

La méthode de caractérisation utilisée consiste à appliquer une tension continue aux bornes de la pince et faire évoluer cette tension progressivement tout en contrôlant le courant jusqu'à atteindre le pull-in. La pince passe d'un circuit ouvert, où aucun courant ne circule à travers les faisceaux de NTC, à un circuit fermé laissant traverser le courant. Les nanotubes en contact forment un court-circuit de faible résistance. Un nanotube peut supporter un courant d'une dizaine de  $\mu\text{A}$ . De ce fait, il est important de mettre une résistance élevée en série dans le circuit. Les valeurs à mesurer sont donc le courant de commutation et la tension de commutation. Notre montage (Figure 4.2) est donc composé d'un générateur de tension continue, d'une résistance en série et d'un oscilloscope.

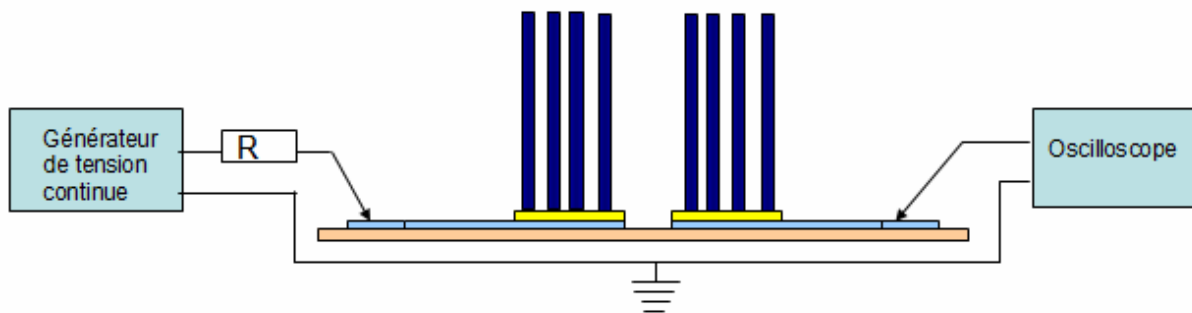


Figure 4.2 : Schéma de montage expérimental employé pour la caractérisation des dispositifs

### 4.3 Caractérisation électrique des dispositifs à base de faisceaux de NTC

**Une pince électromécanique opérationnelle fonctionne de la manière suivante :**

- passage de l'état ouvert à l'état fermé lorsque la tension appliquée est supérieure à la tension de pull-in
- passage de l'état fermé à l'état ouvert lorsque la tension appliquée est ramenée en dessous de la tension de pull-out inférieure à la tension de pull-in

**Ce fonctionnement est possible lorsque les conditions suivantes sont réunies :**

- **de faibles déformations sont imposées aux nanotubes** dans ce cas le comportement est élastique, il n'y a donc pas de rupture mécanique
- **la tension de pull-in de la pince est faible** afin d'éviter le phénomène de claquage et d'émission de champ, de choc mécanique entre faisceaux conduisant à des grandes déformations et afin d'éviter aussi l'apparition de pics de courants instantanés lors de la fermeture de la pince que les nanotubes ne seraient pas capables de supporter
- **le courant nominal circulant à travers les nanotubes a été limité par le circuit**
- les pinces sont conçues de telle façon que **la force de rappel élastique des faisceaux à l'état fermé soit supérieure aux forces de van der Waals** d'attraction entre les surfaces en vis-à-vis des faisceaux. Ainsi les faisceaux ne restent pas collés lorsque la tension appliquée est annulée.

Cependant ne connaissant pas le module de Young des nanotubes il est difficile de concevoir un système respectant toutes ces conditions.

Nous avons cependant observé que les dispositifs testés ont été souvent détériorés. Nous allons illustrer ce comportement par des exemples et chercher à apporter une interprétation à ces phénomènes.

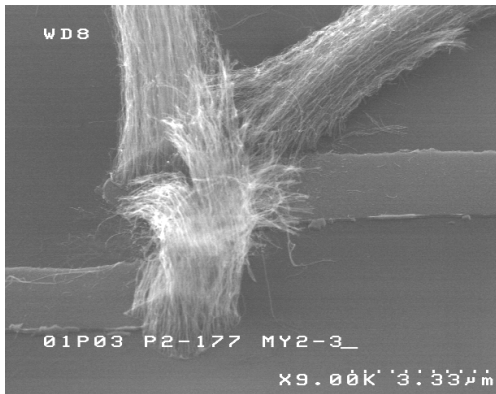
#### 4.3.1 Analyse du comportement électromécanique de dispositifs actionnés

##### **Rupture des nanotubes et détérioration des dispositifs fabriqués à partir du bi-couche Si/Fe:**

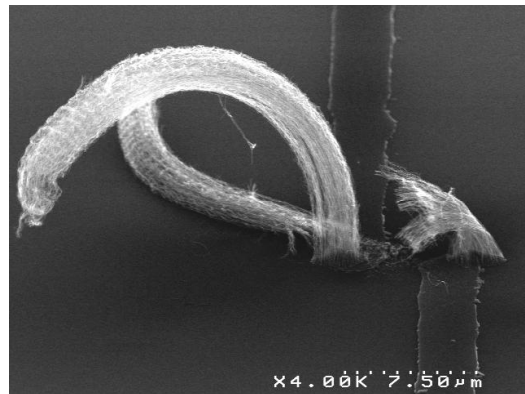
Nous avons en premier temps testé des dispositifs obtenus à partir du bicouche Si/Fe. Ces dispositifs présentaient des morphologies de faisceaux pour la plupart en forme d'arc de 40 $\mu$ m de longueur et de 3 $\mu$ m de diamètre espacés d'un gap variable. L'alignement était faible conduisant à un gap non-uniforme entre les faisceaux. Par conséquent, nous n'avons pas pu appliquer les modèles électromécaniques sur ses dispositifs afin d'extraire la valeur du module de Young des NTC à partir des tensions de pull-in mesurée.

Plusieurs tensions de pull-in ont été mesurées sous le banc de test sous vide sur plusieurs dispositifs qui ont conduit pour une majorité d'entre eux à la détérioration du dispositif ou au collage des deux faisceaux. Nous avons mesuré une tension de pull-in de 20V et un courant de 20 $\mu$ A sur un dispositif qui avait un gap de 2 $\mu$ m entre les bases de faisceaux. Ce dispositif a seulement été observé au MEB après test (Figure 4.3 et Figure 4.4) car nous avons supposé que le MEB pourrait polluer les NTC et donc augmenter la résistance électrique de contact entre faisceaux. Après vérification sur d'autres dispositifs nous avons constaté qu'à notre échelle il n'y a pas d'influence du faisceau d'électrons du MEB sur le comportement du dispositif. Après actionnement, un des faisceaux de nanotubes a été détérioré définitivement. Deux causes peuvent être à l'origine de ce résultat : le faisceau a brûlé à cause d'un courant fort ou le faisceau a subi une grande déformation ce qui la conduit à la rupture. Nous privilégions la seconde cause pour les raisons suivantes.

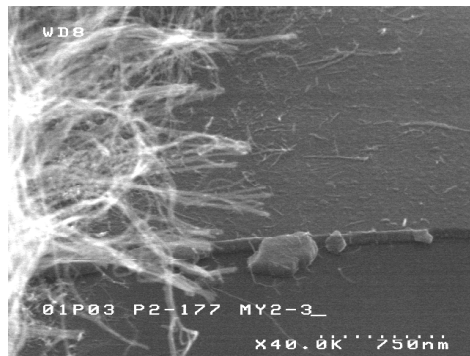
La Figure 4.5 correspond à un grossissement sur la partie du faisceau coupé en deux et est attachée à l'électrode (Figure 4.3). Cette figure montre des débris de nanotubes éparpillés sur l'électrode qui sont probablement dus à la rupture mécanique des nanotubes et non pas à la brûlure du faisceau. En effet un courant fort qui aurait brûlé les nanotubes aurait eu des conséquences aussi sur le second faisceau qui visiblement n'a pas été détérioré. De plus, le faisceau possède une faible densité de nanotubes ( $n=5.1015\text{NTC.m}^{-2}$ ) et donc une porosité importante, la section du faisceau au niveau de la rupture s'est donc affaïssée (Figure 4.3) à cause de la flexion imposée au faisceau. Ceci a conduit les nanotubes à subir de grandes déformations avec un rayon de courbure très faible au niveau de la section affaïssée provoquant leurs ruptures mécaniques. Nous pouvons noter qu'il aurait été possible de calculer la résistance à la traction des nanotubes si nous connaissions le rayon de courbure des nanotubes à la limite de l'élasticité. Lorsque les faisceaux sont attirés l'un vers l'autre par la force électrostatique, compte tenu du gap présent entre les faisceaux de NTC, ces derniers ne peuvent pas subir de grandes déformations. Cependant les faisceaux continuent à fléchir car ils sont capables de glisser l'un sur l'autre lorsqu'ils possèdent de l'énergie cinétique. En effet le gap entre les faisceaux se réduit progressivement jusqu'au point de pull-in, au-delà de ce point les faisceaux vont être entraînés avec une certaine accélération liée à la force d'attraction. Plus la tension de pull-in est élevée plus l'énergie cinétique développée dans le système l'est aussi. Cette énergie peut provoquer la détérioration du dispositif.



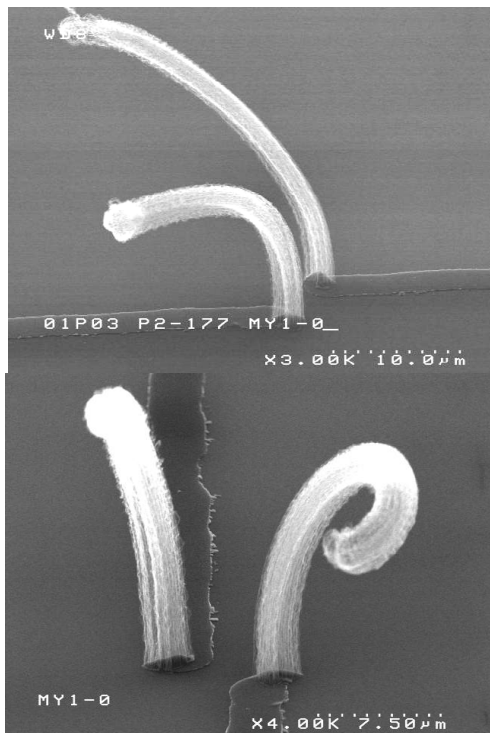
**Figure 4.3 : Faisceau de NTC coupé en deux après avoir subi des grandes déformations**



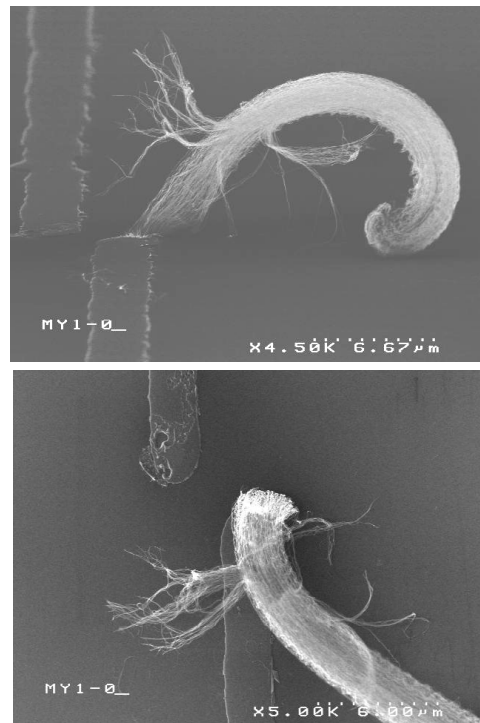
**Figure 4.4 : dispositifs après actionnement, le second faisceau est resté intacte**



**Figure 4.5 : Photo MEB du faisceau coupé en deux, le grossissement permet d'observer des débris de nanotubes probablement dues à rupture mécanique du faisceau de NTC**



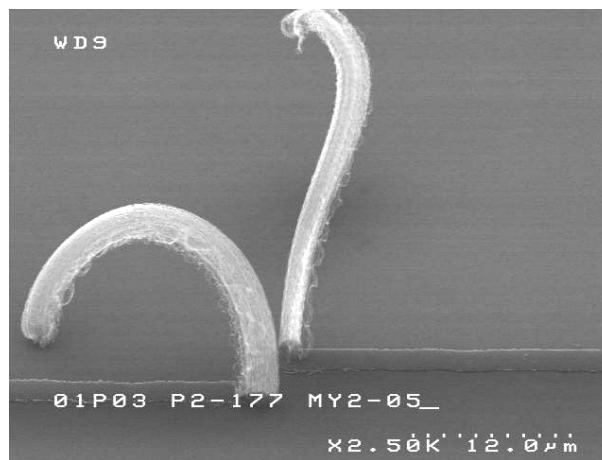
**Figure 4.6 : Photo MEB du dispositif avant actionnement sous deux angles de vues différents**



**Figure 4.7 : Photo MEB du dispositif après actionnement, V=100V, un des faisceaux a disparu, des NTC du second se sont arrachés**

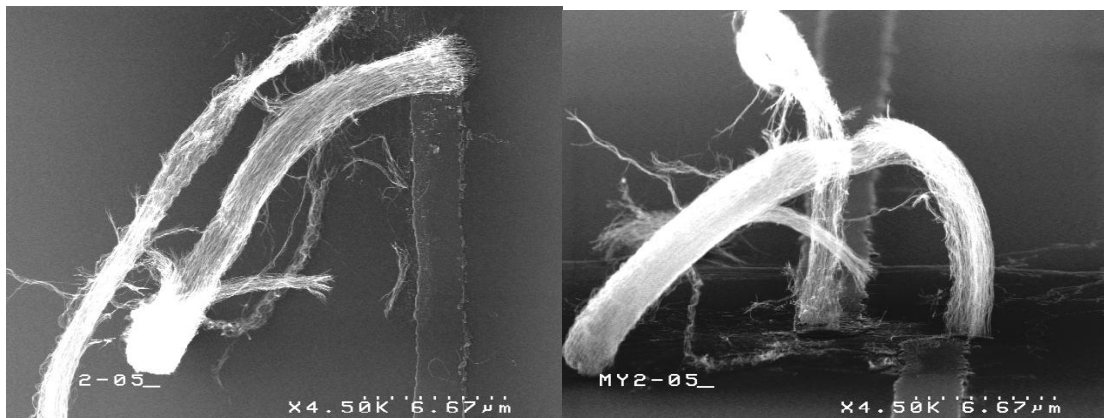
Les forces d'adhésion à l'encastrement entre les NTC et la sous-couche en Si déposé sur une électrode en TiN sont apparues très faibles dans certains cas de croissance de faisceaux. EN effet, un faisceau a pu être arraché lorsqu'une tension de 100V a été appliquée au dispositif présenté en Figure 4.6. Le faisceau arraché (Figure 4.7) a subi un choc contre le second faisceau. Ce choc a provoqué l'arrachement de quelques NTC du second faisceau, ces NTC sont restés collés au faisceau par les forces de van der Waals.

Dans d'autres cas un arc électrique entre les faisceaux de NTC a été observé par la monoculaire du banc de test sous pointes pour une tension appliquée au dispositif (Figure 4.6) de 100V. Le dispositif a été testé sous vide à une pression de  $10^{-6}$  Torr. L'arc électrique est dû au champ électrique élevé créé entre les faisceaux séparé par un gap de l'ordre de quelques microns. Le champ électrique est plus intense au niveau des pointes des faisceaux, atteint le champ de claquage du vide défini par la loi de Paschen.



**Figure 4.8 : Photo MEB avant actionnement électrique du dispositif brûlé par un arc électrique**

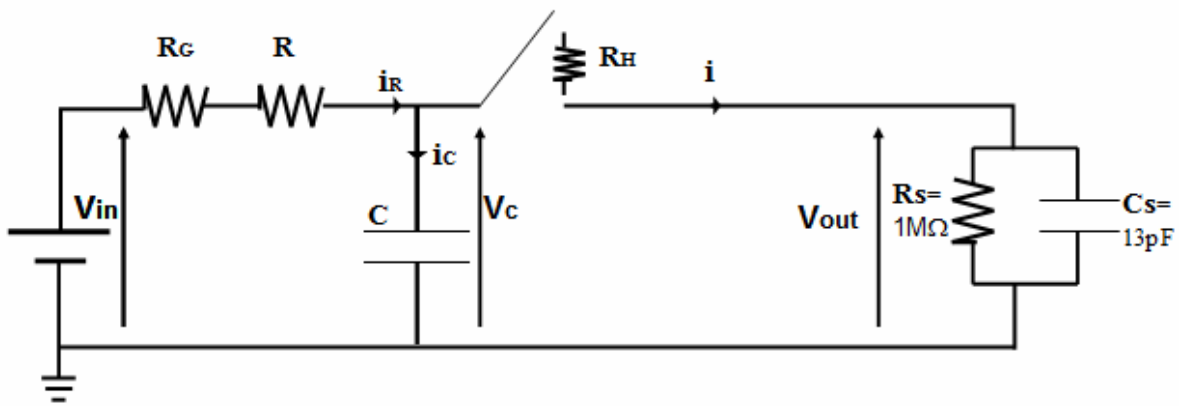
Les charges stockées dans la capacité entre faisceaux de NTC sont considérés négligeables devant celles créées dans les câbles. Un courant instantané traverse les faisceaux lorsque ces derniers sont suffisamment proches pour qu'il y ait claquage, ce courant est supérieur au courant imposé par la résistance du circuit à cause des capacités de câbles qui se déchargent instantanément. Ce courant produit de la chaleur par effet Joule dans le gap provoquant la sublimation des nanotubes de carbone de la paroi extérieure du faisceau (Figure 4.9). Les NTC intérieurs aux faisceaux ont été protégés.



**Figure 4.9 : Dispositif après test. Un arc électrique a provoqué la sublimation des NTC de la surface du faisceau**

### 4.3.2 Schéma équivalent électrique du circuit

Le schéma équivalent du circuit de test des dispositifs est représenté en Figure 4.10.  $V_{in}$  est la tension délivrée par le générateur de tension continue,  $R_G$  est la résistance interne du générateur et vaut  $50\Omega$ .  $R$  est la résistance en série qui limite le courant,  $C$  est la capacité des câbles situés entre la résistance  $R$  et le dispositif. Le dispositif à nanotubes est représenté par un interrupteur avec  $R_H$  égale soit à la somme des résistances de contact entre les faisceaux de nanotubes et la base des faisceaux, soit à la résistance du gap qui sépare les faisceaux lorsqu'un canal de conduction est créé dans le gap par arc électrique. La capacité formée par les faisceaux est de l'ordre du femto farad, elle est considérée négligeable devant la capacité des câbles. Ainsi que la chute de tension à l'intérieur des tubes est considérée aussi négligeable. L'impédance d'entrée de l'oscilloscope est représentée par la résistance  $R_s$  et  $C_s$  en parallèle.



**Figure 4.10 :** Schéma électrique équivalent du circuit, le dispositif est représenté par un interrupteur,  $R_H$  étant la résistance entre les faisceaux du gap et du contact,  $C$  capacité des câbles situés après  $R$

Lorsque l'interrupteur est ouvert aucun courant ne le traverse, la capacité  $C$  se charge sous la tension  $V_{in}$ .

L'énergie stockée dans les câbles est donc :  $E_C = \frac{1}{2} C V_{in}^2$

Lorsqu'il y a arc électrique ou contact entre les faisceaux un courant,  $i$ , traverse la résistance  $R_H$ , il est égale à la somme du courant,  $i_R$ , généré par la source  $V_{in}$  et du courant,  $-i_c$ , de décharge de la capacité  $C$  à travers la résistance  $R_H$  et  $R_s$ .

La tension aux bornes de la capacité passe donc de  $V_{in}$  à  $V_C$  qui est imposée par le circuit.

Ainsi l'énergie  $\Delta E$  libérée par la capacité  $C$  est :

$$\Delta E = \frac{1}{2} C V_{in}^2 - \frac{1}{2} C V_C^2 = \frac{1}{2} C V_{in}^2 \left[ 1 - \left( \frac{R_H + R_s}{R_H + R_s + R} \right)^2 \right]$$

A l'instant  $t = 0$  lorsqu'un courant traverse l'interrupteur  $V_C(0) = V_{in}$  ,  $V_{out}(0) = 0$  car la tension est continue aux bornes de la capacité. La puissance instantanée produite dans la résistance  $R_H$  à l'instant  $t=0$  est essentiellement due au courant de décharge de la capacité  $C$  :

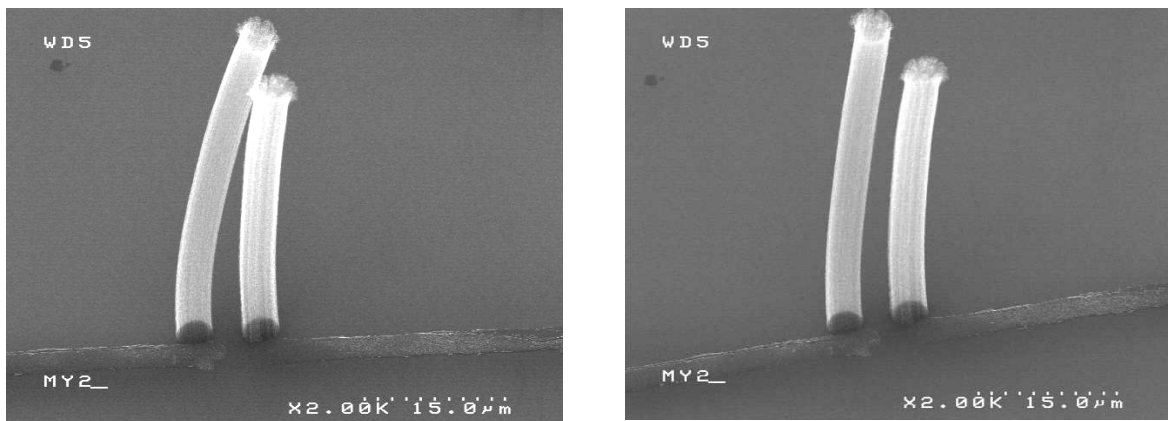
$P = \frac{V_{in}^2}{R_H}$  Cette puissance est libérée dans le gap lorsqu'il y a conduction par arc électrique et à travers les résistances de contact lorsqu'il y a contact. Si nous calculons cette puissance pour  $R = 10M\Omega$ , une résistance choisie  $R_H = 10M\Omega$  avec  $V_{in}=100V$ . On obtient  $P= 1mW$ , cette puissance semble être à l'origine de la sublimation des NTC. L'énergie libérée  $\Delta E$  par la capacité C, considérée égale à 20pF, est en effet égale à 75nJ.

## Conclusion

Dans le cas de dispositifs intégrés à partir du bi-couche Si/Fe nous avons pu constater que les dispositifs ont été détruits lorsqu'une tension élevée leur a été appliquée. La densité de nanotubes de ces dispositifs est très faible. Dans certains cas un affaissement du faisceau a conduit les NTC à subir de fortes déformations jusqu'à leur rupture. Ces grandes déformations n'ont pas pu être évitées. Bien que le gap défini soit faible les faisceaux ont pu glisser l'un sur l'autre. En effet les faisceaux possèdent une énergie cinétique élevée à cause des fortes tensions de pull-in. Ces tensions ont pu provoquer dans certains cas l'arrachement du faisceau de NTC. Dans d'autres cas une décharge électrique a été créée conduisant à la sublimation des NTC présents à la surface de faisceaux. Pour éviter tous ces phénomènes et la destruction du dispositif une tension de pull-in faible est primordiale.

### 4.3.3 Extraction d'une valeur approximative du module de Young des NTC

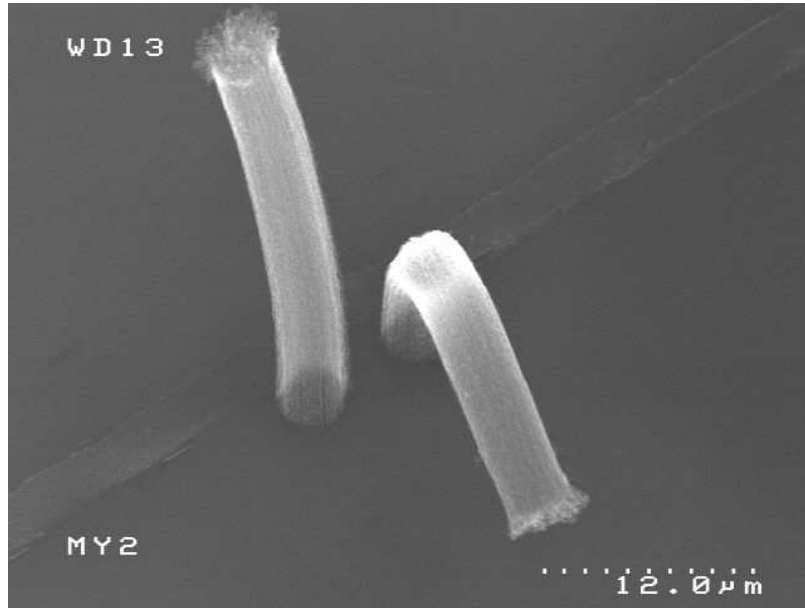
Nous avons pu mesurer une tension de pull-in de 80V sur un dispositif obtenu à partir du « catalyseur » bi-couche Al(5nm)/Fe(1nm). Ce dispositif présente des faisceaux de NTC alignés d'une densité estimée à  $4\pm 1.10^{15}$  NTC.m<sup>-2</sup> et de longueurs de 40 et 50 $\mu$ m espacés d'un gap de 3  $\mu$ m à la base et de 2 $\mu$ m au sommet (Figure 4.11).



**Figure 4.11 : Photo MEB du dispositif avant actionnement, sur les deux images le gap au sommet est de 2 $\mu$ m et à la base de 3 $\mu$ m (Inclinaison MEB de 45°)**

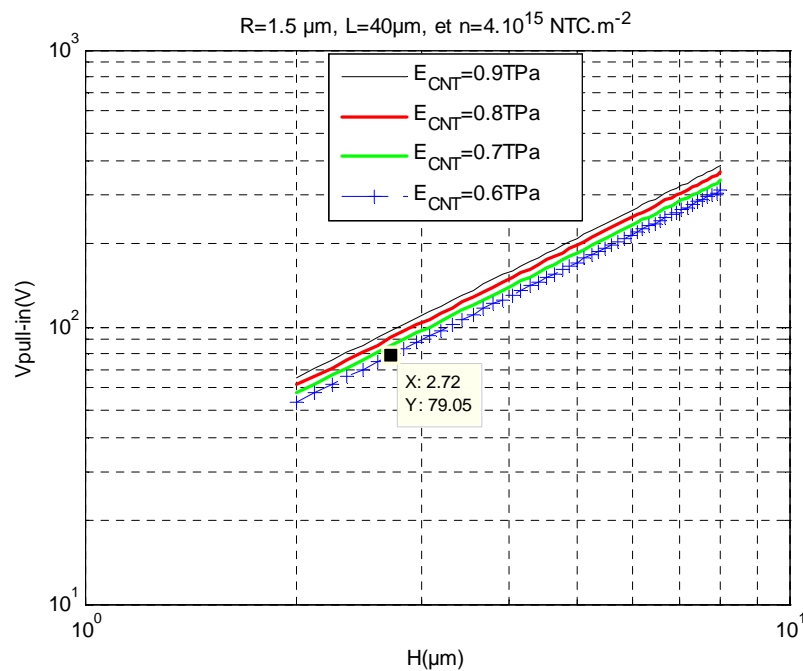
Ce dispositif a été actionné dans le banc de mesure sous-pointe, nous avons augmenté progressivement la tension au bornes du dispositif jusqu'à atteindre 80V. Le pull-in a eu lieu et un courant a été détecté dans le circuit. Le contact a été de courte durée, le faisceau s'est plié définitivement comme le montre la Figure 4.12. Le second faisceau n'a visiblement pas subi de déformation, le faisceau qui a fléchi a dû probablement glisser contre le second faisceau.





**Figure 4.12 :** Photo MEB du dispositif après actionnement électrique, un des faisceaux a fléchi définitivement

Nous avons calculé la tension de pull-in pour ses dispositifs en fonction du gap suivant notre modèle pour une longueur et diamètre de faisceau de  $30\mu\text{m}$  et  $3\mu\text{m}$  respectivement et un diamètre moyen des NTC du faisceau de  $5\text{nm}$ . Plusieurs courbes ont été tracées pour différents modules de Young du nanotube.



**Figure 4.13 :** Variation de  $V_{\text{pull-in}}$  pour une pince à base de faisceaux de NTC en fonction du gap entre les faisceaux pour différents module de Young des NTC

Afin d'extraire le module de Young des NTC il faut connaître la précision de chaque paramètre. Le gap possède une valeur moyenne de  $2.5\mu\text{m}$ , comme il n'est pas uniforme le long des faisceaux nous allons considérer une erreur supposée de 8% sur cette valeur, le gap initial entre les faisceaux est donc compris entre  $2.3\text{-}2.7\mu\text{m}$ . La tension de pull-in mesurée est

de 80V, l'erreur sur cette mesure est considérée négligeable de même pour la longueur des faisceaux. La densité est estimée à  $4 \pm 1.10^{15}$  NTC.m<sup>-2</sup>, la précision sur cette valeur est donc de 25%. En tenant compte seulement de l'erreur sur le gap, à partir des courbes de la Figure 4.13 nous pouvons extraire une valeur approximative du module de Young du nanotube d'environ **0.75±0.15TPa**. Si nous prenons en compte la précision sur la valeur de la densité de 25%, l'incertitude sur le module de Young augmenterait de 50%, ce qui correspondrait à une valeur de  $\pm 0.37$ TPa. En effet nous avons vu au chapitre 2 que la tension de pull-in était proportionnelle à  $\sqrt{E_r I_r}$  et que  $E_r I_r = a.E_t A_t n^2$  et donc le module de Young  $E_t$  pour une tension donnée est proportionnel à  $\frac{1}{n^2}$ .

**La valeur du module de Young tenant compte de la précision sur ces deux paramètres est égale à 0.75±0.52TPa. Le module de Young du faisceau sera donc compris entre 18GPa et 100GPa.**

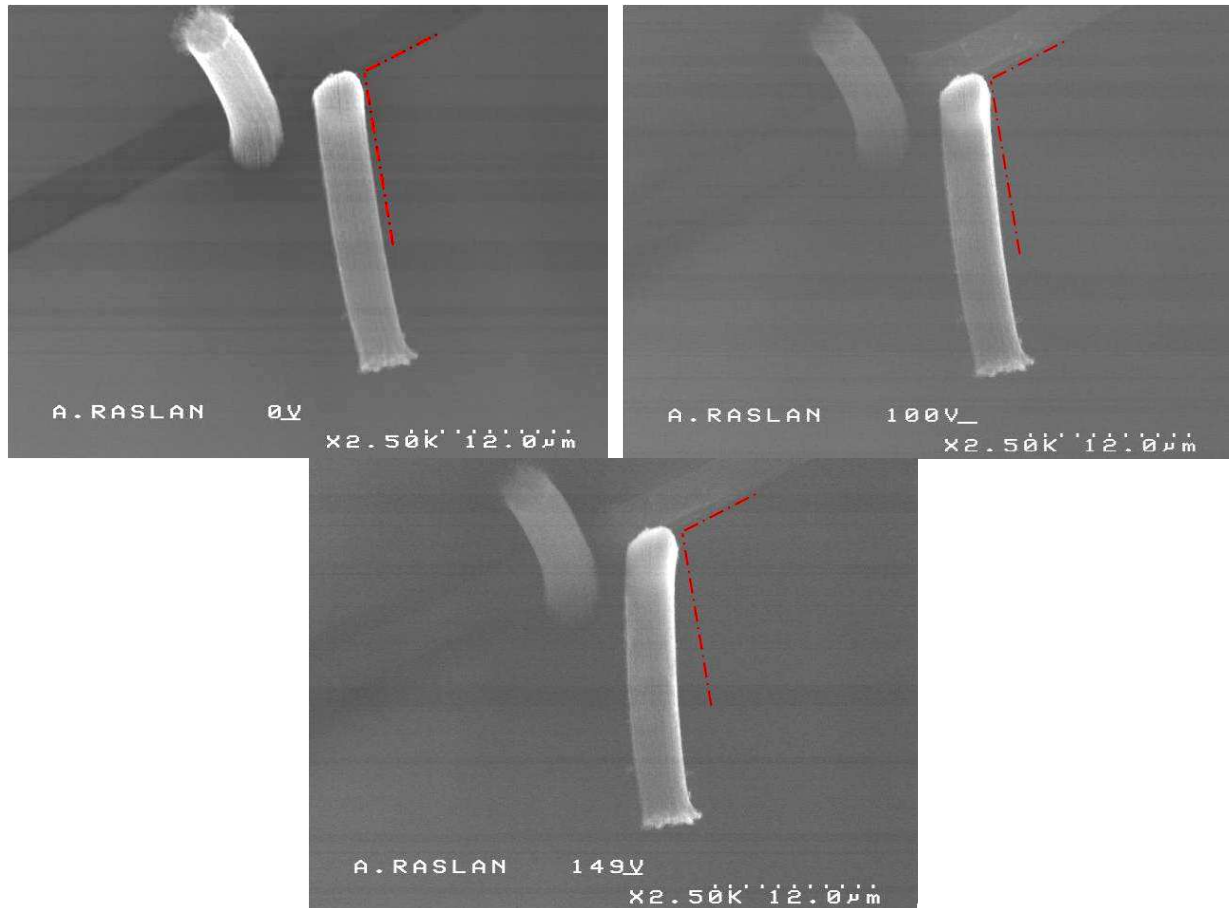
Cette valeur est du même ordre de grandeur que les valeurs de modules de Young extraites par les différentes techniques de caractérisation présentées dans le tableau de synthèse au premier chapitre.. Très récemment dans la littérature [OLO 09], un module de Young d'environ 3.8MPa a été calculé pour des murs de nanotubes d'une densité de  $10^{14}$ NTC.m<sup>-2</sup>. Cependant ces nanotubes ont une morphologie similaire à ceux que nous avons obtenus par nos procédés et qui ont une densité environ 40 fois plus élevée. Si nous devons calculer le module de Young effectif de nos faisceaux de nanotubes pour cette même densité nous obtenons une valeur comprise entre 450MPa et 2.5GPa qui est 100 à 400 fois supérieure à celle évoquée dans la littérature. Ce facteur est très important, il peut être en partie dû au fait que les chercheurs n'ont pas considéré lors du calcul du moment quadratique de leur mur une section poreuse mais une section pleine qui conduit à un facteur d'environ 10. Cette différence très élevée, laisse penser que bien que nos nanotubes possèdent visiblement la même morphologie que ceux présentés dans leurs travaux [OLO 09], ils sont beaucoup plus rigides.

## 4.4 Caractérisation électrique sous MEB instrumenté

Nous avons monté un banc de caractérisation qui permet d'actionner et d'observer simultanément les faisceaux de nanotubes en mouvement. Le banc de caractérisation est constitué d'un MEB (Hitachi S4100), du générateur de tension continue et de l'oscilloscope utilisés pour la caractérisation sous pointes. Le MEB dédié à l'origine uniquement aux observations a été instrumenté au sein du CEA-LETI afin de permettre d'adresser électriquement les dispositifs observés dans la chambre sous vide du MEB. Neuf entrées pour le MEB ont été prévues pour connecter les dispositifs par l'intermédiaire de câbles coaxiaux. Les dispositifs sont connectés par des fils de bonding sur un circuit imprimé. Un porte-échantillon spécifique comportant une connectique accueille le circuit imprimé. Dans la chambre sous vide du MEB le porte-échantillon est connectée aux câbles extérieurs à l'aide d'une seconde connectique. Le porte-échantillon est libre d'effectuer des mouvements en translation et en rotation.

Nous avons testé plusieurs dispositifs en appliquant des tensions allant jusqu'à 169V. Dans la majorité des cas aucun mouvement n'a pu être observé à cause du gap important. Néanmoins le dispositif présenté précédemment (Figure 4.12) et qui a été actionné sous pointe a été caractérisé dans le MEB. Le point de pull-in n'a pas pu être atteint. Le mouvement du faisceau a pu être observé, des photos MEB aux différentes tensions appliquées ont été saisies, elles sont présentées en Figure 4.14. Le repère de base défini est formé par la position

d'origine du faisceau incliné et l'électrode (image du haut à gauche). Le faisceau incliné est relié à la masse. Il subit une faible déformation à 100V puis plus importante à 149V. Le second faisceau est relié à la borne positive du générateur. Plus la tension qui lui appliquée est élevée plus son image devient sombre à cause du fait qu'il évacue difficilement les électrons. Nous avons pu observer après plusieurs cycles de tension appliqués à ce dispositif un éblouissement de l'écran du MEB à des tensions plus faibles de 75V.



**Figure 4.14 :** Dispositif actionné sous un MEB instrumenté à des tensions de 100V (image de haut à droite) et 149V (image du bas), faible déformation du faisceau à 100V puis plus importante à 149V par rapport à sa position d'origine marqué par un repère (image du haut à gauche), faisceau en mouvement est relié à la masse, l'image du faisceau relié à la borne positive devient plus sombre lorsque la tension augmente à cause de la difficulté du faisceau à évacuer les électrons

## 4.5 Conclusion

Nous avons tenté dans ce chapitre de décrire le comportement des dispositifs testés. Les faisceaux présents dans ces dispositifs n'étaient pas verticaux et bien alignés. Par conséquent le gap entre les faisceaux n'était pas uniforme et sa valeur était plus élevée que celle définie au préalable. Ces dispositifs ont nécessité des tensions d'actionnement très élevées qui ont conduit dans certains cas à la rupture des nanotubes en leur faisant subir des fortes déformations. Nous avons vu que ces déformations ont pu avoir lieu à cause de la faible densité des NTC qui a conduit à l'affaissement du faisceau. Dans un autre cas il est apparu que pour les croissances à partir du catalyseur bicouche Si/Fe des faisceaux peuvent être arrachés à leur base au moment du pull-in lorsqu'une tension élevée (100V) est appliquée au dispositif. De plus nous avons aperçu que les faisceaux de nanotubes ont probablement la

possibilité de glisser l'un sur l'autre lorsqu'ils rentrent en contact possédant une énergie cinétique liée à la tension appliquée et au gap dans la structure. Des fortes tensions appliquées aux dispositifs ont pu amorcer dans certains cas des arcs électriques entre les faisceaux, la puissance libérée par l'arc a provoquée la sublimation des nanotubes de la paroi extérieure des faisceaux. Cet arc est produit lorsque le champ électrique (plus élevé au niveau de la pointe du faisceau) atteint le champ de claquage du vide entre les faisceaux. **Il est donc important de réduire ces tensions de pull-in en modifiant les caractéristiques du dispositif en d'autres termes augmenter la longueur des nanotubes ou réduire leur densité. Cependant nous avons conclu au chapitre précédent qu'il fallait plutôt réduire la longueur des nanotubes et augmenter leur densité pour améliorer l'alignement des faisceaux.**

Si on devait encore augmenter la densité d'un facteur 2 à  $1.10^{16}$  NTC.m<sup>-2</sup> la tension de pull-in passerait à 242V pour  $L=40\mu\text{m}$ , gap entre faisceaux  $2.6\mu\text{m}$ , section du faisceau de  $3\times 3\mu\text{m}^2$  et module de Young de 0.8TPa. Si au lieu d'augmenter la densité on réduisait la longueur de  $40\mu\text{m}$  à  $30\mu\text{m}$  pour obtenir un rapport de forme de 10 la tension de pull-in devient donc égale à 208V. Si on voulait obtenir ce même rapport de forme de 10 en augmentant seulement la taille de la section du faisceau, de  $3\times 3\mu\text{m}^2$  à  $4\times 4\mu\text{m}^2$  la tension de pull-in devient égale à 190V. Au cas où les solutions proposées permettent d'améliorer le taux d'alignement, les tensions de pull-in restent très élevées pour ce type de dispositif. Il est donc important de trouver un compromis qui permette de pallier à ces deux problèmes.

**A l'état actuel, le procédé de croissance utilisé ne propose pas ce compromis, il nécessite d'être encore amélioré pour obtenir les dimensions et les densités optimales qui permettraient à la fois de réduire les tensions de pull-in et d'avoir un bon taux d'alignement afin de réaliser des dispositifs de type pinces électromécaniques opérationnels.**

Afin de mieux cerner le comportement électromécanique des faisceaux de nanotubes nous avons monté un banc de caractérisation permettant d'observer les faisceaux en mouvement. Ce banc comporte un MEB qui a été instrumenté pour la caractérisation de systèmes électromécaniques. Nous avons pu observer un mouvement de faisceau. Le faisceau n'étant pas dans la configuration optimale de pince électromécanique, le mouvement était plus caractérisé par de la torsion que par de la flexion. **Cette expérience a permis de constater le mouvement cohésif de l'ensemble des NTC constituant le faisceau.**

Néanmoins nous avons pu tester un dispositif qui nous a permis d'extraire une valeur approximative du module de Young des NTC à partir du catalyseur bi-couche Al/Fe. **Cette valeur est de  $0.75\pm 0.52$ TPa et le module de Young effectif est ainsi compris entre 450GPa et 2.5 GPa.** La précision obtenue est très faible, il est important d'améliorer la méthode d'estimation de la densité de NTC et l'alignement des faisceaux de NTC afin d'améliorer cette précision. Il est aussi nécessaire de pouvoir tester plusieurs dispositifs afin de pouvoir donner la fonction de répartition du module de Young et trouver une valeur moyenne pour le module de Young obtenu.

## 4.6 BIBLIOGRAPHIE

[OLO 09] N. Olofsson, J. Ek-Weis, A. Eriksson, T. Idda, E. E. B. Campbell, *Determination of the effective Young's modulus of vertically aligned carbon nanotube arrays: a simple nanotube-based varactor*, Nanotechnology 20 (2009) 385710 (6pp)

# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif des travaux de cette thèse était de répondre aux questions posées quant à la réalisation de systèmes électromécaniques à base de nanotubes de carbone synthétisés par la technique CVD de croissance in-situ de nanotubes verticaux et alignés et leur potentiel pour des applications dans les objets communicants.

Les travaux de cette thèse ont été dédiés à la modélisation, conception et fabrication de pinces électromécaniques à base de faisceaux de nanotubes. Nous avons fait ce choix de structures pour d'une part accéder aux propriétés mécaniques en particulier le module de Young des nanotubes nécessaire à la conception des systèmes et d'autre part proposer une brique de base qui pourrait présenter différentes fonctions.

Nous avons pour cela proposé une modélisation du comportement électromécanique des nanotubes de carbone par des modèles analytiques et numériques. Différents modèles analytiques existants de calcul de la tension de pull-in d'un commutateur de type encastré-libre ont été présentés. Une analyse de ces modèles nous a conduits à proposer un modèle plus précis pour les commutateurs à tube cylindrique. Nous avons de plus développé un calcul numérique permettant de prendre en compte les effets non linéaires pour calculer la déformée des nanotubes soumis à une force électrostatique. Ce même calcul a permis d'évaluer la tension de pull-in pour nos commutateurs. En deuxième temps nous avons étudié le comportement mécanique de structures composites (NTC-air). Nous avons présenté le calcul du module de Young effectif du matériau composite et développé une expression analytique pour calculer le moment quadratique de la section du faisceau de nanotubes. Une expression du module de flexion de faisceaux de nanotubes qui dépend des dimensions du faisceau, des nanotubes, de leur module de Young et de leur densité, a pu finalement être obtenue. Elle montre la possibilité de faire varier le module de flexion en faisant varier la densité des nanotubes. Ceci offre l'avantage de pouvoir agir seulement sur les paramètres du procédé de croissance sans modifier les étapes technologiques de réalisation et d'éviter des contraintes en termes de délais et de coûts. Ce calcul de module de flexion nous a permis d'adapter les modèles de calcul de la tension de pull-in afin de proposer un mode de calcul pour les pinces à base de faisceaux de nanotubes. Nous avons pu ainsi concevoir des pinces à base de faisceaux de nanotubes.

Ces pinces ont été fabriquées directement sur dispositifs par CVD catalytique. Pour cela deux études ont été conduites : une étude matériau sur substrats pleine couche et une seconde étude de réalisation de dispositifs et d'intégration des NTC.

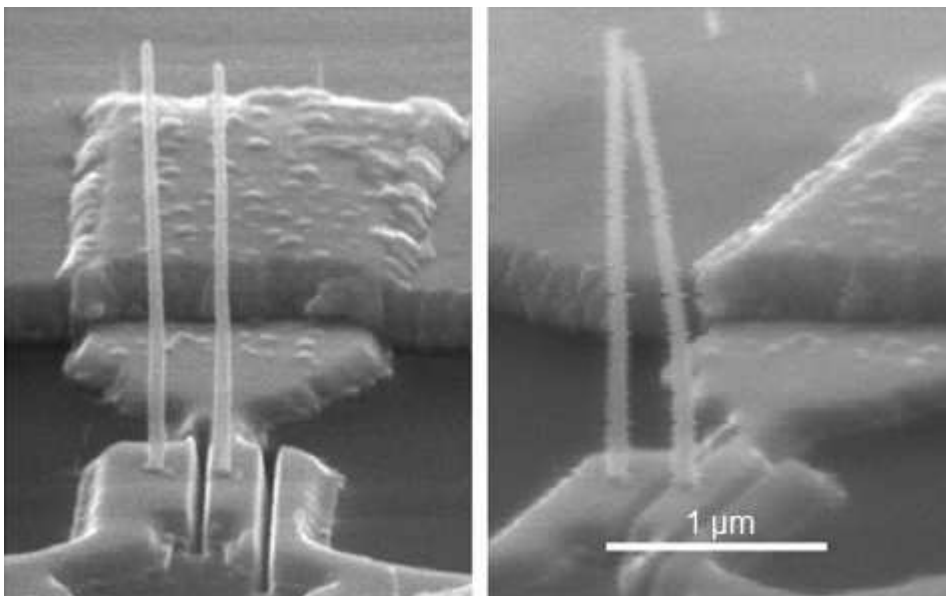
En se basant sur le savoir faire du CEA LITEN en terme de mode de croissance de tapis de nanotubes à partir du catalyseur fer sur des substrats en alumine et en silicium, un mode de croissance sur TiN (matériau conducteur des électrodes du dispositif) par une approche de catalyseur bi-couche a été développé. Deux catalyseurs bicouches Si/Fe et Al/Fe déposés sur un substrat Si recouvert d'un empilement Ti/TiN ont été évalués en croissance. Le catalyseur bicouche Si(5nm)/Fe(2nm) a conduit de façon reproductible à des tapis de NTC homogènes et de densités élevées. Le couple Al(7nm)/Fe(1nm) était plus favorable que le couple Al(5nm)/Fe(1nm) à l'activation du mode tapis de façon reproductible et homogène.

Les deux modes de croissance à partir du catalyseur bicouche Si/Fe et Al/Fe ont été intégrés sur dispositifs. Ces dispositifs ont été fabriqués par lithographie optique dans un procédé lift-off. Les procédés au départ utilisés ne nous ont pas permis d'aboutir à des dispositifs de bonne qualité. En effet, les dimensions de structures visées (de l'ordre du  $\mu\text{m}$ ) sont à la limite de la résolution de la technique de lithographie optique. Ces procédés de croissance n'utilisaient pas une résine adaptée et des équipements de bonne précision permettant d'obtenir une résolution de  $1\mu\text{m}$ . De plus des problèmes de débouchage de la résine ont été constatés. En effet un dépôt résiduel au fond des motifs a empêché l'obtention d'un dépôt homogène de TiN pour former les électrodes et a transformé le catalyseur déposé pendant la croissance à  $600^\circ\text{C}$ . Par conséquent le mode de croissance de tapis à partir du catalyseur déposé sur les électrodes en TiN n'a pas pu être activé. Néanmoins quelques dispositifs ont pu être réalisés et testés. Nous avons changé de procédé et d'équipements et inséré une étape de gravure sèche par plasma  $\text{O}_2$  afin de nettoyer les fonds des motifs avant dépôt de matériaux. Cette fois-ci l'intégration du mode de croissance à partir du catalyseur bicouche Al(7nm)/Fe(1nm) sur les dispositifs (électrodes en TiN) obtenus par ce nouveau procédé a été réussie. Cependant nous n'avons pas pu tester ces dispositifs.

Un des problèmes majeurs de l'intégration des nanotubes sur dispositifs rencontré est celui de l'alignement des faisceaux. En effet, le gap entre les deux faisceaux de nanotubes qui forment la pince n'est pas uniforme, les faisceaux obtenus sont dans la plupart des cas en forme d'arc. La solution proposée pour améliorer l'alignement est celle de réduire le rapport de forme et d'augmenter la densité. Cependant les densités et longueurs actuelles des faisceaux obtenus conduisent à des tensions de pull-in élevées. Nous avons pu constater cela à travers les différents tests que nous avons effectués sur les dispositifs obtenus. Des tensions de l'ordre de 100V ont été nécessaires pour atteindre le pull-in. Ces tensions ont provoqué la destruction des faisceaux, l'arrachement des faisceaux et même la formation d'arc électrique entre les faisceaux qui a provoqué leur sublimation. Il est important de pouvoir réduire ces tensions pour développer moins d'énergie dans le système lors de la fermeture de la pince et d'éviter d'atteindre les champs de claquage du vide entre les faisceaux. Pour réduire les tensions de pull-in il existe deux possibilités soit de réduire la densité soit d'augmenter la longueur des faisceaux mais ceci se fait au détriment de l'alignement. Un compromis est donc à trouver pour pallier à ces deux problèmes. Le procédé actuel que nous avons développé ne propose pas ce compromis, il est nécessaire de pouvoir l'étudier pour converger vers les dimensions et densités optimales.

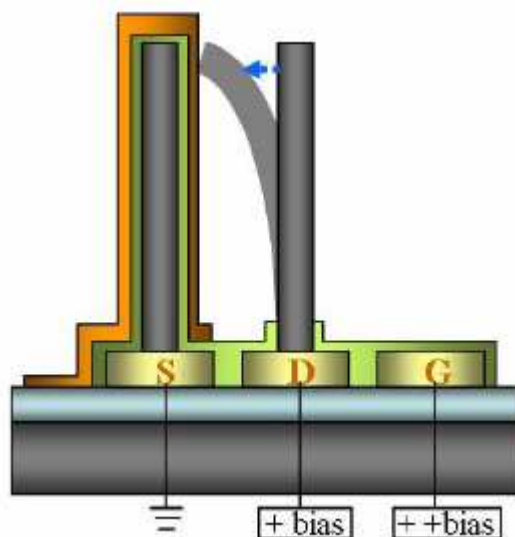
D'une manière générale la réalisation de nanotubes de carbone verticaux et alignés localisés à des positions bien spécifiées dans un dispositif constitue un verrou technologique dans la réalisation de systèmes électromécaniques à base de nanotubes de carbone synthétisés par la technique CVD de croissance. En effet les mécanismes mis en jeu pendant la croissance des nanotubes à partir d'un catalyseur déposé sur une sous couche sont très complexes et ne sont pas encore maîtrisés, par conséquent à l'heure actuelle il n'est pas possible de contrôler précisément toutes les caractéristiques d'une croissance (diamètre et longueur du nanotube, le nombre de parois, la densité, l'allure des nanotubes). Bien que beaucoup de progrès a été réalisé dans l'intégration des nanotubes sur des dispositifs notamment avec les travaux de cette thèse qui ont démontrés la faisabilité de pinces, commutateurs et capacités variables à base de nanotubes, il y a encore beaucoup d'efforts à fournir avant de pouvoir proposer un procédé de réalisation fiable qui permet d'aboutir à des systèmes opérationnels à base de nanotubes synthétisés par CVD ayant des caractéristiques reproductibles.

Parmi les perspectives d'utilisation du commutateur électromécanique de type pince que nous avons réalisé nous trouvons les commutateurs à trois électrodes. Dans ce système le second nanotube polarisé à un potentiel très faible est activé par une troisième électrode comme présentée dans la figure ci-dessous. La tension appliquée à la troisième électrode est beaucoup plus élevée. L'avantage d'un tel système est qu'il ne nécessite pas une tension élevée à appliquer entre les deux nanotubes ce qui pourrait pallier au problème d'augmentation de la tension de pull-in lorsqu'on souhaite améliorer l'alignement. Ce système a été présenté en début du chapitre 2.



**Figure 1 : Photos MEB de nano interrupteur électromécanique constituée de deux MWCNT, 2 $\mu$ m de longueur [JAN 05]**

L'actionnement électrostatique de faisceaux à nanotubes pourrait servir aussi à réaliser une cellule mémoire (voir figure ci-dessous) comme décrit en début du chapitre 2.



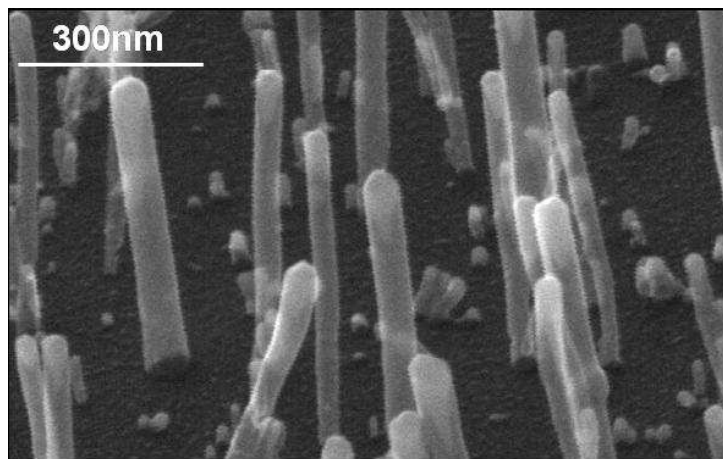
**Figure 2 : Schéma d'une cellule mémoire formé par des NTC [Jan-1 05]**

Les faisceaux de nanotubes peuvent assurés la fonction de pince, ils ont l'avantage de pouvoir attraper un objet sans que celui-ci glisse grâce à la paroi du faisceau composée de plusieurs

nanotubes et grâce au fait que le faisceau soit constitué d'un matériau composite (NTC-air) compressible. Cependant l'inconvénient qui peut limiter la fonction pince est la difficulté de manipuler cette pince fabriquer sur un substrat plat.

D'autre part les applications en haute fréquence de cette pince peuvent être limitées par ces performances et ses dimensions. En effet la faible densité des NTC dans le faisceau le rend plus léger (masse proportionnelle à la densité) ce qui peut augmenter sa fréquence de résonance par contre elle peut réduire sa raideur (proportionnelle à la densité au carré) comme nous avons vu dans cette thèse qui va à son tour baisser sa fréquence de résonance. Au final, la fréquence de résonance du faisceau est plus faible que celle d'un faisceau plein. De plus de part leurs longueurs (plusieurs dizaines de microns) la fréquence de résonance sera de quelques dizaines de MHz voire des centaines de KHz. En ce qui concerne le facteur de qualité nous supposons que celui-ci sera faible à cause des frottements qui peuvent avoir lieu entre les nanotubes du même faisceau.

Les nanofibres de carbone présentées au chapitre1 (figure ci-dessous) et que nous n'avions pas intégrées dans des dispositifs à cause des difficultés rencontrées lors de leurs localisations peuvent cette fois-ci être utilisées sans localisation sur un substrat pleine couche. Ils ont l'avantage d'être disposées dans un réseau sans être collées les unes aux autres facilitant ainsi le mouvement. Ce réseau de nanofibres peut être utilisé pour filtrer un signal électromagnétique. Le filtrage est de type coupe bande. Le principe de fonctionnement de ce filtre sera expliqué par la théorie de Drude-Lorentz qui est exposée par la suite.



**Figure 3 : Photos MEB des nanofibres de carbone synthétisées par PECVD, hauteur maximale mesurée de  $1.6\mu\text{m}$  et diamètre de 80 nm. Croissance en pleine couche après coalescence d'un film mince de Nickel**

La transmission du signal RF à travers le réseau de nanofibres est associée à la résonance mécanique de celle-ci. En effet, le couplage électromécanique donne naissance à des modes de vibrations collectifs des nanotubes de carbone, pour qu'il y ait couplage il est nécessaire de polariser le réseau afin de créer des charges dans les nanofibres qui peuvent ainsi se coupler aux champs électromagnétiques.

Davis, Adam et al. [DAV 03, ADA 07] sont les premiers à avoir étudié et réalisé en 2003 un résonateur ou filtre à base d'un réseau de nanotubes de carbone. Le dispositif consiste en un réseau de NTC inséré dans une ligne microruban comme présenté en Figure 4.



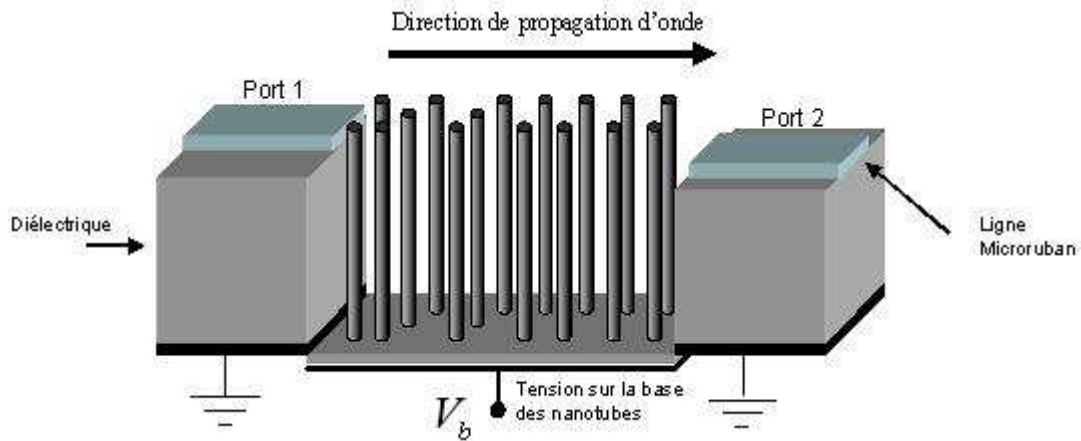
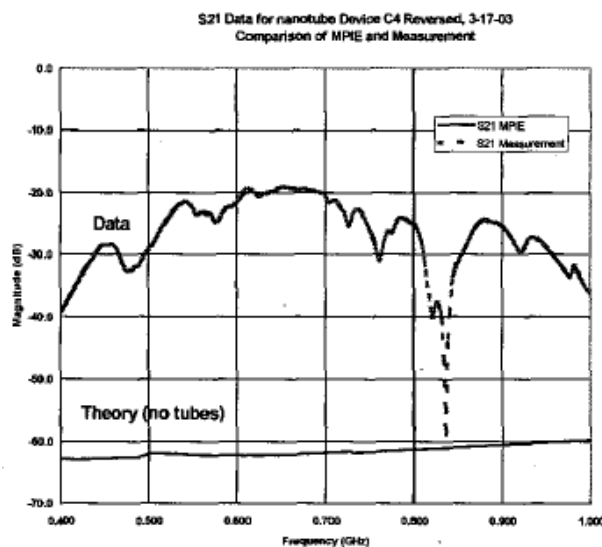


Figure 4 : Schéma du filtre RF à base de réseau de NTC comme proposé par Davis et al.

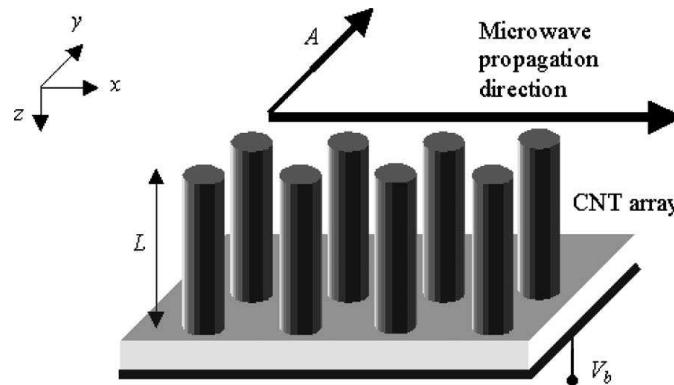
Ils avancent l'idée que les nanotubes conducteurs agissent en réfléchissant les signaux RF incident de toutes les fréquences à l'exception du signal ayant une fréquence égale à la fréquence de résonance du réseau de NTC. A la fréquence de résonance, le signal incident se couple aux nanotubes à l'entrée du réseau par l'effet des forces de coulomb entre le champ RF et les charges sur les tubes. Les charges sur les nanotubes peuvent être induites par le transfert de charges entre l'électrode sous le réseau et les nanotubes ou par application d'un champ polarisant. Appliquer une tension sur l'électrode permet de réguler la quantité de charges présentes dans les NTC. Les forces électrostatiques s'exerçant entre les NTC sont fonction de ces charges, la variation de la tension de polarisation permet d'augmenter les forces de couplage dans le réseau. Davis et al. expliquent que les vibrations des nanotubes à l'entrée du réseau se couplent aux nanotubes dans le réseau par les forces de Coulomb. Ce comportement permettrait la propagation d'une excitation acoustique. L'énergie peut être récupérée à la sortie du réseau par couplage entre les nanotubes en vibration et les charges présentes dans l'électrode de sortie. Le réseau de nanotubes agit alors comme un filtre passe-bande autour de la fréquence de résonance avec une bande passante définie par le coefficient de qualité du réseau. La caractérisation RF en transmission dans la bande [0.4-6 GHz] révèle un pic d'absorption à la fréquence de 836.5 MHz (Figure 5). Cette fréquence est à priori associée à la fréquence de résonance des nanotubes. Le résultat obtenu est en contradiction avec l'interprétation présentée précédemment.



**Figure 5 : Mesure du coefficient de transmission du filtre RF. Un pic de rejection apparaît à la fréquence de résonance des NTC [DAV 03]**

En 2006 Dragoman et al.[DRA 06] mentionnent l'explication de Davis et al. et contredisent le fait que la vibration des nanotubes excités par le champ RF proche de l'électrode se propage comme une onde acoustique. En effet, les nanotubes ayant les mêmes charges se repoussent entre eux, ce qui peut détruire la cohérence de la propagation du signal électromagnétique à la fréquence de résonance. Le signal à la fréquence de résonance n'est pas transmis comme Davis l'a mentionné, il est plutôt réfléchi et absorbé. Dragoman et al. montrent que le réseau de nanotubes à la fréquence de résonance mécanique se transforme en diélectrique à forte perte, cette explication permet d'expliquer le pic d'absorption mesuré par Davis et al. La transformation de métal en diélectrique du réseau est décrite par la théorie de Drude-Lorentz des charges en vibration. La théorie de Drude-Lorentz est habituellement utilisée pour estimer la contribution à la permittivité diélectrique des vibrations électroniques dans un cristal, ici le réseau dense de NTC est modélisé par un réseau de charges oscillantes à l'extrémité des nanotubes. Chaque nanotube possède alors un dipôle électrique qui contribue à la polarisation globale du réseau.

Le couplage électromécanique maximal est obtenu lorsque le champ électrique  $A$  (Figure 6) est perpendiculaire à l'axe du nanotube et aussi perpendiculaire à la direction de propagation.



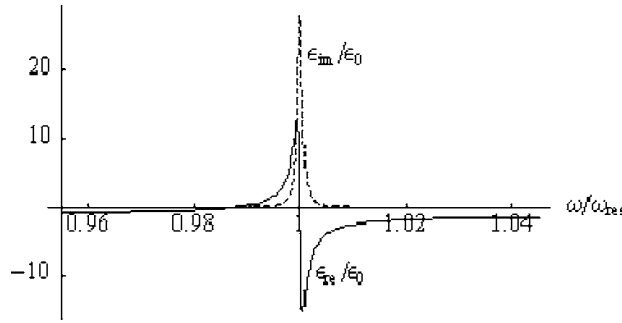
**Figure 6 : Schéma d'un réseau de nanotubes polarisé par une tension  $V_b$ , le champ  $A$  excite transversalement les NTC**

Dans ce cas, les expressions des parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique ont été calculées:

$$\epsilon_{re(w)} = \epsilon_{back} + N_0 Q_0^2 (K - mw^2) / [(K - mw^2)^2 + (\gamma w)^2]$$

$$\epsilon_{im(w)} = -N_0 Q_0^2 \gamma (K - mw^2) / [(K - mw^2)^2 + (\gamma w)^2]$$

$\epsilon_{back}$  correspond à la permittivité en dehors des fréquences de résonance,  $N_0$  est le nombre de nanotubes dans le réseau,  $Q_0$  la charge à l'extrémité d'un nanotube créée par une polarisation continue  $V_B$ ,  $\gamma$  correspond à l'amortissement,  $K$  et la constante de raideur du nanotube.



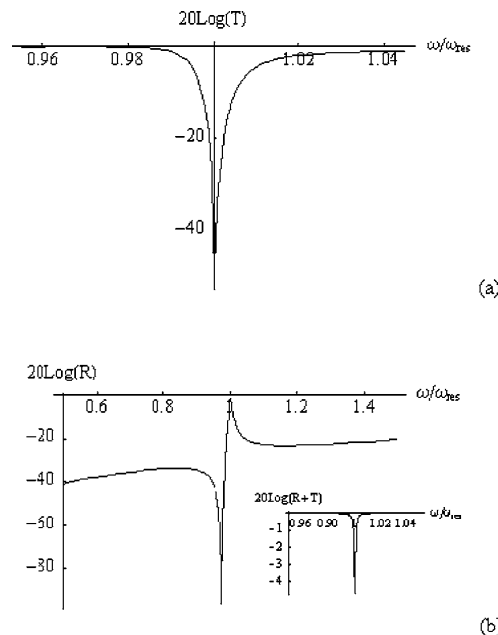
**Figure 7 : Parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique du réseau. A la fréquence de résonance la partie imaginaire devient importante et traduit l'absorption du réseau, la partie réelle reflète l'aspect diélectrique.**

La charge est calculée en prenant en compte la polarisabilité des NTC  $Q_0 = \alpha V_b / L^2$ ,  $L$  étant la longueur des NTC  $\alpha = 4\pi\epsilon_0(0.25r_{out} + 1.9)/L^2$  la polarisabilité des nanotubes. La polarisabilité des NTC monoparois et multiparois a fait l'objet de plusieurs études [DEV 01, MAY 07, LU 07].  $\gamma = K / w_{res}Q$  étant l'amortissement et  $Q$  le coefficient de qualité.

Les valeurs considérées pour les paramètres de la formule de la polarisabilité sont une longueur  $L=500 \text{ nm}$ ; un rayon du nanotube  $r_{out}=15 \text{ nm}$ ;  $Q= 1000$ ,  $V_B=20\mu\text{V}$ ;  $N_0=10^9 \text{ NTC/cm}^2$ ,  $\epsilon_{back}$  estimée à  $-1.17$ .

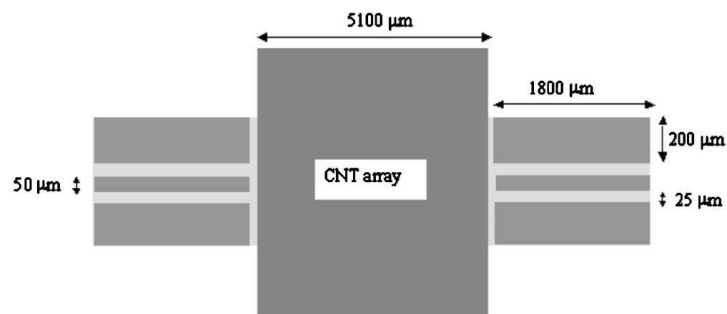
La théorie de Drude-Lorentz montre que la partie réelle de la permittivité électrique caractérise un métal en dehors de la résonance et prend des valeurs élevées à la résonance ce qui implique un comportement diélectrique (Figure 7), tandis que la partie imaginaire qui traduit les pertes et l'absorption devient importante à la résonance.

Les coefficients de réflexion et de transmission ont aussi été calculé pour les mêmes valeurs de paramètres mais pour une tension  $V_B=0.1\text{mV}$ .



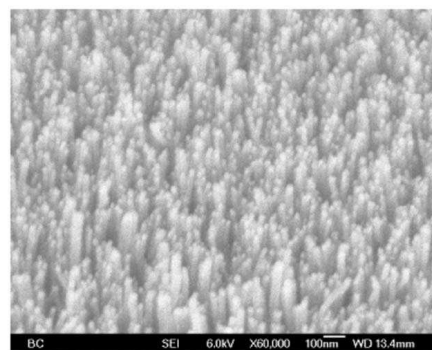
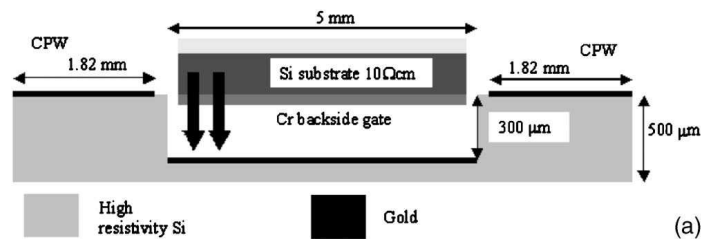
**Figure 8 : Calcul du coefficient en transmission  $T$  et en réflexion  $R$  du signal se propageant à travers le réseau.**

Dragoman propose en 2008 [DRA 08] une réalisation du filtre RF. Il insère un réseau de NTC de  $0.5 \times 0.5 \text{ cm}^2$ , fabriqué par Nanolab Company, dans un guide d'onde coplanaire (Figure 9).



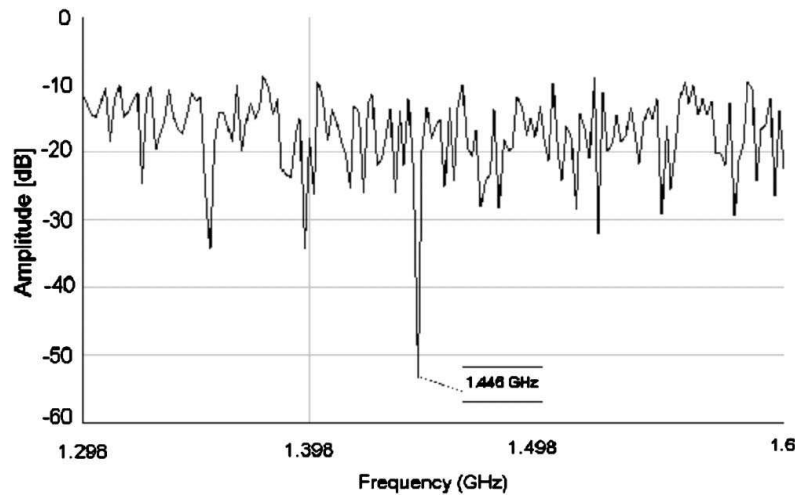
**Figure 9 : Vue schématique de dessus du résonateur RF réalisé. Un réseau de NTC est inséré dans un guide d'onde coplanaire. [DRA 08]**

Les NTC poussent sur un substrat en silicium de  $300 \mu\text{m}$  d'épaisseur (Figure 10), de faible résistivité, une électrode en Cr de  $300 \text{ nm}$  d'épaisseur a été déposée en face arrière du substrat. Les NTC ont une longueur  $L=300 \text{ nm}$  et un diamètre extérieur de  $40 \text{ nm}$ . Pour un module de Young de  $1,2 \text{ TPa}$  la fréquence de résonance est d'environ  $1.5 \text{ GHz}$ . Une fente de  $300 \mu\text{m}$  de profondeur a été gravé par gravure par faisceaux d'ions RIE (reactive ion etching) dans un substrat en silicium pour accueillir le réseau de NTC. Le fond de la fente a été métallisé et un guide d'onde coplanaire a été positionné de part et d'autre de la fente. Une tension de  $3 \text{ V}$  a été appliquée entre la métallisation en dessous du réseau et un coin en dessus du réseau.



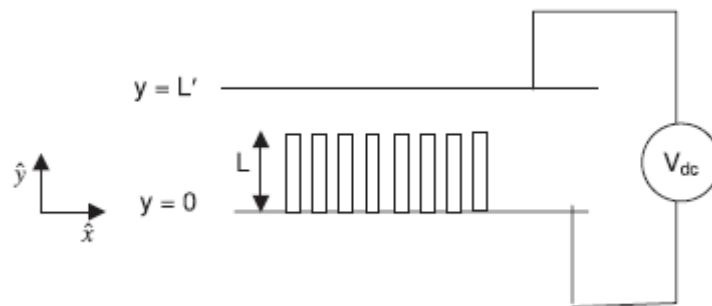
**Figure 10 : (a) implémentation du résonateur par intégration du réseau de NTC déposé sur un substrat Si de faible résistivité dans un substrat Si de forte résistivité micro usiné. (b) Photo MEB du réseau de NTC fourni par Nanolab. [DRA 08]**

La courbe de la caractérisation fréquentielle du filtre est présentée en Figure 11. Une atténuation du signal transmis de  $-40 \text{ dB}$  apparaît autour de  $1.44 \text{ GHz}$ . Les atténuations latérales en dehors de la fréquence de résonance montrent qu'il y a une désadaptation en impédance du réseau, par conséquent les atténuations obtenues sont dues aux effets d'interférence.



**Figure 11 : Mesure du coefficient de transmission à travers le réseau. Une forte atténuation du signal de -40 dB intervient proche de la fréquence de résonance des NTC.**

Il est possible de détecter les modes collectifs dans un réseau unidimensionnel de NTC par la diffusion de Brillouin d'un laser [AHM 07]. L'étude menée consiste à considérer des nanotubes sont disposés entre deux plans parallèles (Figure 12). Une polarisation continue est appliquée aux deux plans parallèles. Le déplacement d'une extrémité de nanotube fait varier la force électrostatique appliquée sur son voisin et influence leurs réponses mécaniques.



**Figure 12 : Schéma d'un réseau de NTC unidimensionnel polarisé**

Lorsqu'une onde laser éclaire les nanotubes en vibration, le mouvement des extrémités des nanotubes se couple avec les oscillations des électrons dues au laser. Le courant non linéaire créé par ses électrons conduit à un signal réfléchi d'une fréquence décalée de la fréquence du mode de vibrations collectives. Ce processus de diffusion de Brillouin fournit une information sur le mode.

Dragoman et al [DRA 07] n'ont pas considéré les interactions entre charges des nanotubes voisins qui créent des modes de vibrations collectifs dans le réseau, ils ont seulement considéré qu'à un instant donné tous les nanotubes possèdent la même phase. Ahmad et al. ont calculé les modes de vibrations collectifs du réseau en mode libre et non pas forcé par un champ électrique. Nous avons pris en compte ces deux effets et nous avons calculé la permittivité complexe du réseau de NTC.

Considérons un réseau unidimensionnel de nanotubes disposés à égale distance  $d$  les uns des autres. Soit  $u_s$  le déplacement de l'extrémité du nanotube dans le réseau à la position  $s$  suivant l'axe  $x$  comme le montre la Figure 12,  $K_s$  la constante de raideur du nanotube,  $q$  la charge présente à l'extrémité du nanotube.  $m$  est la masse d'un nanotube. L'équation du mouvement

de la charge du nanotube soumise au champ électrique E perpendiculaire à l'axe du nanotube s'exprime par l'équation suivante :

$$m \frac{d^2 u_s}{dt^2} = \frac{q^2}{4\pi\epsilon_0} \left[ \frac{1}{(d - (u_s - u_{s-1}))^2} - \frac{1}{(d - (u_{s+1} - u_s))^2} \right] - K_s u_s + qE - \gamma \frac{du_s}{dt}$$

Cette équation après simplification peut être écrite sous la forme :

$$m \frac{d^2 u_s}{dt^2} + \gamma \frac{du_s}{dt} + K_s u_s = \frac{q^2}{4\pi\epsilon_0} [u_{s-1} + u_{s+1} - 2u_s] - qE \text{ avec } u_s(t) = U_s e^{j\omega t}$$

En appliquant la transformée de Laplace cette équation peut être écrite sous la forme :

$$-w^2 m u_s + j\omega \gamma u_s + K_s u_s = \frac{q^2}{4\pi\epsilon_0} [u_{s-1} + u_{s+1} - 2u_s] - qE$$

L'expression de  $u_s$  peut être finalement extraite à partir de cette équation, elle s'écrit par :

$$u_s = \frac{-\frac{qE}{m} + \frac{q^2}{2\pi m \epsilon_0 d^3} (u_{s-1} + u_{s+1})}{w_0^2 - \omega^2 + \frac{q^2}{2\pi m \epsilon_0 d^3} + j \frac{\gamma}{m} \omega} \quad \text{Équation 54}$$

Les vibrations collectives des NTC dans le réseau ont une dépendance en fonction de  $x$  (Figure 12), il s'exprime par :

$u_{s+p} = U_s e^{(pjk d)} = U_s e^{j(\omega t + p k d)}$  nous prenons comme origine  $u_s$ .  $u_{s+p}$  est déphasé de  $p.k.d$  par rapport à  $u_s$  avec  $p.d$  la distance entre la position  $s$  et  $s+p$  dans le réseau,  $k$  est un nombre entier, il désigne le mode qui se propage dans le réseau.

L'équation 54 peut s'écrire en considérant le mode collectif par :

$$u_s = \frac{-\frac{qE}{m} + \frac{q^2}{2\pi m \epsilon_0 d^3} U_s (e^{-jkd} + e^{jkd})}{w_0^2 - \omega^2 + \frac{q^2}{2\pi m \epsilon_0 d^3} + j \frac{\gamma}{m} \omega} \text{ en utilisant les formules d'Euler on peut mettre cette}$$

équation sous la forme :

$$U_s = \frac{-qE/m}{w_0^2 - \omega^2 - F \sin^2\left(\frac{kd}{2}\right) + j \frac{\gamma}{m} \omega} \quad \text{Équation 55}$$

avec  $F = \frac{2q^2}{m\pi\epsilon_0 d^3}$

Le dipôle électrique créé par chaque nanotube suivant la direction de propagation  $x$  sera exprimé par  $p_{s+p} = qu_{s+p}$  et donc la polarisation totale du réseau suivant  $x$  sera donnée par :

$$P = \sum_{p=1}^N p_{s+p} = q \sum_{p=1}^N u_{s+p} = q \sum_{p=1}^N U_s e^{(pjkd)} \quad \text{Équation 56}$$

$$P = -qU_s \frac{\sin\left(kd\left(n - \frac{1}{2}\right)\right)}{\sin\left(\frac{kd}{2}\right)} \quad \text{Équation 57}$$

La polarisation s'exprime aussi par :

$$P = \epsilon_0 \chi_e E \quad \text{Équation 58}$$

La permittivité relative est  $\epsilon_r = 1 + \chi_e$

En remplaçant l'équation 55 dans l'équation 57 et en prenant le résultat égal à l'équation 58 les permittivités réelles et imaginaires seront données respectivement par, la permittivité réelle :

$$\epsilon_r' = 1 - \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\frac{q^2}{m} \sin\left(kd\left(n - \frac{1}{2}\right)\right) \left(w_0^2 - w^2 - F \sin^2\left(\frac{kd}{2}\right)\right)}{\left[\left(w_0^2 - w^2 - F \sin^2\left(\frac{kd}{2}\right)\right)^2 + \left(w \frac{\gamma}{m}\right)^2\right] \sin\left(\frac{kd}{2}\right)}$$

et la permittivité imaginaire :

$$\epsilon_r'' = \frac{1}{\epsilon_0} \frac{\frac{q^2}{m} \sin\left(kd\left(n - \frac{1}{2}\right)\right) \left(w \frac{\gamma}{m}\right)}{\left[\left(w_0^2 - w^2 - F \sin^2\left(\frac{kd}{2}\right)\right)^2 + \left(w \frac{\gamma}{m}\right)^2\right] \sin\left(\frac{kd}{2}\right)}$$

La permittivité imaginaire traduit les pertes dans le réseau, son expression précédente montre que le maximum obtenu est pour :

$$w = \sqrt{w_0^2 - F \sin^2\left(\frac{kd}{2}\right)},$$

Le pic le plus élevé correspond au mode collectif qui est à la fréquence de résonance naturelle des nanotubes lorsqu'il n'y a pas interactions entre les nanotubes et les nanotubes sont en

phase. Nous retrouvons dans ce cas le résultat de Dragoman et al. [DRA07]. En dehors de cette fréquence les interactions entre tubes sont plus fortes, les déphasages entre les nanotubes créent des modes asymétriques où les dipôles se compensent, et donc la polarisation du réseau s'affaiblit. Et par conséquent la partie imaginaire et donc les pertes par absorption dans le réseau.



# BIBLIOGRAPHIE

- [AHM 07] Amir Ahmad, V K Tripathi,  
*Collective modes of carbon nanotube array and Brillouin scattering of a laser*,  
Nanotechnology 18 (2007)
- [ADA 07] Adam et al.  
*Radio Frequency Device and method using a carbon nanotube array*,  
US patent, No US 7 157 990 B1, Jan. 2, 2007
- [DAV 03] Davis et al.  
*High-Q Mechanical Resonator Arrays Based on Carbon Nanotubes*,  
IEEE 2003
- [DRA 06] D. Dragoman et M. Dragoman,  
*Electromagnetic wave propagation in dense carbon nanotubes arrays*,  
J. Appl. Phys 99, 076106, 2006
- [DRA 08] M. Dragoman et al.  
*High quality nanoelectromechanical microwave resonator based on a carbon nanotube array*,  
Appl. Phys. Lett. 92, 063118, 2008
- [MAY 07] A. Mayer,  
*Formulation in terms of normalized propagators of a charge-dipole model enabling the calculation of the polarization properties of fullerenes and carbon nanotubes*,  
Phys. Rev. B 75, 045407, 2007
- [LU 07] Wei Lu et al.  
*Near Static Dielectric Polarization of Individual Carbon Nanotubes*,  
Nano Letters, 2007, Vol. 7, No.9, 2729-2733



# ANNEXE 1

Considérons une poutre rectangulaire de longueur  $L$ , de largeur  $l$  et d'épaisseur  $t$  encastree à une extrémité et libre à l'autre et une tension  $V$  appliquée à la poutre par rapport à un plan de masse fixé à une distance  $H$ , la force électrique par unité de longueur qui s'exerce sur la surface inférieure de la poutre est donnée par l'expression suivante :

$$q_{elec} = \frac{1}{2} \frac{\epsilon \cdot l}{(H - w(x))^2} V^2$$

Son développement par la série de Taylor est :

$$q_{elec} = \frac{l\epsilon}{2} V^2 \left( \frac{1}{H^2} + \frac{2w}{H^3} + \dots \right)$$

## Calcul de la déformée de la poutre pour une force électrique constante :

Si on considère seulement le premier terme de l'équation précédente, ce qui nous amène à considérer que la force électrique est constante, cette dernière s'écrit par :

$$q_{elec} = \frac{\epsilon l}{2} V^2 \left( \frac{1}{H^2} \right)$$

L'équation d'équilibre du système peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{d^2 w}{dx^2} = \frac{1}{EI} q_{elec} \frac{(L - x^2)}{2}$$

et en intégrant deux fois :

$$\frac{dw}{dx} = \frac{q_{elec}}{EI} \left( \frac{L^2}{2} x + \frac{x^3}{6} - L \frac{x^2}{2} \right) + C_1 \quad w = \frac{q_{elec}}{EI} \left( \frac{L^2}{4} x^2 + \frac{x^4}{24} - L \frac{x^3}{6} \right) + C_1 x + C_2$$

En imposant les conditions aux limites :

$$\left[ \frac{dw}{dx} \right]_{x=0} = 0 \quad w(0) = 0 \Rightarrow C_1 = C_2 = 0$$

L'expression finale de la déformée de la poutre s'exprime par :

$$w = \frac{q_{elec}}{24EI} (x^4 - 4x^3L + 6x^2L^2) \Rightarrow w = \frac{1}{4} V^2 \frac{\epsilon}{EH^2t^3} (x^4 - 4x^3L + 6x^2L^2)$$

avec  $q_{elec} = \frac{\epsilon l}{2} V^2 \left( \frac{1}{H^2} \right)$  et  $I = \frac{t^3 l}{12}$  le moment quadratique de la section de la poutre.

La déflexion maximale ou la déflexion à l'extrémité ( $x=L$ ) est :

$$w_{max} = \frac{3}{4} \frac{\epsilon L^4}{EH^2t^3} V^2$$

**Calcul de la déformée et du pull-in en considérant les termes constant et linéaire de la force électrique [De Bona 06] :**

Si le terme linéaire du développement par Taylor de la force électrostatique est retenu :

$$q_{elec} = \frac{l\epsilon}{2} V^2 \left( \frac{1}{H^2} + \frac{2w}{H^3} \right)$$

la solution peut être obtenue si l'équation d'équilibre suivante est considérée :

$$\frac{d^4 w}{dx^4} = \frac{1}{EI} q_{elec} \Rightarrow \frac{d^4 w}{dx^4} = \frac{l\epsilon}{2EI} V^2 \left( \frac{1}{H^2} + \frac{2w}{H^3} \right)$$

Cette équation peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{d^4 w}{dx^4} - Aw = B$$

où :

$$A = l\epsilon \frac{V^2}{EIH^3}; \quad B = l\epsilon \frac{V^2}{2EIH^2}$$

Prenons  $a = \sqrt[4]{A}$ , l'équation différentielle qui en résulte s'écrit sous la forme :

$$\frac{d^4 w}{dx^4} - a^4 w = B$$

qui a pour solution générale (déformée de la poutre):

$$w = C_1 \sin ax + C_2 \cos ax + C_3 \sinh ax + C_4 \cosh ax - \frac{H}{2}$$

En imposant les conditions aux limites :

$$\left\{ \begin{array}{l} x = 0; \quad w = 0 \\ x = 0; \quad \frac{dw}{dx} = 0 \\ x = L; \quad \frac{d^2w}{dx^2} = 0 \\ x = L; \quad \frac{d^3w}{dx^3} = 0 \end{array} \right.$$

Le système linéaire suivant est obtenu :

$$\begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 1 & 0 \\ -\sin aL & -\cos aL & +\sinh aL & +\cosh aL \\ -\cos aL & +\sin aL & +\cosh aL & +\sinh aL \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ C_4 \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} H/2 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}$$

avec sa solution (Matlab Symbolic) :

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1 = H \frac{\sinh aL \cos aL + \sin aL \cosh aL}{4(1 + \cosh aL \cos aL)} \\ C_2 = H \frac{1 - \sinh aL \sin aL + \cos aL \cosh aL}{4(1 + \cosh aL \cos aL)} \\ C_3 = -H \frac{\sinh aL \cos aL + \sin aL \cosh aL}{4(1 + \cosh aL \cos aL)} \\ C_4 = H \frac{1 + \sinh aL \sin aL + \cos aL \cosh aL}{4(1 + \cosh aL \cos aL)} \end{array} \right.$$

Le pull-in a lieu lorsque :  $1 + \cosh aL \cos aL = 0$

Ceci résulte en :  $aL = 1.8751$   $l\varepsilon \frac{V^2}{EIH^3} L^4 = 12.36$

En conclusion :

$$V_{\text{Pull-in}} = \sqrt{\frac{Et^3 H^3}{\varepsilon L^4}}$$

**Calcul itératif de la déformée de la poutre et de la tension de pull-in [DUF 99] :**

Une approche alternative est proposée par Dufour et Sarraute (1999) où une solution approximative de l'équation d'équilibre est proposée. La démarche est décrite ci-après.

Lorsqu'une tension  $V$  est appliquée entre la poutre et le plan de masse, la poutre ne se déforme pas : la force électrostatique peut être initialement considérée constante et égale à  $q_{elec0}$ .

La poutre se déforme sous l'action de la force électrique constante et donc l'équation de la déformée de la poutre peut être exprimée par :

$$w_0(x) = \frac{q_{elec0}}{24EI} (x^4 - 4x^3L + 6x^2L^2) \Rightarrow w_0(x) = \frac{q_{elec0}}{k(x)}$$

où :

$$q_{elec0} = \frac{1}{2} \frac{l\epsilon}{H^2} V^2$$

$$k(x) = \frac{24EI}{(x^4 - 4x^3L + 6x^2L^2)} \Rightarrow k(x) = \frac{2Et^3l}{(x^4 - 4x^3L + 6x^2L^2)}$$

Après déformation, la force électrostatique n'est plus maintenant constante : son expression dépend de  $x$  :

$$q_{elec1} = \frac{1}{2} \frac{\epsilon.l}{(H - w_0(x))^2} V^2 = \frac{q_{elec0}}{\left(1 - \frac{w_0(x)}{H}\right)^2}$$

La déflexion due à cette force non constante peut être approximée par :

$$w_1(x) = \frac{q_{elec1}}{k(x)} \Rightarrow w_1(x) = \frac{q_{elec0}}{k(x) \left(1 - \frac{w_0(x)}{H}\right)^2}$$

De la même manière :

$$w_2(x) = \frac{q_{elec2}}{k(x)}$$

avec :

$$q_{elec2} = \frac{1}{2} \frac{\epsilon.l}{(H - w_1(x))^2} V^2 = \frac{q_{elec0}}{\left(1 - \frac{w_1(x)}{H}\right)^2}$$

donc :

$$w_2(x) = \frac{q_{elec0}}{k(x) \left(1 - \frac{w_1(x)}{H}\right)^2}$$

Au final :

$$w_{n+1}(x) = \frac{q_{elec(n+1)}}{k(x)} = \frac{q_{elec0}}{k(x) \left(1 - \frac{w_n(x)}{H}\right)^2} \Rightarrow w_{n+1}(x) = \frac{w_0}{\left(1 - \frac{w_n(x)}{H}\right)^2}$$

Si la solution est convergente,  $w$  est la solution de :

$$w^3 - 2Hw^2 + H^2w - H^2w_0 = 0$$

Selon la règle de Cardano, si le déterminant du polynôme est négatif :

$$D = w_0 - \frac{4}{27}H < 0 \Rightarrow w_0 < \frac{4}{27}H$$

Trois solutions réelles différentes existent et leurs expressions sont les suivantes :

$$\begin{aligned} w_1 &= \frac{2}{3}H \left(1 + \cos\left(\frac{1}{3} \arccos\left(\frac{27}{2} \frac{w_0}{H} - 1\right)\right)\right) \\ w_2 &= \frac{2}{3}H \left(1 + \cos\left(\frac{1}{3} \arccos\left(\frac{27}{2} \frac{w_0}{H} - 1\right) + \frac{2}{3}\pi\right)\right) \\ w_3 &= \frac{2}{3}H \left(1 + \cos\left(\frac{1}{3} \arccos\left(\frac{27}{2} \frac{w_0}{H} - 1\right) + \frac{4}{3}\pi\right)\right) \end{aligned}$$

La tension de pull-in est obtenue en considérant :  $D(L) = w_0 - \frac{4}{27}H = 0$

$$w_0 = \frac{4}{27}H \Rightarrow \frac{1}{2} \frac{\varepsilon}{H^2} V^2 \frac{1}{k(L)} = \frac{4}{27}H \Rightarrow \frac{1}{2} \frac{\varepsilon}{H^2} V^2 \frac{(L^4 - 4L^4 + 6L^4)}{2Et^3} = \frac{4}{27}H$$

Finalement, l'expression obtenue de la tension pull-in est la suivante :

$$V_{Pull-in} = \frac{4}{9L^2} \sqrt{\frac{Et^3 H^3}{\varepsilon}}$$

Le pull-in a lieu pour un déplacement de l'extrémité de la poutre de :

$$w_{pull-in} = \frac{4}{27}H$$

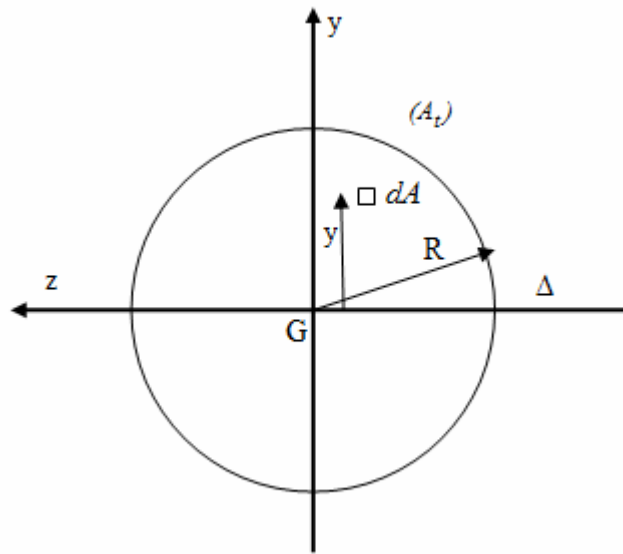


## ANNEXE 2

### Calcul du moment quadratique de la section d'un nanotube plein par rapport à l'axe passant par son barycentre

Par définition, le moment quadratique par rapport à l'axe  $\Delta$  est (Figure 0.13):

$$I_{\Delta} = \int_{A_t} y^2 dA$$



*Figure 0.13 : Section d'un nanotube de surface  $A_t$ , l'axe  $\Delta$  passe le centre de gravité du nanotube*

Pour une section circulaire, nous faisons le passage en coordonnées cylindriques :

$$dA = r.dr.d\theta, \quad y = r.\sin \theta$$

Le moment devient donc :

$$I_{\Delta} = \int_0^R r^3.dr.\int_0^{2\pi} \sin^2 \theta.d\theta,$$

en prenant :

$$\sin^2 \theta = \frac{1 - \cos 2\theta}{2}$$

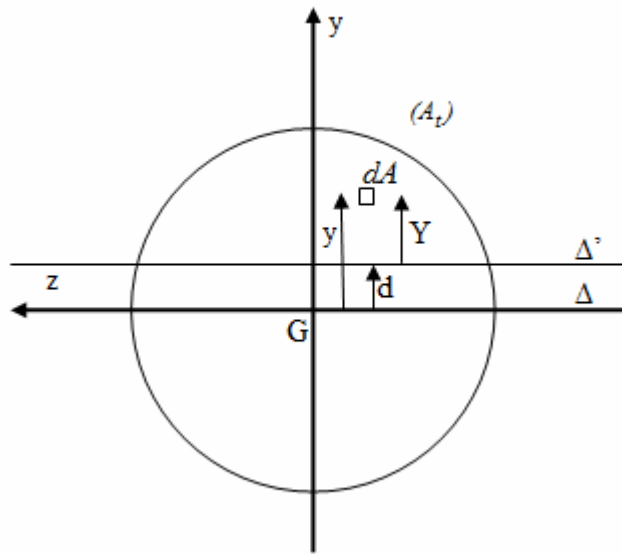
Nous obtenons la relation finale pour un nanotube à section pleine :

$$I_{\Delta} = \left[ \frac{r^4}{4} \right]_0^R \cdot \left[ \frac{\theta}{2} \right]_0^{2\pi} = \frac{\pi.R^4}{4}$$

### **Théorème de Huygens**

Moment quadratique de la section d'un nanotube par rapport à un axe  $\Delta'$  parallèle à  $\Delta$  (axe passant par le barycentre du NTC) et séparés de  $d$  est donné par :

$$I_{\Delta'} = I_{\Delta} + A_t d^2$$



**Figure 0.14 :** Section d'un nanotube de surface  $A_t$ , l'axe  $\Delta$  passe le centre de gravité du nanotube, les deux axes  $\Delta$  et  $\Delta'$  sont distants de  $d$

Démonstration du théorème:

Par définition, le moment quadratique par rapport à l'axe  $\Delta'$  est (Figure 0.14):

$$I_{\Delta'} = \int_{A_t} Y^2 dA \quad \text{avec} \quad Y = y - d$$

d'où :

$$I_{\Delta'} = \int_{A_t} (y - d)^2 dA$$

ou encore:

$$I_{\Delta'} = \int_{A_t} (y^2 - 2y \cdot d + d^2) dA$$

$$I_{\Delta'} = \int_{A_t} y^2 dA - 2d \int_{A_t} y dA + d^2 \int_{A_t} dA$$

qui s'écrit également en fonction des différentes définitions données précédemment :

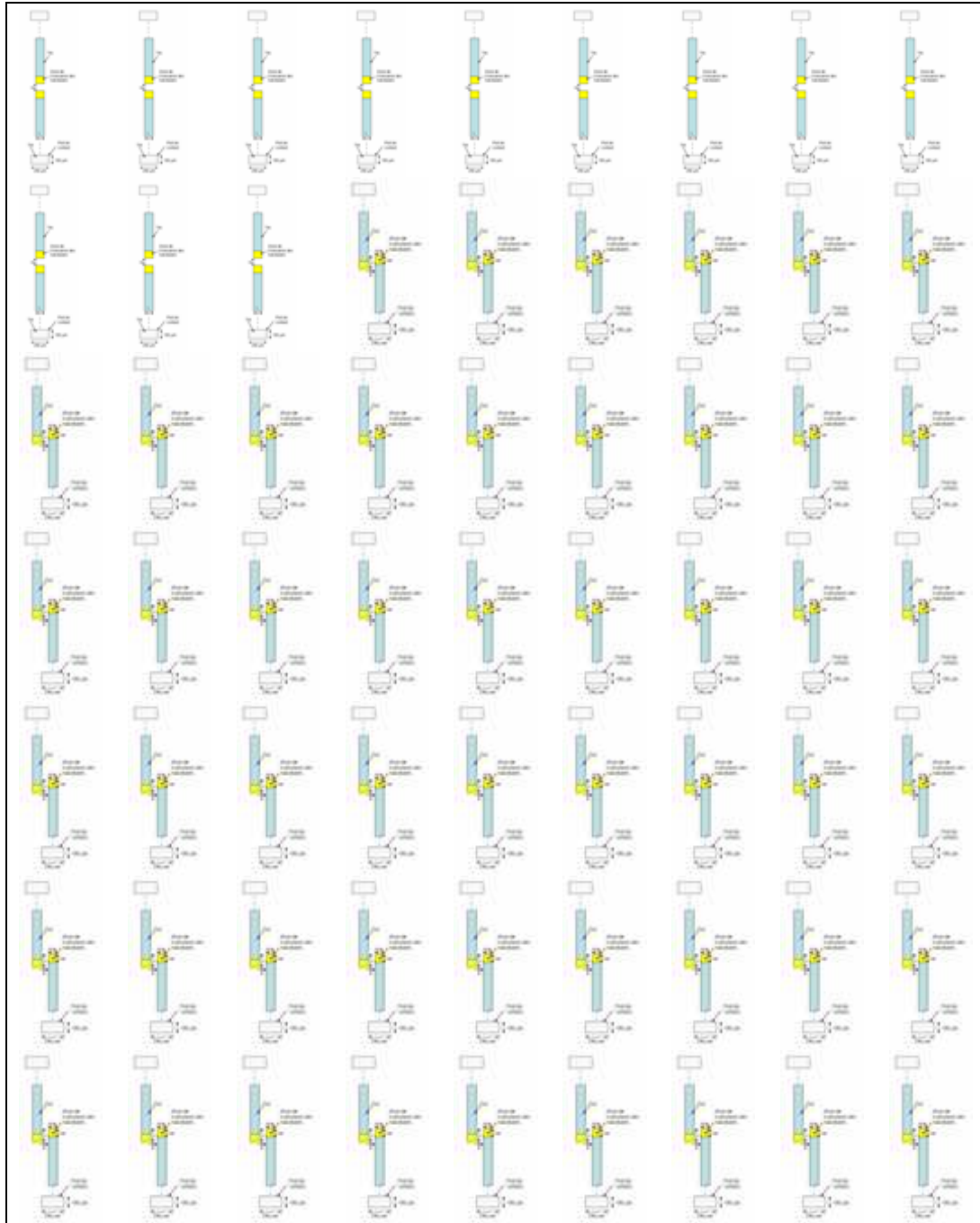
$$I_{\Delta'} = I_{\Delta} - 2dm_{\Delta}(A_t) + d^2 A_t$$

Etant donné que l'axe  $\Delta$  passe par le centre de gravité  $m_{\Delta}(A_t) = 0$ . On obtient donc finalement :

$$I_{\Delta'} = I_{\Delta} + A_t d^2$$

## ANNEXE 3

Assemblage d'une puce entière de dispositifs dédiés à la réalisation de pinces électromécaniques à base de faisceaux de NTC.



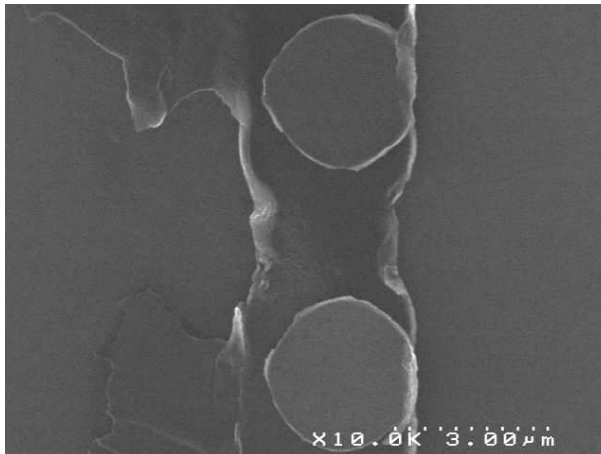
*Figure 0.15 : Vue de dessus de l'assemblage d'une puce, les commutateurs sont répartis sur 7 lignes et 9 colonnes.*

# ANNEXE 4

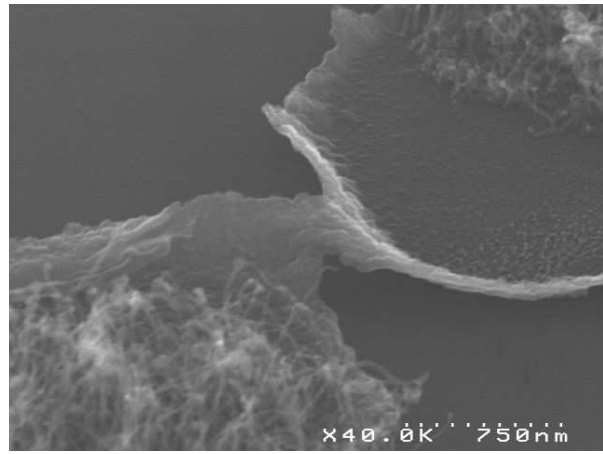
## Procédé lift-off avec de la résine S1818 et S1813

Au début de ce travail de thèse il n'existait pas de procédé lift-off au LITEN compatible avec la réalisation de motifs de tailles micrométriques. Les procédés existants étaient dédiés aux applications pour lesquels les dimensions de dispositifs étaient largement supérieures à celles que nous visons (dizaines de  $\mu\text{m}$ ). En effet les épaisseurs nominales des résines utilisées combinées à l'équipement de lithographie optique limitent la résolution maximale du procédé à quelques microns. Nous avons choisi la résine S1818 qui est la moins épaisse afin de réduire le phénomène de diffraction qui limite la résolution du procédé. Nous avons combiné cette résine avec un procédé lift-off classique. Un équipement de lithographie optique par rayon UV de modèle MA750 de la marque Süss Microtec a été utilisé.

Nous avons effectué deux niveaux de lithographie par ce procédé lift-off : le premier pour fabriquer les électrodes et les plots de contact et le second pour localiser les plots de catalyseur. Les dispositifs finaux sont présentés en Figure 0.16 et Figure 0.17.



*Figure 0.16 : Photo MEB du dispositif réalisé par procédé lift-off avec une résine S1818, Gap visé entre électrodes de 1  $\mu\text{m}$*



*Figure 0.17 : Photo MEB du dispositif réalisé par procédé lift-off avec une résine S1818, Gap visé entre électrodes de 2  $\mu\text{m}$*

Les étapes de ce procédé sont décrites ci-dessous:

- 1/ Enduction du HMDS pendant 30 s à une vitesse de 4000 tours/min avec une accélération de 1000 tours/min.sec
- 2/ Enduction de la résine S1818 pendant 30 s à une vitesse de 4000 tours/min avec une accélération de 1000 tours/min.sec
- 3/ Elimination de l'excès de résine formé sur le bord de la plaque par une augmentation en une seconde de la vitesse de 4000 à 5000 tours/min avec une accélération de 10.000 tours/min.sec
- 4/ Recuit de la résine pendant 1min30 à 100°C
- 5/ Insolation de la résine pendant 10 secondes sous une puissance de 8 mW/cm<sup>2</sup>. Un contact à vide a lieu entre la plaque et le masque.
- 6/ Recuit après exposition pendant 2 min à 115°C
- 7/ Développement pendant 1 minutes dans un produit de type « MF 319 »

Après ces étapes un dépôt de Ti(5nm)/TiN(100nm) par pulvérisation cathodique a été réalisé pour le premier niveau puis un lift-off à l'acétone a été effectué. Les étapes de 1 à 7 ont été répétées pour le second niveau ensuite le catalyseur a été déposé. Finalement un lift à l'acétone ou au « remove 1165 » a été effectué. Le type de matériau du catalyseur sera précisé dans la partie intégration de NTC.

Pour ce premier essai nous avons constaté que sur certaines puces lorsque le « remove 1165 » a été utilisé pour réaliser le lift-off du catalyseur, **certaines plots de catalyseur ont été éliminés**. Ceci nous conduit à supposer que la résine n'avait pas bien débouché et qu'un résidu de résine était présent au fond des motifs en dessous du dépôt du catalyseur. Ce résidu a été éliminé pendant l'étape de lift-off emportant avec lui le catalyseur. Les photos présentées dans le reste du chapitre ont été effectuées dans un équipement de marque Hitachi S4000 et S4100 sous une tension d'extraction de 35kV et un courant d'émission de 10 $\mu$ A. D'autre part nous avons constaté que pour un gap visé de 1 $\mu$ m (Figure 0.16) et de 2 $\mu$ m (Figure 0.17) les électrodes étaient en réalité jointives. **La résolution obtenue est supérieure à trois micromètres**. Les dimensions de plot de catalyseur n'ont pas bien été contrôlées. En effet le motif carré défini avait une forme circulaire. **De plus les bordures des électrodes présentent des collerettes qui n'ont pas été éliminées par l'étape de lift-off**.

Nous présentons dans la suite des essais avec d'autres procédés effectués au LITEN permettant de créer un profil de résine en casquette pour éliminer les collerettes. Malgré la présence de l'étape de recuit après exposition, **les bordures des lignes le long des électrodes sont ondulées**. Nous avons aussi constaté que **les lignes de TiN sont irisées** à certains endroits. Ceci est probablement dû à la présence d'un résidu de résine au fond des motifs qui a réagi avec le dépôt de métal. Nous avons pour cela essayé en premier temps d'augmenter la dose d'insolation et le temps de développement afin que la résine débouche correctement. Nous avons aussi essayé d'améliorer les conditions de l'étape de lithographie (propreté du masque, contact à vide entre le substrat et le masque) afin d'augmenter la résolution du procédé. Mais cependant il était difficile de définir le temps d'insolation et du développement car un problème d'inhomogénéité de la couche de résine a été constaté. Ce problème a été introduit lors de l'étape d'enduction de la résine par un dysfonctionnement de la tournette. Ce problème a affecté aussi la résolution car le contact n'était pas le même sur toute la plaque. Le résultat final n'a pas pu être amélioré (résolution faible, électrodes irisées et présence de collerette).

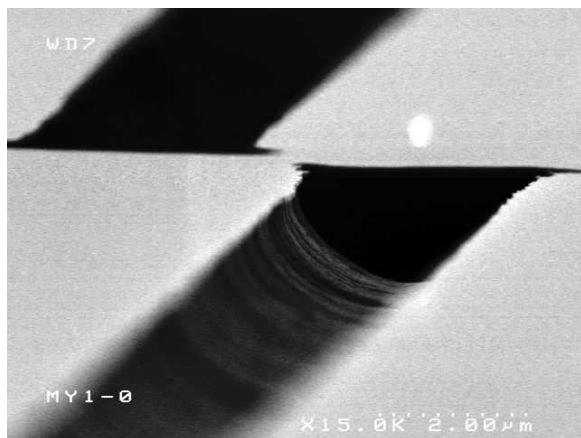
**Pour augmenter la résolution nous avons cherché à limiter le phénomène de diffraction en optant pour une résine moins épaisse. La résine de type Shipley S1813 d'épaisseur nominale de 1.3 $\mu$ m a été utilisée dans le même procédé. Nous avons aussi augmenté le temps d'insolation pour bien faire déboucher la résine et également le temps de lift-off afin d'éliminer les collerettes. Les dispositifs obtenus présentent des dépôts de TiN inhomogènes et discontinus à certains endroits. La résolution n'a pas considérablement été améliorée à cause d'un dysfonctionnement de la chambre à vide de l'équipement de lithographie optique.** Pour remédier au problème de débouchage de la résine nous avons envisagé par la suite d'introduire une étape de gravure sèche par plasma O<sub>2</sub> après le développement de la résine et avant dépôt de métal permettant de nettoyer le fond des motifs et d'éliminer le résidu de résine. En effet, l'état des dispositifs peut influencer les mécanismes assez complexes de croissance et empêcher ainsi l'activation du mode tapis.

### **Elimination des collerettes autour des électrodes**

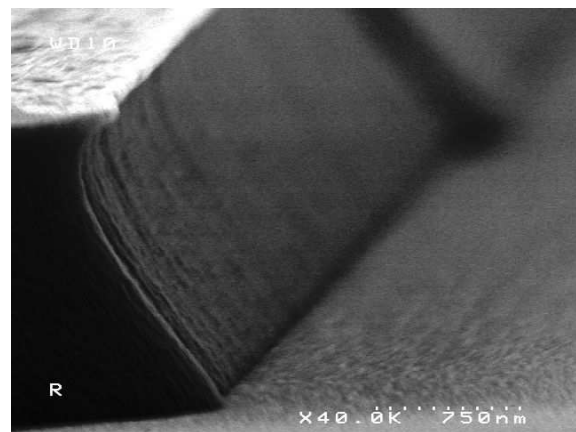
Il y a formation d'une collerette lorsque le métal déposé couvre les parois de la résine. Il est possible d'éviter la formation de collerettes après lift-off si le profil de la résine présente une casquette. Cette casquette ne peut empêcher le dépôt sur les parois que si ce dernier se fait sous un angle à 90°. Dans le cas contraire, l'efficacité de la casquette à protéger les parois de la résine est réduite.

### Procédé lift-off par traitement chimique de la résine

Nous avons essayé deux procédés existant au LITEN et dédiés à cette fin. Le premier consiste à reprendre les mêmes étapes du procédé décrit précédemment et à insérer entre le recuit de la résine et l'insolation une étape de traitement de la surface de la résine. Un développeur est appliqué à la surface de la résine pendant 90 secondes. Le développeur permet de modifier chimiquement la résine. La surface de la résine devient ainsi moins sensible au développeur et s'élimine moins rapidement que la résine présente dans le volume. Cette opération résulte en la formation d'une casquette. Nous avons déposé une fine couche de platine par dessus la résine afin de pouvoir observer le profil de la résine au MEB.



*Figure 0.18 : Photo MEB montrant le profil après développement de la résine traité chimiquement*



*Figure 0.19 : Photo MEB montrant le profil après développement de la résine traité chimiquement*

Le profil de la résine obtenu après développement (Figure 0.18 et Figure 0.19) montre que le retrait obtenu après traitement chimique est d'une centaine de nanomètres. La casquette obtenue n'est pas assez avancée pour protéger suffisamment la paroi, de plus la résine n'a pas suffisamment été insolée. Le traitement chimique défini par le fabricant n'offre pas la possibilité de faire varier le retrait de la casquette de ce fait nous n'avons pas la possibilité d'augmenter ce retrait. Nous avons donc essayé un autre procédé permettant de réaliser une casquette.

### Procédé lift-off par bicouche S1813-LOR 10B

Ce deuxième procédé consiste à utiliser une couche de résine d'un produit appelé LOR, résine de lift-off basé sur un matériau PMGI (polydiméthylglutarimide), en sous-couche d'une résine photosensible. Utilisé en combinaison avec une résine positive, le LOR couvre une large gamme d'épaisseur et de retrait. Le LOR a la particularité d'être développé plus rapidement que la résine photosensible créant ainsi une casquette. Nous avons utilisé le LOR 10B d'une épaisseur nominale de 1 µm. Le taux de retrait dépend plus de la température de cuisson et peu de la durée de cuisson. Plus la température de cuisson est élevée plus le retrait est faible. Une durée de cuisson courte permet d'augmenter ce dernier. Par contre une durée de cuisson

très courte pourrait causer un lift-off prématuré pendant l'étape de développement de la résine.

Le profil de l'empilement de la couche du LOR et de la résine S1813 après développement est présenté en Figure 0.20 et Figure 0.21. Nous avons déposé un film de platine de quelques nanomètres afin de pouvoir observer au MEB le profil de la résine. Ce profil montre qu'une casquette a pu être formée par le produit LOR, le retrait de la résine S1813 est d'environ  $4\mu\text{m}$ .

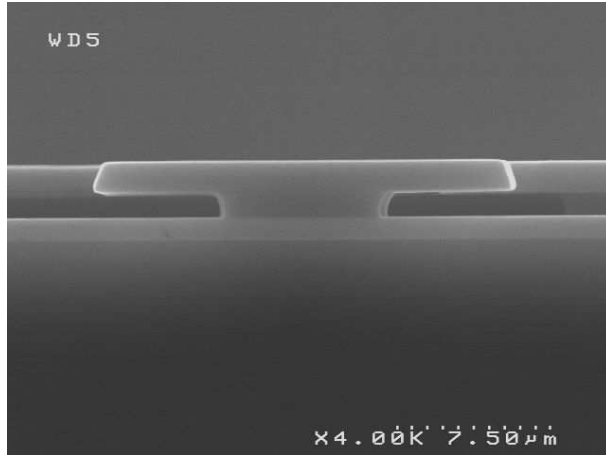


Figure 0.20 : Photo MEB du profil de la résine bi-couche après développement, retrait de  $4\mu\text{m}$

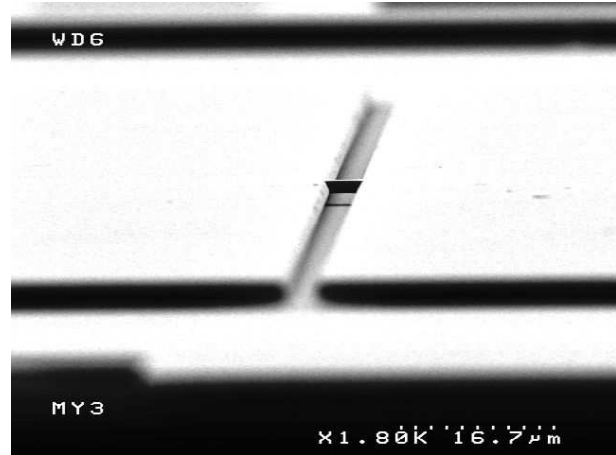


Figure 0.21 : Photo MEB du profil de la résine bi-couche après développement. Seul le LOR est resté dans le gap défini entre les électrodes

Après dépôt du TiN par pulvérisation cathodique et lift-off de la résine nous constatons que la largeur des lignes n'a pas pu être contrôlée (Figure 0.22 et Figure 0.23). **Ceci est dû à la pénétration du dépôt sous la casquette.** En effet, la technique de dépôt par pulvérisation cathodique n'est pas à incidence normale, le métal déposé pénètre sous un certain angle sous la casquette. Le taux de pénétration peut aller jusqu'à  $500\text{ nm}$ . Cet effet réduit la résolution du procédé. De même l'épaisseur de l'empilement de  $2.3\mu\text{m}$  affecte la résolution.

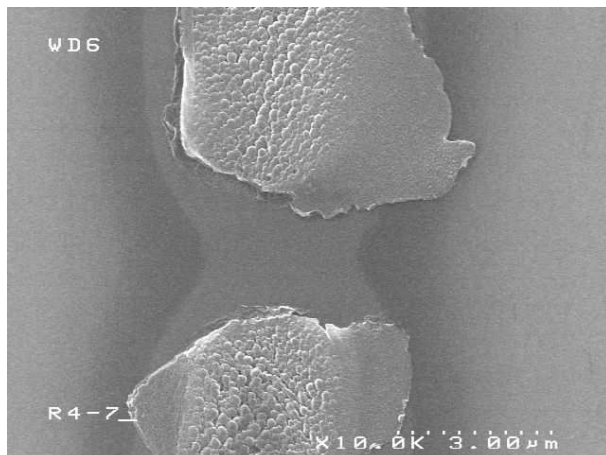


Figure 0.22 : Photo MEB des électrodes obtenues par le procédé bi-couche, le métal pénètre sous la casquette

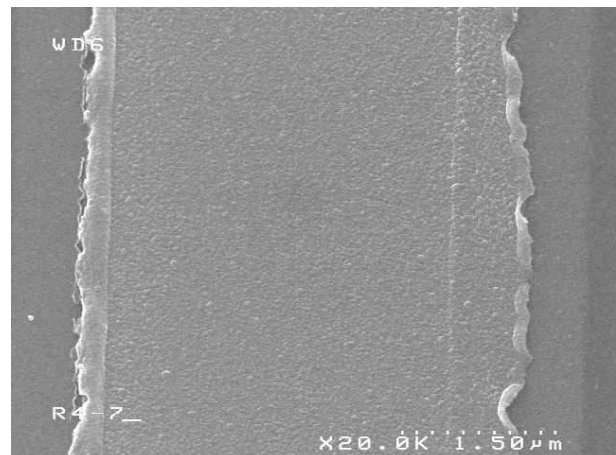


Figure 0.23 : Photo MEB d'une électrode obtenue par le procédé bi-couche, le métal pénètre sous la casquette élargissant l'électrode





## RESUME

Les nanotechnologies offrent la possibilité de miniaturiser et réduire la consommation et le coût de fabrication des composants actuels. Elles permettent aussi de développer de nouvelles fonctionnalités afin de réaliser des systèmes intégrés de hautes performances pour des applications dans les domaines de l'électronique et des télécommunications. Les nanotubes de carbone sont particulièrement appropriés à être intégrés dans des NEMS, en raison de leurs dimensions et leurs propriétés mécaniques et électriques. Leur fréquence de résonance se situe dans la bande des GHz, ce qui les rend intéressants pour des systèmes micro-onde. Leur localisation directement sur dispositifs par la technique CVD (dépôt chimique en phase gazeuse) de croissance de NTC ouvre une voie pour la fabrication des NEMS à base de NTC. Toutefois il est intéressant de connaître le module de Young des NTC afin de dimensionner ces systèmes. Il est donc important de développer une technique de caractérisation in-situ des NTC.

Les travaux de cette thèse ont un double objectif : (1) l'extraction du module de Young des NTC obtenus par CVD et (2) la réalisation d'une brique de base permettant de lever les verrous technologiques liés à l'intégration des NTC. Une micro pince électrostatique à base de faisceaux de NTC verticaux a ainsi été modélisée et réalisée pour la première fois. La mesure expérimentale de la tension de pull-in de cette pince, associée à modèle électromécanique développé dans cette thèse, et qui prend en compte la densité des NTC a permis l'extraction du module de Young.

Mots-Clés: NEMS, pince électromécanique, faisceaux de NTC, nanotubes de carbone, microactionneur, croissance par CVD.

## ABSTRACT

Nanotechnologies provide the possibility to reduce size, energy consumption and cost by miniaturizing of actual components. They allow also the development of new functionalities for high performances integrated systems for applications in the fields of electronic and telecommunication. Carbon nanotubes are particularly appropriate to be integrated in NEMS because of their dimensions and electrical and mechanical properties. Their mechanical resonance frequency located in the range of GHz make them attractive for promising applications in the microwave field. Their localization in-situ on devices using the CVD (Chemical Vapor Deposition) growth technique open a way for the fabrication of CNT based NEMS. However it is interesting to get the Young's modulus of CNT in order to design NEMS devices. So, it may be important to develop an in-situ technique for CNT mechanical characterization.

The work of this thesis has two aims: (1) the extraction of Young's Modulus of CNT obtained par CVD and (2) the realization of a building block to remove the technological barriers associated with integration of CNT. Micro electromechanical tweezers based on vertical CNT ropes have been modelled and fabricated for the first time. The experimental measurement of the pull-in voltage of the tweezers, associated with the electromechanical model developed in this work, which takes into account the CNT rope density has allowed the extraction of the CNT Young's modulus.

Keywords: NEMS, electromechanical tweezers, CNT Ropes, Carbon nanotubes, microactuator, CVD growth technique

N° ISBN 978-2-84813-148-1