HAL
open science

CONTRIBUTION AU DOMAINE DES ACTIONNEURS ET RÉSONATEURS MICRO–ÉLECTROMÉCANIQUES. APPLICATIONS À LA NANO-CARACTÉRISATION.

Bernard Louis Amand Legrand

To cite this version:

Bernard Louis Amand Legrand. CONTRIBUTION AU DOMAINE DES ACTIONNEURS ET RÉSONATEURS MICRO–ÉLECTROMÉCANIQUES. APPLICATIONS À LA NANO--CARACTÉRISATION.. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, 2012. tel-00706851

HAL Id: tel-00706851

https://theses.hal.science/tel-00706851

Submitted on 11 Jun 2012

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.

UNIVERSITE DE LILLE 1

HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES
EN SCIENCES PHYSIQUES

CONTRIBUTION AU DOMAINE DES ACTIONNEURS ET RESONATEURS MICROELECTROMECANIQUES APPLICATIONS A LA NANOCARACTERISATION

DOCUMENT DE SYNTHESE
PAR
BERNARD LEGRAND

Soutenue le 8 juin 2012 devant la commission d'examen composée de :

Président	:	Gilles DAMBRINE
Rapporteurs	:	Christian BERGAUD
		Joël CHEVRIER
		Michel DE LABACHELERIE
Examinateurs	:	Sébastien GAUTHIER
		Olivier LE TRAON
		Eric PLESKA
Garant	:	Lionel BUCHAILLOT

N° d'ordre : 40823

SOMMAIRE

SOMMAIRE 3
CURRICULUM VITÆ 5
INDEX DES SIGLES, ACRONYMES ET ABBREVIATIONS 7
INTRODUCTION AU MEMOIRE 9
1 PARCOURS DE RECHERCHE 11
2 ILLUSTRATION DES ACTIVITES DE RECHERCHE 23
2.1 Contribution à l'actionnement des microsystèmes 23
2.1.1 L'actionnement électrostatique : contexte 23
2.1.2 Micromoteurs angulaires vibrants 24
2.1.3 Actionneurs électrostatiques en milieu liquide 28
2.1.4 Micropréhenseurs aux performances nanométriques 32
2.2 Contribution au domaine des résonateurs micro-électromécaniques 37
2.2.1 Résonateurs micro-électromécaniques : définition et contexte 37
2.2.2 Résonateurs à 24 MHz – Collaboration NXP Semiconductors 39
2.2.3 Résonateurs *In IC* – Collaboration ST Microelectronics / CEA LETI 42
2.2.4 Résultats de la coopération Agilent Technologies / IEMN 46
2.3 Apport des microsystèmes pour la microscopie à force atomique 50
2.3.1 Sondes AFM à base de MEMS : contexte et concept 50
2.3.2 La preuve de concept 54
2.3.3 Deuxième génération de sondes : vers l'imagerie biomoléculaire 58
3 PERSPECTIVES DE L'ACTIVITE DE RECHERCHE 73
3.1 A court terme : poursuite du projet SMART 73
3.2 A moyen terme : vers des applications en nanobiologie 75
3.3 A long terme : vers une nanocaractérisation enrichie 77
CONCLUSION DU MEMOIRE 79
4 AUTRES ACTIVITES DU CHERCHEUR 81
4.1 Bilan bibliographique 81
4.2 Formation et encadrement 81
4.2.1 Encadrement de stagiaires de master 81
4.2.2 Encadrement de doctorants 82
4.2.3 Encadrement de post-doctorants 83
4.3 Enseignement 83
4.4 Travaux d'expertise et d'évaluation 84
4.4.1 Participation à des instances d'évaluation 84
4.4.2 Participation à des jurys de thèse 84
4.4.3 Travaux d'expertise 85
4.5 Administration de la recherche 86
4.5.1 Responsabilités manageriales 86
4.5.2 Participation à la vie du laboratoire 86
4.5.3 Autres activités 87
4.6 Valorisation 87
5 ANNEXES 91
5.1 Liste des publications 91
5.1.1 Articles dans des revues internationales à comité de lecture 91
5.1.2 Communications dans des conférences internationales à comité de lecture 93
5.1.3 Conférences et séminaires sur invitation 97
5.1.4 Chapitres d'ouvrage 99
5.1.5 Brevets 99
5.1.6 Workshops, congrès, symposiums et séminaires 99
5.1.7 Autres communications et activités de dissémination 102
5.2 Sélection de publications 103

5.2.1 Liste des publications reproduites 103
5.2.2 Reproduction des publications 104

CURRICULUM VITÆ

Bernard Legrand, né le 3 décembre 1973 (38 ans), nationalité française

Adresse professionnelle :
IEMN – CNRS UMR 8520
Institut d'Électronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie
Cité Scientifique, avenue Henri Poincaré
59652 Villeneuve d'Ascq, France

Email : bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr
Tél. : + 33 (0)3 2019 7954

Formation et diplômes

1991 : Baccalauréat C, mention TB

1995 : Licence de mathématiques
Université Catholique de Lille

1996 : Diplôme d'Ingénieur en Électronique, Major de promotion
ISEN-Lille (Classes préparatoires intégrées)

1996 : DEA d'Électronique, mention TB
Université de Lille

2000 : Doctorat en Électronique, mention très honorable avec les félicitations du jury
Université de Lille

2008 : Formation à l'encadrement (CNRS)

Distinctions, expérience et situation professionnelles

1996-1997 : Ingénieur de recherche au CNET de Bagneux – France Telecom, dans le cadre du service national (12 mois)

1997-2000 : Doctorant à l'IEMN, groupe Physique Expérimentale (36 mois)

2000-2001 : Ingénieur de recherche à l'IEMN, groupe Microsystèmes Silicium (13 mois)

2001 : Chargé de recherche CNRS CR2 affecté à l'IEMN au 1er octobre 2001

2006 : Chargé de recherche CNRS CR1

2006-… : Responsable de l'équipe Micro et NanoSystèmes du groupe NAM6

2007 : **Lauréat du premier appel à projets *Starting Grant* de l'ERC**

2010-… : Responsable du Groupe Nano And MicroSYStems (NAM6) – 15 personnes

1997-… : Enseignant à l'ISEN-Lille

Autres détails disponibles à l'adresse : http://linkedin.bernard-legrand.net

INDEX DES SIGLES, ACRONYMES ET ABBREVIATIONS

ACI	Action Concertée Incitative
ADN	Acide DésoxyriboNucléique
AFM	*Atomic Force Microscopy*, Microscopie à force atomique
ANR	Agence Nationale de la Recherche
ANRT	Association Nationale Recherche Technologie
BAW	*Bulk Acoustic Wave*, Onde acoustique de volume (résonateur à)
CBMN	Chimie & Biologie des Molécules et des Nano-objets, Bordeaux
CEA	Commissariat à l'Énergie Atomique, devenu Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives
CICL	Conférence Internationale à Comité de Lecture
CMOS	*Complementary Metal Oxide Semiconductor*
CNET	Centre National d'Études des Télécommunications
CNRS	Centre National de la Recherche Scientifique
CPMOH	Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne, Bordeaux
CR	Chargé de Recherche
DEA	Diplôme d'Études Approfondies
DGA	Délégation Générale de l'Armement
DLP	*Digital Light Processing*, Traitement numérique de la lumière
EJM	Épitaxie par Jets Moléculaires
ERC	*European Research Council*, Conseil européen de la recherche
ESP	*Electronic Stability Program*, Système de correction électronique de trajectoire
FBAR	*Film Bulk Acoustic Resonator*, Résonateur acoustique à onde de volume en film mince
FIB	*Focused Ion Beam*, Faisceau d'ions focalisés
IEMN	Institut d'Électronique et de Microélectronique du Nord, devenu par la suite Institut d'Électronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie
IF	*Intermediate Frequency*, Fréquence intermédiaire
ISEN	Institut Supérieur d'Électronique du Nord, devenu par la suite Institut Supérieur de l'Électronique et du Numérique
LIMMS	*Laboratory for Integrated Micro Mechatronic Systems*
LPCVD	*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*, Dépôt chimique en phase vapeur à basse pression
MCF	Maître de Conférence
MEMS	*MicroElectroMechanical Systems*, Systèmes micro-électromécaniques
MOEMS	*MicroOptoElectoMechanical Systems*, Systèmes micro-optoélectromécaniques
NAM6	*Nano And MicroSYStems*, Nano et microsystèmes
NEMS	*NanoElectroMechanical Systems*, Systèmes nano-électromécaniques
OMNT	Observatoire des Micro et NanoTechnologies

PIA	Programme Investissements d'Avenir
RF	*Radio Frequency*, Radio-fréquence
RICL	Revue Internationale à Comité de Lecture
RIE	*Reactive Ion Etching*, Gravure ionique réactive
SMM	*Scanning Microwave Microscopy*, Microscopie micro-onde
SOI	*Silicon On Insulator*, Silicium sur isolant
STM	*Scanning Tunneling Microscopy*, Microscopie à effet Tunnel

INTRODUCTION AU MEMOIRE

Faire la synthèse de quinze années de recherche n'est pas un exercice aisé. Mon activité a connu des changements thématiques et je me suis consacré à différents sujets qu'il n'est pas possible de détailler de manière exhaustive. Ainsi, ce mémoire se focalise sur un ensemble de faits principaux qui ont jalonné mon activité dans le domaine des MEMS, et plus particulièrement ceux concernant les micro-actionneurs et les résonateurs micro-électromécaniques. Néanmoins, il m'est apparu intéressant de préciser le parcours emprunté au cours de ces années et le contexte dans lequel s'est déroulé le travail. Cela constitue l'objet de la première partie du mémoire. La deuxième partie traite plus en détails d'un certain nombre de faits marquants dans le domaine du micro-actionnement, des résonateurs micro-électromécaniques et de l'apport des microsystèmes pour la microscopie à force atomique. Dans une troisième partie, je présente mon projet de recherche pour les années à venir, consacré à l'utilisation des résonateurs MEMS comme sondes AFM à haute fréquence en milieu liquide et aux applications potentielles d'imagerie rapide pour la nano-biologie. La quatrième partie traite des autres aspects du métier de chercheur, en particulier l'enseignement, auquel je suis attaché, et également la valorisation de la recherche. Pour clore ce mémoire, les annexes reprennent la liste exhaustive de mes communications ainsi que la reproduction d'une sélection de publications.

1 PARCOURS DE RECHERCHE

Un parcours est fait d'opportunités, de rencontres et de choix. Tel a été jalonné mon parcours professionnel depuis le premier contact avec le monde de la recherche en 1994. Dans cette partie, est mise en contexte l'évolution de mes orientations thématiques, illustrées par une présentation concise des travaux principaux.

Les débuts

L'Électronique. Voilà ce qui faisait rêver le collégien et le lycéen que j'étais à la fin du siècle dernier, et qui m'a conduit à poursuivre des études d'ingénieur à l'ISEN de Lille. C'est dans ce cadre, et aussi dans celui d'un DEA d'Électronique mené en parallèle de la dernière année du cycle ingénieur, que j'ai entrevu, au travers d'un projet et d'un stage, le monde de la recherche. Le laboratoire central de l'IEMN était flambant neuf et offrait la possibilité de manipuler des équipements de microscopie en champ proche. En 1994, une dizaine d'années après l'apparition de ces techniques concourant à l'émergence des nanosciences et des nanotechnologies, cela constituait une opportunité remarquable pour un étudiant. Sous la direction de Didier Stiévenard, l'objectif consistait à modifier localement des surfaces en utilisant la pointe nanométrique du microscope comme outil de manipulation. L'utilisation du STM a permis de réaliser des lithographies ultimes, à l'échelle de la dizaine de nanomètres à l'air sur des surfaces d'or, voire de quelques atomes sous ultravide sur des surfaces de silicium préalablement hydrogénées [1]. Cette nano-lithographie, rendue possible par la microscopie en champ proche, constituait une étape technologique élémentaire qui pouvait conduire au développement de procédés de fabrication de dispositifs électroniques de taille nanométrique.

Une expérience singulière

En 1996, appelé à effectuer le service national, le contact avec le monde de la recherche aurait pu être rompu. Par chance, appelé en tant que scientifique du contingent, je suis affecté au CNET (France Télécom) de Bagneux. L'année passée dans ce laboratoire maintenant disparu[1] a constitué une opportunité décisive. J'ai travaillé sur le sujet des boîtes quantiques d'InAs dans GaAs sous la direction de Jean-Michel Gérard, en particulier sur l'étude de leurs propriétés optiques en microcavités. Au milieu des années 1990, l'optique quantique appliquée aux semi-conducteurs et l'électrodynamique quantique en microcavité sont en plein essor dans la communauté scientifique internationale. Les retombées potentielles concernent non seulement la démonstration d'effets de physique quantique comme le régime de couplage fort exciton-photon dans des systèmes semi-conducteurs, mais aussi l'amélioration des performances des dispositifs optoélectroniques « classiques ». En effet, le contrôle et l'ingénierie des interactions entre des excitons et des modes optiques de cavité ouvrent la voie au contrôle de l'émission spontanée, et ainsi à la réalisation de lasers sans seuil ou de sources à photon unique pour la cryptographie quantique par exemple. J'ai été impliqué dans trois actions de recherche nécessitant en particulier la prise en charge d'un système expérimental de micro-photoluminescence basse température. Premièrement, l'étude du rendement radiatif d'échantillons à boîtes quantiques en fonction de la température a permis de proposer des améliorations permettant de maximiser le rendement à haute température. Ce travail, mené de concert avec les équipes d'épitaxie par jets moléculaires, a conduit à l'optimisation des échantillons en termes de conditions de croissance, de couches

[1] Le groupement scientifique CNET/CNRS de Bagneux s'est reconstitué dans le cadre du Laboratoire de Photonique et de Nanostructures (LPN) de Marcousssis.

barrières et d'utilisation de multiples plans de boîtes quantiques. Ensuite, ces boîtes quantiques ont été insérées comme émetteurs internes de lumière dans des microcavités optiques à miroirs de Bragg réalisées par EJM puis gravées en micro-piliers de section circulaire afin d'en discrétiser les modes optiques. La deuxième action de recherche a concerné alors l'étude de la levée de la dégénérescence de polarisation du mode fondamental d'un micro-pilier. Cette levée de dégénérescence est observée lorsque l'on donne au pilier une section elliptique. La raie d'émission correspondant au mode fondamental se sépare alors en deux raies polarisées selon les axes de la section elliptique du pilier, phénomène que nous avons mis en évidence expérimentalement. Le phénomène a été modélisé en déterminant le champ associé aux modes confinés des micro-piliers et en réalisant l'estimation au premier ordre en perturbation de l'introduction d'une excentricité de la section [2]. Le troisième point de ces activités a concerné la mise en évidence du contrôle de l'émission spontanée des boîtes quantiques placées dans le micro-pilier. Le mode optique fondamental des micro-piliers gravés présente des coefficients de qualité de plusieurs milliers. Il est confiné dans un volume de quelques longueurs d'onde au cube, ce qui offre la possibilité d'observer l'effet Purcell avec des facteurs typiques de quelques dizaines d'unités. Les boîtes quantiques, qui présentent des raies d'émission quasi monochromatiques plus fines encore que les raies des modes des micro-piliers, sont des émetteurs intra-cavité particulièrement adaptés pour tirer parti de l'effet Purcell. En combinant le dispositif de micro-photoluminescence et un dispositif de photoluminescence résolue en temps, nous avons observé un raccourcissement de la durée de vie radiative des boîtes quantiques en résonance avec le mode fondamental des micro-piliers dans des proportions cohérentes avec les facteurs de Purcell calculés. Une exaltation d'un facteur 5 de l'émission spontanée a été obtenue, correspondant à l'époque au phénomène de plus grande ampleur jamais observé à l'état solide [3].

Cette année d'activité de recherche passée au CNET de Bagneux a été riche en apports scientifiques et techniques, mais également en termes de production scientifique. Les travaux ont conduit à 7 articles dans des revues internationales à comité de lecture dont je suis co-auteur. Ceci constitue un élément qui rend mon parcours singulier, en ce sens où, avec le recul des années, je considère que cette expérience a constitué l'équivalent d'un post-doctorat, alors que la thèse n'avait pas encore débuté.

Une thèse entre physique et électronique

En 1997, je débute une thèse à l'IEMN sous la direction de Didier Stiévenard. Financé par la DGA, le sujet concerne initialement la réalisation de nano-dispositifs électroniques sur silicium pour la détection infrarouge. Plus précisément, il s'agit de tirer parti de la nano-lithographie par microscopie AFM de surfaces de silicium par oxydation locale à l'air libre pour réaliser des nano-fils. Une modulation de la largeur des structures à des dimensions inférieures à 10 nm permettant de faire varier l'énergie de confinement des porteurs électroniques, il est attendu que des transitions électroniques dans le dispositif puissent être induites par l'absorption de photons infrarouges d'énergie de l'ordre de 100 meV et conduire ainsi à leur détection par la mesure du courant traversant les nano-fils [4].

La lithographie du silicium par AFM est obtenue sur des surfaces préalablement passivées chimiquement en polarisant la pointe du microscope. Une oxydation anodique locale de la surface de silicium est alors obtenue sous l'effet du champ électrique par réaction avec le film d'eau naturellement présent à la surface [5]. Le motif d'oxyde, d'épaisseur typique de 1 à 2 nm, est suffisamment robuste pour servir de masque de gravure. Depuis les travaux pionniers de Dagata en 1990, cette technique de nano-lithographie à l'air libre par AFM s'est popularisée et a conduit à la réalisation de nano-

dispositifs électroniques par plusieurs équipes. Il faut dire qu'à l'époque, les lithographies utilisant la pointe des microscopes en champ proche offraient des résolutions meilleures que celles des masqueurs à faisceau électronique, allant jusqu'à la manipulation d'atomes individuels sous ultravide, magnifiquement illustrée par les travaux d'Eigler. Afin d'améliorer la résolution et la fiabilité de la lithographie par AFM, j'ai proposé et mis en œuvre une technique originale de nano-oxydation utilisant des impulsions de tension [6], ce qui a nécessité des modifications du dispositif expérimental et l'étude du fonctionnement de l'AFM en mode oscillant sous l'action des forces électrostatiques [7]. Ces améliorations ont permis d'obtenir de manière reproductible des motifs d'oxyde dont la largeur minimale se situe dans la gamme allant de 10 à 15 nm. Ensuite, ces motifs sont transférés par gravure humide afin d'obtenir les nanostructures de silicium. L'utilisation de substrats de type silicium sur isolant conduit à des nanostructures reposant sur de l'oxyde de silicium, c'est-à-dire isolées électriquement du substrat. Les dimensions ultimes que nous avons atteintes sont 10 nm de largeur et 5 nm de hauteur pour un nano-fil de silicium dont la longueur peut atteindre plusieurs micromètres. La caractérisation électrique de ces objets nécessite de les doter de contacts électriques, issus d'un procédé compatible avec les contraintes imposées par la lithographie par AFM : taille des échantillons, repérage des structures, caractéristiques des métaux employés. Des nano-fils de silicium de dimensions variables ont été caractérisés électriquement dans une gamme de température allant de 10 à 350 K. Tout d'abord, l'effet des surfaces et interfaces a été relevé : piégeage des porteurs sur les défauts d'interface et courants de fuite par les surfaces. Nous avons observé le contrôle possible du courant dans le nano-fil de silicium par polarisation de la face arrière du substrat SOI qui joue alors un rôle de grille de commande, permettant d'enrichir ou d'inverser la population électronique dans le fil. Finalement, des mesures à basse température sur les fils de plus petite section ont mis en évidence des signatures assimilables à celles des phénomènes de blocage de Coulomb [8].

Le second volet des activités de fabrication de nanostructures concerne l'auto-assemblage d'îlots de silicium sur substrat SOI. Nous avons montré qu'il est possible d'obtenir des îlots de silicium par chauffage sous ultravide d'un substrat SOI préalablement aminci. Un chauffage dans la gamme de 600 à 900 °C conduit à la transformation de la couche 2D de silicium en îlots cristallins [9]. L'évolution de la surface est suivie *in situ* par spectroscopie Auger et *ex situ* par des mesures topographiques AFM. Nous avons alors proposé une explication du processus de formation qui s'appuie sur une modélisation énergétique de la transformation corroborée par des simulations. Du point de vue expérimental, l'influence de l'épaisseur de la couche de silicium de départ a été étudiée en termes de température de formation, densité et répartition en taille des îlots obtenus. Pour des couches de silicium de l'ordre d'un nanomètre d'épaisseur, nous obtenons, à la température de formation de 560 °C, des îlots hémisphériques de 5 nm de rayon avec une densité de 550 par μm^2. Ces îlots, isolés électriquement du substrat, se prêtent tout particulièrement aux études du transport électronique (blocage de coulomb, phénomènes de charge, rétention d'information) [10].

Finalement, profitant des connaissances accumulées sur les boîtes quantiques d'InAs durant mon expérience au CNET Bagneux, j'ai entretenu une collaboration avec ce laboratoire dans le cadre de la thèse dans le groupe physique de l'IEMN, qui disposait d'un STM fonctionnant sous ultravide. Les échantillons à boîtes quantiques sont étudiés sur une face clivée parallèle à la direction de croissance. Les premières informations recueillies sont d'ordre topographique et donne un accès direct à la forme et à la qualité des interfaces de l'îlot d'InAs avec la matrice de GaAs qui l'entoure. Notamment, le phénomène de ségrégation de l'indium lors de la croissance de GaAs sur un îlot a été mis en évidence. Dans un second temps, je me suis intéressé aux phénomènes de contrainte du matériau, l'InAs constituant les îlots et le GaAs ayant un désaccord de maille de 7 %. La contrainte est observée par les déformations du matériau qu'elle occasionne. Dans la

direction de croissance, en mesurant les distances interatomiques, j'ai ainsi pu mettre en évidence une compression du GaAs de part et d'autre de l'îlot d'InAs allant jusque 10 %, alors que l'îlot d'InAs est en extension [11]. La contrainte du matériau conduit également à une relaxation de la face clivée de l'échantillon égale à 0,4 nm au cœur de l'îlot. Cette valeur est en très bon accord avec celle trouvée par des calculs numériques basés sur la mécanique des milieux continus. Par ailleurs, les champs de contrainte provoquent l'alignement des îlots d'InAs plan à plan. En utilisant des échantillons spécifiques, il a été possible de déterminer expérimentalement la probabilité d'alignement des îlots d'InAs en fonction de leur volume et de la distance entre plans. Un modèle analytique 2D de la croissance des îlots a été développé. Il permet d'expliquer les résultats expérimentaux obtenus : pour des îlots de taille typique (18 à 25 nm de base), la distance entre plans qui donne une probabilité d'alignement de 50 % est de l'ordre de 25 à 35 nm [12]. Finalement, les possibilités spectroscopiques du STM ont été exploitées pour sonder les états électroniques de bande de conduction d'une boîte quantique. J'ai participé à l'étude expérimentale qui a permis de cartographier, par l'intermédiaire d'images de courant, la localisation de l'état fondamental et du premier état excité d'une boîte quantique en bande de conduction [13]. Bien qu'effectuée à température ambiante, l'expérience reste possible car les états analysés sont séparés en énergie d'un peu plus de 100 meV.

Force est de constater que les activités menées durant ces trois années de thèse ont quelque peu dépassé le périmètre du sujet initial. La liberté et la confiance qui m'ont été accordées dans les choix liés à ces travaux n'y sont pas étrangères. Plusieurs orientations, entre physique et électronique, étaient envisageables au sortir du doctorat. Alors que la thèse prenait fin, une nouvelle activité émergeait au laboratoire, catalysée par le retour de Dominique Collard du Japon et par la construction d'une salle à empoussièrement contrôlé dédiée aux microtechnologies sur silicium. Un nouveau groupe était créé, le groupe Microsystèmes Silicium, dont la thématique ambitionnait de mêler les technologies issues de la microélectronique avec les concepts de la mécanique. Un tel mariage des disciplines ouvre naturellement des champs nouveaux d'investigations et d'applications, constituant une opportunité particulièrement stimulante pour un jeune chercheur.

Le groupe Microsystèmes Silicium de l'IEMN : mobilité mécanique et mobilité thématique

J'ai intégré le groupe Microsystèmes Silicium de l'IEMN à la fin de l'année 2000, d'abord en tant que contractuel puis comme chargé de recherche CNRS à partir du 1er octobre 2001. Le nom du groupe évoluera quelques années plus tard pour devenir NAM6 : *Nano And Micro Systems*. La thématique de recherche initiale du groupe concernait les micro-actionneurs ou, plus généralement, les microsystèmes intégrant une partie mobile ou une partie vibrante. Cette orientation fut guidée d'une part par le contexte national, plusieurs acteurs français, académiques et industriels, étant déjà positionnés dans le domaine des capteurs microsystèmes à la fin des années 1990 ; et d'autre part par des transferts de technologies en provenance de l'Université de Tokyo. Ceux-ci ont concerné le micro-usinage de surface dans la filière silicium appliqué à l'actionnement électrostatique, et l'actionnement à base d'alliages à mémoire de forme titane-nickel en films minces[1]. Dans ce cadre, j'ai apporté mes compétences en physique, en instrumentation et en caractérisation qui ont ainsi complétées celles déjà établies en micro-électronique, technologies silicium, mécanique et sciences des matériaux. Les années suivantes, le groupe NAM6 a accueilli de nouveaux chercheurs, apportant des compétences supplémentaires, pour atteindre un effectif de six chercheurs permanents en

[1] Ces transferts de technologies ont été portés par Dominique Collard et Lionel Buchaillot, suite à des séjours au LIMMS.

2011. Depuis le 1er janvier 2010, j'en assure par ailleurs le rôle de responsable. Le fonctionnement du groupe se caractérise par la mise en synergie des savoir-faire et des moyens pour développer une recherche couvrant la compréhension physique des phénomènes, la réalisation de dispositifs élémentaires et leur intégration dans un système. Le spectre des activités s'étend de la conception et la modélisation des structures jusqu'à la phase de démonstration des applications potentielles, ce qui inclut en particulier une forte implication dans la fabrication des dispositifs et leur caractérisation au sein des plateformes l'IEMN : centrale de micro/nanotechnologies et centrale de caractérisation électrique. Une telle structuration des activités microsystèmes a permis de mettre en place des filières technologiques pour la réalisation des dispositifs sur lesquelles s'appuient les différentes applications développées, principalement dans le domaine des micro-actionneurs, micro-capteurs et résonateurs micro-électromécaniques. Une autre clef, qui a rendu possible l'essor des activités micro/nano-systèmes à l'IEMN dans la période 2000 à 2010, a été le renforcement du potentiel de fabrication technologique[1] et de caractérisation des dispositifs. Aux moyens initiaux de micro-usinage de films minces, tels les dépôts LPCVD de silicium polycristallin, de nitrures et d'oxydes, ou les gravures humides et ioniques, se sont ajoutés au fil des ans de nouveaux équipements permettant par exemple la gravure profonde du silicium par le procédé breveté « Bosch », le séchage après libération au CO_2 supercritique, ou la gravure sélective du silicium au XeF_2. Parallèlement, en 2006, sous l'impulsion du groupe NAM6, un pôle MEMS a été consolidé au sein de la plateforme de caractérisation électrique de l'IEMN. Il offre aujourd'hui la possibilité de caractériser les dispositifs micro- et nano-systèmes dans une large gamme de pressions, températures et fréquences. Il donne également accès à des instruments de vibrométrie laser par effet Doppler et d'imagerie thermique infrarouge avec une résolution spatiale de quelques micromètres.

Dans ce contexte, mes activités se sont articulées depuis 2001 autour de 3 axes : l'actionnement électrostatique des microsystèmes, les résonateurs micro-électromécaniques, et l'apport des microsystèmes pour la microscopie à force atomique. Ces années ont été jalonnées de succès, mais également d'échecs, dans la soumission de projets à l'échelle nationale ou européenne, ce qui amène sans cesse à réfléchir sur la pertinence et le positionnement des thèmes de recherche. Des collaborations scientifiques naissent et vivent, elles sont la source de stimulations et de synergies, et permettent d'ouvrir et de développer les travaux de recherche vers de nouveaux objectifs et de nouvelles applications. Par ailleurs, les conférences internationales et les visites de laboratoires étrangers, aux Etats-Unis ou en Asie, sont l'occasion de percevoir et de confronter différents points de vue, approches et méthodologies. Ces éléments sont pour moi particulièrement opportuns pour préciser le cadre de la recherche et les objectifs personnels.

L'actionnement des microsystèmes

Les premiers domaines de recherche explorés dans la période 2001 à 2006 concernent l'actionnement électrostatique et la caractérisation des microsystèmes. Certains aspects scientifiques, comme la compréhension physique et la modélisation des phénomènes électriques, et aspects expérimentaux, comme la caractérisation de dispositifs, m'étaient coutumiers. D'autres ont nécessité l'acquisition de nouvelles connaissances, en particulier en conception et modélisation mécaniques, ainsi que des compétences en micro-fabrication de dispositifs en salle blanche. Les applications développées alors dans le groupe – actionneurs tridimensionnels, micro-préhenseurs,

[1] Il faut souligner ici l'importance du rôle joué par les soutiens du programme national « Recherche Technologique de Base » (RTB).

micro-commutateurs électriques et radiofréquences – tiraient parti du micro-usinage de films minces dans la filière silicium dont j'ai fait également l'apprentissage. Les premiers dispositifs que j'ai réalisés sont des micromoteurs rotatifs [14]. Destinés à motoriser des mécanismes externes, ces micromoteurs se caractérisent par leur entrainement par friction susceptible de fournir le couple nécessaire à vaincre les forces d'adhésion et de frottement sec au démarrage. Cette caractéristique les différencie notamment des micromoteurs purement électrostatiques développés à la fin des années 1980 à Berkeley par Muller. Les applications envisagées concernaient le domaine communications optiques et en particulier le positionnement angulaire des fibres optiques dans les connecteurs afin de minimiser les pertes d'insertion. L'éclatement de la bulle des télécommunications au début des années 2000 a conduit à un ralentissement très marqué des activités microsystèmes optiques au niveau international. Face à cette situation, il m'a semblé judicieux de repositionner l'activité. La biologie cellulaire et moléculaire ainsi que les nanotechnologies alors en plein essor permettent de produire et d'organiser à une échelle infiniment locale des fonctions toujours plus élaborées. Un besoin grandissant apparaît pour les adresser, les manipuler et les caractériser. Les microsystèmes constituent de fait un maillon de la chaîne nano-micro-macro capable d'assurer le lien entre les nano/biosystèmes et le monde macroscopique. Dans ce contexte, l'activité de recherche s'est concentrée sur des applications où le microsystème est amené à interagir avec des nano/bio-objets. Le microsystème peut alors posséder lui-même des organes à l'échelle nanométrique, ou alors il est amené à produire et à mesurer des déplacements ou des forces compatibles avec la manipulation et la caractérisation des nano/bio-objets. A titre indicatif, les déplacements mis en jeu sont de l'ordre de quelques dizaines de micromètres à quelques fractions de nanomètres ; en ce qui concerne les forces, la gamme s'étend de la dizaine de micro-Newtons au pico-Newton. Faire le lien avec les nano/biosystèmes implique en particulier le fonctionnement des micro-actionneurs et micro-capteurs en milieu liquide. Hydrolyse, écrantage des charges, collage des structures par capillarité sont parmi les difficultés qui viennent à l'esprit lorsque l'on songe à plonger le microsystème dans un liquide. Dans les travaux de thèse d'Anne-Sophie Rollier et de Jean-Baptiste Bureau que j'ai co-encadrés, nous avons pu relever ces défis et démontrer dans le premier cas que l'actionnement électrostatique en milieu liquide est possible. Nous nous sommes appuyés d'une part sur une approche expérimentale et un procédé de fabrication pour lesquels les actionneurs électrostatiques sont entièrement encapsulés dans du nitrure de silicium, et d'autre part sur les travaux de Sounart de Sandia Labs (USA) qui donnent la clef pour contourner les effets d'écrantage des charges [15, 16]. Dans le second cas, nous avons développé des capteurs de force adaptés au milieu liquide, basés sur une transduction piézo-résistive. Ils présentent la particularité de pouvoir détecter des contraintes dans le plan du substrat, ce qui les rend notamment adaptés à la mesure des forces d'interactions mécaniques entre cellules biologiques, les sensibilités obtenues en variation relative de résistance étant de l'ordre de 20.10^{-6} μN^{-1} [17].

Au delà des aspects concernant les micro-capteurs et les micro-actionneurs, la manipulation de nano-objets et leur caractérisation requiert un micro-instrument. Au travers une collaboration que j'ai entretenue avec le LIMMS/Université de Tokyo, j'ai contribué à des études concernant les propriétés mécaniques de brins d'ADN caractérisés en modes statique et dynamique à l'aide de micro-pinces. Ma participation s'est focalisée sur l'instrumentation des capteurs capacitifs de la micro-pince. Un transfert de technologie a été opéré de l'IEMN vers le LIMMS, et la technique de mesure que j'avais développée dans le cadre du projet ANR NANOFILOUS a été appliquée aux micro-pinces, permettant d'obtenir une résolution de mesure en élongation des cordes d'ADN de l'ordre de 0,2 nm et une résolution en force de l'ordre de 10 nN [18]. Les travaux concernant les micro-pinces se poursuivent actuellement dans le cadre de la thèse d'Aymen Grira que je co-encadre. Ces travaux sont menés en collaboration avec le CEA-LIST de Fontenay-aux-Roses qui développe un logiciel spécifique de conception : *FlexIn*.

La conception de ces micro-pinces repose sur une approche non-intuitive basée sur l'optimisation de la géométrie des structures par utilisation d'un algorithme génétique. La définition de spécifications et de contraintes conduit alors à la synthèse automatique du mécanisme flexible de la micro-pince. Ma contribution consiste d'une part à guider la prise en compte, dans le logiciel *FlexIn*, de l'anisotropie des propriétés mécaniques du silicium et des spécificités du micro-actionnement électrostatique [19]. D'autre part, il s'agit, au travers de la fabrication et de la caractérisation de véhicules de test, de valider la synthèse automatique de micro-dispositifs par cette approche non-intuitive.

Les résonateurs micro-électromécaniques

Les résonateurs micro-électromécaniques constituent à la fois un sujet historique et une constante de mon activité dans le domaine des microsystèmes. En effet, c'est dans le cadre du projet européen MELODICT que j'ai débuté dès 2000 ces activités. Il s'agissait alors de caractériser des résonateurs à peignes inter-digités fabriqués par ST Microelectronics, dont la fréquence fondamentale était de l'ordre de 100 kHz. Ces travaux ont nécessité le développement d'une chambre environnementale [20] pour la caractérisation des dispositifs. Sous vide secondaire, des coefficients de qualité atteignant 100 000 étaient obtenus. A l'époque, une douzaine d'année après la démonstration des premiers résonateurs MEMS fabriqués par micro-usinage de surface par Tang, Nguyen et Howe à Berkeley (USA), ces dispositifs apparaissaient très prometteurs pour des applications de traitement du signal, comme les filtres et les oscillateurs, mais également pour des applications en tant que capteurs, et en particulier les gyromètres et accéléromètres vibrants. Même si ce dernier domaine applicatif n'était pas aussi visible que le premier dans la communauté des MEMS, la suite de l'histoire inversera la tendance. Montée en fréquence, efficacité de la transduction électromécanique étaient les objectifs prioritaires des premiers travaux de thèse du groupe sur le sujet, menés par Emmanuel Quévy et Vincent Agache. J'ai participé à l'accompagnement de ces thèses, visant à démontrer le fonctionnement de résonateurs pour le filtrage de signal pour des applications de télécommunications dans la bande IF (10 à 100 MHz) et dans la bande RF (au delà de 1 GHz) [21]. Malgré les efforts déployés dans ce domaine au niveau international et la qualité des résonances mécaniques obtenues, il s'est avéré rapidement que les résonateurs micromécaniques à transduction capacitive ne pourraient pas rivaliser en termes de pertes d'insertion avec les technologies concurrentes des micro-résonateurs acoustiques piézoélectriques à ondes de volume pour le filtrage de signal. *A contrario*, les résonateurs micro-électromécaniques ont conservé toute leur place dans le domaine des oscillateurs et des références de temps, ce qui a mené à l'émergence de sociétés qui commercialisent aujourd'hui ce type de produits : Discera, SiTime, Silicon Clocks[1] et Sand9 en sont quelques exemples. Dans ce contexte, mes activités concernant les micro-résonateurs se sont alors orientées à partir de 2005 vers ces applications en collaboration avec des industriels du secteur. Il s'agit en particulier des thèses de Marc Sworowski et de Cédric Durand, effectuées respectivement en collaboration avec NXP Semiconductors à Caen, et avec ST Microelectronics et le CEA LETI. Ces travaux ont conduit d'une part à la démonstration de résonateurs à 24 MHz, susceptibles de remplacer le quartz des oscillateurs, fabriqués dans le substrat silicium d'interconnexion intégrant les composants passifs [22], et d'autre part à la démonstration de résonateurs à amplification intégrée fabriqués concomitamment avec les transistors des circuits CMOS sur un outil industriel 8 pouces [23]. Mon apport à ces travaux de thèse a concerné principalement la caractérisation des dispositifs et le développement des techniques de mesure associées. Ces dernières sont primordiales pour tirer le meilleur parti des structures micromécaniques vibrantes, en particulier lorsque les micro-résonateurs sont employés à

[1] Silicon Clocks est une société fondée en Californie par Emmanuel Quévy.

des fins de capteurs. La résolution de la mesure obtenue est en effet conditionnée par la sensibilité du dispositif, liée aux paramètres mécaniques et à l'efficacité de transduction électromécanique, par les limitations fondamentales thermomécaniques données par la physique statistique, et également par la capacité de la chaîne de traitement du signal à exploiter au mieux le signal électrique issu de la transduction. Collecter le maximum de puissance utile, l'amplifier avec un bruit ajouté minimal et opérer une forte réjection des signaux de couplage capacitif parasite comptent parmi les critères qui conduisent à une résolution de mesure améliorée. Pour un micro-dispositif utilisé comme capteur, cela se concrétise par une aptitude à détecter plus rapidement des variations moindres de la grandeur d'intérêt. Pour ce faire, j'ai initié en 2008 une collaboration avec la société Agilent Technologies à Santa Rosa (CA, USA), supportée par *Agilent University Programme*, dont l'un des objectifs est d'améliorer significativement la mesure de l'amplitude de vibration d'un résonateur électromécanique à transduction capacitive. La technique développée permet actuellement la mesure électrique de la vibration d'un dispositif avec des performances dignes de l'interférométrie optique. Ces travaux, qui ont conduit au dépôt d'un brevet [24], sont appliqués en particulier aux sondes AFM MEMS présentée ultérieurement dans ce mémoire.

L'apport des microsystèmes pour la microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique se heurte dans les domaines des sciences du vivant et de la biochimie à une limitation de l'instrument. En effet, les performances atteintes sous vide et à l'air libre par les sondes cantilevers de l'AFM en mode oscillant, en termes de résolution en force et de bande passante, se trouvent drastiquement dégradées lorsque les observations sont effectuées en milieu liquide. Afin de dépasser ces limitations, des travaux sont menés depuis une vingtaine d'années au niveau international sur la sonde AFM elle-même et notamment sur l'optimisation du levier, amenant à proposer des leviers de plus petite taille qui intègrent l'actionnement et la détection. Les travaux permettant d'associer les technologies MEMS aux sondes AFM pour lever les verrous dans le cadre d'une utilisation de l'AFM en milieu liquide, ont démarré dans le groupe NAM6 en 2004 autour d'un projet ACI initié en collaboration avec Jean-Pierre Aimé du CPMOH de Bordeaux. Dans le cadre de la thèse d'Anne-Sophie Rollier, nous avons alors étudié le comportement hydrodynamique du levier en milieu liquide, ce qui a permis d'identifier les paramètres à optimiser afin d'en accroître les performances. Parallèlement, des réalisations ont été entreprises afin d'intégrer un micro-actionneur au cantilever, qu'il soit à transduction capacitive ou piézoélectrique [25]. Ces premiers travaux ont permis de forger la conviction que le concept même du cantilever, utilisé comme sonde AFM, devait être remis en cause. En effet, les objectifs visés imposent de telles contraintes de réduction d'échelle que la fabrication technologique – à supposer qu'elle reste possible – relève plus du travail d'un orfèvre exécuté à l'échelle unitaire que d'une fabrication collective industriellement viable pour les applications. C'est au cours du post-doctorat de Marc Faucher débuté en 2005, que viendra le concept qui guidera la suite des travaux : l'utilisation d'un résonateur micro-électromécanique en mode de volume en lieu et place du cantilever doit permettre de dépasser les limitations sévères que rencontre le levier pour fonctionner en milieu liquide et/ou à haute fréquence de résonance [26]. La structure retenue est un anneau de silicium vibrant sur le mode elliptique, muni d'une pointe et de transducteurs capacitifs au niveau des ventres de vibration [27]. Les travaux de post-doctorat d'Emmanuelle Algré, dans le cadre du projet ANR Improve-LM, concrétiseront en 2008 ce concept, en prouvant que l'imagerie AFM est possible avec ce type de sondes MEMS [28]. 2008 est par ailleurs une année décisive pour l'essor de l'activité, puisqu'au terme du premier – et hautement sélectif – appel à projet *Starting Grant* du *European Research Council* (ERC), je me vois attribuer un financement de 5 ans pour développer et accélérer ces recherches situées à l'exacte confluence de mon expertise dans le domaine de la microscopie en champ proche acquise durant la thèse, et

de l'expertise accumulée dans le domaine des résonateurs micro-électromécaniques au cours des 7 années précédentes. En 2011, dans le cadre des travaux de la thèse de Benjamin Walter que j'ai co-encadrée, et par l'association d'une deuxième génération de sondes et de la technique de mesure développée dans le cadre de la collaboration avec la société Agilent Technologies, il a été possible de démontrer l'imagerie à haute vitesse sur des origamis d'ADN. Les sondes présentent des fréquences de résonance dans une gamme allant de 5 à 20 MHz et la résolution en force s'établit à 5 pN/√Hz [29]. Les travaux se poursuivent dans la voie de l'augmentation des performances et du couplage micro-fluidique pour l'imagerie en milieu liquide, en particulier dans le cadre de la thèse de Zhuang Xiong. L'activité se trouvera renforcée en 2012 selon deux axes grâce au démarrage de nouveaux projets. Le premier, soutenu par l'ERC dans le cadre de l'appel *Proof of Concept*, vise à concrétiser la valorisation industrielle des sondes AFM MEMS développées. Le second, soutenu par le Programme Investissements d'Avenir (PIA) dans le cadre de l'appel « Nanobiotechnologies », vise à exploiter la technologie des sondes au sein d'un consortium qui portera l'intégration d'un instrument de microscopie AFM à haute vitesse, et qui s'attachera à en exploiter le potentiel pour des applications dans le domaine de la nano-biologie.

Note : Les références bibliographiques précédées du symbole ★ sont reproduites en annexe.

[1] Nanoscale desorption of H-passivated Si(100)-2x1 surfaces using an ultrahigh vacuum scanning tunneling microscope
C. Syrykh, J.P. Nys, B. Legrand and D. Stiévenard
Journal of Applied Physics, **85**, 7 (1999) 3887-3892

[2] Optical study of GaAs/AlAs pillar microcavities with elliptical cross-section
B. Gayral, J.M. Gérard, B. Legrand, E. Costard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **72**, 12 (1998) 1421-1423

[3] ★ Enhanced spontaneous emission by quantum boxes in a monolithic optical microcavity
J.M. Gérard, B. Sermage, B. Gayral, B. Legrand, E. Costard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **81**, 5, (1998) 1110-1113

[4] **Brevet français n° 99 03835** du 26/03/1999
Détecteur infrarouge semi-conducteur et son procédé de fabrication
D. Stiévenard, C. Delerue and B. Legrand
Extension internationale WO 2000/059042

[5] Silicon surface nano-oxidation using scanning probe microscopes (invited review)
D. Stiévenard and B. Legrand
Progress in Surface Science, **81**, 2-3 (2006) 112-140

[6] Nanooxidation of silicon with an atomic force microscope: a pulsed voltage technique
B. Legrand and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **74**, 26 (1999) 4049-4051

[7] Atomic force microscope tip-surface behavior under continuous bias or pulsed voltages in noncontact mode
B. Legrand and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **76**, 8 (2000) 1018-1020

[8] ★ Silicon nanowires with sub 10 nm lateral dimensions: from AFM lithography based fabrication to electrical measurements
B. Legrand, D. Deresmes and D. Stiévenard
Journal of Vacuum Science and Technology B, **20**, 3 (2002) 862-870

[9] Formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate upon thermal annealing
B. Legrand, V. Agache, J.P. Nys, V. Senez and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **76**, 22 (2000) 3271-3273

[10] ★ Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate
B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J.P. Nys, V. Senez and D. Stiévenard
Journal of Applied Physics, **91**, 1 (2002) 106-111

[11] ★ Scanning tunneling microscopy and scanning tunneling spectroscopy of self-assembled InAs quantum dots
B. Legrand, B. Grandidier, J.P. Nys, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **73**, 1 (1998) 96-98

[12] Quantum box size effect on vertical self-alignment studied using cross-sectional scanning tunneling microscopy
B. Legrand, J.P. Nys, B. Grandidier, D. Stiévenard, A. Lemaître, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **74**, 18 (1999) 2608-2610

[13] ★ Imaging the wave-function amplitudes in cleaved semiconductor quantum boxes
B. Grandidier, Y.M. Niquet, B. Legrand, J.P. Nys, C. Priester, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **85**, 5 (2000) 1068-1071

[14] ★ Stiction drive operation of micromotors: direct and reverse rotation control
B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Séoul, Korea, June 5-9, 2005, 1/57-60

[15] Stability and pull-in voltage of electrostatic parallel-plate actuators in liquid solutions
A.S. Rollier, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Journal of Micromechanical Microengineering, **16**, 4 (2006) 794-801

[16] ★ Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids
B. Legrand, A.S. Rollier, D. Collard and L. Buchaillot
Applied Physics Letters, **88**, 3 (2006) 034105

[17] Compact multilayer piezoresistive gauge for in-plane strain measurement in liquids
J.B. Bureau, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 14th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'07, Lyon, France, June 10-14, 2007, 2/2267-2270

[18] ★ Silicon nanotweezers with subnanometer resolution for the micromanipulation of biomolecules
C. Yamahata, D. Collard, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi and H. Fujita
Journal of Microelectromechanical Systems, **17**, 3 (2008) 623-631

[19] Optimal design of non intuitive compliant microgripper with high resolution
A. Grira, B. Legrand, C. Rotinat-Libersa, E. Mairiaux and L. Buchaillot
Proceedings of 2011 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems
IROS 2011, San Francisco, CA, USA, sept. 25-30, 2011, 45-50

[20] Vacuum and cryogenic station for Micro-Electro-Mechanical Systems probing and testing
B. Legrand, E. Quevy, B. Stefanelli, D. Collard and L. Buchaillot
Review of Scientific Instruments, **73**, 12 (2002) 4393-4395

[21] ★ Fabrication and characterization of 1.1 GHz blade nanoelectromechanical resonator
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot and H. Fujita
Applied Physics Letters, **86**, 21 (2005) 213104

[22] ★ Fabrication of 24-MHz-disk resonators with silicon passive integration technology
M. Sworowski, F. Neuilly, B. Legrand, A. Summanwar, P. Philippe and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **31**, 1 (2010) 23-25

[23] ★ In-plane silicon-on-nothing nanometer-scale resonant suspended gate MOSFET for in-IC integration perspectives
C. Durand, F. Casset, P. Renaux, N. Abelé, B. Legrand, D. Renaud, E. Ollier, P. Ancey, A.M. Ionescu and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **29**, 5 (2008) 494-496

[24] **Brevet international** — *Patent filing in progress (4/1/2012)*
Detecting responses of Micro-ElectroMechanical System (MEMS) resonator device
B. Legrand, D. Ducatteau, D. Théron and H. Tanbakuchi

[25] Development of a new generation of active AFM tools for applications in liquids
A.S. Rollier, D. Jenkins, E. Dogheche, B. Legrand, M. Faucher and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **20**, 8 (2010) 085010

[26] **Brevet français n° 07 03161** du 2/05/2007
Sonde pour microscopie à force atomique
M. Faucher, L. Buchaillot, J.P. Aimé, B. Legrand and G. Couturier
Extension internationale WO 2008/148951

[27] ★ Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz
B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B. Legrand, R. Boisgard, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **19**, 11 (2009) 115009

[28] ★ MEMS ring resonators for laserless AFM with sub-nanoNewton force resolution
A. Algré, Z. Xiong, M. Faucher, B. Walter, L. Buchaillot and B. Legrand
Journal of Microelectromechanical Systems, **21**, 2 (2012) 385-397

[29] ★ DNA origami imaging with 10.9 MHz AFM MEMS probes
B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of the 25th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2012, Paris, France, january 28-february 2, 2012, 555-558

2 ILLUSTRATION DES ACTIVITES DE RECHERCHE

2.1 CONTRIBUTION A L'ACTIONNEMENT DES MICROSYSTEMES

2.1.1 L'ACTIONNEMENT ELECTROSTATIQUE : CONTEXTE

La capacité d'actionnement mécanique est indissociable de l'essence des MEMS sur silicium et elle les différencie en ce sens des circuits intégrés électroniques. Les MEMS partagent en effet avec ces derniers des procédés technologiques semblables mais leur fabrication se termine par une étape spécifique de libération. Celle-ci va alors conférer aux microstructures la mobilité mécanique au travers d'un ou de plusieurs degrés de liberté, alors que la fabrication des circuits électroniques s'attachera au contraire à les protéger par des couches de passivation et d'encapsulation [1]. L'actionnement nécessite par ailleurs une conversion (ou transduction) électromécanique. De nombreux principes peuvent être exploités [2], et on citera par exemple l'actionnement piézoélectrique, électrostatique, électrostrictif, magnétique, magnétostrictif, thermique par effet Joule, l'actionnement utilisant des alliages à mémoire de forme ou des polymères électro-actifs. Parmi ceux-ci, l'actionnement électrostatique est très employé dans les microsystèmes[1]. Son utilisation est au cœur de produits très répandus comme les vidéoprojecteurs équipés de DLP contenant une matrice de micro-miroirs [3], les gyroscopes vibrants équipant les dispositifs ESP[2] des automobiles [4], ou les commutateurs RF [5] et optiques [6] que l'on retrouve dans les équipements de télécommunications. Les lois d'échelle expliquent l'effectivité des forces électrostatiques à l'échelle des microsystèmes : alors que la masse diminue au cube de la dimension *d*, que la raideur diminue proportionnellement à *d*, la force électrostatique reste quant à elle constante[3] et la pression électrostatique augmente selon l'inverse du carré de *d*. Quelques volts suffisent alors à déformer, ou à déplacer, des structures à l'échelle du micromètre, avec une consommation de puissance électrique nulle à l'état d'équilibre. La bonne adéquation entre phénomènes électrostatiques et efforts requis pour actionner des microstructures, n'est pas la seule raison permettant d'expliquer leur utilisation. Il faut aussi souligner la compatibilité naturelle du mode d'actionnement électrostatique avec le reste du microsystème et notamment avec les procédés de micro-fabrication sur silicium. La plupart des actionneurs de ce type sont assimilables à des capacités dont l'une des armatures, voire les deux, est mobile ou déformable. La gravure du matériau structurel du microsystème permet alors de réaliser directement des actionneurs qui généreront des forces dans le plan du substrat, comme les actionneurs à peignes inter-digités (*combdrive actuators*), tandis que l'étape de libération permet de réaliser des actionneurs qui agiront perpendiculairement au plan du substrat. L'utilisation du silicium dopé rend le matériau suffisamment conducteur pour polariser correctement les armatures de l'actionneur. Même si aux échelles micrométriques les résistances d'accès augmentent au delà du kΩ, la capacité associée à l'actionneur restant contenue à des valeurs de l'ordre du pF voire moindres, des fréquences d'actionnement au GHz peuvent être atteintes[4]. Finalement, l'effet réciproque de l'actionnement électrostatique est exploitable pour réaliser des capteurs de déplacement. On parle alors de capteurs capacitifs pour lesquels le mouvement d'une des armatures préalablement polarisées entraîne une variation temporelle de la capacité et induit un déplacement de

[1] En dehors du domaine des MEMS et de l'échelle des microstructures correspondante, l'actionnement électrostatique n'est que très rarement employé à l'échelle macroscopique. On peut toutefois citer le cas des enceintes acoustiques électrostatiques.
[2] Système électronique de contrôle de trajectoire qui nécessite l'utilisation de capteurs inertiels.
[3] Dans le cas où la différence de potentiel électrique appliquée à l'actionneur reste inchangée.
[4] Généralement, la fréquence de coupure mécanique est atteinte bien avant la fréquence de coupure électrique.

charges mesurable : le courant *motionnel*. Cet effet est exploité par exemple dans le domaine de l'inertiel, en particulier pour les accéléromètres que l'on retrouve dans nombre de *smartphones*, tablettes, consoles de jeux, mais surtout depuis le milieu des années 90 dans les circuits intégrés déclencheurs d'airbags commercialisés par Analog Devices [7]. D'autres applications des micro-capteurs capacitifs concernent l'exploitation dans le domaine électrique des propriétés des résonateurs micro-électromécaniques, et certaines d'entre elles seront présentées dans les parties 2.2 et 2.3.

Les micro-actionneurs électrostatiques génèrent des forces dans une gamme comprise typiquement entre le pN et le µN voire plusieurs dizaines de µN dans le cas des actionneurs SDA inventés par Akiyama dans les années 1990 [8]. Ces actionneurs, et par extension la plupart des actionneurs MEMS, agissent dans de bonnes conditions de fiabilité et de durabilité soit lorsque les objets manipulés sont sans masse, comme les photons et les ondes électromagnétiques dans les MOEMS et les RF MEMS, soit lorsque ces objets sont manipulés à distance et sans contact, comme dans le cas des microsystèmes vibrants, ou alors lorsque l'actionnement s'effectue sous atmosphère contrôlée, en particulier sous vide ou en absence d'humidité. Dans le cas contraire, la fiabilité des microsystèmes est mise à mal, lors du contact mécanique, par les forces de surface[1] [9], dites de friction statique ou *stiction*, provoquant la défaillance du dispositif par collage irréversible des microstructures [10,11]. D'autres mécanismes de défaillance sont liés aux aspects électriques : dans de rares cas, le court-circuit des armatures de l'actionneur lors du contact, par défaut d'isolation ou par effet de claquage du diélectrique, détruit définitivement le dispositif. Plus communément, les effets de piégeage de charges dans les diélectriques dégradent les caractéristiques de l'actionnement, ce qui est particulièrement handicapant pour le fonctionnement des micro-commutateurs RF [12]. Ainsi, l'ingénierie des micro-mécanismes, la prise en compte des phénomènes de contact mécanique, la sélection des matériaux employés et l'effet de l'environnement sur les surfaces sont autant de points à considérer dans les phases de conception et de micro-fabrication [13].

Dans ce contexte, mes travaux concernant le micro-actionnement se sont concentrés sur la possibilité d'étendre l'utilisation des actionneurs électrostatiques vers des domaines pour lesquels l'intuition commune conclurait à un risque élevé de défaillance. Il s'agit d'une part de la motorisation de mécanismes externes au microsystème, au travers de la réalisation de micromoteurs vibrants, et d'autre part de la démonstration de l'actionnement électrostatique en milieu liquide. Dans un troisième temps, seront présentés des contributions au domaine de la manipulation et de la caractérisation à l'échelle micro/nanométrique, utilisant des micro-pinces, pour lesquelles l'objectif consiste à contrôler aussi finement que possible les forces et les déplacements générés.

2.1.2 MICROMOTEURS ANGULAIRES VIBRANTS

A l'échelle micrométrique, des moteurs angulaires électrostatiques ont été réalisés au début des années 1990 par des procédés de micro-usinage de films minces dans la filière silicium [14]. A l'époque, une telle démonstration prouvait la maturité technologique d'un laboratoire et conférait une reconnaissance certaine au sein de la communauté MEMS. Ces micromoteurs électrostatiques présentent néanmoins des caractéristiques au démarrage qui limitent la possibilité de transférer de l'énergie mécanique à d'autres micro-mécanismes. A l'opposé, les moteurs vibrants produisent un couple élevé à basses vitesses, ce qui est un atout décisif pour les applications. Ils convertissent le mouvement vibratoire d'un coupleur en un mouvement angulaire d'un rotor par friction. De tels moteurs ont été réalisés jusqu'à l'échelle millimétrique en utilisant des vibrations induites

[1] Les forces de surface ayant ici une action notable sont les forces de capillarité et les forces de van der Waals.

par des matériaux piézo-électriques [15]. Ils sont employés particulièrement à l'échelle macroscopique dans le domaine aéronautique pour l'actionnement des commandes de vol, application pour laquelle des couples importants sont requis dans des systèmes de volume contraint. Ce même principe de fonctionnement peut être appliqué à l'échelle micrométrique à des moteurs MEMS sur silicium dont le mouvement vibratoire des coupleurs est obtenu par un actionnement électrostatique à base de peignes inter-digités [16,17].

Le procédé de fabrication, représenté sur la Figure 2.1-1, est basé sur l'usinage de surface de films minces sur substrat de silicium, et en particulier de 2 niveaux de silicium polycristallin de 2 µm d'épaisseur. Les techniques de micro-fabrication combinent des dépôts LPCVD, des lithographies optiques, des gravures RIE et une libération en phase liquide dans une solution de HF suivie d'un séchage au CO_2 supercritique. 7 niveaux de masques sont nécessaires à cette réalisation. L'utilisation d'ergots au niveau des parties structurelles permet de limiter le cas échéant la surface de contact avec le substrat afin de minimiser les défaillances liées à la *stiction*. Dans le même objectif, la surface en vis-à-vis des microstructures est constituée de nitrure de silicium, matériau hydrophobe, afin de limiter l'intensité des phénomènes et des forces de capillarité.

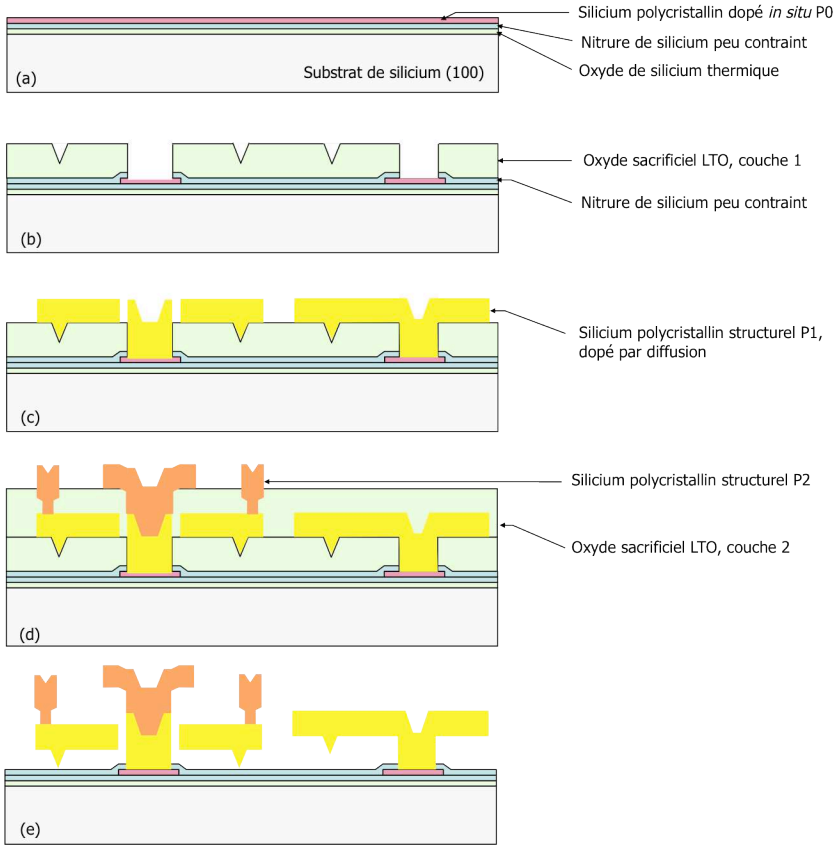


Figure 2.1-1 : Vue schématique en coupe du procédé de fabrication des micromoteurs vibrants. (a) Une croissance d'oxyde thermique et un dépôt de nitrure de silicium peu contraint sont effectués sur le substrat de silicium de départ. Un dépôt de silicium polycristallin dopé constitue la couche dans laquelle sont définies les électrodes et les interconnexions électriques enterrées. (b) Les électrodes enterrées sont recouvertes d'une couche de nitrure de silicium peu contraint, puis de la première couche d'oxyde de silicium sacrificielle. La couche sacrificielle est structurée afin d'ouvrir des contacts au niveau des électrodes enterrées, et également pour définir l'emplacement d'ergots. (c) La première couche de silicium polycristallin, dopée par diffusion, est déposée et structurée. (d) La seconde couche d'oxyde sacrificielle est déposée et structurée afin d'ouvrir les contacts avec le niveau précédent. Elle est suivie du dépôt et de la structuration du second niveau de silicium polycristallin structurel. (e) Les dispositifs sont libérés par gravure des couches sacrificielles d'oxyde de silicium suivie d'un rinçage et d'un séchage.

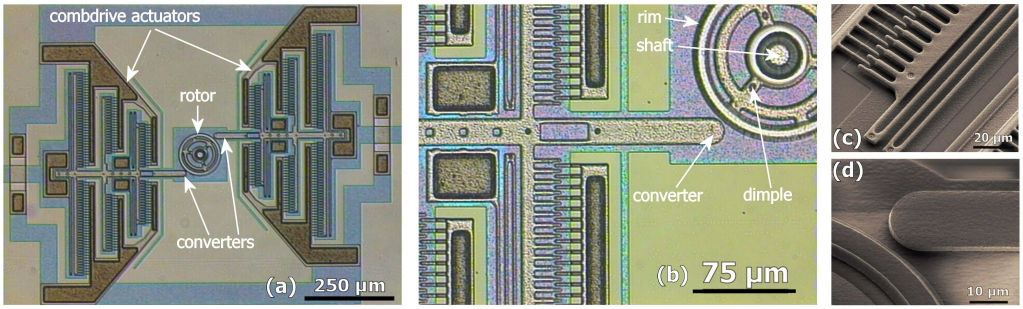


Figure 2.1-2 : (a) Image au microscope optique d'un micromoteur et des deux actionneurs à peignes inter-digités. (b) Vue rapprochée du rotor et du coupleur. (c) Image par microscopie électronique de l'actionneur et des poutres de suspension. (d) Vue rapprochée du coupleur et du rotor.

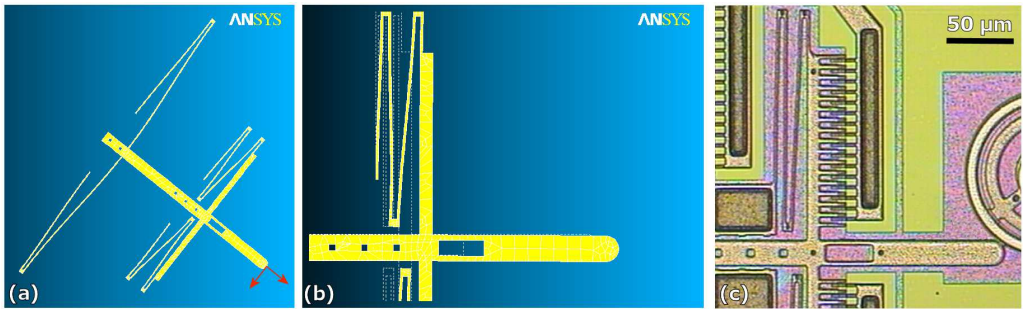


Figure 2.1-3 : (a, b) Simulation ANSYS de la déformation de la structure de suspension des actionneurs à peignes inter-digités. Les flèches rouges représentent la combinaison des forces appliquées. (c) Image optique d'un actionneur déformé sous l'action d'une force statique appliquée au rotor. Noter la déformation des poutres de suspension.

La Figure 2.1-2 présente une vue d'ensemble (a) et des détails (b, c, et d) d'un micromoteur vibrant. Le diamètre du rotor est de 125 µm pour une épaisseur de 4 µm au niveau de la circonférence. Le jeu autour entre l'axe de rotation et le rotor est de 2 µm. Le coupleur est dans ce cas de forme semi-circulaire ; la séparation entre le rotor et le coupleur est de 2,5 µm. Sur ce type de moteurs, deux actionneurs à peignes inter-digités sont employés. Ils sont conçus pour délivrer une force statique de 5 µN pour une tension appliquée de 40 V, ce qui conduit théoriquement à l'application d'un couple de 440 µN.µm sur le rotor. Les poutres de suspension de la structure ont été conçues en utilisant des simulations par éléments finis afin d'obtenir à la fois des déflexions transversales et longitudinales, ce qui est nécessaire pour un couplage efficace par friction. La Figure 2.1-3 (a, b) montre des résultats de simulation. La structure retenue offre des raideurs longitudinales et transversales de respectivement 0,63 et 7,25 $N.m^{-1}$. La Figure 2.1-3 (c) montre la déformée statique des poutres de suspension d'un actionneur en fonctionnement et qui est comparable aux résultats obtenus par simulation.

La fréquence de résonance mesurée des actionneurs à peignes inter-digités est de l'ordre 8 kHz, ce qui est cohérent avec les valeurs issues des simulations par éléments finis. Par la suite, les micromoteurs vibrants sont actionnés à fréquence plus basse que la résonance, sous pression atmosphérique et à 40 % d'humidité relative.

La Figure 2.1-4 montre une rotation dans le sens trigonométrique d'un micromoteur dont les coupleurs ont une forme triangulaire. L'excitation est sinusoïdale, à la fréquence de 1 kHz et une amplitude pic de 20 V. La vitesse linéaire de la circonférence du rotor est de 300 $\mu m.s^{-1}$, ce qui correspond à un déplacement de 150 nm à chaque cycle du coupleur. Dans ce cas, le rotor est mis en mouvement par des phénomènes d'impact et de friction du coupleur avec la circonférence du rotor.

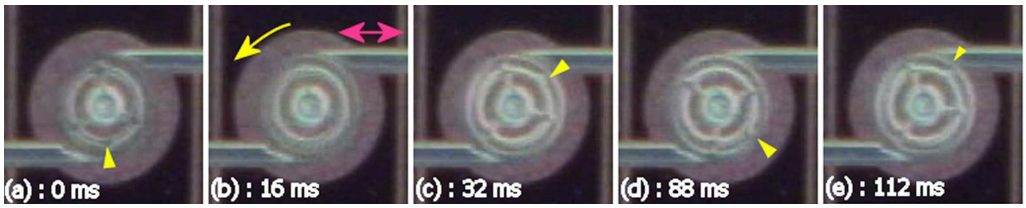


Figure 2.1-4 : Succession d'images issues d'une séquence vidéo montrant la rotation dans le sens trigonométrique du micromoteur due aux effets d'impact et de friction. Les triangles jaunes repèrent une marque du rotor.

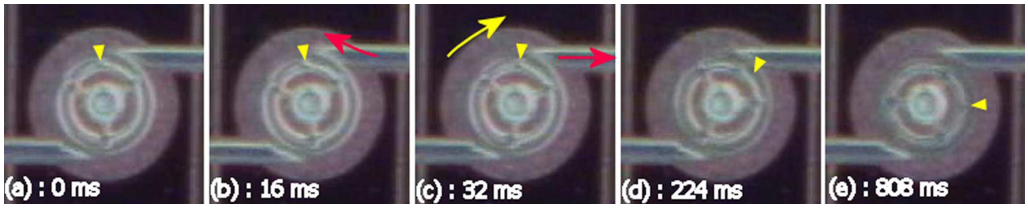


Figure 2.1-5 : Succession d'images issues d'une séquence vidéo montrant la rotation dans le sens des aiguilles d'une montre du micromoteur due aux effets de friction et d'adhésion. Les triangles jaunes repèrent une marque du rotor.

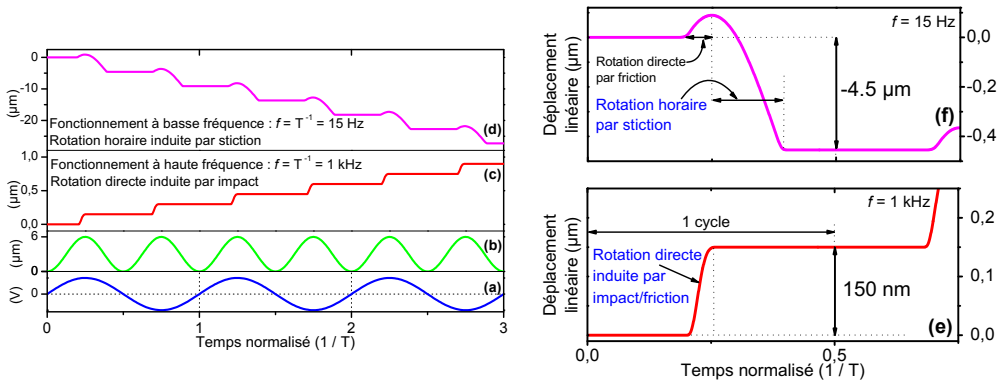


Figure 2.1-6 : Représentation schématique en fonction du temps de : (a) tension d'excitation du micromoteur, (b) déplacement calculé des actionneurs combdrive libres, (c) déplacement circonférentiel pour une fréquence de 1 kHz, (d) déplacement circonférentiel pour une fréquence de 15 Hz, (e) détail du fonctionnement en rotation directe induite par des effets de friction et d'impact, (f) détail du fonctionnement en rotation horaire induite par des effets de stiction.

La Figure 2.1-5 montre le micromoteur soumis à une excitation différente, de plus basse fréquence, 15 Hz, et d'amplitude plus importante, 30 V. Lors de l'approche du coupleur, Figure 2.1-5 (b), les effets de friction provoquent une rotation dans le sens direct et une flexion transversale des coupleurs. Lorsque les coupleurs se rétractent, une rotation de plus large amplitude dans le sens horaire est observée à la Figure 2.1-5 (c). Cet effet est lié aux forces d'adhésion par capillarité entre le rotor et les coupleurs. L'amplitude de ces forces a pu être estimée à 2 µN. A la fin du retrait des coupleurs, le lien d'adhésion avec le rotor se rompt. Chaque cycle de fonctionnement provoque alors un déplacement linéaire net de la circonférence du rotor de 4,5 µm dans le sens horaire.

La rotation double sens de micromoteurs vibrants fonctionnant à l'air libre est donc démontrée [18]. Les mécanismes qui conduisent au mouvement du rotor sont synthétisés dans la Figure 2.1-6. Ils dépendent de la fréquence d'actionnement et de l'amplitude de la vibration des coupleurs. Des effets d'impact/friction à haute fréquence, ou de friction/adhésion à basse fréquence, sont responsables du mouvement du rotor et du sens de rotation. Les applications potentielles de ce type de micromoteurs concernent en premier lieu le positionnement angulaire de micro-objets cylindriques.

En particulier, le diamètre du rotor de 125 μm correspond à celui-ci d'une fibre optique usuelle. Afin de motoriser un tel objet, il conviendra d'adapter le dispositif MEMS, en particulier l'utilisation de substrats SOI combinée aux techniques de gravure profonde du silicium constitue une option possible de fabrication et d'assemblage. Il est intéressant de signaler que la rotation en sens horaire des micromoteurs tire utilement parti des phénomènes de *stiction* et d'adhésion, alors que ceux-ci participent généralement à la défaillance des MEMS et sont considérés de ce fait comme hautement indésirables lors du fonctionnement des microsystèmes.

2.1.3 ACTIONNEURS ELECTROSTATIQUES EN MILIEU LIQUIDE

Les parties 2.1.1 et 2.1.2 ont montré que la réalisation des micro-actionneurs électrostatiques est bien maîtrisée pour un fonctionnement en environnement contrôlé, sous vide ou en atmosphère sèche. Transposer les principes des MEMS au milieu liquide permet d'étendre les utilisations dans le domaine de la biologie et de l'analyse dans des systèmes micro-fluidiques [19]. En particulier, les forces et les déplacements générés par les micro-actionneurs sont bien adaptés à la manipulation et à la caractérisation mécanique de cellules biologiques [20] ou d'assemblages biomoléculaires : les déplacements allant du nm au μm et les forces dans la gamme du pN au μN correspondent aux caractéristiques de ces objets. Pour la pertinence des applications, il est nécessaire que la manipulation s'opère en milieu liquide, et qui plus est, dans le liquide correspondant au milieu natif des objets biologiques, qui est fortement chargé en ions et donc très conducteur du point de vue électrique[1]. D'autres applications du micro-actionnement en immersion totale concernent la micro-fluidique, et en particulier le déplacement et le contrôle des liquides [21]. Il s'agit par exemple de la réalisation de micro-pompes ou de micro-valves. Le contrôle et l'actionnement des fluides peuvent par ailleurs être mis à profit pour la propulsion de microsystèmes dans des liquides.

Les verrous à lever pour adapter l'actionnement électrostatique au milieu liquide concernent d'une part la parfaite isolation électrique des structures nécessaire pour éviter tout court-circuit électrique ou phénomène d'électrolyse, et d'autre part la mise en place d'une parade à l'écrantage des potentiels électriques par les ions mobiles du liquide qui annihile de fait les forces électrostatiques [22,23]. Au cours du stage de DEA d'Anne-Sophie Rollier et au début de ses travaux de thèse [24], nous avons levé ces verrous et mis en évidence le micro-actionnement électrostatique de type « plaques parallèles » dans les liquides. L'une des motivations était également de profiter de la permittivité diélectrique relative des liquides nettement plus élevée que 1 (par exemple 80 dans le cas de l'eau), pour produire des forces d'intensité supérieure à l'aide de tensions d'actionnement moindres. La caractérisation des dispositifs associée à une modélisation de l'actionnement montrera cependant que le gain escompté n'est pas atteint.

Des véhicules de test ont été fabriqués en utilisant le micro-usinage de surface de films minces dans la filière silicium. Ce procédé, analogue à celui présenté à la Figure 2.1-1, a été adapté afin d'obtenir une isolation électrique de toutes les parties polarisées de l'actionneur. Il est décrit dans la Figure 2.1-7, et il fait intervenir des étapes de dépôt de lithographie supplémentaire afin d'encapsuler la partie mobile de l'actionneur dans du nitrure de silicium peu contraint. L'utilisation de ce matériau permet en outre de disposer d'un revêtement hydrophobe sur les surfaces des microstructures exposées au liquide. Différentes géométries de micro-actionneurs ont été conçues, fabriquées et caractérisées : poutres encastrées-libres ou bi-encastrées, actionneurs en torsion et membranes [25]. Dans la suite, seule la structure de poutre encastrée-libre est considérée à titre d'illustration. Elle est décrite dans la Figure 2.1-8.

[1] La conductivité électrique d'un milieu biologique est comprise entre 10 et 10^4 $\mu S.cm^{-1}$.

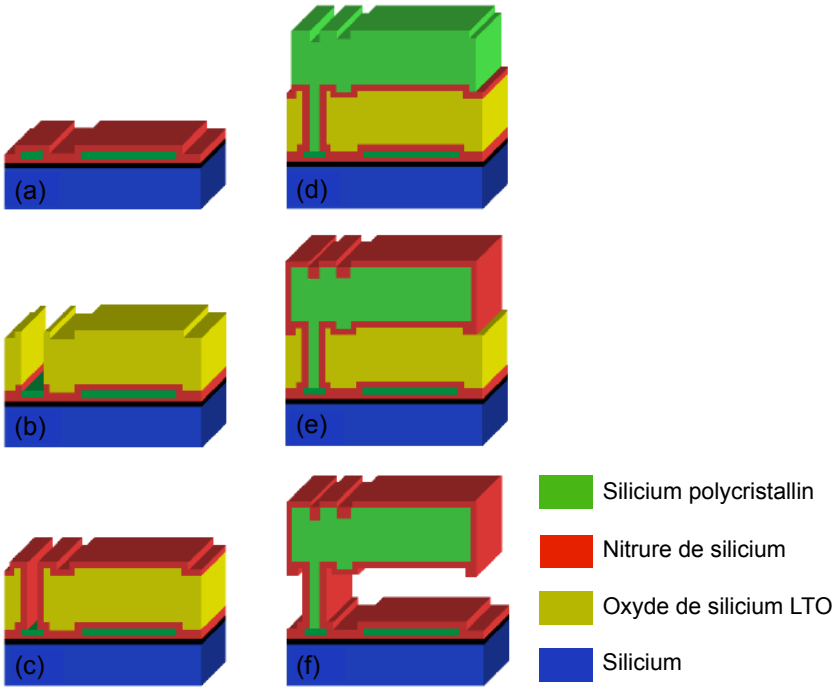


Figure 2.1-7 : Vue schématique du procédé de fabrication des actionneurs électrostatiques pour le milieu liquide. (a) Définition du niveau des électrodes enterrées et isolation par du nitrure de silicium. (b) Dépôt et structuration de la couche d'oxyde sacrificielle de 2 µm d'épaisseur. Ouverture des contacts vers les électrodes enterrées. (c) Dépôt conforme d'une couche de nitrure de silicium de 300 nm d'épaisseur et ré-ouverture des contacts vers les électrodes enterrées. (d) Dépôt et structuration de la couche structurelle de silicium polycristallin de 2 µm d'épaisseur. (e) Dépôt conforme d'une couche de nitrure de silicium de 300 nm d'épaisseur pour l'encapsulation des microstructures. Gravure de la couche de nitrure après lithographie. (f) Les dispositifs sont libérés par gravure de la couche sacrificielle d'oxyde de silicium suivie d'un rinçage et d'un séchage.

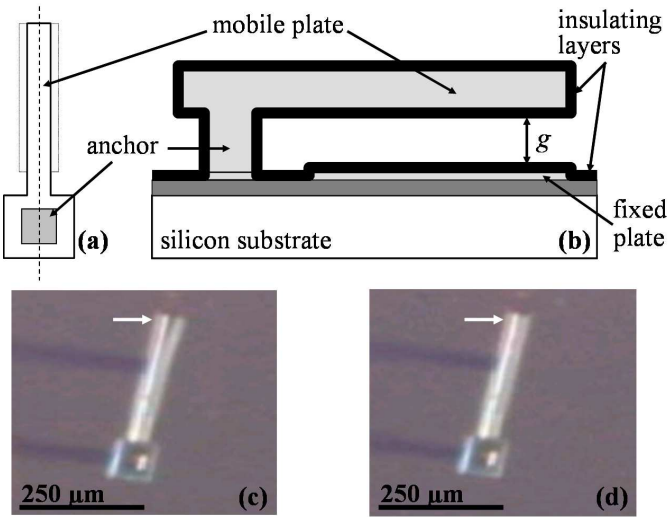


Figure 2.1-8 : (a) Vue schématique de dessus du micro-actionneur de type cantilever. (b) Vue schématique en coupe du micro-actionneur selon le trait pointillé de (a). L'électrode mobile (fixe) a une longueur de 250 µm (200 µm) et une largeur de 30 µm. Les électrodes sont couvertes par une couche de nitrure de silicium de 300 nm d'épaisseur et permittivité diélectrique $\varepsilon_r = 8$. L'entrefer a une largeur $g = 2$ µm. (c) Image optique de l'actionneur dans de l'eau dé-ionisée en l'absence de tension appliquée. (d) Image optique de l'actionneur en position fermée dans de l'eau dé-ionisée lorsqu'une tension d'actionnement est appliquée.

Tableau 2.1-1 : Comparaison des valeurs de tension d'actionnement du dispositif MEMS dans différents fluides. Dans l'air, une tension continue est appliquée. Dans les liquides, le signal est sinusoïdal de fréquence 1 MHz. Dans les calculs théoriques, la constante de raideur de l'actionneur k est considérée égale à 1,2 Nm^{-1}.

Fluide	ε_{rL} [a]	σ [a] (μS.cm^{-1})	f_c [b] (kHz)	V_{close} théorique (V_{rms})	V_{close} expérimental (V_{rms})
Air	1,0	0	0	7,6[c]	8 ± 0,1
Alcool isopropylique	21,3	0,09	17	3,9[c]	4 ± 0,1
Eau dé-ionisée	80,0	0,07	13	6,3	6 ± 0,1
Eau de ville	80,0	5	950	6,3	6 ± 0,1

[a] Les données de constante diélectrique relative et de conductivité proviennent de la référence [26].
[b] Fréquence du signal minimum pour éviter l'écrantage des potentiels [27].
[c] L'entrefer de l'actionneur se ferme sous l'effet du *pull-in*.

L'actionnement électrostatique est obtenu en appliquant une tension sinusoïdale à haute fréquence. En effet, les ions mobiles du liquide dans lequel est plongé l'actionneur écranteraient tout potentiel continu qui serait appliqué entre les électrodes. *A contrario*, lorsque la fréquence augmente, l'inertie des ions liée à leur masse limite leur capacité à se déplacer d'une électrode à l'autre pour écranter le potentiel. Le liquide devient alors un diélectrique parfait au delà d'une fréquence de coupure f_c qui dépend de la concentration en ions et de la distance entre les électrodes. Ces aspects ont été étudiés par Sounart et co-auteurs [27], et leurs travaux donnent par ailleurs l'expression analytique de f_c. La force électrostatique dépendant quadratiquement du potentiel électrique, le signal sinusoïdal provoque l'actionnement. La valeur efficace de la tension appliquée permet le calcul de la force développée par le micro-actionneur[1]. Le Tableau 2.1-1 présente les résultats expérimentaux obtenus pour l'actionneur de la Figure 2.1-8 lorsque celui-ci est utilisé dans différents fluides.

On constate que la tension V_{close} nécessaire pour fermer le micro-actionneur est plus faible dans les liquides que dans l'air. En première approche, on pourrait s'attendre à ce que V_{close} évolue avec l'inverse de la racine carrée de ε_{rL}, ce qui n'est pas vérifié par l'expérience. La tension pour fermer l'actionneur dans l'eau est même plus élevée que celle nécessaire dans l'alcool isopropylique pourtant de permittivité diélectrique plus faible. Pendant les expériences, il a été également observé que le phénomène d'effondrement électrostatique ou *pull-in*, qui limite dans l'air la zone contrôlable de l'actionneur au tiers de la largeur de l'entrefer initial, ne se produit pas lorsque le micro-actionneur est utilisé dans l'eau. Afin d'expliquer ces phénomènes, l'actionneur électrostatique à plaques parallèles plongé dans un liquide diélectrique a été modélisé [28].

Le modèle rend compte d'un actionneur à plaques parallèles d'aire S, de constante de raideur k, dont chaque armature de la capacité est couverte par un film diélectrique d'épaisseur e_i et de permittivité relative ε_{ri}. L'entrefer de largeur initiale g est rempli d'un fluide diélectrique de permittivité relative ε_{rL}. Ce modèle d'actionneur est schématisé dans l'insert de la Figure 2.1-9. La stabilité du système est obtenue si les conditions suivantes sont satisfaites : la somme des forces externes F_{tot} agissant sur l'armature mobile est nulle et la dérivée de F_{tot} par rapport au déplacement est négative ou nulle. Les conditions de stabilité conduisent à la détermination de la gamme des positions de l'armature mobile

[1] On se place ici dans l'hypothèse où la fréquence du signal appliquée est bien plus grande que la fréquence de résonance du micro-actionneur, afin de pouvoir éliminer de l'étude tout phénomène d'excitation dynamique de la microstructure.

permettant l'équilibre mécanique ainsi que les tensions d'actionnement V correspondantes[1]. Le résultat est donné par l'Équation 2.1-1,

$$V = \sqrt{\frac{2g^3k}{\varepsilon_0\varepsilon_{rL}S}}(\gamma - u)\sqrt{u} \quad \text{et} \quad u \le \frac{\gamma}{3}$$

Équation 2.1-1

dans laquelle $u = x/g$ correspond à la position normalisée de l'armature mobile de l'actionneur et $\gamma = 1 + \frac{\varepsilon_{rL}}{\varepsilon_{r1}}\frac{e_1}{g} + \frac{\varepsilon_{rL}}{\varepsilon_{r2}}\frac{e_2}{g}$. γ est une fonction des permittivités diélectriques du fluide et des matériaux employés, de la largeur initiale de l'entrefer et de l'épaisseur des couches diélectriques.

Il apparaît que lorsque γ est supérieure à 3, un déplacement stable peut-être obtenu sur toute la course de l'actionneur, supprimant ainsi le phénomène de *pull-in*. C'est donc la présence et la composition des couches diélectriques d'isolation qui permettent d'éviter l'effondrement électrostatique dans le cas où la permittivité diélectrique du liquide employé est suffisamment élevée. Ces résultats sont présentés graphiquement sur la Figure 2.1-9 pour différentes combinaisons usuelles de couches diélectriques d'isolation, le micro-actionneur qui fait l'objet de l'étude (Figure 2.1-8) correspondant au cas (b).

L'étude approfondie de la répartition du champ électrique dans les différents milieux diélectriques de l'actionneur permet l'interprétation physique du phénomène : au fur et à mesure que les armatures se rapprochent une part toujours plus importante du potentiel appliqué chute dans les couches diélectriques d'isolation, celles-ci présentant une permittivité plus faible que celle du fluide employé lorsque celui-ci est un liquide. L'effet est comparable à une rétroaction qui repousse, voire élimine, le phénomène d'effondrement électrostatique.

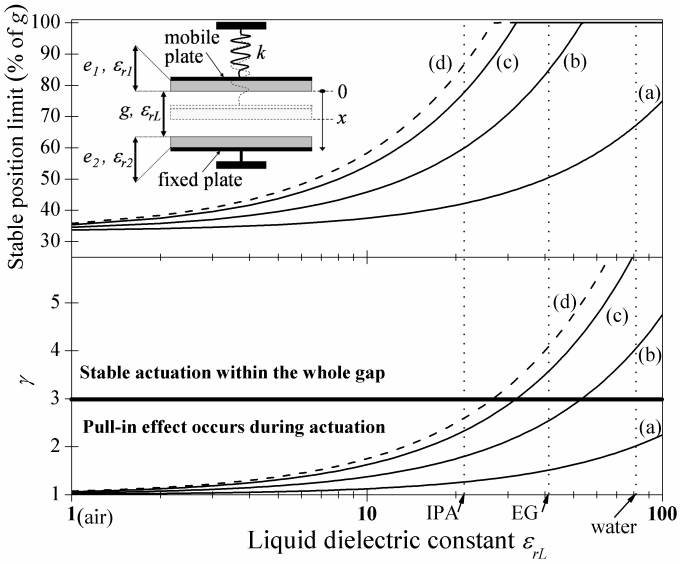


Figure 2.1-9 : Valeur de γ (bas) et extension de la zone d'actionnement stable (haut) d'un actionneur à plaques parallèles fonctionnant dans un liquide de constante diélectrique relative ε_{rL}, pour (a): $e_1=e_2=0.05g$ et $\varepsilon_{r1}=\varepsilon_{r2}=8$, (b): $e_1=e_2=0.15g$ et $\varepsilon_{r1}=\varepsilon_{r2}=8$, (c): $e_1=e_2=0.25g$ et $\varepsilon_{r1}=\varepsilon_{r2}=8$, et (d): $e_1=e_2=0.15g$ et $\varepsilon_{r1}=\varepsilon_{r2}= 4$. L'insert représente schématiquement le micro-actionneur. EG: éthylène glycol, IPA: alcool isopropylique.

[1] Le calcul fait l'hypothèse de l'absence d'ions dans le liquide ou de l'utilisation d'une tension d'actionnement à très haute fréquence.

L'Équation 2.1-1 permet par ailleurs de calculer la tension V_{close} nécessaire à fermer l'actionneur. Le calcul est obtenu en considérant u = max (1, $\gamma/3$). V_{close} correspond à la valeur de la tension de *pull-in* lorsque $\gamma < 3$. Dans le cas de l'actionneur considéré dans cette étude et décrit dans la Figure 2.1-8, les tensions V_{close} ont été calculées pour les différents fluides testés et reportées dans le Tableau 2.1-1. On constate un bon accord entre cette approche théorique et les résultats expérimentaux.

Au cours de ces travaux, nous avons démontré que l'actionnement électrostatique était transposable au milieu liquide grâce à des microstructures entièrement encapsulées dans une couche de nitrure de silicium. Le phénomène a été modélisé, ce qui permet de comprendre des effets particulièrement intéressants : alors qu'un actionneur à plaques parallèles voit son positionnement stable limité dans l'air à un tiers de l'entrefer initial avant d'être soumis à l'effondrement électrostatique (effet de *pull-in*), il est possible de contrôler de manière stable un actionneur électrostatique en milieu liquide sur toute la course disponible à condition de choisir judicieusement la nature et les épaisseurs des matériaux diélectriques d'isolation. De multiples applications sont alors envisageables là où un actionnement continûment contrôlable est souhaité, par exemple pour une micro-pince, ou lorsqu'un fonctionnement binaire est requis, par exemple dans le cas d'une valve d'un circuit micro-fluidique.

2.1.4 MICROPREHENSEURS AUX PERFORMANCES NANOMETRIQUES

La manipulation d'objets, de taille millimétrique, micrométrique ou nanométrique, est présente dans les domaines de la fabrication des systèmes par assemblage, du convoyage, de la micro-robotique, de la réparation de dispositifs, de la microchirurgie, du prélèvement d'échantillons, et de la caractérisation physique. Selon la taille de l'objet, sa nature, les forces à exercer, l'environnement et l'objectif de la manipulation, des techniques variées sont employées. Il peut s'agir de l'utilisation de la pointe d'un microscope STM ou AFM [29,30], permettant de déplacer et d'assembler des atomes [31,32] ou des molécules, voire de sectionner des objets 1D, tels des brins d'ADN [33]. Ces molécules peuvent également être manipulées et caractérisées mécaniquement par des pinces optiques [34] ou magnétiques [35], opérant sans contact en milieu liquide, à condition que des billes micrométriques, diélectriques ou magnétiques, aient été attachées aux brins d'ADN. A l'autre extrémité de l'échelle des dimensions, la miniaturisation d'outils conventionnels obtenus par usinage classique et leur motorisation par des platines de haute précision permettent la manipulation d'objets millimétriques voire déca-micrométriques [36]. Les applications concernent la micro-robotique et l'assemblage de microsystèmes, la chirurgie mini-invasive ou la manipulation cellulaire. Les dispositifs expérimentaux de préhension évoqués précédemment présentent l'inconvénient d'un encombrement important incompatible avec certains environnements imposant des contraintes de compacité. Il s'agit, par exemple dans le domaine médical, de l'exploration par endoscopie permettant également les prélèvements et les opérations, ou, dans celui de l'instrumentation, de la combinaison des techniques de microscopie électronique par transmission avec celles de la caractérisation et de la sollicitation mécanique de nanostructures [37]. Pour ces applications, les technologies microsystèmes offrent la possibilité d'associer, au sein d'un même dispositif millimétrique, une structure mécanique de préhension avec un actionnement et une détection destinés à générer et à contrôler les forces appliquées. Ces activités microsystèmes, consistant au développement de micro-pinces, sont présentes de manière continue depuis de nombreuses années au sein de la communauté MEMS [38,39,40,41]. Sans faire l'objet d'une intense compétition, elles sont néanmoins soutenues et orientées particulièrement vers le domaine biomédical. Les principes employés pour les transductions électromécaniques des micro-pinces sont sélectionnés en fonction de l'amplitude des forces et des déplacements requis par l'application. Dans le domaine de la manipulation d'objets biologiques, assemblages

moléculaires et cellules, les gammes des déplacements, de quelques fractions de nanomètres à quelques dizaines de micromètres, et des forces, de quelques dizaines de picoNewtons à quelques dizaines de microNewtons, correspondent tout à fait aux performances des micro-actionneurs électrostatiques[1].

Le groupe NAM6 a développé des micro-pinces depuis le début des années 2000. Dans la période allant de 2000 à 2005, il s'agit d'une part des travaux d'Isabelle Roch concernant une micro-pince à structure flexible en résine SU-8, motorisée par un actionneur à alliage à mémoire de forme en film mince [42]. D'autre part, Olivier Millet a développé une micro-pince mue par des actionneurs SDA développant près de 800 µN [40] ; la particularité du micro-mécanisme résidant dans l'utilisation d'une combinaison de pivots fixes et de mobiles afin de démultiplier le mouvement et d'obtenir ainsi de larges déplacements des mâchoires de la pince. Depuis 2005, les activités sont menées en collaboration avec d'autres laboratoires et ont pour objectif d'optimiser le contrôle des micro-pinces afin d'explorer des applications nécessitant de hautes résolutions en force et en déplacement. Dans la suite, sont illustrés en particulier les résultats de la collaboration japonaise.

Pour des raisons liées à l'histoire du groupe de recherche, j'ai entretenu une collaboration scientifique et technique au long cours avec l'Université de Tokyo. En particulier les travaux de Dominique Collard du LIMMS concernent la caractérisation de biomolécules en milieu liquide à l'aide de micro-pinces. La Figure 2.1-10 présente l'une de ces micro-pinces fabriquée en technologie silicium. Le dispositif intègre un actionneur électrostatique à peignes inter-digités et un capteur de déplacement capacitif différentiel. Les mâchoires se terminent par des pointes métallisées qui peuvent être polarisées électriquement, ce qui permet de capturer des brins d'ADN par di-électrophorèse. Le guidage mécanique est assuré par une structure mécanique flexible à parallélogrammes afin de limiter les mouvements indésirables.

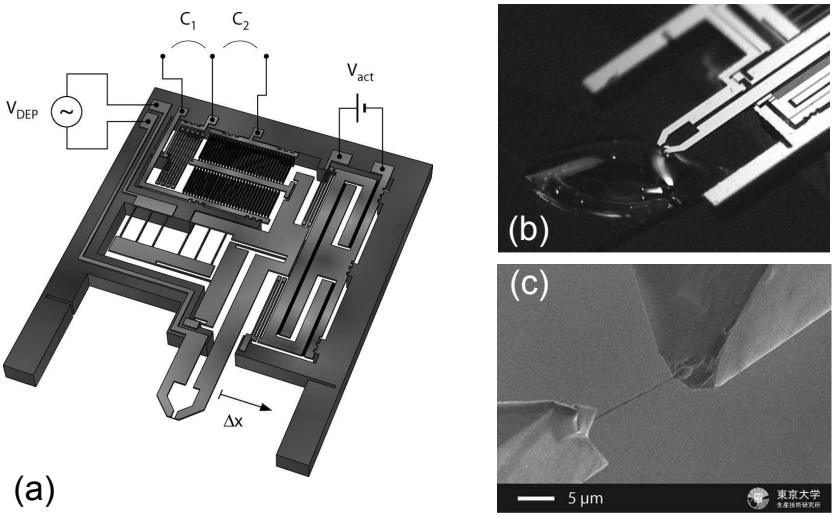


Figure 2.1-10 : (a) Vue schématique 3D de la micro-pince en silicium dont l'encombrement est de 4,5×5,5 mm². Le déplacement Δx est obtenu en appliquant la tension V_{act} à l'actionneur électrostatique, ce qui provoque le déplacement des armatures des capacités différentielles C_1 et C_2. La tension V_{DEP} polarise les mâchoires de la pince pour la capture des brins d'ADN par di-électrophorèse. (b) Vue de la micro-pince en cours d'opération dans une goutte de solution de brins d'ADN. (c) Vue rapprochée d'une corde d'ADN capturée par la micro-pince.

[1] Des applications nécessitant plus de puissance sont couvertes par exemple par des actionneurs thermiques, électromagnétiques, pneumatiques ou thermo-pneumatiques.

Ces micro-pinces ont été utilisées par C. Yamahata, alors en post-doctorat au LIMMS, pour la caractérisation électrique des cordes d'ADN sous contrainte mécanique obtenue par élongation contrôlée [43]. La caractérisation fine de leur comportement mécanique nécessite cependant une résolution de mesure accrue au niveau du traitement du signal du capteur capacitif de déplacement. L'option retenue initialement consistait à exploiter le signal du capteur à l'aide d'un circuit intégré commercial MS3110 fabriqué par Irvine Sensors (CA, USA). La résolution en déplacement des mâchoires de la micro-pince obtenue alors était de l'ordre de 5 nm. Afin d'améliorer la résolution, j'ai proposé et mis en œuvre le système de mesure du capteur capacitif, présenté sur la Figure 2.1-11, qui a ensuite été transféré au LIMMS à l'Université de Tokyo. Il consiste en une architecture différentielle de convertisseurs courant-tension associés à une détection synchrone. L'utilisation des convertisseurs courant-tension apporte le bénéfice d'impédances d'entrée de l'ordre de quelques ohms, ce qui permet de limiter la perte du signal utile dans les capacités parasites des câbles qui relient la micro-pince au système de mesure. La structure différentielle permet de manière classique la réjection des effets des éléments parasites de mode commun ainsi que du bruit cohérent ajouté. La détection synchrone effectuée à la fréquence de 10 kHz permet d'une part de s'éloigner du bruit de scintillation en $1/f$ et effectue d'autre part l'acquisition sélective de la réponse du capteur. La fréquence f_{ref} employée pour la mesure est choisie plus élevée que la fréquence de résonance de la micro-pince, de l'ordre de 2 kHz, afin d'éviter toute excitation mécanique de la structure par le signal électrique employé pour la mesure. La tension de sortie du montage V_{out} est proportionnelle à la variation ΔC de la capacité différentielle, qui, dans l'hypothèse des petits déplacements[1], est proportionnelle à Δx. Dans des conditions expérimentales où le signal de mesure est d'amplitude V_0 = 1V à 10 kHz, la sensibilité obtenue en mesure de capacité est de l'ordre de 444 μV.fF^{-1}, ce qui équivaut à une sensibilité en déplacement de 53 mV.μm^{-1}. Compte tenu du rapport signal sur bruit et des performances de la détection synchrone, la résolution de mesure du déplacement des mâchoires de la micro-pince s'établit alors à 0,2 nm, ce qui constitue une amélioration d'un facteur 25 par rapport à la technique précédemment employée. La phase φ du signal démodulé vaut 90°, traduisant la nature purement capacitive de l'impédance du capteur.

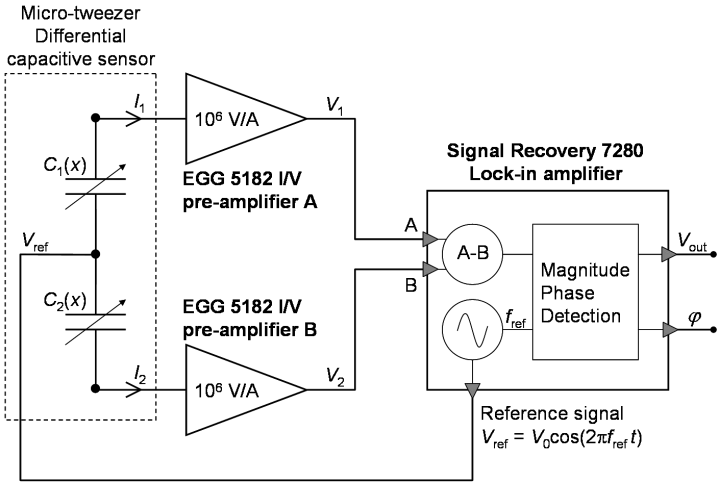


Figure 2.1-11 : Représentation schématique de l'architecture du système expérimental de mesure du signal du capteur capacitif différentiel de la micro-pince.

[1] Lorsque l'hypothèse n'est pas vérifiée, il faut prendre en compte plus complètement dans l'analyse des résultats la variation non linéaire des capacités du capteur en fonction du déplacement les armatures. Dans le cas du dispositif étudié, il a été vérifié que l'hypothèse des petits déplacements était valable pour des mouvements des mâchoires de la micro-pince allant jusqu'à 1 μm.

En utilisant l'architecture du système de mesure de la Figure 2.1-11, des caractérisations mécaniques de trois types ont été effectuées au LIMMS par Christophe Yamahata sur des cordes d'ADN illustrées sur la Figure 2.1-10 (c). Il s'agit de mesures quasi-statiques de type déformation-contrainte, de mesures de la réponse transitoire à un échelon d'élongation, et de mesures de la réponse dynamique[1] à la fréquence de résonance du système mécanique constitué de la micro-pince et de la corde d'ADN. Le calibrage des mesures, qui permet ensuite l'extraction des paramètres mécaniques des cordes d'ADN, est obtenu à partir de la connaissance de la géométrie de la micro-pince, et des propriétés de l'actionneur et du capteur. En particulier, la constante de raideur et la masse de l'équipage mobile sont respectivement de 50 $N.m^{-1}$ et 190 µg. Ces valeurs sont confirmées par l'analyse harmonique de la micro-pince « à vide » qui donne la valeur de la fréquence de résonance du mode fondamental à 2,6 kHz.

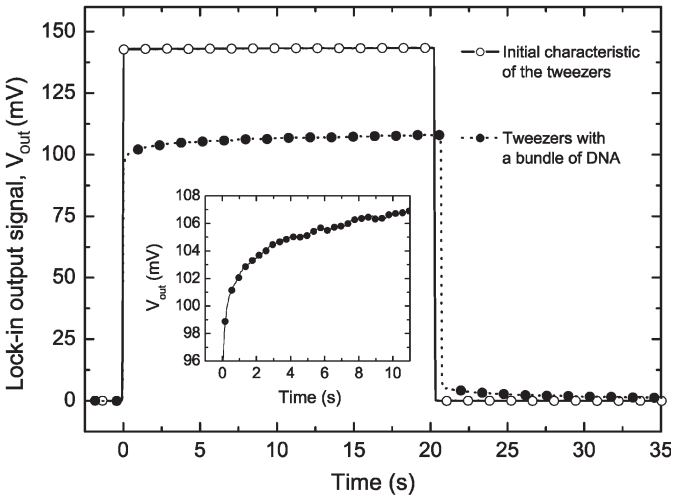


Figure 2.1-12 : Réponse transitoire de la micro-pince à vide et chargée par la corde d'ADN pour un large déplacement (>2µm) des mâchoires.

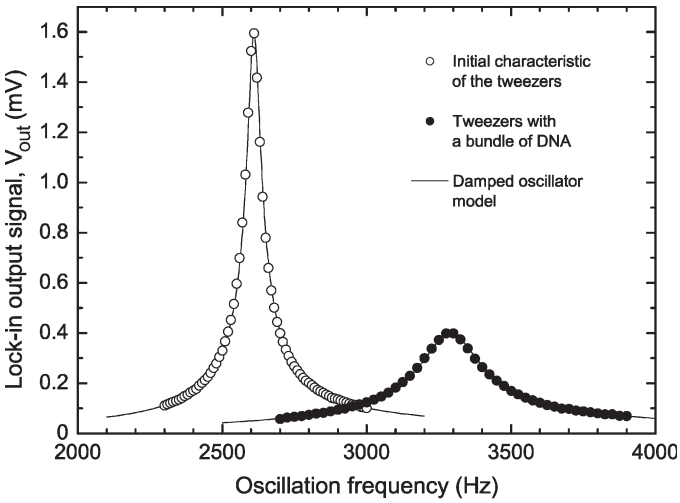
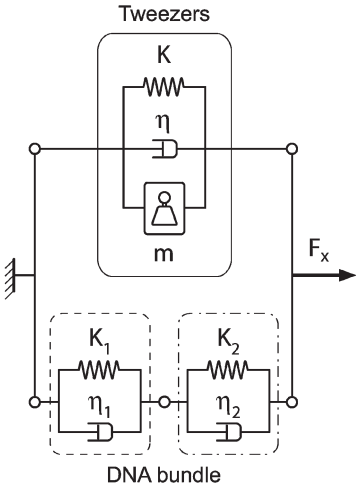


Figure 2.1-13 : Réponse fréquentielle, mesurée dans l'air, de la micro-pince à vide et chargée par la corde d'ADN en régime de petits déplacements. Le coefficient de qualité vaut 56 à vide, et 17 en présence de la corde d'ADN.

[1] Pour ce type de mesures, le système de la Figure 2.1-11 est modifié pour appliquer le signal de référence à l'actionneur de la micro-pince, le capteur capacitif étant polarisé par une tension continue. La détection synchrone est effectuée en seconde harmonique pour tenir compte de la dépendance quadratique du déplacement de l'actionneur électrostatique en fonction de la tension appliquée.



Tweezer
K = 50 N.m^{-1}
m = 190 µg
η = 5.6 10^{-5} N.m^{-1}.s

DNA visco-elastic behaviour
K_1 = 30 N.m^{-1}
η_1 = 1.8 10^{-4} N.m^{-1}.s

DNA gliding
$\tau_2 = K_2 / \eta_2$ = 1.25 s

Figure 2.1-14 : Modélisation du système micro-pince + corde d'ADN sous la forme d'un oscillateur harmonique amorti. Les paramètres (K_1, η_1) et (K_2, η_2) sont extraits respectivement de la réponse dynamique et de la réponse transitoire du système.

Les mesures quasi-statiques donnent accès à la constante de raideur de la corde d'ADN et par là-même au nombre de brins la composant qui est de l'ordre du million[1]. Les Figure 2.1-12 et Figure 2.1-13 présentent les réponses transitoires et harmoniques de la pince à vide et chargée par la corde d'ADN. Il faut signaler qu'au cours des expériences les déformations imposées à la corde d'ADN sont réversibles. La réponse transitoire montre clairement un phénomène de relaxation viscoélastique associé à une constante de temps lente de l'ordre de la seconde. La réponse fréquentielle fait apparaître quant à elle un décalage vers les hautes fréquences de la résonance de la micro-pince chargée par la corde d'ADN, associé à une dégradation du coefficient de qualité. Ces effets sont à relier à la raideur ajoutée de la corde d'ADN en parallèle de celle de la micro-pince et aux phénomènes de dissipation additionnels. Ainsi, il est possible de proposer un modèle pour la corde d'ADN décrit par 2 cellules de Kevin-Voigt, comme le montre la Figure 2.1-14. La première rend compte des caractéristiques viscoélastiques de l'ADN extraites de la réponse dynamique de la Figure 2.1-13, la seconde correspond à la constante de temps lente observée dans la réponse transitoire. Cette dernière est attribuée au glissement des brins d'ADN au sein de la corde.

Ces résultats montrent que les microsystèmes et les micro-pinces peuvent être employés pour caractériser les propriétés mécaniques des nano-objets comme des assemblages biomoléculaires d'ADN. Ces activités expérimentales sont à la croisée de multiples disciplines : conception des micro-mécanismes, sciences et techniques de la mesure, biochimie, biologie... L'exemple souligne en particulier l'importance de la maitrise des forces et des déplacements. Dans le cas présenté, la résolution en déplacement est de l'ordre de 0,2 nm, ce qui induit une résolution en force de l'ordre de 10 nN. Cette résolution est suffisante pour caractériser des effets à l'échelle d'assemblages biomoléculaires, comme le suivi temporel de la digestion enzymatique de l'ADN. Elle demeure néanmoins insuffisante pour caractériser la molécule unique qui requiert 3 décades d'amélioration. Une piste possible concerne l'optimisation du mécanisme de la pince. Ainsi, dans le cadre de la thèse en cours d'Aymen Grira, menée en collaboration avec le CEA-LIST, les travaux utilisent une approche non-intuitive de synthèse automatique de micro-mécanismes flexibles sous contraintes optimisés par algorithme génétique. Plus d'informations sur ces travaux sont données dans la référence [44].

[1] Le calcul fait l'hypothèse de la raideur d'un brin d'ADN de 3.10^5 N.m^{-1} dans le domaine élastique.

2.2 CONTRIBUTION AU DOMAINE DES RESONATEURS MICRO-ELECTROMECANIQUES

2.2.1 RESONATEURS MICRO-ELECTROMECANIQUES : DEFINITION ET CONTEXTE

Commençons par définir la notion de résonateur micro-électromécanique. Il s'agit d'un dispositif constitué d'une structure mécanique qui vibre selon l'un des ses multiples modes possibles, et qui se réduit pour un mode donné à un système masse-ressort amorti. Les propriétés sont alors définies par une fréquence de résonance f_{res}, une raideur effective k_{eff} et un coefficient de qualité Q. Dans l'approche d'un physicien, il est assimilable à un oscillateur harmonique amorti. La structure mécanique vibrante est par ailleurs associée à des transductions électromécaniques permettant, d'une part, de l'exciter en régime d'oscillation forcée, et d'autre part, d'en extraire un signal électrique qui est l'image de la vibration mécanique. Ainsi, au niveau d'un système électronique, le résonateur micro-électromécanique va permettre d'exploiter, dans le domaine électrique, les propriétés de la vibration mécanique pour des applications variées : filtres de signal, oscillateurs[1], capteurs. Les propriétés recherchées sont relatives à la qualité de la résonance mécanique obtenue. En particulier, les coefficients de qualité mécaniques sont bien supérieurs à ceux observés pour des résonateurs purement électriques, le produit $f_{res} \times Q$ d'un résonateur mécanique en silicium pouvant atteindre 10^{13} [45]. De plus, la résonance peut être altérée par des interactions avec l'environnement : une masse ajoutée à la partie vibrante, un champ de force externe ou une perturbation inertielle sont susceptibles de provoquer des variations détectables de la fréquence de résonance, de l'amplitude de vibration et/ou du coefficient de qualité, ce qui ouvre naturellement la voie à la réalisation de multiples capteurs. La partie 2.3 de ce manuscrit en présentera un exemple.

A cette définition basée sur la sémantique, il convient d'ajouter quelques éléments de l'histoire des MEMS pour affiner le champ couvert par les résonateurs micro-électromécaniques. Si l'on excepte le travail pionnier –et avant-gardiste– de Nathanson de 1967 concernant la réalisation de transistors à grille résonante [46], l'activité de recherche concernant les résonateurs MEMS s'est intensifiée dans les années 1990. Cette activité a profité des progrès du micro-usinage de surface des matériaux en films minces dans la filière silicium durant les années 1980, ainsi que de ceux relatifs à la réalisation des micro-actionneurs électrostatiques. Les réalisations sont alors principalement américaines et celle de Tang, Nguyen et Howe à Berkeley en 1989 est considérée comme la première du genre[2] [47]. Il s'agit un résonateur micro-électromécanique vibrant dans le plan, munis de transductions électrostatiques à peignes inter-digités. Les activités internationales ont été motivées dès lors par les applications à fort volume liées aux communications mobiles et au traitement du signal à haute fréquence. En effet, au delà des avantages apportés par les propriétés de la résonance mécanique, la fabrication des résonateurs MEMS est collective, compatible avec les technologies de la micro-électronique sur silicium, et leur intégration est possible au sein des circuits intégrés. Les gains escomptés se situent au niveau de l'encombrement des systèmes, du coût de leur fabrication et de leur consommation électrique. En ce sens, les résonateurs MEMS se définissent alors par opposition à d'autres dispositifs exploitant en particulier des ondes acoustiques et des matériaux piézo-électriques, comme les références de fréquence à quartz ou les filtres à ondes de surface[3].

---

[1] Il faut noter ici que l'oscillateur en électronique se différencie de l'oscillateur en physique par le fait qu'il associe au résonateur un circuit d'entretien compensant les pertes pour constituer une base de temps ou une référence de fréquence.

[2] Howe et Muller de Berkeley avaient cependant réalisé en 1984 un résonateur MEMS à actionnement électrostatique de type pont, vibrant hors plan et destiné à des applications de détection de gaz.

[3] Ces dispositifs, qui mettent œuvre la propagation d'ondes acoustiques, comme le font également les lignes à retard, sont développés depuis les années 1950-1960 et sont utilisés largement dans la radiodiffusion.

Ainsi, la définition du résonateur micro-électromécanique formulée par la communauté MEMS dans les années 1990 pourrait être synthétisée par :

Un dispositif miniaturisé, à l'échelle de quelques centaines de micromètres, développé en premier lieu pour des applications de traitement du signal,
- exploitant les propriétés de la résonance mécanique d'une structure libérée, vibrant selon un mode structurel de type masse-ressort ou selon un mode de flexion,
- incluant des transductions électromécaniques intégrées, les principes électrostatiques et capacitifs étant majoritaires dans les réalisations,
- dont la fabrication est compatible avec les procédés de la microélectronique sur silicium, en vue d'une intégration future au sein des circuits intégrés.

La recherche de performances accrues en termes de fréquence de résonance et de coefficient de qualité a conduit à la diversification des géométries des résonateurs et des modes de vibration exploités. Des navettes mobiles [47] et poutres en flexion initiales, les dispositifs ont intégré toute une zoologie de géométries et de modes de vibration, privilégiant des modes de volume ou de contour d'ordres élevés, afin d'augmenter les fréquences de résonance et de contenir les dissipations [48,49]. Par ailleurs, les développements des procédés technologiques ont permis d'intégrer dans la filière silicium de nouveaux matériaux : le silicium-germanium polycristallin [50], pour sa faible température de dépôt compatible avec une co-intégration CMOS, et le diamant polycristallin [51] pour sa vitesse du son supérieure à celle du silicium, en sont deux exemples. Les transductions électromécaniques se sont également diversifiées [52], même si les principes électrostatiques et capacitifs ont maintenu leur prédominance certaine. On peut citer la détection piézo-résistive, l'actionnement et la détection piézo-électriques, l'actionnement thermique, l'actionnement électrostrictif ou la détection par effet transistor. En termes d'applications, c'est le domaine des capteurs qui a succédé à celui du traitement du signal. La sensibilité de la fréquence de résonance à la variation de la masse effective du résonateur en fait un excellent candidat pour la mesure des masses faibles. Roukes et Craighead ont rivalisé de prouesses dans la course à la détection de l'attogramme [53] puis du zeptogramme [54]. Si le graal dans ce domaine est la détection statistique de la masse d'un proton, les applications autour desquelles se concentrent majoritairement les efforts concernent l'utilisation de cette sensibilité en masse pour réaliser des capteurs gravimétriques de haute résolution, attendus pour leur impact considérable dans les domaines du contrôle environnemental, de l'analyse chimique et biologique, et de la sécurité [55,56]. Les applications au domaine de l'inertiel [57] ont principalement concerné les gyromètres vibrants exploitant la force de Coriolis, que l'on retrouve dans les systèmes de contrôle de trajectoire des véhicules, mais également dans nombre d'appareils électroniques nomades ou de divertissement [58]. Par ailleurs, les résonateurs MEMS ont trouvé une extension dans les dimensions nanométriques pour devenir des objets d'étude à part entière pour les physiciens, et aussi un moyen de caractériser des nano-objets[1], comme les nanotubes de carbone [59], les nano-fils [60,61] ou les feuillets de graphène [62]. Ainsi, la mise en évidence de la quantification du mouvement mécanique [63,64], l'étude des phénomènes d'auto-oscillation [65,66], des phénomènes non-linéaires [67,68], des effets dissipatifs [69,70], ou l'exploitation de nouveaux modes d'excitation et de détection [60,71], constituent autant de champs d'investigation explorés par les physiciens des NEMS depuis le début des années 2000.

Au niveau du groupe de recherche NAM6, l'activité concernant les résonateurs micro-électromécaniques a démarré en 2000 dans le cadre du projet européen MELODICT et elle a notamment fait l'objet des thèses d'Emmanuel Quévy [72] et de

[1] Dans ce cas, c'est le nano-objet lui-même qui constitue l'élément vibrant du résonateur NEMS.

Vincent Agache [73] entre 2000 et 2004. Leurs travaux ont conduit à des réalisations technologiques de premier plan, concernant notamment la possibilité de fabriquer des entrefers de transduction capacitive de dimensions nanométriques (50 nm) [74] pour des résonateurs en gamme IF, et l'obtention de fréquences de résonance de 1,1 GHz pour les dispositifs les plus avancés en gamme RF [75]. A partir de 2004, l'activité s'est positionnée dans le cadre de collaborations industrielles pour des applications dans le domaine des références de fréquence. En effet, il est apparu que l'utilisation de résonateurs MEMS pour le filtrage des signaux électriques avait peu d'avenir, vu les performances atteintes alors par les solutions concurrentes piézoélectriques à ondes de volume de type BAW ou FBAR, permettant également d'intégration avec la microélectronique. Le principal grief porté aux résonateurs MEMS à transduction capacitive concerne les valeurs toujours trop élevées de l'impédance *motionnelle*[1] comparée à l'impédance caractéristique 50 Ω des systèmes RF. La forte désadaptation d'impédance résultante provoque des pertes d'insertion rédhibitoires qui pénalisent l'utilisation des résonateurs MEMS pour les applications de filtrage passif dans les architectures RF.

Dans la période récente, j'ai ainsi contribué à l'encadrement de 2 thèses sur le sujet, l'une en collaboration avec NXP Semiconductors à Caen (thèse de Marc Sworowski), l'autre dans le cadre d'une collaboration entre l'IEMN, le CEA-LETI et ST Microelectronics (thèse de Cédric Durand) [76,77]. Ces travaux sont illustrés dans les parties suivantes. Je suis particulièrement impliqué depuis 2001 dans la caractérisation électrique des résonateurs électromécaniques, en relation étroite avec la plateforme de caractérisation électrique de l'IEMN. En particulier, j'entretiens depuis 2008 une coopération avec la société Agilent Technologies (CA, USA), ce qui a permis de développer une technique de mesure du signal des résonateurs MEMS aux performances remarquables. Ces résultats récents seront présentés dans un troisième temps.

2.2.2 RESONATEURS A 24 MHZ – COLLABORATION NXP SEMICONDUCTORS

L'objectif de la collaboration entre NXP Semiconductors et l'IEMN, dans le cadre de la thèse de Marc Sworowski, consiste à réaliser la fonction référence de fréquence, habituellement remplie par un quartz, en utilisant un résonateur micro-électromécanique à transduction capacitive. Les travaux s'appuient sur la technologie industrielle d'intégration de composants passifs sur silicium développée par NXP. Plus précisément, le résonateur s'intègre dans le substrat d'interconnexion en silicium utilisé dans l'approche *System-in-Package* (SiP), destiné habituellement à la réalisation des composants passifs de type résistance, inductance et capacité [78]. La fréquence visée est de 24 MHz et les dispositifs doivent offrir un maximum de performances en termes de facteur de qualité, de tension d'alimentation, de résistance *motionnelle* et de précision fréquentielle. La fabrication étant réalisée sur l'outil industriel, les procédés doivent rester compatibles avec ceux de la technologie de NXP. En particulier, il n'y aura pas recours à des substrats de type SOI, le substrat de départ étant du silicium massif.

Plusieurs types de structures ont été étudiés et fabriqués [76]. La suite du texte se focalise sur celle qui a conduit aux résultats les plus prometteurs [79]. La structure mécanique vibrante est un disque de silicium de 100 μm de rayon et de 20 μm d'épaisseur, suspendu en son centre et vibrant sur un mode extensionnel. L'entrefer de transduction capacitive est de 110 nm, afin d'assurer un bon couplage électromécanique et obtenir au final une faible résistance *motionnelle*. La Figure 2.2-1 présente des vues du dispositif.

[1] L'impédance *motionnelle* d'un résonateur MEMS est définie comme l'impédance électrique du dipôle lorsque le résonateur MEMS est utilisé comme un dispositif à 1 port, et comme le rapport entre le courant de sortie et la tension appliquée à l'entrée lorsqu'il est utilisé en configuration 2 ports. Les impédances *motionnelles* ont typiquement des valeurs comprises entre le kΩ et quelques dizaines de MΩ à la résonance.

Le disque est défini par une double gravure profonde en face avant et en face arrière. L'entrefer nanométrique de la transduction capacitive est obtenu par l'utilisation d'une couche sacrificielle d'oxyde de silicium qui est libérée en fin du procédé de fabrication. Les parties fixes et mobiles du dispositif, formant les électrodes de part et d'autre de l'entrefer, sont couvertes d'une couche de silicium polycristallin fortement dopé.

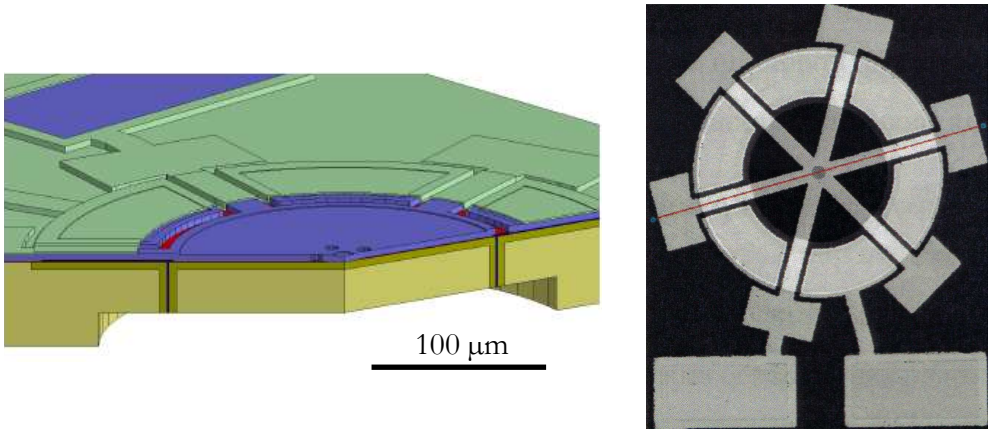


Figure 2.2-1 : (gauche) Ecorché schématique du résonateur micro-électromécanique. Le disque vibrant est défini par une gravure face avant et une gravure face arrière. (droite) Image optique en vue de dessus du dispositif fabriqué montrant les 6 poutres qui suspendent le disque en son centre. D'après [76].

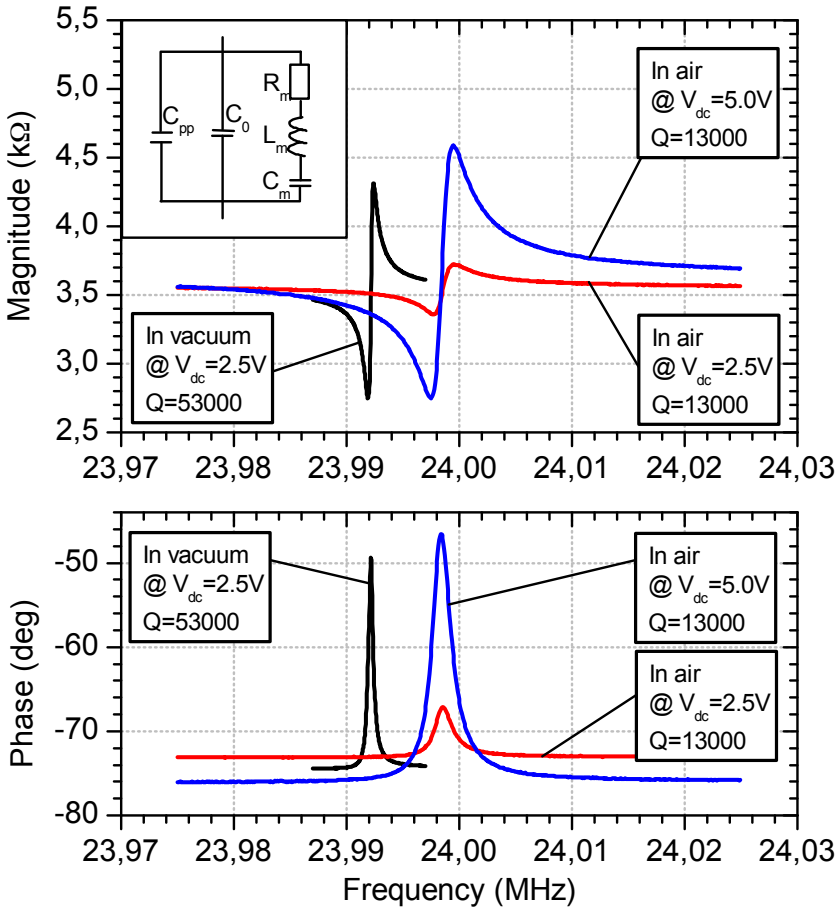


Figure 2.2-2 : Caractérisations expérimentales de la réponse fréquentielle en amplitude et en phase d'un résonateur micro-électromécanique constitué d'un disque de silicium de 100 µm de diamètre pour différentes conditions de polarisation et de pression. L'insert schématise le modèle électrique équivalent du dipôle.

La Figure 2.2-2 présente les caractérisations électriques d'un dispositif typique pour différentes polarisations et pressions d'utilisation. On note que le coefficient de qualité atteint 53 000 sous vide (13 000 à l'air). Le dispositif fonctionne avec des polarisations très basses, de l'ordre de 2,5 V et présente une résistance *motionnelle* de 2,1 kΩ sous 5 V à basse pression. Cette valeur est remarquablement faible pour un dispositif à transduction capacitive. Ces résultats rendent les résonateurs MEMS développés particulièrement attractifs pour une utilisation en remplacement du quartz dans l'approche SiP.

Le Tableau 2.2-1 résume les paramètres représentatifs du résonateur micro-électromécanique opérant à basse pression. Les caractérisations ont permis de déterminer l'amplitude critique de vibration du résonateur à partir de laquelle apparaissent les non-linéarités. Sa connaissance permet de déterminer la puissance maximale admissible qui s'élève à 16 μW, ce qui est du même ordre de grandeur que pour des résonateurs à quartz. On nuancera toutefois ces résultats par la valeur du coefficient de dérive thermique de la fréquence de résonance qui est de -20,9 ppm/°C. C'est une valeur classique pour un résonateur en silicium, mais qui nécessite la mise en place d'une compensation pour une utilisation en tant que référence de fréquence. A ce stade, on peut citer quelques options possibles. Certaines d'entre elles viennent directement des techniques employées pour d'autres oscillateurs, comme l'utilisation d'un circuit de compensation mesurant la température du dispositif et ajustant en conséquence la fréquence propre. Dans le cas d'un résonateur MEMS, cet ajustement est obtenu en exploitant la non-linéarité dépendante de la polarisation connue sous le terme de *frequency pulling*. Au niveau d'un système, la correction peut être appliquée en modifiant le coefficient multiplicateur d'une boucle à verrouillage de phase numérique. Une autre possibilité consiste à placer le dispositif résonant dans une capsule dont la température est régulée. Des solutions spécifiques aux MEMS font également l'objet d'études. Elles exploitent des dépôts ou des inserts d'oxyde de silicium au sein de la masse vibrante. Ce matériau présente une dépendance du module d'Young à la température qui est opposée à celle du silicium, ce qui permet la compensation des dérives thermiques du résonateur.

Tableau 2.2-1 : Paramètres caractéristiques du résonateur MEMS sous une polarisation de 5 V et pour un fonctionnement sous vide (pression inférieure à 50 mTorr). D'après [79].

Paramètres	Notation	Valeur
Rayon du résonateur	R	100 μm
Epaisseur du résonateur	t	20 μm
Largeur de l'entrefer	d	110 nm
Masse effective	m_{eff}	550 ng
Raideur effective	k_{eff}	13 MN.m^{-1}
Facteur de qualité	Q	53 000
Fréquence de résonance	f_{res}	24,0 MHz
Capacité parasite	C_{PP}	1,2 pF
Capacité statique du transducteur	C_0	0,6 pF
Résistance *motionnelle*	R_m	2,1 kΩ
Inductance *motionnelle*	L_m	740 mH
Capacité *motionnelle*	C_m	60 aF
Amplitude critique	A_{crit}	30 nm
Puissance admissible	P_M	16 μW

Ce travail s'inscrit dans le cadre du laboratoire commun entre ST Microelectronics et l'IEMN. Il a été mené au cours des travaux de thèse de Cédric Durand [77]. L'objectif consiste à développer des résonateurs micro-électromécaniques pour des applications de référence de fréquence dans la gamme de quelques dizaines de MHz. L'approche technologique choisie diffère radicalement de celle employée pour les travaux décrits dans le précédent paragraphe 2.2.2. En effet, les dispositifs MEMS sont réalisés ici en co-intégration totale avec des transistors, c'est-à-dire qu'ils sont fabriqués simultanément et en pleine compatibilité avec des étapes de *front-end* d'un procédé CMOS. La technologie retenue est la technologie *Silicon On Nothing* (SON) [80] qui dispose d'une couche sacrificielle de SiGe utilisable pour libérer des microstructures mécaniques réalisées dans du silicium monocristallin. Les dispositifs ont été fabriqués sur l'outil industriel de ST Microelectronics à partir de substrats de 8 pouces de diamètre. La Figure 2.2-3 décrit schématiquement les principales étapes technologiques conduisant à la réalisation des microstructures libérées. L'architecture de ces résonateurs MEMS est constituée d'une poutre vibrante sur un mode de flexion en configuration bi-encastrée, associée à une excitation électrostatique et une détection qui est soit capacitive, soit basée sur l'utilisation d'un transistor MOS vertical. Dans ce dernier cas, la poutre du résonateur joue le rôle d'une grille vibrante. La variation temporelle de la capacité de grille induite par la vibration provoque la modulation du courant du canal du transistor. L'intérêt de cette détection réside dans l'amplification du signal du résonateur micro-électromécanique obtenue grâce à l'effet transistor [46,81,82].

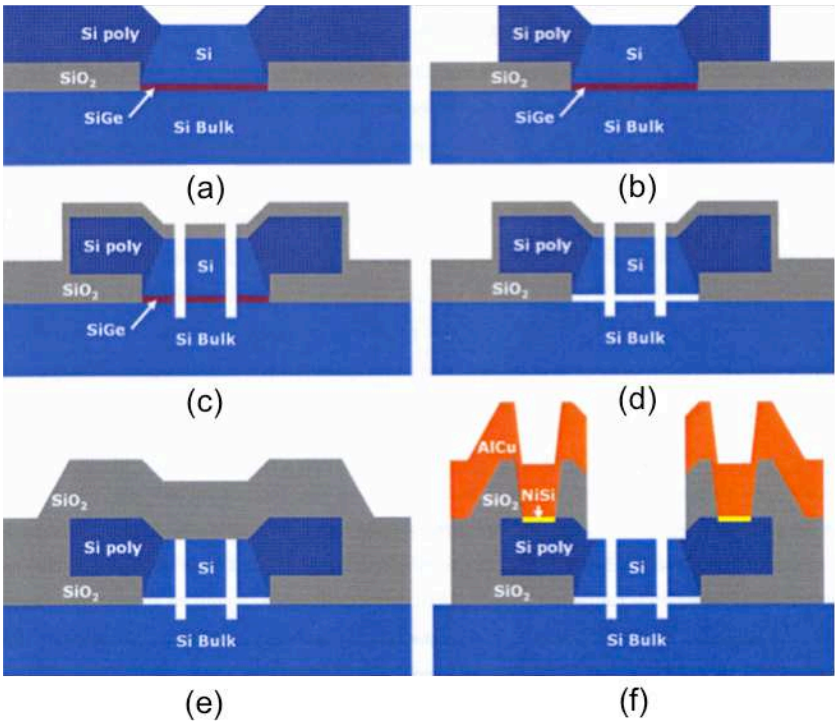


Figure 2.2-3 : Procédé de fabrication des résonateurs MEMS utilisant la technologie Silicon On Nothing. (a) Début du procédé. La couche structurelle de silicium monocristallin est épitaxiée sur la couche sacrificielle de silicium-germanium. La couche de silicium polycristallin est destinée à reprendre les contacts électriques des transducteurs capacitifs. (b) Lithographie et gravure de la couche de silicium polycristallin. (c) Gravure de la couche structurelle de silicium monocristallin et définition du résonateur. (d) Libération du résonateur par gravure de la couche de silicium-germanium. (e) Dépôt d'une couche d'oxyde de silicium. (f) Gravure de l'oxyde de silicium et reprise des contacts électrique par un niveau métallique. D'après [77].

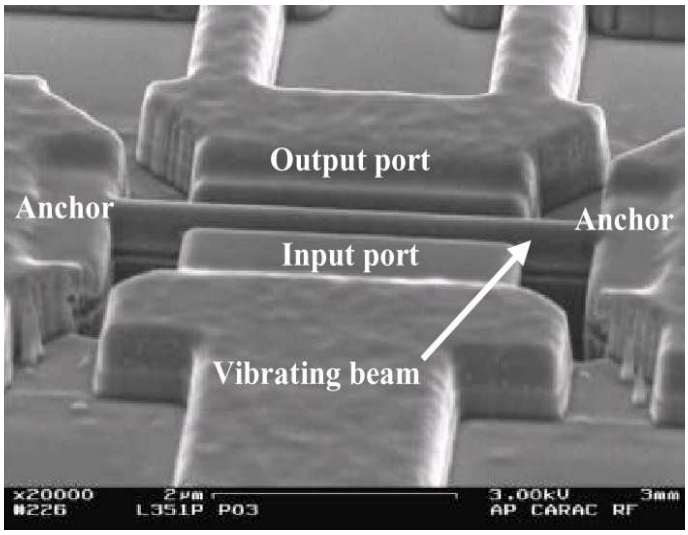


Figure 2.2-4 : Image de microscopie électronique à balayage d'un résonateur MEMS fabriqué dans le front-end du procédé industriel de ST Microelectronics par la technologie Silicon On Nothing.

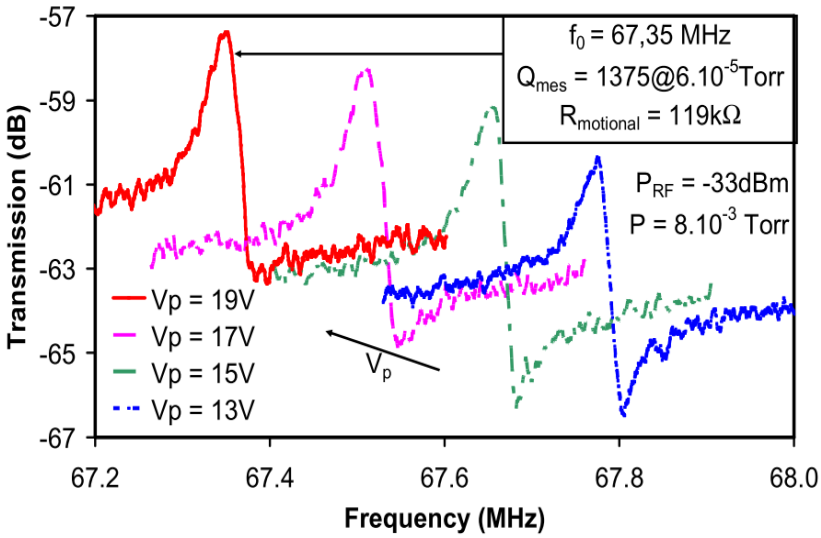


Figure 2.2-5 : Mesures en transmission obtenues grâce à un analyseur de réseau vectoriel d'un résonateur MEMS pour différentes valeurs de la tension de polarisation. Le dispositif est constitué d'une poutre vibrante de 5 µm de long, 200 nm de large et 400 nm de hauteur. Les entrefers ont une largeur de 110 nm. Les mesures exploitent la détection par transduction capacitive. Les caractérisations sont réalisées sous vide secondaire.

La Figure 2.2-4 montre un exemple de dispositif constitué d'une poutre de 4,5 µm de long, de 400 nm de hauteur et de 200 nm de largeur. Cette poutre est séparée des électrodes d'excitation et de détection par un entrefer de l'ordre de 100 nm de largeur. On remarque sur la partie haute de la figure que le port de sortie du dispositif comporte deux accès électriques distincts qui constituent les source et drain du canal d'un transistor MOS vertical, lorsque cette configuration est choisie pour la détection du signal *motionnel*. Ce type de dispositif, en fonction des dimensions exactes et de l'ordre du mode de résonance exploité, présente des fréquences de résonance dans la gamme 15–160 MHz. Des facteurs de qualité de l'ordre de 1 000 ont été mesurés sous vide et les résistances *motionnelles* à la résonance sont de l'ordre de 100 kΩ. La Figure 2.2-5 montre un exemple de réponse en fréquence d'un dispositif vibrant à 67,5 MHz. On observe la dépendance de la fréquence de résonance en fonction de la polarisation continue appliquée au dispositif (effet de *frequency pulling*), ce qui offre la possibilité d'ajuster la fréquence de résonance.

La caractérisation de ces dispositifs conduit à l'obtention de signaux faibles, la Figure 2.2-5 montrant en particulier des coefficients de transmission de l'ordre de -60 dB. Ces niveaux faibles proviennent de la forte impédance *motionnelle* des dispositifs, de l'ordre de 100 kΩ, ce qui constitue une forte désadaptation par rapport à l'impédance caractéristique 50 Ω des appareils de mesure usuels. De surcroît, le signal *motionnel* est superposé à un fond de signal d'amplitude quasi équivalente provenant des capacités parasites de couplage direct entre les ports d'entrée et de sortie du résonateur MEMS. Ainsi, les pics de résonance s'expriment avec un contraste limité, ce qui rend non seulement leur détection difficile au cours des mesures, mais ce qui limite aussi en pratique les applications des dispositifs. Plus la fréquence de résonance du dispositif est élevée, plus les couplages capacitifs parasites prennent de l'importance vis à vis du signal *motionnel*. Ainsi, sur les résonateurs MEMS au delà de 80 MHz, les pics de résonance présentent des amplitudes de moins de 1 dB, ce qui nécessite des temps longs d'acquisition et une inspection minutieuse des spectres afin de localiser le signal utile.

Afin de contrer la difficulté, des parades existent, l'une d'entre elles consistant à éliminer le couplage capacitif parasite. Pour ce faire, on exploite les propriétés non linéaires de la transduction capacitive, que ce soit au niveau de l'excitation ou de la détection. En effet, la force électrostatique est proportionnelle au carré de la tension appliquée, et le courant *motionnel* correspond au produit de la variation de la capacité du transducteur par la tension de polarisation. Ainsi, il apparaît tout à fait possible d'exciter et/ou de détecter la vibration du résonateur en utilisant une combinaison de signaux électriques dont les fréquences diffèrent de celle de la résonance mécanique. Cette technique permet donc d'extraire le signal *motionnel* du résonateur tout en rejetant les signaux de couplage parasite issus de phénomènes purement électriques à des fréquences différentes. Cette technique de caractérisation des résonateurs MEMS est appelée « mixage électromécanique » [83] et nous l'avons mis en œuvre pour les dispositifs de plus haute fréquence. Le dispositif expérimental est présenté sur la Figure 2.2-6. Il consiste à exploiter la non-linéarité de l'excitation électrostatique par l'application d'un signal bi-ton dont le mixage des composantes génère la force appliquée à la structure vibrante.

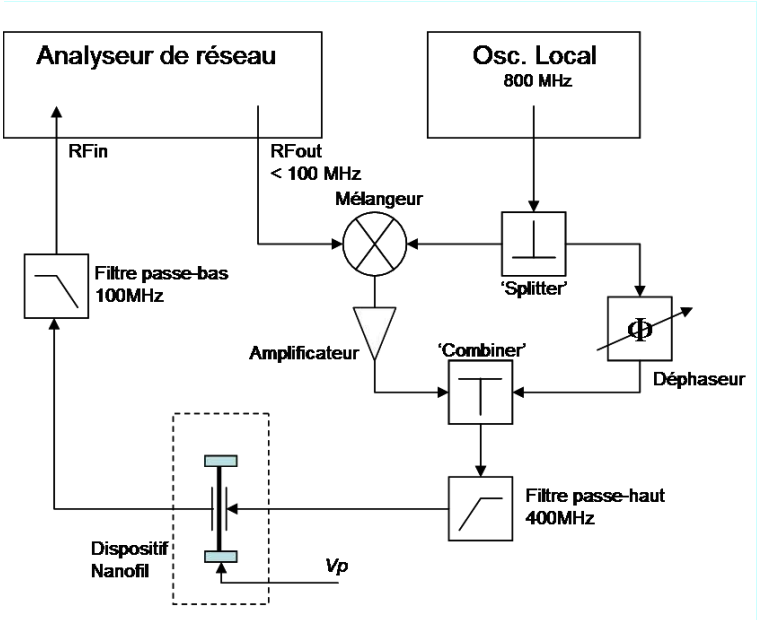


Figure 2.2-6 : Vue schématique du montage expérimental permettant la caractérisation des résonateurs MEMS par une technique de mixage électromécanique appliquée au transducteur d'excitation du dispositif. Le signal bi-ton d'excitation est généré par le mixage du signal d'un oscillateur local avec le signal d'analyse RF_{out}.

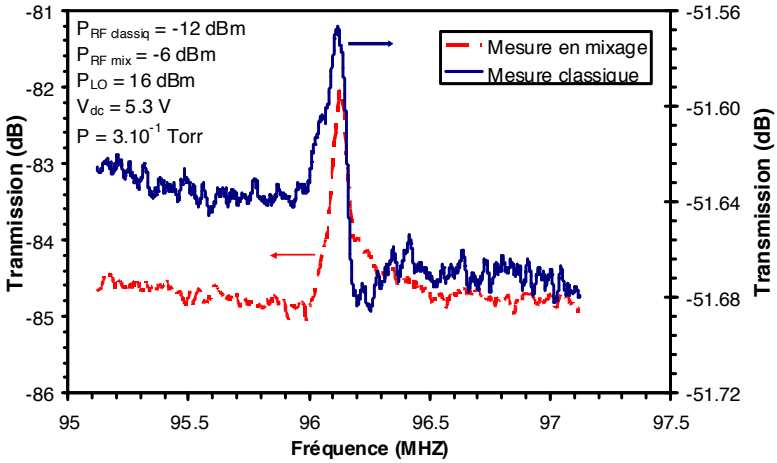


Figure 2.2-7 : Mesure en transmission d'un résonateur à 96 MHz. La courbe en bleu représente la réponse obtenue par la mesure directe. La courbe en rouge représente celle issue de la technique de mixage décrite sur la Figure 2.2-6.

La Figure 2.2-7 présente un exemple de mesure utilisant la technique de mixage électromécanique. Un même dispositif à 96,1 MHz est caractérisé en transmission classique et par la technique de mixage. Les niveaux de puissance des différents signaux sont ajustés pour que *in fine* l'excitation mécanique du résonateur soit de même intensité dans les deux cas. On constate qu'entre les deux mesures, le niveau de fond de couplage capacitif parasite est diminué de plus de 30 dB, ce qui traduit bien l'aptitude de la technique de mixage à rejeter les contributions parasites à des fréquences autres que la fréquence de la résonance mécanique d'intérêt. Par ailleurs, l'expression du pic de résonance présente un contraste meilleur : il apparaît avec une amplitude de l'ordre de 3 dB contre 0,1 dB lorsque la mesure est effectuée en transmission classique. Malgré cette amélioration, il demeure difficile de mesurer ces dispositifs avec une haute résolution. D'autres solutions doivent être mises en œuvre. Une option consiste à employer une électronique co-intégrée au résonateur, afin d'amplifier le signal *motionnel*. L'intégration la plus intime qui peut être mise en œuvre reprend le concept de Nathanson de 1967, à savoir utiliser la poutre du résonateur comme grille vibrante modulant le courant du canal d'un transistor MOS. Cette solution a été mise en œuvre dans le cadre des travaux de la thèse de Cédric Durand, en tirant parti de l'utilisation de la technologie SON de ST Microelectronics pour la fabrication des dispositifs. La description des résultats et des mesures ne sera pas développée plus en avant dans ce paragraphe, l'essentiel de la réalisation étant reprise dans une publication reproduite en annexe [84].

En conclusion, ces travaux, pour lesquels les dispositifs sont fabriqués dans le *front-end* d'un procédé CMOS, démontrent qu'une très forte intégration des résonateurs micro-électromécaniques est possible au cœur des circuits intégrés. Ils illustrent également que si la taille des structures vibrantes est réduite[1], l'exploitation du signal *motionnel* est rendue difficile : d'une part, la réduction de l'aire des armatures des capacités[2] conduit inexorablement à l'augmentation de la résistance *motionnelle* à la résonance. D'autre part, la réduction des dimensions favorise les couplages capacitifs indésirables, ce qui, aux fréquences élevées, contribue à noyer le pic de résonance dans un fond de signal parasite. La partie suivante propose une technique originale exploitant les propriétés des ondes hyperfréquences pour répondre à ces difficultés liées à la caractérisation des résonateurs MEMS à transduction capacitive.

[1] Dans le cas présent, les dispositifs pourraient être qualifiés de « résonateurs NEMS ».
[2] Technologiquement parlant, il n'est pas possible de réduire suffisamment la largeur de l'entrefer pour compenser entièrement la diminution de l'aire des armatures de la capacité de transduction. Ainsi, lorsque les dimensions de l'élément vibrant diminuent, la capacité et l'efficacité de transduction diminuent également.

2.2.4 RESULTATS DE LA COOPERATION AGILENT TECHNOLOGIES / IEMN

Les résonateurs MEMS présentés précédemment utilisent la transduction capacitive, à savoir une excitation mécanique par force électrostatique et une détection par le courant issu de la variation temporelle de la capacité d'un transducteur dont l'une des armatures est constituée par l'élément vibrant. Ce principe de transduction autorise une intégration simple des résonateurs MEMS au sein des procédés de fabrication collective sur silicium. Cependant, le signal électrique issu du résonateur est de faible amplitude. Il est par ailleurs superposé à un signal de couplage parasite. Ces deux éléments jouent en défaveur de la transduction capacitive en ce sens où ils conduisent à une impédance *motionnelle* très élevée par rapport au standard 50 Ω, à un rapport signal sur bruit médiocre, et à un faible contraste de la signature de la résonance dans la réponse électrique du dispositif. Les applications des résonateurs MEMS se heurtent à ces limitations. Elles se traduisent par des pertes d'insertion insupportables pour les filtres, par des résolutions limitées pour les capteurs et par des difficultés à verrouiller les boucles électroniques d'entretien des oscillateurs. Des parades existent, comme la co-intégration d'une électronique CMOS ou l'utilisation des techniques de mixage électromécanique, autorisant ainsi nombre d'applications industrielles. Il n'en demeure pas moins que la transduction capacitive est considérée comme une transduction de faible efficacité comparativement à d'autres, en premier lieu à la transduction piézo-électrique. En effet, cette dernière est capable d'exciter et de détecter la vibration d'un résonateur MEMS et conduit à des impédances *motionnelles* nettement plus faibles. Elles peuvent même atteindre le standard 50 Ω, ce qui gomme d'un coup les limitations précédentes. Faible efficacité de transduction, voilà donc le principal grief porté à la transduction capacitive, parfois de façon dogmatique, par les partisans d'autres principes de transduction. Qu'en est-il vraiment ?

Intéressons nous à la détection[1], puisque l'aptitude à mesurer les mouvements de l'élément vibrant avec le meilleur rapport signal sur bruit va conditionner les performances finales du dispositif, en particulier dans le cas des capteurs vibrants. Les considérations précédentes concernant la mesure du signal *motionnel* entrent dans une approche de type « circuit ». Le résonateur MEMS est assimilé à un circuit équivalent de type RLC série, le couplage capacitif parasite constituant une branche supplémentaire mise en parallèle. Dans cette approche, toute tentative de mesure du signal *motionnel* à haute fréquence par le biais d'un appareil de mesure d'impédance d'entrée 50 Ω se solde par une forte désadaptation d'impédance. A titre d'exemple, si l'impédance *motionnelle* à la résonance vaut 100 kΩ, seul un millionième de la puissance disponible du résonateur est transféré à l'appareil de mesure. Cela constitue une perte de 60 dB en rapport signal sur bruit et en dynamique, comparativement au cas optimal où l'adaptation d'impédance serait réalisée. Ainsi, il apparaît que la faible efficacité de la transduction capacitive est un phénomène lié en premier lieu à la désadaptation d'impédance. La première idée qui vient à l'esprit de l'homme de l'art pour palier la difficulté, est de procéder à l'adaptation d'impédance entre le résonateur MEMS et l'appareil de mesure en utilisant les techniques classiques de l'électronique rapide [85]. Ce type d'approche fonctionne, permettant de surcroît de diminuer fortement le couplage capacitif parasite. Le principal inconvénient réside dans le fait qu'un réseau d'adaptation, constitué d'éléments discrets, inductances et capacités, doit être placé au plus près du dispositif et nécessite d'être ajusté à la demande en fonction des caractéristiques du résonateur MEMS et de la fréquence.

Cette problématique de la mesure hautement résolue des résonateurs MEMS a retenu l'attention de Roger Stancliff, directeur scientifique de la division *Test Semiconducteurs* de

[1] Au niveau de l'excitation, on rencontre peu de limitations liées à la tension électrique que l'on applique pour générer la vibration mécanique d'amplitude typique comprise entre le nm et le μm.

Agilent Technologies (CA, USA) lors d'une visite à l'IEMN. Suite à cela, accompagné de Damien Ducatteau[1], j'ai démarré une coopération avec cette société dont l'accord a été signé en décembre 2008. A cette époque, Agilent Technologies a déjà déposé un brevet concernant la mesure d'impédances électriques à haute fréquence en utilisant un principe d'interférométrie micro-onde [86]. L'application développée alors concerne la microscopie en champ proche micro-onde ou *Scanning Microwave Microscopy* (SMM) [87]. La mesure interférométrique permet de détecter des capacités de quelques attofarads. En partant de ce concept, l'idée est venue de détecter la vibration des résonateurs MEMS non pas au travers du courant *motionnel* selon l'approche du circuit RLC, mais en mesurant directement les variations dynamiques de la capacité du transducteur par l'utilisation de l'interférométrie micro-onde. Les données du Tableau 2.2-1 permettent d'évaluer l'ordre de grandeur des variations à détecter : la capacité du transducteur est de 0,6 pF pour une largeur d'entrefer de 110 nm. Obtenir une résolution en amplitude de vibration d'un picomètre[2] nécessite une résolution de mesure des variations de la capacité du transducteur de l'ordre de 5 aF[3]. Une telle performance paraît donc possible. En travaillant de concert avec l'ingénieur Hassan Tanbakuchi d'Agilent Technologies, un dispositif expérimental d'interférométrie micro-onde a été installé au laboratoire, ce qui a permis de prouver le concept de cette approche pour la mesure des résonateurs MEMS. Malheureusement, la performance n'était pas au rendez-vous, les meilleurs rapports signal sur bruit étant de l'ordre de 20 dB. Avec Damien Ducatteau et Didier Théron, j'ai entrepris de faire évoluer fortement le dispositif expérimental pour aboutir au système de mesure dont un schéma simplifié de fonctionnement est présenté sur la Figure 2.2-8. Le principe est basé sur la réflexion d'une onde hyperfréquence de fréquence f_{HF} sur la capacité C_{MEMS} du transducteur du résonateur qui vibre à la fréquence f_{MEMS} avec une amplitude x. L'onde de mesure, générée par une source, traverse un coupleur, qui en prélève un signal de référence, puis un circulateur, et se réfléchit totalement[4] sur la capacité du transducteur du résonateur. Le signal réfléchi, modulé par la vibration du MEMS, revient au circulateur qui le dirige vers le mixeur qui opère une démodulation homodyne. Le signal résultant à la fréquence f_{MEMS} est analysé par un récepteur après amplification. Afin de comprendre le principe et d'optimiser le système de mesure, il est nécessaire d'étudier la réflexion de l'onde de mesure sur la capacité du transducteur.

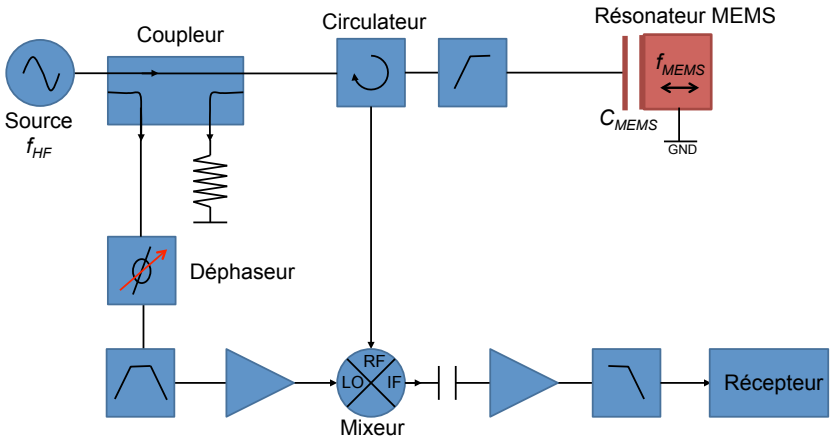


Figure 2.2-8 : Schéma de principe de la mesure de la vibration d'un résonateur micro-électromécanique à transduction capacitive utilisant une technique de réflectométrie hyperfréquence. L'excitation électromécanique du résonateur n'est pas représentée sur le schéma.

[1] Damien Ducatteau est le responsable de la centrale de caractérisation électrique de l'IEMN.
[2] Le picomètre est typiquement la résolution que l'on obtient par des moyens de caractérisation optique.
[3] Pour ce calcul, on se place dans l'hypothèse des petits déplacements.
[4] La réflexion est totale en puissance car l'impédance du transducteur est purement imaginaire (capacitive).

En posant que $C_{MEMS} = C_0 + dC$, où C_0 est la capacité statique du transducteur et dC la variation instantanée de la capacité due à la vibration du résonateur à la fréquence f_{MEMS}, le calcul du coefficient de réflexion ρ de l'onde de mesure est donné par l'Équation 2.2-1 dans l'hypothèse des petits déplacements.

$$\rho = \rho_0 \times \left[1 - j\frac{2\omega_{HF} Z_C}{1 + C_0^2 \omega_{HF}^2 Z_C^2} dC\right]$$

Équation 2.2-1

Dans cette équation, Z_C représente l'impédance caractéristique 50 Ω et ρ_0 est le coefficient de réflexion statique correspondant à la capacité C_0. La variation dynamique de la capacité du transducteur dC provoque donc une modulation du coefficient de réflexion à la fréquence de vibration f_{MEMS} du résonateur. Cette modulation est une modulation de la phase puisque la variation est purement en quadrature avec la partie principale du coefficient de réflexion. Ainsi le spectre du signal réfléchi contient 3 raies aux fréquences $f_{HF} - f_{MEMS}$, f_{HF} et $f_{HF} + f_{MEMS}$. L'amplitude des raies latérales porteuses de l'information de la vibration du résonateur MEMS est maximale lorsque la fréquence de l'onde de mesure est égale à $f_{HF} = (2\pi\ C_0\ Z_C)^{-1}$. Lorsque la condition est remplie, la puissance dans les raies latérales est égale à P_{disp} exprimée par l'Équation 2.2-2.

$$P_{disp} = P_{inc} \times \left[\frac{dC}{C_0}\right]^2 = P_{inc} \times \left[\frac{dx}{x_0}\right]^2$$

Équation 2.2-2

Dans cette équation, P_{inc} représente la puissance de l'onde incidente de mesure sur le transducteur, et x_0 la largeur statique de l'entrefer de la capacité du transducteur. Les capacités des transducteurs de résonateurs MEMS étant de l'ordre du pF ou moins[1], la fréquence f_{HF} optimale pour la mesure est de l'ordre de 3 GHz ou plus. Si on utilise une puissance de mesure de l'ordre de 0 dBm soit 1 mW, la limite de détection d'un signal hyperfréquence étant donnée par le bruit thermique soit -174 dBm.Hz$^{-0,5}$ à la température ambiante, la variation dynamique de la capacité du transducteur peut être mesurée théoriquement à mieux que 10^{-8} sur une largeur de bande de 1 Hz. De même, le déplacement de l'élément vibrant peut être mesuré à 10^{-8} de la largeur statique de l'entrefer[2]. Ainsi, des variations dynamiques de capacité inférieures à 10 zF et des déplacements de 1 fm semblent mesurables sur une bande de 1 Hz. Pour exploiter le signal, il faut démoduler l'onde réfléchie, c'est le rôle du mixeur dans le schéma de la Figure 2.2-8. Le déphaseur permet de régler le retard de la référence pour que celle-ci soit en phase avec les signaux à $f_{HF} \pm f_{MEMS}$. Dans la pratique, la performance du système de mesure est limitée par le bruit ajouté des différents composants actifs, dont en premier lieu le bruit de phase de la source du signal de mesure[3]. On s'attend alors à obtenir une résolution de mesure de l'amplitude de vibration de quelques dizaines de fm.Hz$^{-0,5}$.

Un système de mesure expérimental a été conçu et construit pour fonctionner à la fréquence de mesure de 4 GHz. Des résonateurs micro-électromécaniques fabriqués au laboratoire ont servi de dispositifs de test. Il s'agit de résonateurs en anneau, vibrant à 25 MHz sur le mode elliptique, dont la largeur de l'entrefer des transducteurs capacitifs est de 80 nm. Un exemple de dispositif employé est visible sur la Figure 2.2-9.

---

[1] Valeur typique pour la capacité d'un transducteur de résonateur MEMS dont la largeur est de 100 nm, voir par exemple le Tableau 2.2-1

[2] L'évaluation de la résolution de mesure en amplitude fait appel à des approximations non détaillées ici.

[3] Le bruit de phase typique d'une source hyperfréquence est de l'ordre de -155 dBc à 1 MHz de la porteuse.

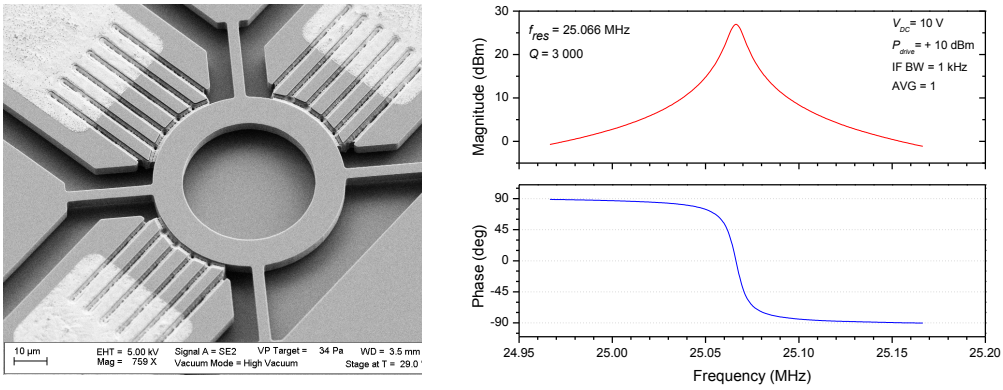


Figure 2.2-9 : (gauche) Image en microscopie électronique à balayage d'un résonateur micro-électromécanique utilisé comme dispositif de test. (droite) Caractérisation électrique du dispositif utilisant le système de mesure décrit sur la Figure 2.2-8. La fréquence de l'onde de mesure est de 4 GHz. La mesure est effectuée à l'air.

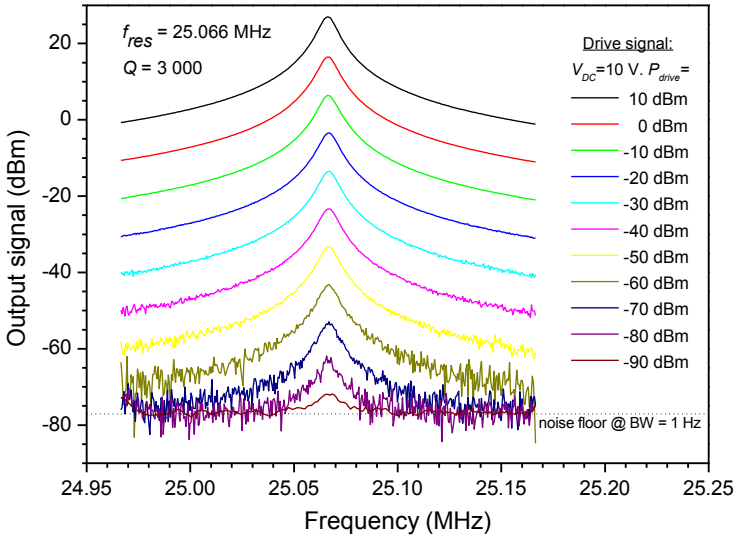


Figure 2.2-10 : Signal de mesure en fonction de la puissance d'excitation du résonateur.

La caractérisation électrique montre que l'on obtient une courbe de résonance très peu bruitée et surtout une absence totale de couplage parasite, ce qui se traduit en particulier par une rotation idéale de la phase de 180° à la résonance. Afin d'apprécier la dynamique de mesure et le rapport signal sur bruit, des mesures ont été effectuées à différents niveaux d'excitation mécanique du résonateur. Les résultats sont présentés sur la Figure 2.2-10. On constate en premier lieu une réponse parfaitement linéaire du système de mesure, le signal mesuré diminuant de 10 dB à chaque fois que l'excitation électromécanique du résonateur diminue de 10 dB. La limite de détection est obtenue lorsque le signal du résonateur disparaît dans le bruit de la mesure. On constate alors qu'à 1 Hz de bande, le rapport signal sur bruit peut atteindre 106 dB dans le cas présenté. Sachant que dans les conditions expérimentales qui ont conduit à l'obtention de la courbe en noir, l'amplitude de la vibration à la résonance est de 10 nm, on en déduit une résolution de mesure de 50 fm.Hz$^{-0,5}$ soit 5.10^{-14} m.Hz$^{-0,5}$.

Les résultats obtenus, qui rivalisent en termes de résolution avec les performances des très bons systèmes optiques, sont particulièrement remarquables en ce sens où ils sont obtenus sur des dispositifs à transduction capacitive intégrée. L'impact potentiel de la technique est important pour les applications de capteurs, car aucune électronique de proximité n'est requise au niveau du résonateur. Ce travail a fait l'objet d'une valorisation via le dépôt d'un brevet joint CNRS/Agilent Technologies [88].

2.3 APPORT DES MICROSYSTEMES POUR LA MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE

2.3.1 SONDES AFM A BASE DE MEMS : CONTEXTE ET CONCEPT

Les microscopies en champ proche, STM et AFM, comptent parmi les plus importantes découvertes instrumentales de la fin du 20ième siècle [29,30]. Leur capacité à accéder à la morphologie des surfaces et des nano-objets avec une résolution atomique les a placées au cœur du développement des nanosciences et des nanotechnologies. Elles conservent aujourd'hui encore un rôle majeur dans ces domaines. Cependant, la microscopie à force atomique se heurte dans les domaines des sciences du vivant et de la biochimie à une limitation de l'instrument. Le principal inconvénient réside dans la faible vitesse d'imagerie[1], ce qui est rédhibitoire pour nombre d'applications potentielles. En particulier, il était déjà énoncé, il y a plus de vingt ans, qu'obtenir des images à cadence vidéo des systèmes biologiques par AFM serait d'un intérêt majeur pour comprendre leurs comportements et les relations qui existent entre les conformations biomoléculaires et les fonctions biologiques [89,90]. Bien que l'AFM soit identifiée comme la technique la plus appropriée pour étudier les phénomènes dynamiques impliqués dans les processus élémentaires de la vie, et malgré les efforts déployés par les sociétés d'instrumentation, il s'avère que l'AFM rapide en milieu liquide demeure un objectif hors de portée des équipements commerciaux. Les très nombreuses tentatives d'imagerie rapide d'échantillons biologiques se sont soldées par des résultats médiocres, hormis les récents développements et les spectaculaires résultats du groupe de Toshio Ando au Japon. Un verrou majeur se situe au niveau de la sonde et de ses performances en milieu liquide.

Rapidement après l'invention de premier AFM en 1986 [30], l'instrument s'est perfectionné autour d'une configuration composée d'une sonde cantilever portant une pointe [91]. Elle est exploitée en mode oscillant à la résonance pour accroître la sensibilité de la mesure d'une part, et pour limiter la dégradation de l'échantillon par les forces de friction latérale d'autre part [92]. L'excitation de la vibration est induite par un actionneur piézo-électrique, et la détection est effectuée par la réflexion d'un faisceau laser [93] ou par interférométrie optique [94]. Le fonctionnement en milieu liquide du levier vibrant conduit à l'apparition de forces hydrodynamiques plusieurs ordres de grandeurs plus élevées que les forces liées à l'interaction avec l'échantillon biologique [95,96,97]. L'effet des forces hydrodynamiques dégrade drastiquement les performances de la sonde en termes de résolution en force et de bande passante de mesure. Le groupe d'Ando au Japon a, parmi d'autres choses [98], contourné ce point dur en utilisant les plus petits leviers AFM fabriqués par la société Olympus[2]. Les résultats récents montrent l'efficacité de la méthode. Il s'agit de l'observation du changement de conformation de la bacteriorhodopsine sous illumination [99] et de celle du mouvement de la myosine V sur un filament d'actine [100]. Dans ce dernier cas, la cadence est de 6 images par seconde. Une illustration des résultats est présentée sur la Figure 2.3-1. Ils constituent une véritable percée en termes de technique expérimentale mais aussi en termes scientifiques, en amenant, au sens propre comme au sens figuré, une vision nouvelle du déplacement de la myosine. Ce type de démonstration confirme le besoin et l'intérêt manifeste de développer l'AFM rapide en milieu liquide. Actuellement, la stratégie employée par le groupe d'Ando, l'optimisation de l'instrument, et les résultats obtenus, sont uniques de par le monde. Pour aller plus loin dans les performances et dans la dissémination de l'AFM rapide, de nombreux verrous techniques et technologiques nécessitent d'être levés, auxquels le levier vibrant associé à la détection optique ne peut pas répondre.

---

[1] Le temps typique d'acquisition d'une image AFM est de l'ordre de la minute.

[2] Les travaux de T. Ando font appel à des leviers de 6 μm de long et de 2 μm de large. Ils présentent une fréquence de résonance de 1,2 MHz et un coefficient de qualité de 2 en milieu liquide.

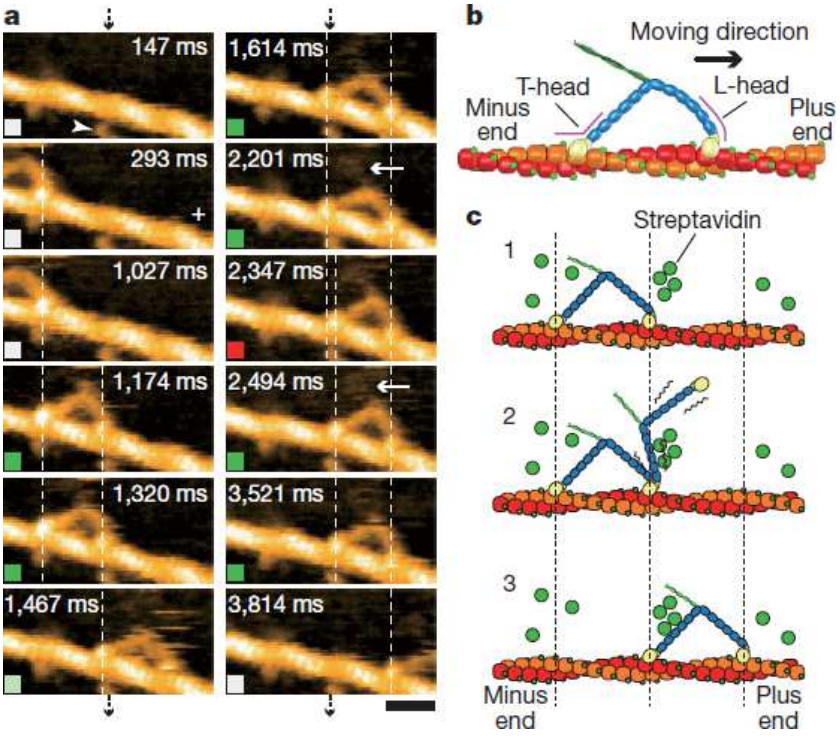


Figure 2.3-1 : (a) Séquence d'images successives prises en AFM rapide. La myosine se déplace pas à pas sur le filament d'actine en présence d'ATP. (b) et (c) Représentation schématique du déplacement de la myosine. [100]

Les critères que doit remplir la sonde oscillante de l'AFM pour les applications d'imagerie rapide en milieu liquide sont de 4 ordres :

- Performances. Celles-ci couvrent différents aspects. D'une part, l'acquisition rapide nécessite des fréquences de résonance de la sonde f_{res} dans une gamme allant de 10 à 100 MHz afin de garantir la bande passante et la résolution temporelle de la mesure. D'autre part, la résolution en force requise est de l'ordre du pN.Hz$^{-0,5}$ dans le cadre de l'imagerie de la matière biologique.
- Comportement hydrodynamique. L'impact de la masse de liquide ajoutée et de la dissipation visqueuse sur la sonde vibrante doit être réduit afin de maintenir une fréquence de résonance aussi élevée que possible et d'éviter la dégradation du coefficient de qualité Q, ce qui impacterait négativement la résolution. De même, l'excitation acoustique du milieu liquide par l'actionneur de la sonde doit être minimisée.
- Facilité d'usage et simplicité du dispositif expérimental. En particulier, il est souhaitable que l'excitation et la détection de la vibration soient intégrées dans la sonde, afin de simplifier les réglages et l'interface avec le milieu liquide.
- Fabrication. Les sondes AFM sont des consommables de large diffusion. Il est primordial qu'elles puissent être fabriquées collectivement dans une technologie à bas coût. La pointe doit être longue de plusieurs micromètres avec un angle aussi aigu que possible et un apex de quelques nanomètres de rayon.

Face à ces critères, la sonde AFM traditionnelle atteint rapidement des limites. En premier lieu, l'augmentation de la fréquence de résonance implique la réduction des dimensions du levier. Le mode de vibration en flexion ne le favorise malheureusement pas : les plus petites sondes AFM utilisés par T. Ando atteignent des fréquences de 5 MHz à l'air et de 1 MHz en milieu liquide [98-100]. Les dimensions utilisées sont pourtant à la limite de ce qui est acceptable pour l'alignement de la détection optique par

laser ; la fabrication de la pointe en dehors du plan du levier nécessite quant à elle des opérations technologiques qui ne sont plus compatibles avec une fabrication collective. Par ailleurs, la géométrie et les dimensions font que l'intégralité de la sonde se trouve immergée dans le liquide, occasionnant un amortissement conséquent et une dégradation drastique du coefficient de qualité. Qui plus est, l'interface entre l'air et le liquide doit être contrôlée pour assurer la stabilité de la détection optique. Des solutions existent néanmoins pour repousser certaines des limitations du levier vibrant, qui, rappelons le, offre des performances de mesures remarquables pour nombre d'applications à l'atmosphère ou sous vide. En particulier, dès le début des années 1990, des travaux ont été menés pour intégrer l'actionnement et/ou la détection au sein même de la sonde par le biais de transductions électromécaniques telles la piézo-électricité ou la piézo-résistivité [101,102,103]. De plus, la contrainte liée à la montée en fréquence et à la réduction des dimensions peut être relaxée par l'utilisation de matériaux dont la vitesse du son est plus élevée, comme le carbure de silicium. Ainsi, des travaux sont menés au niveau national dans le cadre du projet ANR NANOSENS et concernent le développement de micro-leviers AFM en SiC, intégrant un actionnement thermique et une détection piézo-résistive [104].

Dans ce contexte, les travaux permettant d'associer les technologies MEMS aux sondes AFM afin de relever le défi de l'imagerie rapide en milieu liquide, ont démarré dans le groupe NAM6 en 2004. Considérant le principe de base de la sonde AFM, à savoir un résonateur micromécanique dont les propriétés de la résonance sont modifiées par les forces d'interaction entre la pointe et la surface, l'idée a germé d'exploiter d'autres types de résonateurs que le levier traditionnel en mode de flexion. Cette approche est employée par ailleurs avec succès pour des sondes à base de cristaux quartz, telles les diapasons de Giessibl connus sous le nom de *qPlus sensors* [105], ou les poutres en mode extensionnel d'Akiyama commercialisées sous le nom de *Kolibri sensors* [106,107]. Ces sondes offrent l'avantage d'une excitation et d'une détection intégrées de la vibration, mais présentent l'inconvénient d'une fréquence de résonance limitée à 1 MHz au maximum, et d'un procédé de fabrication non collectif, particulièrement pour la réalisation de la pointe. *A contrario*, les résonateurs micro-électromécaniques en silicium, tels ceux présentés dans la partie 2.2 de ce manuscrit, offrent de larges possibilités de géométries et de modes de vibration. Ils intègrent des transductions électromécaniques et bénéficient des techniques rodées de la micro-fabrication collective sur silicium. La conception d'un résonateur MEMS destiné à la microscopie AFM nécessite de prendre en compte les critères énoncés précédemment afin de déterminer une géométrie adaptée. En profitant de l'expérience acquise dans le domaine des résonateurs MEMS, une forme en anneau vibrant sur le mode elliptique a été retenue. Elle est présentée sur la Figure 2.3-2.

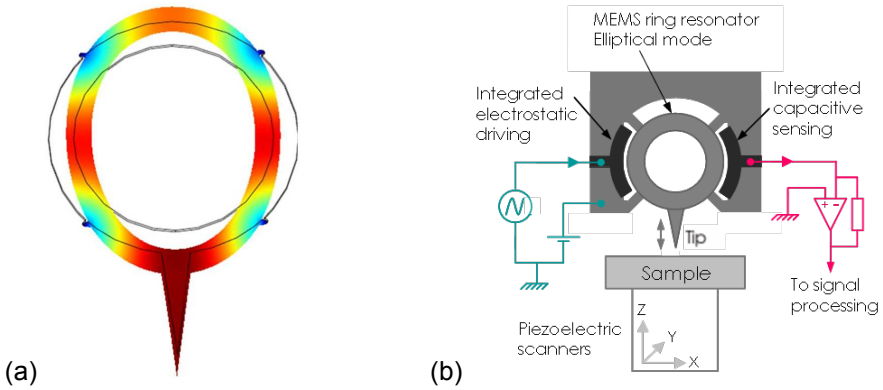


Figure 2.3-2 : (a) Vue schématique du résonateur MEMS en anneau vibrant sur le mode elliptique employé comme sonde AFM à haute fréquence. (b) Schéma de principe de l'intégration du dispositif MEMS dans l'environnement d'un microscope AFM.

Le dispositif est ancré au niveau des nœuds de la vibration elliptique. Parmi les 4 ventres, l'un d'entre eux porte la pointe de la sonde, les autres sont utilisés par les transducteurs capacitifs destinés à l'excitation et la détection de la vibration. La sonde est utilisée verticalement, ce qui autorise l'immersion partielle pour une utilisation en milieu liquide. De plus, la pointe est placée dans le plan du résonateur, ce qui favorable à l'obtention de géométries à forts rapports d'aspect lors de la micro-fabrication [108]. Dans le cadre des travaux de post-doctorat de Marc Faucher en 2006-2007, il a été montré que cette configuration donne un coefficient de qualité Q supérieur à 100 à la fréquence de 3 MHz lorsque la pointe est immergée dans l'eau [109]. La performance, par rapport à celle des leviers, est liée à la réduction de la trainée hydrodynamique due à l'immersion partielle et à la pénétration moindre de l'onde acoustique évanescente[1]. La fréquence de résonance est donnée par les dimensions géométriques, et l'utilisation d'un anneau est particulièrement favorable. En effet, la fréquence de résonance de 100 MHz est atteinte pour un diamètre de 20 µm, ce qui ne pose pas de difficultés particulières de fabrication. La résolution de mesure d'une sonde AFM, que ce soit, selon le mode de fonctionnement, la plus petite variation détectable d'amplitude, de force, ou de gradient de force, est liée au facteur de mérite du résonateur donné par l'Équation 2.3-1 :

$$\mathcal{F} = \frac{f_{res} \times Q}{k_{eff}}$$

Équation 2.3-1

dans laquelle k_{eff} représente la raideur effective du mode de vibration considéré. Ce facteur de mérite, dont l'interprétation est quasi-intuitive, découle des limitations thermomécaniques imposées à la sonde par la physique statistique [110,111]. Ainsi, même si la raideur effective d'un anneau vibrant sur le mode elliptique est supérieure[2] de 3 à 4 ordres de grandeur à celle d'un levier standard d'AFM, la résolution de mesure restera du même ordre de grandeur, le produit $f_{res} \times Q$ plus élevé compensant l'effet d'une raideur plus importante. Il est intéressant de noter que le facteur de mérite est homogène à l'inverse du taux d'amortissement du résonateur, ce qui signifie qu'une sonde AFM performante est constituée d'un résonateur peu dissipatif[3]. Des phénomènes autres que le bruit thermomécanique fondamental peuvent affecter la résolution de mesure d'une sonde AFM. Il s'agit par exemple de l'efficacité de la transduction électromécanique de la vibration, ou du bruit ajouté par les circuits électroniques de traitement du signal. Ces aspects doivent être traités avec autant d'égards que la conception micromécanique de la sonde ; ainsi le souci constant de la performance de l'ensemble du système dans lequel s'inscrira *in fine* la sonde est primordial pour garantir la qualité de la mesure AFM.

La stratégie du développement de ces résonateurs MEMS en anneau pour les applications de microscopie à force atomique rapide s'est articulée à partir de 2007 autour de deux actions. La première a consisté à mettre en œuvre une technologie de fabrication et un dispositif expérimental permettant d'obtenir, dans des délais courts, la preuve du concept détaillé précédemment, à savoir démontrer la capacité à acquérir des images AFM en utilisant ces dispositifs MEMS. Simultanément, une seconde action a été entreprise, misant sur une technologie plus complexe et agressive, afin d'amener les sondes MEMS à un niveau de résolution de mesure comparable à celui des leviers usuels et à des fréquences de vibration comprises entre 10 et 50 MHz. Les réalisations et les résultats issus de ces deux actions sont présentés dans les parties suivantes.

---

[1] Cet effet est directement lié à l'augmentation de la fréquence de résonance.
[2] La raideur effective des anneaux employés est de l'ordre de 100 kN.m^{-1}.
[3] On retrouve ici le lien qui existe entre fluctuation et dissipation. Un résonateur peu dissipatif conduit à une sonde dont la résolution de mesure est améliorée par la diminution du bruit thermomécanique.

2.3.2 LA PREUVE DE CONCEPT

Cette partie illustre les résultats obtenus au cours du post-doctorat d'Emmanuelle Algré, qui s'est déroulé entre 2007 et 2009 dans le cadre des projets ANR Improve-LM et ERC SMART [112]. L'objectif consiste à prouver le concept d'une sonde AFM basée sur un résonateur micro-électromécanique en anneau et intégrant des transductions électromécaniques capacitives. L'option retenue vise à développer des dispositifs de fréquence comprise entre 1 et 1,5 MHz afin de pouvoir les intégrer dans un système AFM avec un minimum de modifications. En effet, la fréquence maximale des sondes vibrantes utilisables par les contrôleurs électroniques des microscopes AFM est typiquement de 2 MHz, la plupart des sondes à levier présentant des fréquences de résonance inférieures à 500 kHz. A ces fréquences, le diamètre de l'anneau est compris entre 400 et 500 µm, ce qui relâche les contraintes de micro-fabrication. La technologie choisie fait appel à des substrats de type SOI, dont les épaisseurs de la couche structurelle et de la couche d'oxyde enterrée sont respectivement de 20 et 2 µm. La Figure 2.3-3 décrit schématiquement les étapes de réalisation technologique qui font appel à 4 niveaux de photolithographie. La définition des structures, y compris les entrefers capacitifs, est obtenue par un procédé de gravure profonde du silicium. Une gravure de la face arrière permet de définir les supports des sondes et d'exposer l'apex de la pointe. La libération des structures vibrantes est effectuée en fin de procédé par la gravure de la couche d'oxyde enterrée dans une solution d'acide fluorhydrique. Les pointes des dispositifs ayant été définies par une photolithographie, chaque apex nécessite une étape supplémentaire de micro-usinage individuel par faisceau d'ions focalisés (FIB), afin d'obtenir les rayons de courbure nanométriques requis pour l'imagerie AFM.

La Figure 2.3-4 montre un résultat de fabrication. Il s'agit d'une sonde dont l'anneau de 500 µm de diamètre est conçu pour résonner à 1,1 MHz sur le mode elliptique. La pointe, exposée à l'extrémité du dispositif de manière proéminente par rapport au support, a une longueur de près de 100 µm avant micro-usinage par FIB. La vue en coupe prise au niveau d'un transducteur permet d'apprécier la largeur de l'entrefer dont la valeur moyenne est de 1 µm.

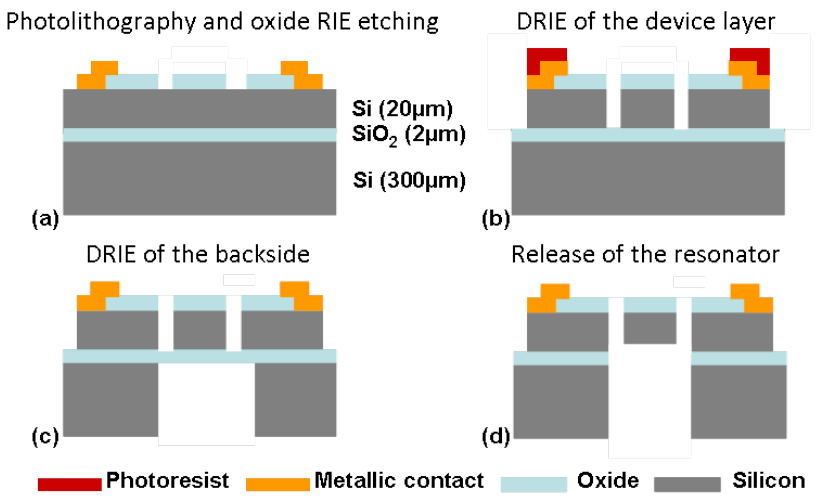


Figure 2.3-3 : Vue schématique du procédé de fabrication des sondes AFM. (a) Définition des dispositifs dans une couche d'oxyde de silicium servant de masque pour l'étape de gravure de la couche structurelle. Dépôt des contacts métalliques Pt/Au pour les interconnexions électriques. (b) Transfert du masque dans la couche de silicium structurelle par gravure profonde ionique réactive. (c) Gravure face arrière pour la définition des supports des sondes. (d) Etape de libération.

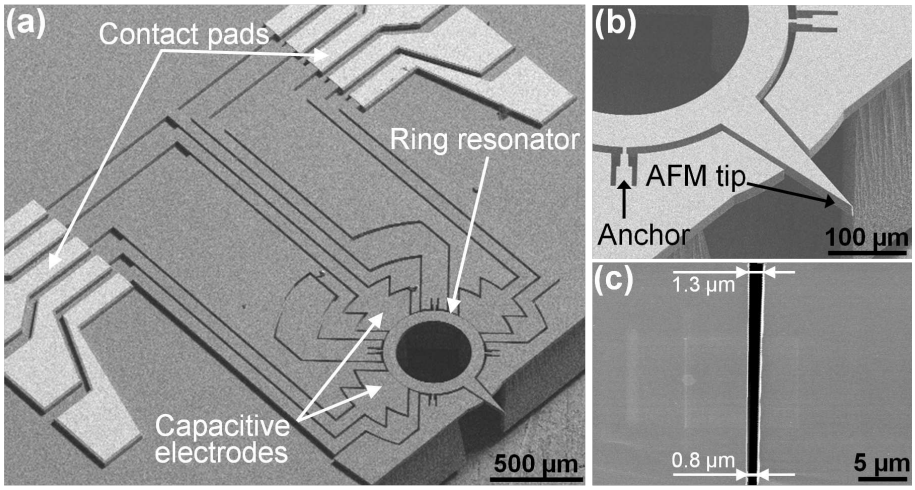


Figure 2.3-4 : Images de microscopie électronique à balayage d'un dispositif MEMS après fabrication. (a) Vue d'ensemble de la sonde AFM montrant l'anneau vibrant, les pistes et les contacts électriques. (b) Vue rapprochée de la pointe et des ancrages de l'anneau. (c) Vue en coupe de l'entrefer des transducteurs capacitifs.

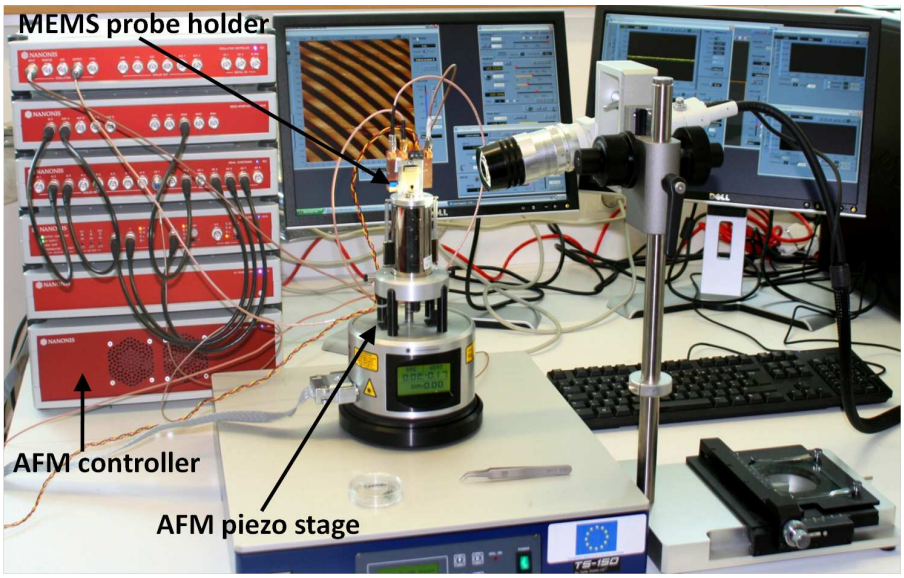


Figure 2.3-5 : Vue d'ensemble du dispositif permettant les expériences de microscopie AFM. Le système se compose principalement d'une détection synchrone, d'une boucle d'asservissement et d'amplificateurs à haute tension pour le contrôle des déplacements piézo-électriques XYZ.

La Figure 2.3-5 montre la vue d'ensemble du dispositif expérimental AFM. Il est composé d'une base commerciale de microscope Multimode de la société Bruker-Veeco [113] qui comporte en particulier les déplacements XYZ de l'échantillon. Cette base est associée à un contrôleur électronique de la société Specs-Nanonis [114]. Il comporte toutes les interfaces nécessaires au pilotage du microscope, à savoir la démodulation du signal de sonde à l'aide d'une détection synchrone, une boucle d'asservissement de la distance entre la pointe de la sonde et la surface de l'échantillon, et les amplificateurs à haute tension nécessaires au pilotage des déplacements XYZ de l'échantillon. Afin d'accueillir les sondes AFM à base de MEMS, la tête du microscope destinée à l'utilisation des leviers standards, est remplacée par un support de sonde dédié. Ce support permet le positionnement vertical de la sonde AFM MEMS et les connexions électriques. Il contient également un circuit électronique de proximité qui réalise un premier traitement des signaux d'excitation et de détection de la vibration de la sonde. Les détails de ce support sont visibles sur la Figure 2.3-6.

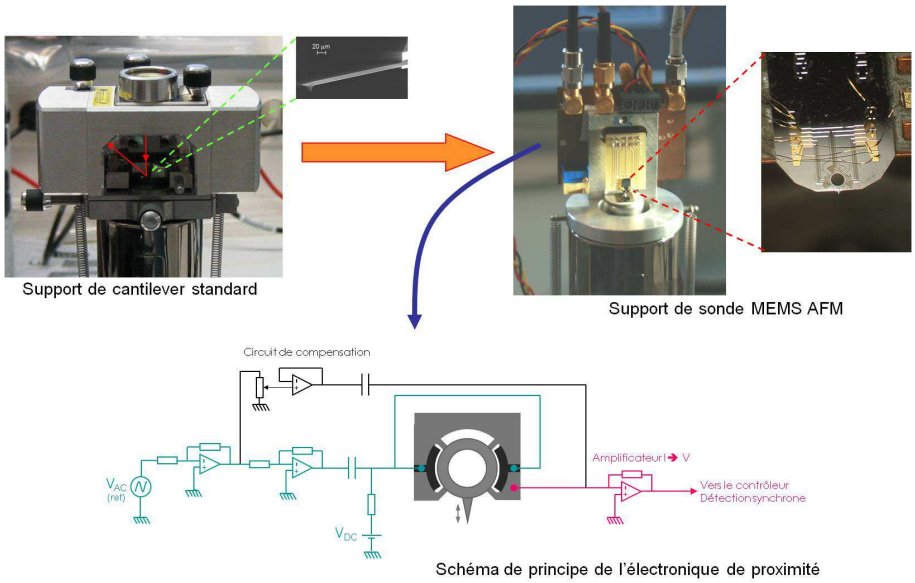


Figure 2.3-6 : Détails du support de sonde AFM MEMS. La tête de microscope destinée aux leviers standards est entièrement remplacée par un support dédié. Le dispositif MEMS est collé verticalement sur un circuit intermédiaire en époxy afin de réaliser les connexions électriques par microsoudures. Le support comporte également une électronique de proximité destinée à conditionner les signaux d'excitation et de détection.

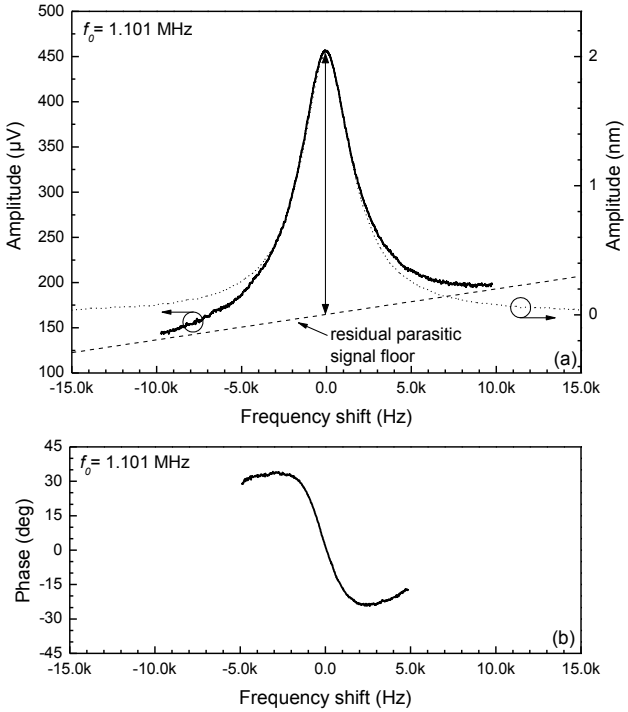


Figure 2.3-7 : (a) Amplitude du signal motionnel de la sonde AFM MEMS en fonction de la fréquence. La courbe en pointillés correspond à une mesure de l'amplitude vibration de la pointe obtenue par vibrométrie laser. (b) Phase du signal motionnel de la sonde AFM MEMS en fonction de la fréquence. Conditions de mesure : V_{DC} = 12 V, V_{AC} = 500 mV.

Le circuit électronique de proximité permet d'effectuer une conversion courant-tension du signal *motionnel* du résonateur MEMS. Il est également doté d'un circuit de compensation des couplages parasites composé d'une branche réglable générant un effet de capacité négative. Le montage offre un gain de conversion de 10^5 V/A et une bande passante de 5 MHz. Une fois la sonde connectée au support, il devient possible de la

caractériser en utilisant les fonctions du contrôleur du microscope AFM. La Figure 2.3-7 présente un résultat de caractérisation obtenu pour une sonde dimensionnée pour résonner à la fréquence de 1,1 MHz, identique à celle montrée sur la Figure 2.3-4. La résonance est mesurée expérimentalement à 1,101 MHz et le coefficient de qualité vaut 500 dans l'air[1]. La résistance *motionnelle* du dispositif a été estimée à 51 MΩ. On constate que la réponse électrique est entachée d'un fond résiduel de couplage parasite qui n'est pas supprimé par le circuit de compensation. Un effet induit est visible sur l'évolution de la phase dont la rotation à la résonance n'est que de 60° au lieu des 180° attendus théoriquement. Le rapport signal sur bruit de la mesure est estimé à 50 dB. La réponse mécanique de la sonde obtenue par vibrométrie laser par effet Doppler est superposée à la réponse électrique en amplitude, ce qui permet de vérifier la similitude des courbes et de calibrer le signal électrique. Dans les conditions de l'expérience, on note une amplitude de vibration de 2 nm à la résonance, ce qui est une valeur usuelle pour une sonde AFM en mode oscillant.

Des images topographiques AFM ont été obtenues sur des échantillons de test comportant des motifs de 200 nm de hauteur gravés dans du silicium. Ces résultats, visibles sur la Figure 2.3-8 démontrent la capacité des dispositifs MEMS à être utilisés comme sondes de microscopie AFM, ce qui constitue l'objectif prioritaire de ce travail. La modulation d'amplitude a été choisie comme mode de mesure, correspondant à un asservissement de la vibration sur une consigne d'amplitude. L'amplitude libre de la pointe est de 3 nm et la consigne est fixée à 80 % de cette valeur. La distorsion visible sur l'image de droite n'est pas due à la sonde MEMS AFM, mais à des effets de non-linéarité et d'hystérésis du scanner XY du microscope.

L'analyse des données issues des sondes AFM MEMS et du dispositif expérimental permet de tirer des informations sur les performances des dispositifs. Ainsi, la résolution de la mesure de l'amplitude de vibration de la sonde est de 1 pm.Hz$^{-0,5}$. La résolution en force a été estimée à 0,2 nN.Hz$^{-0,5}$. Ces valeurs, même si elles conduisent effectivement à l'imagerie des surfaces, restent en deçà, d'environ 2 ordres de grandeur, des performances des AFM commerciaux employant des leviers. En particulier, l'imagerie de matériaux durs, tel le silicium, est possible, comme le montre la Figure 2.3-8, mais l'accès aux échantillons biologiques n'est pas envisageable. La limitation provient du rapport signal sur bruit du signal *motionnel* de la sonde MEMS, limité à 50 dB par 2 facteurs : l'efficacité de la transduction capacitive du résonateur d'une part, et le bruit ajouté par le circuit de traitement du signal. Les travaux suivants pallient cette limitation.

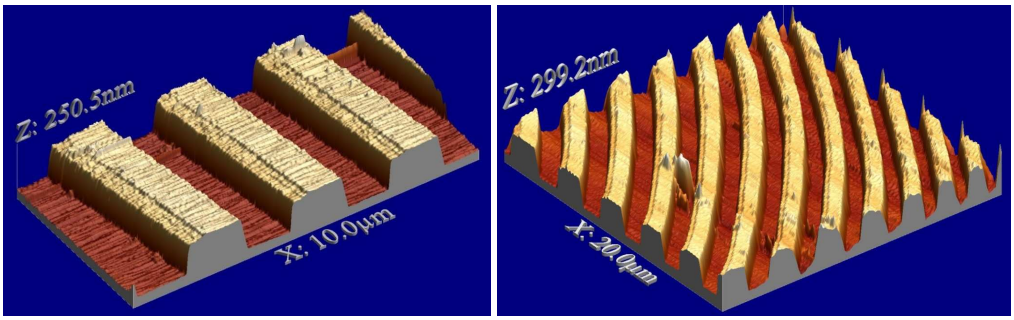


Figure 2.3-8 : Images AFM obtenues sur des motifs micrométriques de silicium de 200 nm de hauteur à différentes échelles en utilisant une sonde AFM MEMS. La vitesse linéaire de la pointe est de 1 µm/s pour l'image de gauche et de 2 µm/s pour l'image de droite.

[1] D'autres mesures ont montré que le coefficient de qualité dépasse 10 000 lorsque la sonde fonctionne sous vide secondaire.

2.3.3 DEUXIEME GENERATION DE SONDES : VERS L'IMAGERIE BIOMOLECULAIRE

Le développement des sondes AFM MEMS s'inscrit dans une feuille de route technologique visant à augmenter la performance de mesure et la fréquence de résonance des sondes. Celle-ci a été établie dans le cadre du projet ERC SMART afin d'accéder aux applications visées d'imagerie rapide de nano-biosystèmes en milieu liquide. Un autre aspect concerne la valorisation future des résultats du projet et le transfert des dispositifs et des technologies. Ainsi, les développements doivent combiner la haute performance des sondes, un procédé technologique transférable et une production future des dispositifs à coût raisonnable.

Au niveau du dispositif, c'est-à-dire de la sonde AFM MEMS en anneau à transduction capacitive, cela se traduit par la nécessité de combiner dans le cadre d'un procédé de fabrication collective en technologie silicium :

- Un résonateur dont la réduction de taille permet d'augmenter la fréquence de résonance du mode elliptique jusque 100 MHz.
- Une pointe à l'apex nanométrique, ayant typiquement un rayon de courbure inférieur à 10 nm.
- Des transducteurs capacitifs efficaces, ce qui se traduit par une largeur d'entrefer inférieure à 100 nm.

Un travail intensif de conception et de réalisation technologique a été mené par Benjamin Walter [115] afin d'atteindre ces objectifs dans le cadre de ses travaux de thèse entre 2008 et 2011. Le procédé de fabrication a permis d'obtenir à partir de 2010 une nouvelle génération de dispositifs à des fréquences allant jusqu'à 50 MHz. Ce procédé fait appel à 7 niveaux de lithographie optique et combine : (i) le micro-usinage de volume et la gravure profonde double face pour définir la structure résonante et son support, (ii) le micro-usinage de surface de films minces et l'utilisation de couches sacrificielles pour définir les entrefers des transducteurs capacitifs, et (iii) le micro-usinage par voie humide pour fabriquer la pointe à l'apex nanométrique en tirant parti de l'anisotropie de gravure du silicium. La Figure 2.3-9 présente les principales étapes de la fabrication technologique qui utilise un substrat de départ de type SOI. Parmi celles-ci, la réalisation de l'entrefer des transducteurs capacitifs et la réalisation de la pointe de la sonde sont particulièrement remarquables. Elles conduisent en effet à l'obtention de structures nanométriques sans avoir recours à la lithographie par faisceau électronique.

D'autre part, l'évolution technologique des sondes doit se faire de concert avec l'évolution de l'ensemble du système AFM dans lequel celles-ci s'intégreront. En particulier, les résultats de la partie précédente ont souligné une limitation en performances provenant du rapport signal sur bruit médiocre des dispositifs MEMS. Ainsi, la seconde génération de sondes AFM MEMS, développée dans le cadre de la thèse de Benjamin Walter, bénéficie de la technique de mesure des résonateurs MEMS développée dans le cadre de la coopération avec la société Agilent Technologies et qui a été présentée dans la partie 2.2.4 de ce manuscrit. Un gain de plus de 50 dB est attendu par l'utilisation de cette nouvelle détection. Par ailleurs, les fréquences visées, supérieures à 5 MHz, nécessitent des modifications supplémentaires du contrôleur électronique du microscope AFM, qui ne peut pas supporter nativement des sondes aux fréquences de résonance si élevées. Les solutions apportées seront détaillées dans la suite de cette partie. Finalement, le support de sonde a été repensé. Les expériences menées lors de la démonstration du concept ont fait apparaître un manque de rigidité mécanique rédhibitoire pour des mesures à haute résolution. Celui-ci a donc été entièrement revu pour garantir une meilleure immunité vis à vis des perturbations mécaniques extérieures.

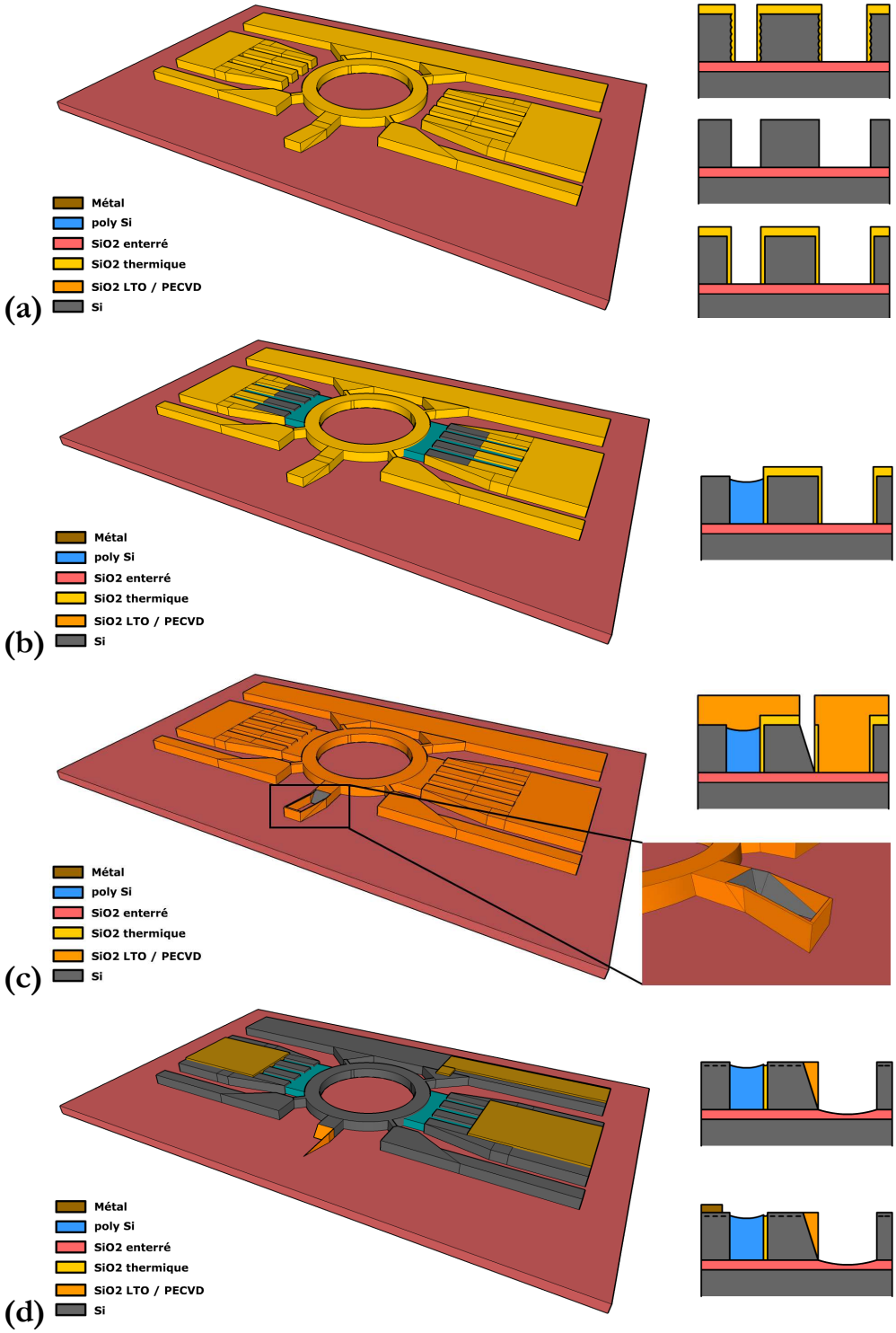


Figure 2.3-9 : Principales étapes du procédé de fabrication. Un substrat SOI est utilisé comme substrat de départ. Les épaisseurs des couches structurelle et d'oxyde enterré sont respectivement de 5 et 2 µm. (a) Définition des dispositifs par gravure profonde du silicium structurel. Définition de l'entrefer des transducteurs par oxydation thermique contrôlée du silicium. (b) Formation des électrodes fixes des transducteurs capacitifs par dépôt et structuration d'une couche de silicium polycristallin. (c) Ouverture d'une fenêtre dans l'oxyde de la poutre désorientée par rapport à la direction [110]. Gravure humide de la pointe dans une solution de TMAH. La gravure est stoppée à l'intersection des plans cristallins du silicium, formant ainsi la nano-pointe. (d) Dopage par implantation des pistes électriques et reprise des contacts ohmiques par métallisation. D'après [115].

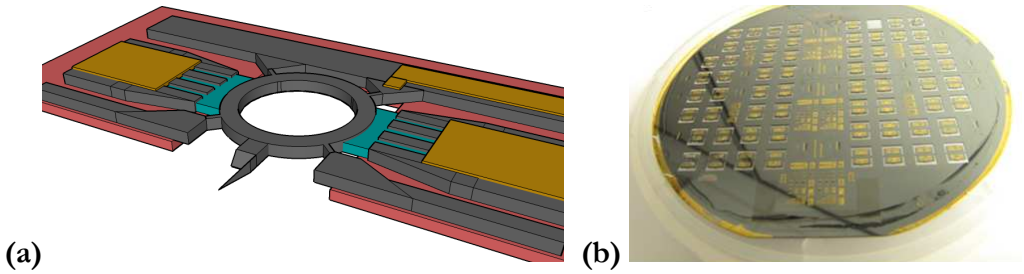


Figure 2.3-10 : Résultat du procédé de fabrication. (a) Vue schématique des dispositifs après les étapes de gravure de la face arrière et de libération. (b) Photographie d'une plaquette à la fin du procédé de fabrication. Le diamètre de la plaquette est de 75 mm. Elle comporte 128 dispositifs. D'après [115].

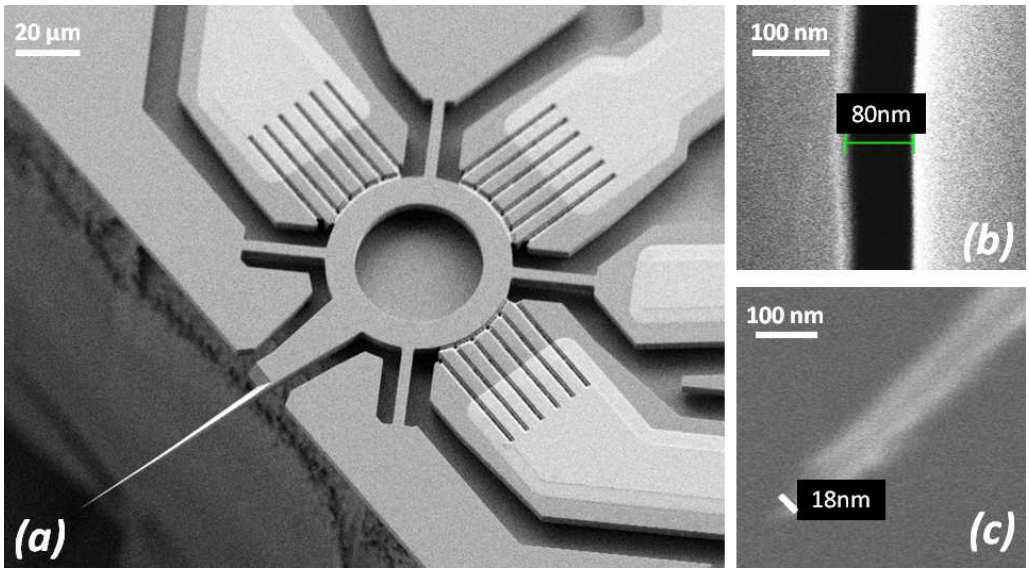


Figure 2.3-11 : Images de microscopie électronique à balayage d'une sonde MEMS AFM de deuxième génération. (a) Vue d'ensemble de la sonde. (b) Vue rapprochée de l'entrefer des transducteurs capacitifs. (c) Vue rapprochée de l'apex de la nano-pointe de silicium. Le rayon de courbure est inférieur à 10 nm. D'après [115].

La Figure 2.3-10 présente le résultat de la fabrication collective issue du procédé décrit sur la Figure 2.3-9. La Figure 2.3-11 présente des vues d'une sonde AFM MEMS. Celle-ci est constituée d'un anneau de 60 µm de diamètre externe, de 5 µm d'épaisseur, dont le mode de vibration elliptique est attendu à 11 MHz. La pointe présente une longueur de plus de 50 µm, un angle d'ouverture de l'ordre de 5° et un apex nanométrique de rayon inférieur à 10 nm. Ce sont des caractéristiques tout à fait remarquables pour la pointe d'une sonde fabriquée par un procédé entièrement collectif. Cela ouvre la perspective d'une imagerie à haute résolution latérale avec peu d'artefacts de convolution entre la pointe et la surface. Les transducteurs capacitifs, localisés au niveau des ventres de la vibration, possèdent un entrefer de 80 nm de largeur, ce qui contribue à une efficacité de transduction importante et à l'obtention *in fine* d'une résolution de mesure en force élevée lors des expériences de microscopie AFM.

Afin de calibrer la réponse électromécanique de la sonde, des caractérisations couplées électrique et mécanique ont été effectuées. Il s'agit de mesurer simultanément la réponse mécanique de la sonde par vibrométrie laser par effet Doppler, et la réponse électrique grâce à la technique de réflectométrie hyperfréquence décrite à la Figure 2.2-8. Les caractérisations obtenues sur une sonde semblable à celle de la Figure 2.3-11 sont présentées sur la Figure 2.3-12.

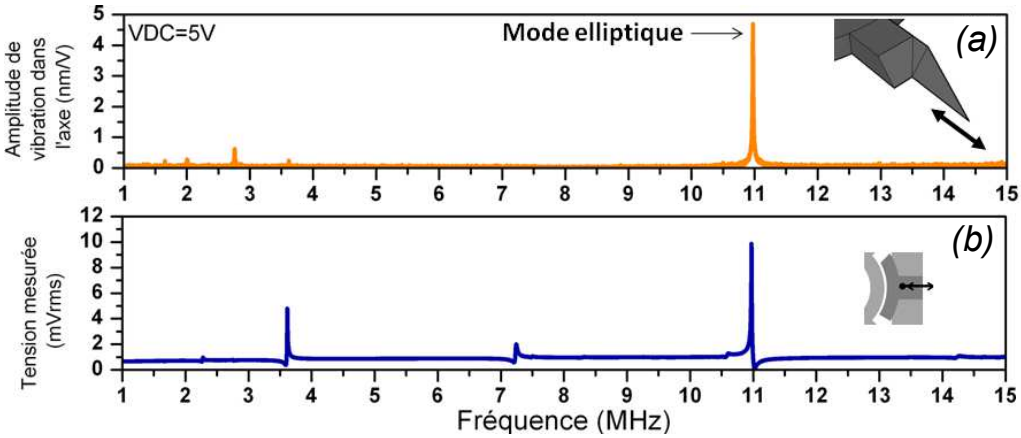
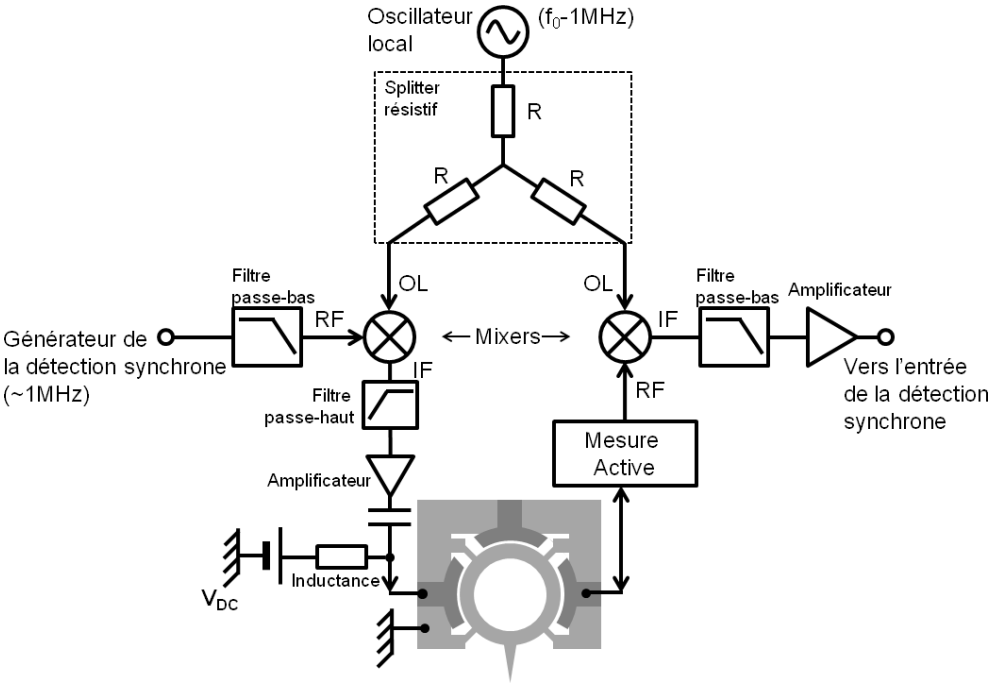


Figure 2.3-12 : Mesures électromécaniques couplées d'une sonde AFM MEMS à 11 MHz. (a) Amplitude de la vibration mécanique dans l'axe de la pointe de la sonde. (b) Réponse électrique de la sonde obtenue par la technique de réflectométrie hyperfréquence. Conditions expérimentales : V_{DC} = 5V, V_{AC} = 1V, pression atmosphérique.

Les résultats de mesure montrent une correspondance exacte du pic de résonance du mode elliptique dans les signatures électriques et mécaniques de la sonde AFM MEMS à la fréquence de 11 MHz. Pour un niveau d'excitation de 1 V, l'amplitude de vibration de la pointe est de 4,5 nm, ce qui est conforme au niveau requis pour des expériences microscopie AFM. Le coefficient de qualité est de 1 300. La fréquence de vibration à 11 MHz n'autorise pas une intégration directe de la sonde dans le système expérimental décrit dans la Figure 2.3-5, le contrôleur électronique du microscope ne permettant pas de gérer des sondes aux fréquences si élevées. Afin de lever la limitation, un système à double transposition de fréquence a été développé, faisant appel à un oscillateur local et à des mixeurs pour effectuer les décalages fréquentiels pour l'excitation et la détection de la vibration de la sonde AFM MEMS. Ce système intègre également la mesure de la vibration par la technique de réflectométrie hyperfréquence décrite dans la partie 2.2.4. Une vue schématique de ce dispositif ainsi qu'une photographie du support de la sonde sont visibles sur la Figure 2.3-13.

La Figure 2.3-14 montre un premier exemple d'imagerie obtenue grâce à une sonde AFM MEMS à 11 MHz. L'échantillon est constitué de motifs de 100 nm de large pour 100 nm de profondeur, en résine déposée sur un substrat de silicium. L'image topographique et l'image du signal de phase font chacune 128 lignes pour une aire de 2 x 2 μm^2. Le contraste de phase est difficile à interpréter. Il mesure la dissipation d'énergie lors du contact entre la pointe et l'échantillon et dépend donc de nombreux facteurs : la viscoélasticité, l'adhésion, l'aire de contact. Au premier ordre, le contraste de phase s'explique par la différence de matériaux. Aussi sur l'image, le silicium au fond des tranchées apparait en clair tandis que la couche de résine est en foncé. Les images réalisées sur cet échantillon montrent que la nouvelle génération de sonde, associée à la technique de mesure hyperfréquence, donne une bien meilleure résolution que la génération précédente.

D'un point de vue quantitatif, on extrait des caractérisations des sondes et du calibrage, une résolution en force qui est de 5 $pN.Hz^{-0,5}$, contre 200 $pN.Hz^{-0,5}$ pour la génération précédente, soit une amélioration d'un facteur 40, Cette résolution est du même ordre de grandeur que celle de la plupart des sondes AFM à base de leviers vibrants. La résolution en mesure de gradient de force est estimée à 10 $mN.m^{-1}.Hz^{-0,5}$, la résolution en mesure d'amplitude de vibration de la sonde est quant à elle meilleure que 50 $fm.Hz^{-0,5}$. Les performances atteintes permettent d'envisager l'imagerie de matériaux biologiques, ce qui a été possible sur des échantillons d'origamis d'ADN en provenance du CBMN de Bordeaux et fournis par J.M. Arbona.



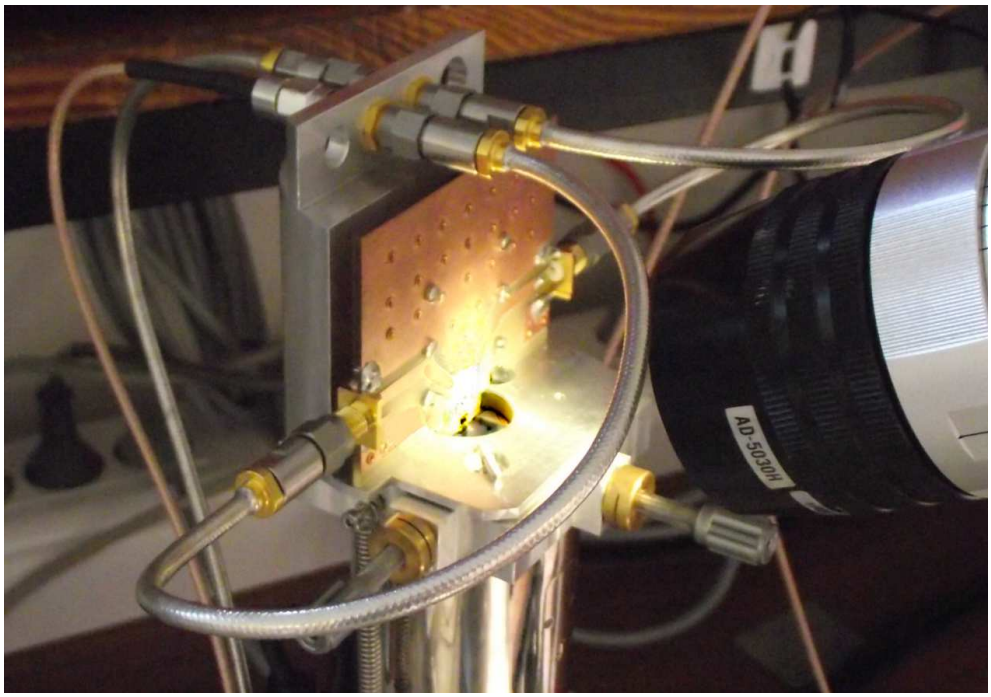


Figure 2.3-13 : (haut) Schéma de principe du système de transposition de fréquence permettant d'interfacer les sondes MEMS au contrôleur électronique du banc expérimental AFM. Le bloc « mesure active » désigne le circuit de mesure du résonateur MEMS par la technique de réflectométrie hyperfréquence décrite dans la partie 2.2.4. (bas) Vue rapprochée du support de sonde AFM permettant les connexions électriques à haute fréquence et assurant la rigidité mécanique entre la base du microscope et la sonde.

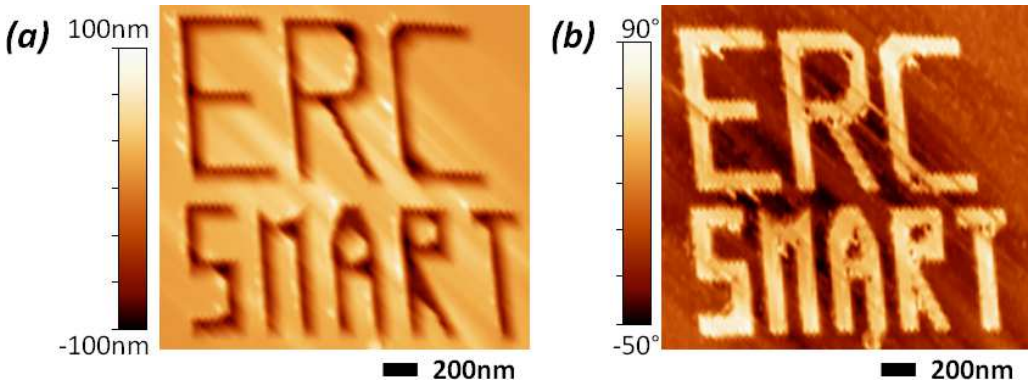


Figure 2.3-14 : Image topographique (a) et image du signal de phase (b) obtenues avec une sonde fonctionnant au voisinage de 11 MHz sur un échantillon de résine de 100 nm d'épaisseur déposé sur substrat de silicium.

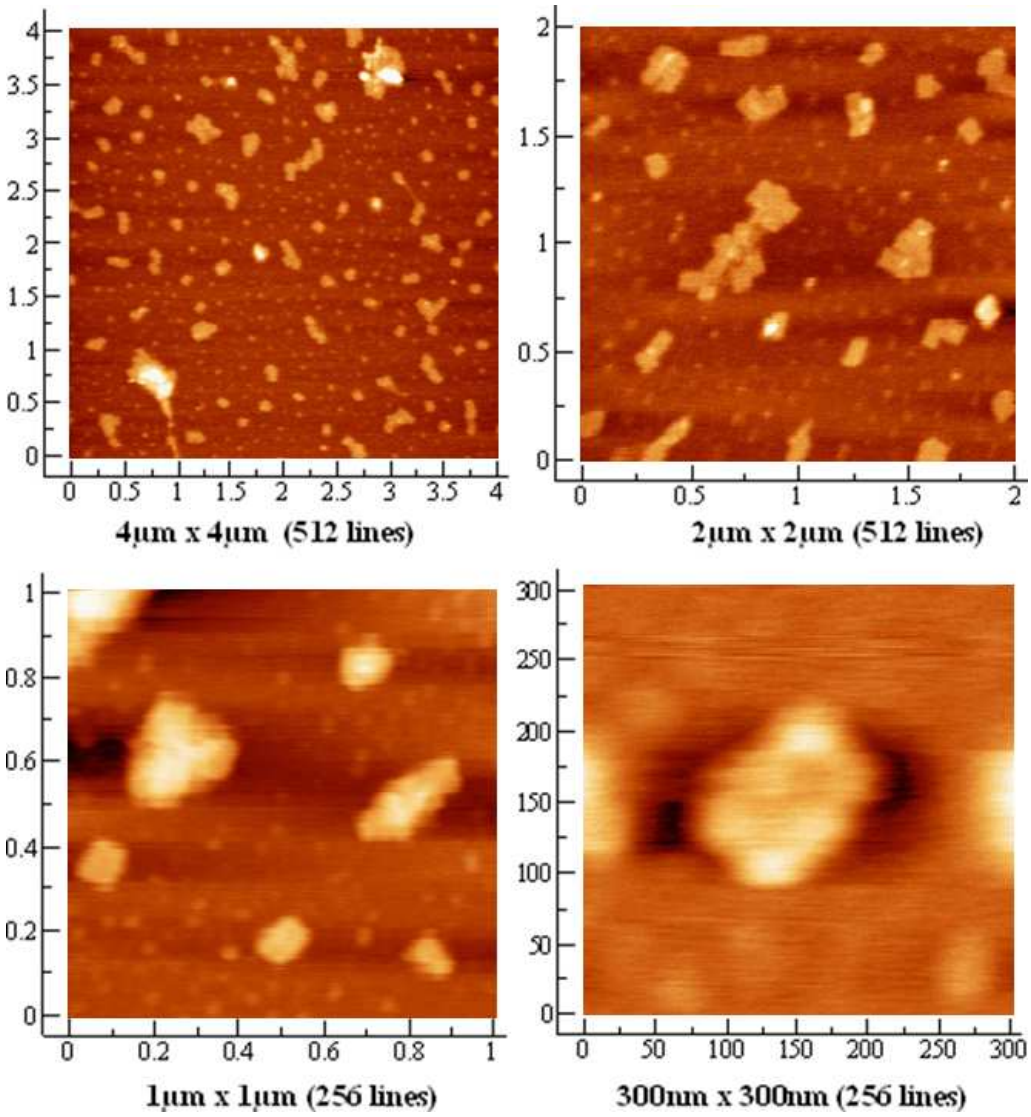


Figure 2.3-15 : Images AFM à différentes échelles d'origamis d'ADN de 2 nm de hauteur obtenues par l'utilisation d'une sonde MEMS vibrant à 10,9 MHz avec une amplitude de 0,2 nm.

Les origamis d'ADN sont des brins d'ADN artificiels qui, une fois fabriqués, se replient selon leur programmation pour former des motifs géométriques bidimensionnels ou tridimensionnels [116]. Des origamis d'ADN bidimensionnels sont déposés sur une surface de mica. Idéalement, ils prennent la forme de carrés d'environ de 100 nm de côté pour une épaisseur de 2 nm. Cependant, il arrive qu'ils se recouvrent, formant des empilements moins bien définis. L'AFM est utilisé en asservissement d'amplitude avec une amplitude libre de 0,2 nm pour une fréquence de résonance de 10,9 MHz. La Figure 2.3-15 donne un aperçu des résultats sur ces échantillons avec 4 images pour 4 niveaux de zoom. Le scan le plus grand fait 4 x 4 μm^2 et permet d'observer l'homogénéité de l'échantillon, la répartition des origamis sur la surface et les agglomérats. Ces mêmes accumulations d'origamis sont visibles sur les zooms suivants avec les scans de 2 x 2 μm^2 et 1 x 1 μm^2. Une dernière image montre un origami unique sur un scan de 300 x 300 nm^2.

Profitant de la faible rugosité de l'échantillon et de la sensibilité en force de la sonde AFM MEMS, la vitesse de balayage de la pointe a été augmentée jusque 24 $\mu m.s^{-1}$, conduisant alors à une cadence d'une image par seconde sur un origami isolé[1]. Celui-ci a pu être mesuré durant plusieurs dizaines de secondes sans que des dégradations particulières de l'assemblage biomoléculaire n'apparaissent, ce qui ouvre la voie à l'imagerie rapide de telles structures. Par ailleurs, des résultats plus récents ont permis de démontrer avec succès l'utilisation de sondes AFM MEMS à la fréquence de 18 MHz sur le même type d'échantillons.

La démonstration de microscopie à force atomique utilisant des résonateurs MEMS à haute fréquence sur du matiériau biologique a donc été réalisée. La sensibilité en force de ces sondes est du même ordre de grandeur que pour les leviers commerciaux. Elles offrent une nouvelle gamme de fréquence de résonance, 2 décades au delà de celles des sondes AFM disponibles commercialement. Ces sondes sont fabriqués par un procédé collectif faisant appel aux techniques conventionnelles des microtechnologies sur silicium. Le transfert industriel est envisageable, permettant une production à bas coût des dispositifs. L'intégration de l'excitation et de la détection de la vibration permet de simplifier la conception de l'AFM et doit permettre à terme de proposer une tête de microscope compacte, nécessitant uniquement des accès électriques RF. Le système AFM expérimental mis en place a montré d'autre part que les sondes AFM MEMS peuvent s'intégrer dans des microscopes commerciaux, moyennant la mise en place d'une électronique d'interface spécifique. Les dernières expériences ont prouvé l'imagerie AFM à haute vitesse sur des échantillons biologiques, ce qui ouvre la voie à de nombreuses perspectives et applications. Certaines d'entre elles seront évoquées dans la partie suivante de ce manuscrit.

Note : Les références bibliographiques précédées du symbole ★ sont reproduites en annexe.

[1] Silicon as mechanical material
K.E. Peterson
Proceedings of the IEEE, **70**, 5 (1982) 420-457

[2] MEMS actuators and sensors: observations on their performance and selection for purpose
D.J. Bell, T.J. Lu, N.A. Fleck and S.M. Spearing
Journal of Micromechanics and Microengineering, **15**, 7 (2005) S153-S164

---

[1] A cette cadence, les limitations proviennent des capacités des déplacements piézo-électriques XYZ du microscope et du contrôleur électronique.

[3] A MEMS-based projection display
P.F. Van Kessel, L.J. Hornbeck, R.E. Meier and M.R. Douglas
Proceedings of the IEEE, **86**, 8 (1998) 1687-1704

[4] A precision yaw rate sensor in silicon micromachining
M. Lutz, W. Golderer, J. Gerstenmeier, J. Marek, B. Maihofer, S. Mahler, H. Munzel and U. Bischof
Proceedings of the 9th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'97, Chicago, MA (USA), june 16-19, 1997, 847-850

[5] RF MEMS switches and switch circuits
G.M. Rebeiz and J.B. Muldavin
Microwave Magazine, **2**, 4 (2001) 59-71

[6] MEMS technology for optical networking applications
A. Neukermans and R. Ramaswami
Communications Magazine, **39**, 1 (2001) 62-69

[7] A low cost monolithic accelerometer; product/technology update
S.J. Sherman, W.K. Tsang, T.A. Core, R.S. Payne, D.E. Quinn, K.H.-L. Chau, J.A. Farash and S.K. Baum
Proceedings of International Electron Devices Meeting
IEDM'92, San Francisco, CA (USA), december 13-16, 1992, 501-504

[8] Controlled stepwise motion in polysilicon microstructures
T. Akiyama and K. Shono
Journal of Microelectromechanical Systems, **2**, 3 (1993) 106-110

[9] J. Israelachvili
Intermolecular and Surface Forces
Academic, London (1992)

[10] Mechanical stability and adhesion of microstructures under capillary forces. I. Basic theory
C.H. Mastrangelo and C.H. Hsu
Journal of Microelectromechanical Systems, **2**, 1 (1993) 33-43

[11] Mechanical stability and adhesion of microstructures under capillary forces. II. Experiments
C.H. Mastrangelo and C.H. Hsu
Journal of Microelectromechanical Systems, **2**, 1 (1993) 44-55

[12] A comprehensive model to predict the charging and reliability of capacitive RF MEMS switches
W. Merlijn van Spengen, R. Puers, R. Mertens and I. De Wolf
Journal of Micromechanics and Microengineering, **14**, 4 (2004) 514-521

[13] MEMS reliability from a failure mechanisms perspective
W. Merlijn van Spengen
Microelectronics Reliability, **43** (2003) 1049-1060

[14] IC-processed electrostatic micromotors
L.S. Fan, Y.C. Tai and R.S. Muller
Sensors and Actuators, **20**, 1–2 (1989) 41-47

[15] New type of piezoelectric ultrasonic motor
M. Fleischer, D. Stein and H. Meixner
IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, **36**, 6 (1989) 614-619

[16] Polysilicon angular microvibromotors
A.P. Lee and A.P. Pisano
Journal of Microelectromechanical Sytems, **1**, 2 (1992) 70-76

[17] Linear microvibromotor for positioning optical components
M.J. Daneman, N.C. Tien, O. Solgaard, A.P. Pisano, K.Y. Lau and R.S. Muller
Journal of Microelectromechanical Systems, **5**, 3 (1996) 159-165

[18] ★ Stiction drive operation of micromotors: direct and reverse rotation control
B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Séoul, Korea, June 5-9, 2005, 1/57-60

[19] Microfluidics meets MEMS
E. Verpoorte and N.F. De Rooij
Proceedings of the IEEE, **91**, 6 (2003) 930-953

[20] Microfluidic devices for cellomics: a review
H. Andersson and A. van den Berg
Sensors and Actuators B: Chemical, **92**, 3 (2003) 315-325

[21] Microflow devices and systems
S. Shoji and M. Esashi
Journal of Micromechanics and Microengineering, **4**, 4 (1994) 157-171

[22] Limits of electrochemical processes at Si electrodes used at high field for aqueous microfluidic MEMS applications
K.R. Zavadil, M.A. Rising and P.C. Galambos
Proceedings of Electrochemical Society International Symposium on Microfabricated Systems and MEMS VI, 2002-6
Pennington, NJ (USA), may 12-17, 144-152

[23] Micro-Electro-Mechanical-Systems (MEMS) and fluid flows
C.M. Ho and Y.C. Tai
Annual Review of Fluid Mechanics, **30** (1998) 579-612

[24] Technologies microsystèmes avancées pour le fonctionnement de dispositifs en milieu liquide et les applications nanométriques
A.S. Rollier
Thèse de doctorat en Microondes et Microtechnologies, Université de Lille 1 (France), 14 décembre 2006
http://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00128689/fr/

[25] Stability and pull-in voltage of electrostatic parallel-plate actuators in liquid solutions
A.S. Rollier, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Journal of Micromechanical Microengineering, **16**, 4 (2006) 794-801

[26] G.J. Janz and R.P.T Tomkins
Nonaqueous Electrolytes Handbook
Academic, New-York (1972) **1**

[27] Frequency-dependant electrostatic actuation in microfluidic MEMS
T.L. Sounart, T.A. Michalske and K.R. Zavadil
Journal of Microelectromechanical Systems, **14**, 1 (2005) 125-133

[28] ★ Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids
B. Legrand, A.S. Rollier, D. Collard and L. Buchaillot
Applied Physics Letters, **88**, 3 (2006) 034105

[29] Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy
G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel
Physical Review Letters, **49**, 1 (1982) 57-61

[30] Atomic Force Microscope
G. Binnig, C.F. Quate and Ch. Gerber
Physical Review Letter, **56**, 9 (1986) 930-933

[31] Positioning single atoms with a scanning tunneling microscope
D.M. Eigler and E.K. Schweizer
Nature, **344** (1990) 524-526

[32] Confinement of electrons to quantum corrals on a metal surface
M.F. Crommie, C.P. Lutz and D.M. Eigler
Science, **262** ,5131 (1993) 218-220

[33] Reproducible Imaging and Dissection of Plasmid DNA Under Liquid with the Atomic Force Microscope
H.G. Hansma, J. Vesenka, C. Siegerist, G. Kelderman, H. Morrett, R. L. Sinsheimer, V. Elings, C. Bustamante and P.K. Hansma
Science, **256**, 5060 (1992) 1180-1184

[34] Ten years of tension: Single- molecule DNA mechanics
C. Bustamante, Z. Bryant and S. B. Smith
Nature, **421** (2003) 423-427

[35] The elasticity of a single supercoiled DNA molecule
T.R. Strick, J.F. Allemand, D. Bensimon, A. Bensimon and V. Croquette
Science, **271**, 5257 (1996) 1835-1837

[36] Assembly of microsystems
H. Van Brussel, J. Peirs, D. Reynaerts, A. Delchambre, G. Reinhart, N. Roth, M. Weck and E. Zussman
Annals of the CIRP, 49, 2 (2000) 451-472

[37] In situ TEM observation of nanobonding formation between silicon MEMS tips
T. Ishida, K. Kakushima, N. Sasaki and H. Fujita
Nanotechnology, **21**, 43 (2010) 435705

[38] Silicon-processed overhanging microgripper
C.J. Kim, A.P. Pisano and R. Muller
Journal of Microelectromechanical Systems, **1**, 1 (1992) 31-36

[39] SMA microgripper with integrated antagonism
M. Kohl, E. Just, W. Pfleging and S. Miyazaki
Sensors and Actuators A: Physical, **83**, 1-3 (2000) 208-213

[40] Electrostatic actuated micro gripper using an amplification mechanism
O. Millet, P. Bernardoni, S. Regnier, P. Bidaud, E. Tsitsiris, D. collard and L. Buchaillot
Sensors and Actuators A: Physical, **114**, 2-3, (2004) 371-378

[41] ★ Silicon nanotweezers with subnanometer resolution for the micromanipulation of biomolecules
C. Yamahata, D. Collard, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi and H. Fujita
Journal of Microelectromechanical Systems, **17**, 3 (2008) 623-631

[42] Fabrication and characterization of a SU-8 gripper actuated by SMA thin film
I. Roch, P. Bidaud, D. Collard and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineeering, **13**, 2 (2003) 330-336

[43] Humidity dependence of charge transport through DNA revealed by silicon-based nanotweezers manipulation
C. Yamahata, D. Collard, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi and H. Fujita
Biophysical Journal, **94**, 1 (2007) 63-70

[44] Optimal design of non intuitive compliant microgripper with high resolution
A. Grira, B. Legrand, C. Rotinat-Libersa, E. Mairiaux and L. Buchaillot
Proceedings of 2011 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems
IROS 2011, San Francisco, CA (USA), september 25-30, 2011, 45-50

[45] Effect of phonon interactions on limitinf the *f.Q* product of the micromechanical resonators
R. Tabrizian, M. Rais-Zadeh and F. Ayazi
Proceedings of the 15th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'09, Denver, CO (USA), june 21-25, 2009, 2131-2134

[46] The resonant gate transistor
H.C. Nathanson
Electron Devices, **14**, 3 (1967) 117-133

[47] Laterally driven polysilicon resonant microstructures
W.C. Tang, T.C.-H. Nguyen and R.T. Howe
Sensors and Actuators, **20**, 1-2 (1989) 25-32

[48] High-Q VHF micromechanical contour-mode disk resonators
J.R. Clark, W.T. Hsu and C.T.-C. Nguyen
Proceedings of the International Electron Devices Meeting
IEDM'00, San Francisco, CA (USA), december 11-13, 2000, 493-496

[49] VHF single crystal silicon capacitive elliptic bulk-mode disk resonators-part II: implementation and characterization
S. Pourkamali, Z. Hao and F. Ayazi
Journal of Microelectromechanial Systems, **13**, (2004) 1054-1062

[50] Post-CMOS integration of germanium microstructures
A.E. Franke, D. Bilic, D.T. Chang, P.T. Jones, T.J. King, R.T. Howe and G.C. Johnson
Proceedings of the 12th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 1999, Orlando, FL (USA), january 17-21, 1999, 630-637

[51] 1.51-GHz nanocrystalline diamond micromechanical disk resonator with material-mismatched isolating support
J. Wang, J.E. Butler, T. Feygelson and C.T.-C. Nguyen
Proceedings of the 17th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2004, Maastricht, The Netherlands, january 25-29, 2004, 641-644

[52] Resonant silicon sensors
G. Stemme
Journal of Micromechanics and Microengineering, **1**, 2 (1991) 113-125

[53] Attogram detection using nanoelectromechanical oscillators
B. Ilic, H.G. Craighead, S. Krylov, W. Senaratne, C. Ober and P. Neuzil
Journal of Applied Physics, **95**, 7 (2004) 3694-3703

[54] Zeptogram Scale Nanomechanical Mass Sensing
Y.T. Yang, C. Callegari, X.L. Feng, K.L. Ekinci and M.L. Roukes
Nanoletters, **6**, 4 (2006) 583-586

[55] Comparative advantages of mechanical biosensors
J.L. Arlett, E.B. Myers and M.L. Roukes
Nature Nanotechnolgy, **6** (2011) 203-215

[56] Experimental Study of Energy Dissipation in High Quality Factor Hollow Square Plate MEMS Resonators for Liquid Mass Sensing
G. Blanco-Gomez and V. Agache
Journal of Microelectromechanical Systems, **21**,1 (2012) 224-234

[57] Micromachined inertial sensors
N. Yazdi, F. Ayazi and K. Najafi
Proceedings of the IEEE, **86**, 8 (1998) 1640-1659

[58] Des MEMS pour capturer le mouvement au plus près
D. Larousserie
Le Monde, supplément Science & Techno, édition du 17 mars 2012, 8

[59] A tunable carbon nanotube electromechanical oscillator
V. Sazonova, Y. Yaish, H. Üstünel, D. Roundy, T.A. Arias and P.L. McEuen
Nature **431** (2004) 284-287

[60] Fabrication of high frequency nanometer scale mechanical resonators from bulk Si crystals
A.N. Cleland and M.L. Roukes
Applied Physics Letters, **69**, 18 (1996) 2653-2655

[61] Nanowire-based very-high-frequency electromechanical resonator
A. Husain, J. Hone, Henk W. Ch. Postma, X. M. H. Huang, T. Drake, M. Barbic, A. Scherer and M. L. Roukes
Applied Physics Letters, **83**, 6 (2003) 1240-1242

[62] Electromechanical Resonators from Graphene Sheets
J.S. Bunch, A.M. van der Zande, S.S. Verbridge, I.W. Frank, D.M. Tanenbaum, J.M. Parpia, H.G. Craighead and P.L. McEuen
Science, **315**, 5811 (2007) 490-493

[63] Putting mechanics into quantum mechanics
K.C. Schwab and M.L. Roukes
Physics Today, **58**, 7 (2005) 36-42

[64] Laser cooling of a nanomechanical oscilator into its quantum ground state
J. Chan, T.P.M. Alegre, A.M. Safavi-Naeini, J.T. Hill, A. Krause, S. Gröblacher, M. Aspelmeyer ad O. Painter
Nature, **478** (2011) 89-92

[65] Self-Oscillations in Field Emission Nanowire Mechanical Resonators: A Nanometric dc-ac Conversion
A. Ayari, P. Vincent, S. Perisanu, M. Choueib, V. Gouttenoire, M. Bechelany, D. Cornu and S.T. Purcell
Nano Letters, **7**, 8 (2007) 2252-2257

[66] Piezoresistive heat engine and refrigerator
P.G. Steeneken, K. Le Phan, M.J. Goossens, G.E.J. Koops, G.J.A.M. Brom, C. van der Avoort and J.T.M. van Beek
Nature Physics, **7** (2011) 354-359

[67] Nonlinear dynamics of nanomechanical beam resonators: improving the performance of NEMS-based sensors
N. Kacem, S. Hentz, D. Pinto, B. Reig and V. Nguyen
Nanotechnology, **20**, 27 (2009) 275501

[68] Nonlinear Dynamics and Its Applications in Micro- and Nanoresonators
J.F. Rhoads, S.W. Shaw and K.L. Turner
Journal of Dynamic Systems, Measurement, and Control, **132**, 3 (2010) 034001

[69] Nonlinear damping in mechanical resonators made from carbon nanotubes and graphene
A. Eichler, J. Moser, J. Chaste, M. Zdrojek, I. Wilson-Rae and A. Bachtold
Nature Nanotechnology, **6** (2011) 339-342

[70] Akhiezer damping in nanostructures
K. Kunal and N.R. Aluru
Physical Review B, **84**, 24 (2011) 245450

[71] Digital and FM Demodulation of a Doubly Clamped Single-Walled Carbon-Nanotube Oscillator: Towards a Nanotube Cell Phone
V. Gouttenoire, T. Barois, S. Perisanu, J.L. Leclercq, S.T. Purcell, P. Vincent and A. Ayari
Small, **6**, 9 (2010) 1060-1065

[72] Elaboration et caractérisation de technologies microsystèmes avancées : structures d'actionnement tridimensionnelles et résonateurs électromécaniques à entrefer latéral nanométrique
E. Quévy
Thèse de doctorat en Electronique, Université de Lille 1, 20 décembre 2002

[73] Intégration et caractérisation physique de nanostructures pour les technologies de l'information et de la communication. Application au filtrage électromécanique dans la gamme des radio-fréquences (0,8-2,4 GHz)
V. Agache
Thèse de doctorat en Electronique, Université de Lille 1, 17 octobre 2003

[74] Ultimate technology for micromachining of nanometric gap high frequency microresonators
E. Quévy, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 16th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2003, Kyoto, Japan, january 19-23, 2003, 879-882

[75] ★ Fabrication and characterization of 1.1 GHz blade nanoelectromechanical resonator
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot and H. Fujita
Applied Physics Letters, **86**, 21 (2005) 213104

[76] Conception de microstructures résonantes destinées aux applications radiofréquences et fabrication en technologie d'intégration de composants passifs sur silicium
M. Sworowski
Thèse de doctorat en Micro-ondes et Microtechnologies, Université de Lille 1, 28 novembre 2008

[77] Développement de résonateurs électromécaniques en technologie Silicon On Nothing, à détection capacitive et amplifiée par transistor MOS, en vue d'une co-intégration permettant d'adresser une application de référence de temps
C. Durand
Thèse de doctorat en « Micro et NanoTechnologies, Acoustique, Télécommunications », Université de Lille 1, 14 janvier 2009

[78] Silicon based system-in- package : a new technology platform supported by very high quality passives and system level design tools
F. Murray, F. LeCornec, S. Bardy, C. Bunel, J. Verhoeven, F. van den Heuvel, J. Klootwijk and F. Roozeboom
Proceedings of the Topical Meeting on Silicon Monolithic Integrated Circuits in RF Systems
Long Beach, CA (USA), january 10-12, 2007, 149-153

[79] ★ Fabrication of 24-MHz-disk resonators with silicon passive integration technology
M. Sworowski, F. Neuilly, B. Legrand, A. Summanwar, P. Philippe and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **31**, 1 (2010) 23-25

[80] First 80 nm SON (Silicon-On-Nothing) MOSFETs with perfect morphology and high electrical performance
S. Monfray, T. Skotnicki, Y. Morand, S. Descombes, M. Paoli, P. Ribot, A. Talbot, D. Dutartre, F. Leverd, Y. Le Friec, R. Pantel, M. Haond, D. Renaud, M.-E. Nier, C. Vizioz, D. Louis and N. Buffet
Proceedings of the International Electron Devices Meeting
IEDM'01 Washington, DC (USA), december 3-5, 2001, 2971-2974

[81] Ultra-low voltage MEMS resonator based on RSG-MOSFET
N. Abele, K. Segueni, K. Boucart, F. Casset, B. Legrand, L. Buchaillot, P. Ancey and A.M. Ionescu
Proceedings of the 19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2006, Istanbul, Turkey, january 22-26, 2006, 718-721

[82] Integration of MOSFET detection in MEMS resonators for improved output detection
D. Grogg, D. Tsamados, N.D. Badila and A.M. Ionescu
Proceedings of the 14th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'07, Lyon, France, june 10-14, 2007, 1709-1712

[83] Measurement techniques for capacitively-transduced VHF-to-UHF micromechanical resonators
J.R. Clark, W.T. Hsu and C.T.-C. Nguyen
Proceedings of the 11th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'01, Munich, Germany, june 10-14, 2001, 1118-1121

[84] ★ In-plane silicon-on-nothing nanometer-scale resonant suspended gate MOSFET for in-IC integration perspectives
C. Durand, F. Casset, P. Renaux, N. Abelé, B. Legrand, D. Renaud, E. Ollier, P. Ancey, A.M. Ionescu and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **29**, 5 (2008) 494-496

[85] Efficient and Sensitive Capacitive Readout of Nanomechanical Resonator Arrays
P.A. Truitt, J.B. Hertzberg, C.C. Huang, K.L. Ekinci and K.C. Schwab
Nano Letters, **7**, 1 (2007) 120-126

[86] **Brevet américain n° 7161358** du 09/01/2007
Impedance analyzer
H. Tanbakuchi, L.C. Betts and D. Blackham

[87] Agilent Technologies – Scanning Microwave Microscopy
http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5990-4133EN.pdf

[88] **Brevet international** — *Patent filing in progress (4/1/2012)*
Detecting responses of Micro-ElectroMechanical System (MEMS) resonator device
B. Legrand, D. Ducatteau, D. Théron and H. Tanbakuchi

[89] Molecular resolution images of amino acid crystals with the atomic force microscope
S. Gould, O. Marti, B. Drake, L. Hellemans, C.E. Bracker, P.K. Hansma, N.L. Keder, M.M. Eddy and G.D. Stucky
Nature, **332** (1988) 332-334.

[90] In situ investigations of single living cells infected by viruses
W. Häberle, J.K.H. Hörber, F. Ohnesorge, D.P.E. Smith and G. Binnig
Ultramicroscopy, **42-44**, 2 (1992) 1161-1167

[91] Atomic resolution with atomic force microscope
G. Binnig, Ch. Gerber, E. Stoll, T.R. Albrecht and C.F. Quate
Surface Science, **189-190**, (1987) 1-6

[92] Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy
Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller and V.B. Elings
Surface Science Letters, **290**, 1-2 (1993) L688-L692

[93] Novel optical approach to atomic force microscopy
G. Meyer and N.M. Amer
Applied Physics Letters, **53**, 12 (1988) 1045-1047

[94] Atomic force microscopy using optical interferometry
R. Erlandsson, G.M. McClelland, C.M. Mate and S. Chiang
Journal of Vacuum Science & Technology A, **6**, 2 (1988) 266-270

[95] Dynamic effects on force measurements. I. Viscous drag on the atomic force microscope cantilever
O.I. Vinogradova, H.-J. Butt, G.E. Yakubov and F. Feuillebois
Review of Scientific Instruments, **72**, 5 (2001) 2330-2339

[96] Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids
A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina and J.P. Aimé
Journal of Applied Physics, **97**, 7 (2005) 074907

[97] Dissipation from microscale and nanoscale beam resonators into a surrounding fluid
J.A. Judge, J.F. Vignola and J. Jarzynski
Applied Physics Letters, **92**, 12 (2008) 124102

[98] High-speed atomic force microscopy for nano-visualization of dynamic biomolecular processes
T. Ando, T. Uchihashi and T. Fukuma
Progress in Surface Science, **83**, 7-9 (2008) 337-437

[99] High-speed atomic force microscopy shows dynamic molecular processes in photoactivated bacteriorhodopsin
M. Shibata, H. Yamashita, T. Uchihashi, H. Kandori and T. Ando
Nature Nanotechnology, **5** (2010) 208-212

[100] Video imaging of walking myosin V by high-speed atomic force microscopy
N. Kodera, D. Yamamoto, R. Ishikawa and T. Ando
Nature, **468** (2010) 72-76

[101] Micromachined atomic force microprobe with integrated capacitive read-out
J. Brugger, R.A. Buser and N.F. de Rooij
Journal of Micromechanics and Microengineering, **2**, 3 (1992) 218-220

[102] Parallel atomic force microscopy using cantilevers with integrated piezoresistive sensors and integrated piezoelectric actuators
S.C. Minne, S.R. Manalis and C.F. Quate
Applied Physics Letters, **67**, 26, (1995) 3918-3920

[103] Feedback positioning cantilever using lead zirconate titanate thin film for force microscopy observation of micropattern
T. Fujii and S. Watanabe
Applied Physics Letters, **68**, 4 (1996) 467-468

[104] High Frequency 3C-SiC AFM Cantilever Using Thermal Actuation and Metallic Piezoresistive Detection
R. Boubekri, E. Cambril, L. Couraud, L. Bernardi, A. Madouri, D. Martrou and S. Gauthier
Materials Science Forum, **711**, (2012) 80-83

[105] High-speed force sensor for force microscopy and profilometry utilizing a quartz tuning fork
F.J. Giessibl
Applied Physics Letters, **73**, 26 (1998) 3956-3958

[106] Atomically-resolved imaging by frequency-modulation atomic force microscopy using a quartz length-extension resonator
T. An, T. Eguchi, K. Akiyama and Y. Hasegawa
Applied Physics Letters, **87**, 13 (2005) 133114

[107] KolibriSensor product description from SPECS GmbH
http://www.specs.de/cms/front_content.php?idart=493

[108] **Brevet français n° 07 03161** du 2/05/2007
Sonde pour microscopie à force atomique
M. Faucher, L. Buchaillot, J.P. Aimé, B. Legrand and G. Couturier
Extension internationale WO 2008/148951

[109] ★ Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz
B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B. Legrand, R. Boisgard, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **19**, 11 (2009) 115009

[110] Atomic force microscope–force mapping and profiling on a sub 100-Å scale
Y. Martin, C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe
Journal of Applied Physics, **61**, 10 (1987) 4723-4729

[111] Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity
T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne and D. Rugar
Journal of Applied Physics, **69**, 2 (1991) 668-673

[112] MEMS ring resonators for laserless AFM with sub-nanoNewton force resolution
E. Algré, Z. Xiong, M. Faucher, B. Walter, L. Buchaillot and B. Legrand
Journal of Microelectromechanical Systems, **21**, 2 (2012) 385-397

[113] BRUKER AXS – Atomic Force Microscopy
http://www.bruker-axs.com/atomic-force-microscopy.html

[114] NANONIS SPECS Zurich GmbH.
http://www.specs-zurich.com

[115] Fabrication de micro-résonateurs haute fréquence pour la microscopie à force atomique sur des objets biologiques
B. Walter
Thèse de doctorat en « Micro et Nanotechnologies, Acoustique et Télécommunications », Université de Lille 1, 13 décembre 2011

[116] Folding DNA to create nanoscale shapes and patterns
P.W.K. Rothemund
Nature, **440** (2006) 297-302

3 PERSPECTIVES DE L'ACTIVITE DE RECHERCHE

3.1 A COURT TERME : POURSUITE DU PROJET SMART

Les perspectives de mes activités s'inscrivent à court terme dans le cadre des projets en cours et dans la poursuite des travaux concernant l'utilisation des résonateurs micro-électromécaniques comme sondes AFM. En particulier, le projet ERC SMART, qui s'achèvera au cours du second semestre 2013, a établi une feuille de route visant à accroître les performances et les fréquences de résonance. Les travaux de thèse de Benjamin Walter ont permis de poser un premier jalon en démontrant l'imagerie d'assemblages biomoléculaires avec des sondes dont les fréquences vont jusqu'à 18 MHz (voir partie 2.3.3). La résolution en force atteint 5 pN.Hz$^{-0,5}$ et la plus petite variation d'amplitude de vibration mesurable est de l'ordre de 50 fm.Hz$^{-0,5}$. Si l'on place ce résultat en perspective du facteur de mérite des sondes AFM défini par l'Équation 2.3-1, on s'aperçoit qu'il apporte une amélioration de 2 ordres de grandeur par rapport aux performances de la première génération de sondes développée par Emmanuelle Algré (voir partie 2.3.2). Les performances actuelles sont comparables à celle d'un levier commercial souple en milieu liquide mais avec des fréquences de travail 100 fois plus élevées, permettant d'accéder à des bandes de mesure nettement plus larges. Ces éléments de comparaison sont illustrés par la Figure 3.1-1. En s'appuyant sur ces résultats et sur la filière technologique qui a été développée, la projection des performances que l'on peut atteindre à court terme indique qu'un ordre de grandeur peut être gagné sur le facteur de mérite. Cette amélioration est envisageable en jouant uniquement sur l'élasticité des paramètres de la conception et de la fabrication, c'est-à-dire sans remise en cause de la filière technologique employée, ce qui nécessiterait le cas échéant de nouveaux développements.

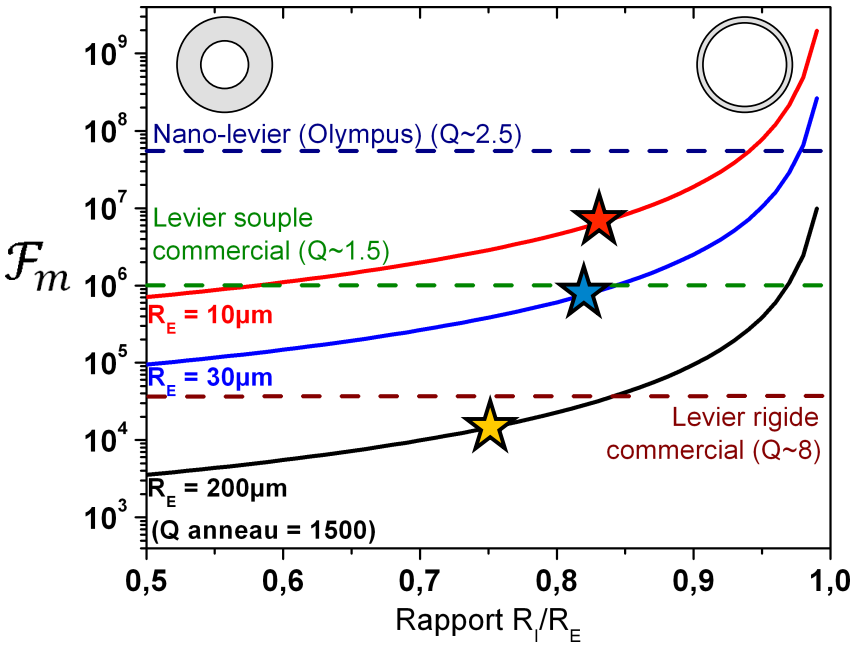


Figure 3.1-1 : Représentation du facteur de mérite F des sondes AFM MEMS en fonction du rapport entre le rayon intérieur R_i et le rayon extérieur R_e pour différentes valeurs R_e. ★ représente la valeur de F associée aux performances des sondes issues des travaux d'Emmanuelle Algré. ★ représente la valeur de F associée aux performances des sondes issues des travaux de Benjamin Walter. ★ représente la valeur de F accessible par le nœud technologique actuel. Le résonateur aurait une épaisseur de 2 µm pour R_e = 10 µm et R_i = 8 µm. La raideur effective serait de 7,4 kN.m^{-1} et la fréquence de résonance serait de 25 MHz.

Au delà du facteur de mérite, la résolution de mesure dépend également de la capacité à détecter la plus petite variation de la vibration de la sonde. Par conséquent, tirer le meilleur des performances nécessite de poursuivre les développements des transductions et du système de mesure. En particulier, les résultats présentés dans la partie 2.3.3, obtenus pour des sondes à 11 MHz, conduisent à une résolution en force de 5 $pN.Hz^{-0,5}$. Cette valeur est limitée par la sensibilité de la détection et par le bruit électronique ajouté. En effet, la limite imposée par le bruit thermomécanique de la sonde est de 0,25 $pN.Hz^{-0,5}$. Ainsi pour ce dispositif, une amélioration de 26 dB des performances est envisageable. Deux actions seront menées afin d'atteindre la limite ultime de résolution. D'une part, il s'agit d'augmenter l'efficacité de transduction par la réduction de la largeur de l'entrefer. Le procédé technologique actuel autorise une réduction d'un facteur 2 de cette largeur, qui est définie par le contrôle de l'épaisseur de la couche sacrificielle d'oxyde thermique formée durant la fabrication des dispositifs (voir Figure 2.3-9). D'autre part, la détection par réflectométrie micro-onde présente un facteur de bruit estimé de 25 à 30 dB lié au bruit de phase de la source, au bruit ajouté par les composants actifs et aux pertes dans les interconnexions du système actuel. Afin de réduire significativement ce facteur de bruit, les actions en cours concernent : l'intégration compacte du système de détection sur circuit imprimé, la sélection minutieuse des composants les plus performants et le montage du système de détection sur la tête du microscope AFM. La phase de réalisation est en cours, elle est prise en charge par un élève-ingénieur en apprentissage au laboratoire, dont le travail fait suite à la conception réalisée par un ingénieur stagiaire en 2011.

Un autre volet des perspectives à court terme consiste à la mise en œuvre de transductions alternatives à la transduction capacitive. Ces travaux, qui s'inscrivent dans le cadre de la thèse de Zhuang Xiong que je co-encadre, sont motivés par 2 raisons. La première est liée à l'efficacité de la transduction capacitive[1] qui est susceptible de brider les performances de la sonde AFM MEMS par la limitation qu'elle induit sur la résolution de mesure en force. La seconde est liée au fonctionnement en milieu liquide. En effet, l'immersion totale d'une sonde AFM MEMS, qu'elle soit accidentelle ou volontaire, n'est pas exclue en cours de manipulation dans le cadre des applications finales en nanobiologie. L'introduction de liquide dans l'entrefer nanométrique conduirait à un amortissement rédhibitoire de la vibration du résonateur par effet de pincement, et pourrait aussi détruire le dispositif par court-circuit électrique. Aussi, pour ces 2 raisons, il a été décidé, dès le début du projet ERC SMART, d'explorer des solutions alternatives de transduction. 2 voies distinctes sont étudiées : (i) la transduction piézo-électrique par l'utilisation de films minces de nitrure d'aluminium, et (ii) l'excitation thermique et la détection piézo-résistive de la vibration. Ces solutions permettent d'une part de supprimer l'entrefer nanométrique et des électrodes latérales, simplifiant du même coup le procédé de fabrication, et d'autre part d'obtenir une isolation électrique complète du dispositif par le dépôt d'une couche mince diélectrique. A titre d'illustration, la détection piézo-résistive de la vibration d'une sonde AFM MEMS à 1 MHz a conduit à une résolution en force de 10 $pN.Hz^{-0,5}$. En utilisant un actionnement électrostatique, cette sonde a démontré la capacité à imager des motifs de résine de 100 nm. Des vues de la sonde sont montrées sur la Figure 3.1-2. La technologie est analogue à celle présentée dans la partie 2.3.2. Le diamètre de l'anneau est de 500 µm. Les piézo-résistances sont implantées dans le silicium de l'anneau et les accès électriques sont repris au travers des 4 ancrages. L'apex nanométrique est micro-usiné par FIB. Les travaux actuels concernent l'augmentation de la fréquence de résonance des sondes et l'évolution des procédés afin d'intégrer l'excitation thermique de la vibration et la fabrication collective de la pointe.

[1] Il faut signaler ici que les travaux de la thèse de Zhuang Xiong ont été entamés avant que les développements du système de détection par réflectométrie micro-onde n'aient abouti.

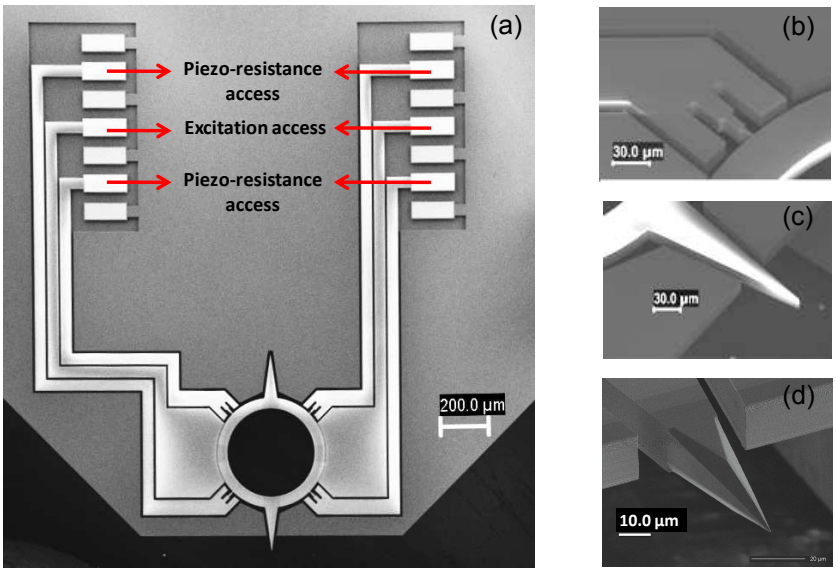


Figure 3.1-2 : Images de microscopie électronique à balayage d'un prototype de sonde AFM MEMS à actionnement électrostatique et détection piézo-résistive. (a) Vue d'ensemble de la sonde. (b) Détail de l'ancrage de l'anneau. (c) Détail de la pointe après fabrication collective. (d) Détail de la pointe après micro-usinage par FIB.

3.2 A MOYEN TERME : VERS DES APPLICATIONS EN NANOBIOLOGIE

Les perspectives à 5 ans s'inscrivent dans une volonté de valorisation scientifique et industrielle des travaux entrepris. Les actions sont engagées depuis le printemps 2012 puisque 2 projets ont démarré pour concrétiser ces objectifs. Le projet VIBBNANO, soutenu dans le cadre du PIA, a pour objectif de développer une plateforme de microscopie AFM rapide en milieu liquide, co-localisée avec la microscopie optique à fluorescence. Le cœur technologique de l'AFM s'articule autour des sondes développées dans le projet ERC SMART. Grâce à cette plateforme, seront traitées des problématiques scientifiques pertinentes dans le domaine de la biologie. Ce projet, hautement pluridisciplinaire sur les aspects scientifiques et techniques, regroupe 7 partenaires de Bordeaux, Toulouse et Lille pour une durée de 48 mois. Il est coordonné par Jean-Pierre Aimé du CBMN de Bordeaux, et je suis responsable scientifique de ce projet pour le partenaire IEMN.

Les évolutions parallèles de la biologie moléculaire et de la biochimie, combinées avec celles de l'instrumentation en physique, ont accéléré l'avancée de la connaissance et de la compréhension du monde du vivant. Ces développements sont la conséquence directe de la fertilisation croisée de différents domaines scientifiques et techniques. Dans le cadre du projet VIBBNANO, nous voulons saisir l'opportunité de la convergence entre : (i) les sondes MEMS pour construire un AFM à haute vitesse à l'état de l'art ; (ii) le greffage de nanotubes de carbone à l'apex des pointes des sondes ; (iii) les progrès concernant la compréhension des processus des moteurs moléculaires et de la croissance neuronale ; (iv) l'accélération des nanotechnologies à base d'ADN ; pour rassembler les expertises nécessaires à franchir une étape décisive dans l'accès aux processus dynamiques des fonctions biologiques des nano-systèmes bio-inspirés. Des exemples d'applications sont détaillés dans les deux paragraphes suivants.

Le développement de la biologie moléculaire a été fortement soutenu par les analyses structurelles avec l'espoir d'établir une relation entre la fonction des biomolécules, leur structure et leur forme. Cependant la conformation des protéines est par nature

dynamique à l'échelle de la molécule unique, et des interactions collectives sont possibles. La spectroscopie de fluorescence a été largement exploitée pour comprendre comment les protéines fonctionnent. Mais ce qui est observé est le comportement dynamique de spots fluorescents, et non pas directement les changements de conformation et les processus mécaniques associés au mouvement des protéines. L'AFM rapide donnera quant à lui accès à la fois à la structure et aux changements des conformations moléculaires avec une résolution temporelle bien meilleure que la milliseconde. Il fournira les informations nécessaires à la compréhension de la dynamique des protéines qui régit leurs fonctions.

L'utilisation de l'ADN comme un matériau technologique a débuté il y a trente ans avec la vision Seeman. L'objectif des travaux sur les matériaux ADN peut être résumée par « *Putting what you want, where you want, when you want* » (Seeman, 2010). En 2006, la fabrication des origamis d'ADN par Rothemund a constitué la percée décisive qui a scellé une étape irréversible du domaine émergent de la nanotechnologie de l'ADN. Depuis lors, une quantité considérable de travaux basés sur les origamis et les nanostructures d'ADN a été entreprise. Moteurs moléculaires ou pinces à base d'ADN (Yurke), ont ouvert la voie à la fabrication d'actionneurs moléculaires susceptibles d'induire des transformations topologiques de nanostructures. L'action de l'ADN conduisant à la modification d'enzymes ou de ligands peut être suivie au niveau de la molécule unique à l'aide de l'AFM. Néanmoins, l'AFM classique ne permet pas d'accéder à la cinétique des processus associés à ADN ou à l'ARN tels que les mécanismes d'échange ou de section des brins.

Dans ce contexte, les objectifs du projet VIBBNANO sont doubles. Le premier concerne des problématiques fondamentales s'appuyant sur des applications à l'interface entre la biologie et la biophysique :

- Etude des processus du déplacement des molécules de kinésine : Établir les mécanismes du déplacement de la kinésine est incontournable pour comprendre comment s'accomplissent des tâches essentielles dans les cellules vivantes. En particulier le comportement collectif des moteurs peut conduire à des embouteillages et à de l'agrégation. La formation d'agrégats peut provoquer des perturbations dans le système de transport intracellulaire. Cela constitue un élément clé dans de nombreuses maladies neuro-dégénératives comme la maladie d'Alzheimer.

- Etude des processus de croissance des neurones : Contrôler efficacement la formation de synapses amène un nouveau défi pour la recherche sur les neurones. La culture de neurones primaires et l'induction d'une différenciation contrôlée des synapses à des positions prédéfinies constituent une situation idéale pour l'analyse à hautes résolutions spatiale et temporelle des évènements synaptiques.

- Etude de la cinétique pour la nanotechnologie ADN : Observer les cinétiques rapides lors de l'auto-assemblage des structures d'ADN, et en particulier celles se produisant au niveau des acides nucléiques, apportera une connaissance approfondie des mécanismes débouchant sur un meilleur contrôle de la programmation de l'auto-assemblage.

Le second objectif du projet VIBBNANO est un objectif de transfert industriel d'une instrumentation d'AFM rapide, basée sur les sondes MEMS AFM développées à l'IEMN, capable de fournir des images à cadence vidéo de nano-systèmes biologiques en milieu liquide. L'instrument constituera un outil transdisciplinaire qui aura des applications dans tous les domaines des nanosciences, les nanotechnologies et les nano-biotechnologies. Il s'agit de construire un outil qui peut être utilisé en routine dans de nombreux domaines allant de physique à la biologie et jusqu'aux applications industrielles. Cet objectif sera en

grande partie porté par l'IEMN et profitera pleinement de la synergie des partenaires et des travaux du projet VIBBNANO. Il s'inscrit dans la suite logique du projet ERC SMART. La valorisation des technologies développées est soutenue par l'ERC dans le cadre de l'appel *Proof of Concept*. Le projet PROMISING d'une durée de 12 mois, dont je suis le coordinateur principal, compte parmi les 30 projets lauréats au niveau européen pour l'année 2011. Il va permettre de valider les points-clefs de la maturation du projet de valorisation.

Dépassant les applications académiques, l'objectif du projet PROMISING est d'essaimer à terme un instrument d'imagerie commercialisable pour les domaines des sciences de la vie et de la biologie jusqu'à ceux de l'analyse médicale. La preuve de concept mettra l'accent sur la construction d'un prototype de microscope dédié employant les sondes MEMS pour démontrer à la fois la haute performance, l'ergonomie et la convivialité de la bio-imagerie rapide. Les étapes à valider sont au nombre de trois : (i) vérifier le potentiel d'innovation de l'idée découlant du projet ERC SMART par un prototype de microscope amené au stade de pré-démonstration commerciale, (ii) établir la viabilité du concept et le potentiel à court terme du marché, (iii) clarifier les droits de propriété intellectuelle pour définir le périmètre précis du transfert industriel, ainsi que la stratégie de lancement sur le marché. Les résultats attendus du projet PROMISING se situent dans la consolidation des informations et des données rendant possible la prise de décisions stratégiques et l'établissement d'un plan de développement raisonnable et acceptable pour le démarrage de l'activité. Une option envisageable réside dans la création d'une structure de start-up.

3.3 A LONG TERME : VERS UNE NANOCARACTERISATION ENRICHIE

Tirer des perspectives à long terme, c'est-à-dire à l'horizon de 10 ans voire plus, relève plus d'une vision que d'un exercice factuel tant le cheminement des activités peut s'aiguiller vers de multiples directions, au gré du contexte scientifique, des opportunités ou d'événements inattendus. Je ne présenterai donc pas ici des objectifs précis, j'exprimerai plutôt mon sentiment et ma conviction sur un futur probable, sinon possible, des micro et nano-systèmes appliqués au domaine de l'instrumentation.

D'abord quelques considérations. Les grandes avancées scientifiques sont soit le fruit de l'émergence de nouvelles théories pour comprendre, expliquer et prédire le monde qui nous entoure, soit le fruit du développement des techniques instrumentales qui permettent d'observer, mesurer et interagir plus complètement avec des objets ou des systèmes. En ce sens, les microscopies en champ proche, il y a près de 30 ans, ont amorcé la révolution des nanotechnologies et des nanosciences. De nouvelles clefs ouvrent de nouvelles portes. Une dizaine d'années plus tard, une convergence historique poignait entre les sciences physiques, chimiques et biologiques autour d'objets mêlant l'ensemble de ces propriétés dans la gamme des dimensions nanométriques. Les grandes initiatives pour les nanotechnologies sont alors lancées de par le monde au début des années 2000. La première, celles des Etats-Unis, la *National Nanotechnology Initiative*, est annoncée par Bill Clinton 40 ans après le célèbre discours de Richard Feynman *There's plenty of room at the bottom*.

Transformer les promesses des nanosciences et des nanotechnologies, qui produisent jour après jour des objets aux fonctions plus élaborées, en applications effectives à l'échelle humaine, nécessite d'une part, de faire le lien entre les échelles nano et macro-métriques, et de pouvoir, d'autre part, caractériser les propriétés de ces nano-objets. Les microsystèmes ont à l'évidence un rôle central à jouer dans ces deux aspects. Concernant

la caractérisation, préalable indispensable à l'intégration des nano-objets dans des systèmes, elle doit donner accès à l'ensemble des grandeurs significatives de ceux-ci à l'échelle nanométrique. Aussi, de la même manière que les sciences physiques, chimiques et biologiques l'ont fait dans le cadre de l'essor des nanosciences, les techniques expérimentales de caractérisation sont elles aussi amenées à converger à l'échelle nanométrique. Cela requiert le développement de techniques de mesure combinées *in situ* & *in operando*, tout en veillant à l'augmentation de la résolution temporelle et spatiale.

Il est difficile d'imaginer ce que sera l'instrument de mesure idéal du nano-monde tant il en existera une grande diversité en fonction des objets et des applications. Cependant, quelques grands enjeux se dessinent. L'un d'entre eux a été discuté dans ce manuscrit et concernent l'imagerie à cadence vidéo de la dynamique de nano-biosystèmes en milieu liquide. Pour aller plus loin, les techniques de microscopies en champ proche sont des plateformes particulièrement adaptées à la co-localisation de différentes techniques de mesure. En particulier, la convergence de l'AFM et des ondes hyperfréquences a conduit à la commercialisation du microscope SMM par Agilent Technologies. Etendre cette technique à l'analyse des systèmes biologiques en milieu liquide, permettrait de sonder à l'échelle nanométrique les propriétés diélectriques de ces objets. La corrélation de l'imagerie AFM et de la spectroscopie hyperfréquence permettrait d'enrichir très largement la caractérisation locale des objets biologiques, tant il est connu que ceux-ci offrent des signatures caractéristiques de leur constitution dans une large gamme de fréquence allant du MHz au THz. L'AFM offre également un couplage possible avec l'optique et l'analyse chimique par spectroscopie Raman. La pointe de la sonde exalte l'effet Raman et la vibration permet de sélectionner la réponse synchrone du seul objet situé sous la pointe. Pour ces applications, il est évident qu'une sonde AFM en configuration verticale et dont la détection de la vibration se fait sans faisceau laser représente un atout indéniable pour le développement de ces instruments « multimodaux ». Ces deux exemples pourraient ainsi constituer des pistes de prolongement à plus long terme des activités actuelles. L'IEMN serait un environnement tout à fait favorable pour cela, notamment dans le cadre du projet EQUIPEX ExCELSiOR récemment accepté. Ce projet ambitionne la fusion des deux plateformes de caractérisation électrique hyperfréquence et de microscopie en champ proche du laboratoire pour traiter les challenges de la nano-caractérisation des dispositifs électroniques.

CONCLUSION DU MEMOIRE

Durant toutes ces années de recherche, je me suis impliqué différentes thématiques et j'ai bénéficié du contexte favorable de l'IEMN pour le déroulement des travaux. Le domaine des microsystèmes étant par nature pluridisciplinaire, la synthèse présentée dans ce manuscrit ne rend compte que d'une partie des travaux effectués. Les compétences scientifiques et techniques de mes collègues proches, Lionel Buchaillot, Dominique Collard, Marc Faucher, Steve Arscott, Damien Ducatteau et Didier Théron, le travail des stagiaires, doctorants et post-doctorants, ainsi que le support technique et administratif sans faille des services communs du laboratoire – en premier lieu les centrales de technologie et de caractérisation électrique –, ont contribué de manière complémentaire et enrichissante aux recherches entreprises.

De cette synthèse des travaux se dégagent des fils conducteurs qui s'articulent autour de la transduction électromécanique, et plus précisément de la transduction capacitive et des techniques de caractérisation. En effet, les thématiques des micro-actionneurs et résonateurs micro-électromécaniques sont continuellement présentes dans les travaux et ont conduit à des réalisations originales et des résultats remarquables. L'activité de recherche actuelle, concernant le développement des sondes AFM MEMS, se situe à la convergence de cette expertise acquise dans le domaine des microsystèmes et de l'expertise développée antérieurement dans le domaine de la microscopie en champ proche durant la thèse. Ce mémoire de quinze années d'activité se referme donc en une sorte d'épanadiplose, mais il ouvre surtout un ensemble de perspectives stimulantes pour les années futures. En effet, au delà des démonstrations de laboratoire, dont il convient d'améliorer les performances, les résultats obtenus en AFM à partir des sondes MEMS laissent envisager le développement des techniques imagerie rapide de la matière biologique *in vitro*. Elles offriront potentiellement aux chercheurs du domaine un nouvel outil pour visualiser les comportements dynamiques des assemblages biomoléculaires et ouvriront également la voie à la nano-caractérisation multimodale basée sur des dispositifs MEMS et NEMS. Dans le cadre de collaborations académiques et de partenariats industriels, dont certains sont déjà en cours et d'autres restent à concrétiser, nous tenterons de matérialiser ces perspectives et de continuer à attirer l'attention des étudiants, des laboratoires et des industriels français ou étrangers sur nos travaux.

4 AUTRES ACTIVITES DU CHERCHEUR

4.1 BILAN BIBLIOGRAPHIQUE

La synthèse des principaux indicateurs bibliométriques est présentée dans le Tableau 4.1-1. La liste exhaustive des communications depuis le début de la carrière (1996-2012) est disponible en annexe.

Tableau 4.1-1 : Principaux indicateurs bibliographiques calculés au 31/01/2012

	Depuis le début de la carrière	Depuis 5 ans
Articles (RICL)	**43**	16
Conférences (CICL)	**50**	13
Conférences sur invitation	**15**	7
Chapitres d'ouvrage	**4**	1
Brevets	**4**	2
Nombre de citations[1]	**1 475**	710
Facteur *h*[1]	**16**	13
Facteur *I10*[1,2]	**26**	18

4.2 FORMATION ET ENCADREMENT

Mes activités de recherche m'ont conduit à assurer de nombreux encadrements ou co-encadrements d'étudiants et de docteurs dans le cadre de projets et stages académiques, de thèses et de post-doctorats. Les paragraphes ci-dessous reprennent en détails les encadrements de stages de master, de thèses et de post-doctorats.

4.2.1 ENCADREMENT DE STAGIAIRES DE MASTER

Anne-Sophie Rollier – Taux d'encadrement : 100 %
Réalisation et caractérisation de micro-actionneurs fonctionnant en milieu liquide
DEA « Micro-ondes et Microtechnologies », Université de Lille, 2003
Devenir de l'étudiante : inscription en doctorat.

Benoît Poussard – Taux d'encadrement : 50 %
Conception d'un micro-dispositif dédié à la caractérisation de cellules uniques par spectroscopie d'impédance électrique
DEA « Micro-ondes et Microtechnologies », Université de Lille, 2004
Devenir de l'étudiant : inscription en doctorat.

Martin Régent – Taux d'encadrement : 50 %
Réalisation de circuits intégrés microfluidiques en technologie silicium
Master « Micro et Nanotechnologies », Université de Lille, 2007
Devenir de l'étudiant : entrée dans la vie active, ingénieur.

[1] La bibliométrie est obtenue à partir de la base de données de Google Scholar (http://scholar.google.com).
[2] Le facteur *I10* correspond au nombre de publications citées plus de dix fois au cours de la période.

Benjamin Walter – Taux d'encadrement : 25 %
Fabrication de micro-résonateurs haute fréquence pour le développement de microscopes AFM de haute sensibilité
Master « Micro et Nanotechnologies », Université de Lille, 2007
Devenir de l'étudiant : inscription en doctorat.

4.2.2 ENCADREMENT DE DOCTORANTS

Anne-Sophie Rollier – Taux d'encadrement : 30 %
Technologies microsystèmes avancées pour le fonctionnement de dispositifs en milieu liquide et les applications nanométriques
Directeur de thèse : Dominique Collard, doctorat en « Micro-ondes et Microtechnologies » de l'Université de Lille, soutenue le 14 décembre 2006.
Devenir de la doctorante : ingénieur, société DELFMEMS, France.

Jean-Baptiste Bureau – Taux d'encadrement : 80 %
Conception, réalisation de micro-capteurs de force à base de jauges piézorésistives pour la caractérisation mécanique d'assemblages cellulaires en milieu liquide
Directeur de thèse : Dominique Collard, doctorat en « Electronique » de l'Université de Lille, soutenue le 15 décembre 2006.
Devenir du doctorant : ingénieur de recherche à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse.

Marc Sworowski – Taux d'encadrement : 15 %
Conception de microstructures résonantes destinées aux applications radiofréquences et fabrication en technologie d'intégration de composants passifs sur silicium
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot, doctorat en « Micro-ondes et Microtechnologies » de l'Université de Lille, soutenue le 28 novembre 2008.
Devenir du doctorant : ingénieur, société SILMACH, France.

Cédric Durand – Taux d'encadrement : 15 %
Développement de résonateurs électromécaniques en technologie Silicon On Nothing, à détection capacitive et amplifiée par transistor MOS, en vue d'une co-intégration permettant d'adresser une application de référence de temps
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot, doctorat en « Micro et NanoTechnologies, Acoustique, Télécommunications » de l'Université de Lille, soutenue le 14 janvier 2009.
Devenir du doctorant : ingénieur, société ST Microelectronics, France.

Benjamin Walter – Taux d'encadrement : 35 %
Fabrication de micro-résonateurs haute fréquence pour la microscopie à force atomique sur des objets biologiques
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot, doctorat en « Micro et NanoTechnologies, Acoustique, Télécommunications » de l'Université de Lille, soutenue le 13 décembre 2011.
Devenir du doctorant : post-doctorant, CNRS-IEMN, France.

Aymen Grira – Taux d'encadrement : 30 %
Synthèse de bioMEMS à base de micro mécanismes flexibles, pour la génération de déplacements de précision nanométrique et la mesure de forces de quelques nanoNewton
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot, thèse en cours à l'Université de Lille.

Zhuang Xiong – Taux d'encadrement : 50 %
Méthodes d'actionnement et de détection thermiques, piézorésisitives et piézolectriques pour des microrésonateurs MEMS utilisés comme sondes de microscopie à force atomique
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot, thèse en cours à l'Université de Lille.

4.2.3 ENCADREMENT DE POST-DOCTORANTS

Tristan Pichonat – Taux d'encadrement : 30 %
Réalisation de transistors à grille résonante
Post-doctorant en 2004-2005 dans le cadre du laboratoire commun IEMN / ST Microelectronics.
Devenir du post-doctorant : ingénieur, société DELFMEMS, France.

Marc Faucher – Taux d'encadrement : 50 %
Capteurs de force à base de résonateurs MEMS
Post-doctorant en 2005-2006 dans le cadre du projet de l'ACI Nanosciences « Nanocapteurs de force ».
Devenir du post-doctorant : chargé de recherche au CNRS en section 08.

Hichem Nouira – Taux d'encadrement : 100 %
Actionnement de résonateurs MEMS par films minces piézo-électriques
Post-doctorant en 2008 dans le cadre du projet ERC SMART.
Devenir du post-doctorant : ingénieur au Laboratoire National d'Essais, France.

Emmanuelle Algré – Taux d'encadrement : 75 %
Imagerie AFM utilisant des sondes résonantes MEMS à transductions intégrées
Post-doctorante en 2007-2009 dans le cadre des projets ANR PNANO Improve-LM et ERC SMART.
Devenir de la post-doctorante : enseignant-chercheur à l'ESIEE, France.

Etienne Herth – Taux d'encadrement : 100 %
Fabrication top-down et caractérisation de NEMS résonants
Post-doctorant en 2009-2010 dans le cadre du projet ANR PNANO NEXT-NEMS.
Devenir du post-doctorant : ingénieur de recherche au CNRS-FEMTO ST, France.

Benjamin Walter – Taux d'encadrement : 50 %
Applications des sondes AFM MEMS à l'imagerie en milieu liquide
Post-doctorant depuis 2012 dans le cadre du projet ERC SMART.
Post-doctorat en cours.

4.3 ENSEIGNEMENT

Mes activités d'enseignement se déroulent principalement depuis 1995 au sein de l'école d'ingénieurs ISEN-Lille. Ces dernières années, l'activité d'enseignement a concerné surtout le domaine de l'électronique RF et hyperfréquence, pour lequel je suis actuellement responsable d'un module de cours « Circuits RF & Hyper » en année M1. Le Tableau 4.3-1 récapitule les types et les volumes des enseignements effectués. Je suis par ailleurs le responsable depuis 2009 de la majeure « Hautes Technologies et Design de l'Innovation » de l'ISEN-Lille. Cette majeure, qui correspond aux années de M1 et de M2, se caractérise par la large place accordée à la pédagogie par projets pour les enseignements scientifiques et techniques. Elle est associée à une formation spécifique aux évolutions des processus de l'innovation dans les entreprises et aux techniques de conception concourante. Pour l'année scolaire 2011-2012, cette majeure regroupe 36 étudiants.

Tableau 4.3-1 : Synthèse des activités d'enseignement sur la période 1995-2012

	Niveau	Domaine	Volume (h)
Interrogations orales (1995-1996)	Classes préparatoires – Math. supérieures	Mathématiques	55
Interrogations orales (1997-2004)	Classes préparatoires – Math. spéciales	Physique	500
Cours magistraux	M1	Électronique hyperfréquence	108
Travaux dirigés	M1	Électronique hyperfréquence	408
Travaux dirigés	M1	Électronique analogique	24
Travaux pratiques	L3	Projets d'électronique	380
Travaux pratiques	M2	Nanotechnologie – AFM	12

4.4 TRAVAUX D'EXPERTISE ET D'EVALUATION

4.4.1 PARTICIPATION A DES INSTANCES D'EVALUATION

Je participe ou j'ai participé aux instances d'évaluation suivantes :

Comité d'évaluation de l'ANR (depuis 2010)
Membre du comité SIMI 10
Appels Blanc, Blanc International, et Jeunes Chercheurs et Jeunes Chercheuses

Vivier de comité de sélection (2009-2014)
Membre élu dans le collège MCF-CR, 63ème section
Université de Lille, France

Comité de sélection MCF (2009)
Membre du comité
Université Joseph Fourier, Grenoble, France

4.4.2 PARTICIPATION A DES JURYS DE THESE

J'ai participé aux jurys de thèse des personnes suivantes :

Marie Frénéa-Robin
Micromanipulation de particules par diélectrophorèse : Application au rangement matriciel et au tri de cellules sur puce
Directeur de thèse : Bruno Lepioufle. Thèse préparée au laboratoire SATIE (Rennes, France) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan, soutenue le 17 décembre 2003.

Gauthier Torricelli (participation en tant que rapporteur)
Caractérisations des interactions entre une microsphère et une surface métalliques aux échelles nanométriques
Directeur de thèse : Joël Chevrier. Thèse préparée au LEPES (Grenoble, France) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Université Joseph Fourier de Grenoble 1, soutenue le 30 mai 2005.

Jean-Baptiste Bureau
Conception, réalisation de micro-capteurs de force à base de jauges piézorésistives pour la caractérisation mécanique d'assemblages cellulaires en milieu liquide
Co-directeurs de thèse : Dominique Collard et Bernard Legrand**.** Thèse préparée à l'IEMN-CNRS (Villeneuve d'Ascq, France) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille 1, soutenue le 15 décembre 2006.

Laurent Tanguy
Actionnement électrique de fluides dédiés aux microsystèmes
Directeur de thèse : Liviu Nicu**.** Thèse préparée au LAAS-CNRS (Toulouse, France) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Université Toulouse III – Paul Sabatier, soutenue le 9 mars 2009.

Vincent Gouttenoire (participation en tant que rapporteur)
Exploitation de nouveaux phénomènes dans les systèmes nanoélectromécaniques : Réalisation d'un nanorésonateur accordable
Directeur de thèse : Stephen Purcell. Thèse préparée au LPMCN (Lyon) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Université de Lyon, soutenue le 26 novembre 2009.

Benjamin Walter
Fabrication de micro-résonateurs haute fréquence pour la microscopie à force atomique sur des objets biologiques
Directeur de thèse : Lionel Buchaillot. Thèse préparée à l'IEMN-CNRS (Villeneuve d'Ascq, France) en vue de l'obtention du Doctorat de l'Université de Lille, soutenue le 13 décembre 2011.

4.4.3 TRAVAUX D'EXPERTISE

Je participe régulièrement à des travaux d'expertise pour des organismes ou des éditeurs de revues :

Expertises pour l'ANR
Propositions de projets dans les appels PNANO, NanoInnov, P3N, Blanc, JCJC

Expertises pour l'ANRT
Dossiers CIFRE (Conventions Industrielles de Formation par la REcherche)

Expertises pour le CNRS
Dossiers PEPS (Projets Exploratoires Premiers Soutiens)

Expert pour l'OMNT (2006-2008)
Membre du groupe thématique « Nanoconstruction »

***Reviews* d'articles pour des revues nationales ou internationales :**
Journal sur l'Enseignement des Sciences et Technologies de l'Information et des Systèmes (EDP Sciences)
Journal of MicroElectroMechanical Systems (IEEE)
Transactions on Electron Devices (IEEE)
Industrial Electronics Society (IEEE)
Solid-State Electronics (Elsevier)
Sensors and Actuators A (Elsevier)
Journal of Micromechanics and Microengineering (IOP)

4.5 ADMINISTRATION DE LA RECHERCHE

Les responsabilités d'animation scientifique, qui sont liées aux projets et contrats de recherche, sont mentionnées dans la partie 4.6.

4.5.1 RESPONSABILITES MANAGERIALES

L'IEMN compte 20 groupes de recherche rattachés à 5 axes. **En janvier 2010, j'ai pris la responsabilité du groupe NAM6 « *Nano And MicroSYStems* »** qui fait partie de l'axe « Microtechnologies et Microsystèmes ». Au 31/01/2012, le groupe compte 15 personnes dont j'assure l'encadrement : 6 chercheurs du CNRS, 4 doctorants, 3 post-doctorants, 1 ingénieur de recherche et une assistante. Les activités actuelles du groupe peuvent se décrire selon 4 axes principaux mais non exhaustifs : (i) les résonateurs électromécaniques comme sondes de microscopie AFM à haute fréquence, (ii) le nitrure de gallium GaN comme matériau multifonctionnel pour les microsystèmes, (iii) l'exploitation de nouveaux effets pour des capteurs MEMS, dont la piézorésistivité géante dans les nanostructures ainsi qu'à l'interface métal/silicium, (iv) la nanocaractérisation électrique haute fréquence et haute impédance. Depuis 2000, le groupe NAM6 assure une présence quasi continue des résultats de ses activités dans les conférences internationales de référence, dont notamment les conférences IEEE MEMS et TRANSDUCERS, ainsi que dans les revues du domaine des microsystèmes.

Antérieurement à la prise de responsabilité du groupe NAM6 en 2010, j'étais depuis 2006 le responsable de l'équipe MNS « Micro et Nano Systèmes » du groupe « Microsystèmes Silicium » de l'IEMN, devenu groupe NAM6 par la suite.

4.5.2 PARTICIPATION A LA VIE DU LABORATOIRE

Au cours des années passées à l'IEMN, j'ai eu l'occasion de m'investir dans différentes actions au service de l'intérêt commun du laboratoire, comme :

- la participation à la rédaction de propositions dans le cadre d'appels à projets, dont en 2010 l'appel LABEX, et en 2011 l'appel EQUIPEX. Pour ce dernier, la proposition ExCELSiOR a été retenue dans le cadre des projets lauréats et je serai impliqué dans la gouvernance de ce projet (comité scientifique).

- la participation à des missions dans des instituts et universités étrangers dans le cadre des relations internationales du laboratoire, me permettant de présenter les activités micro et nanosystèmes. En particulier, je me suis rendu en 2004 à l'Institut de Technologie de Bengalore (Inde). En 2010, j'ai participé à une mission aux USA dans le cadre de 2 workshops entre Georgia Tech et l'IEMN d'une part, et entre l'Université de Michigan et l'IEMN d'autre part.

- la définition de cahiers des charges pour l'acquisition de nouveaux équipements de technologie ou de caractérisation, ainsi que le suivi de l'installation et la réception, en collaboration avec les ingénieurs du laboratoire. Cela a concerné par exemple un bâti de gravure profonde du silicium, un analyseur de réseau vectoriel modifié pour des besoins spécifiques.

- la participation à des groupes de travail et à des actions visant par exemple à améliorer le fonctionnement de la communication interne (accueil des nouveaux arrivants, forum de recherche, définition de l'intranet du laboratoire, développement de ressources WEB).

4.5.3 AUTRES ACTIVITES

De 2002 à 2004, **j'ai fait partie du comité de pilotage du Réseau Thématique Pluridisciplinaire (RTP) « Nanominiaturisation »** du département STIC[1] du CNRS. Les objectifs de ce RTP visaient à fédérer les compétences des laboratoires travaillant à la mise au point des techniques de miniaturisation de type *top-down*, utilisées en microélectronique, et des techniques de miniaturisation *bottom-up* issues des nanotechnologies. J'ai organisé dans ce cadre à l'IEMN en septembre 2003 les journées annuelles du RTP. Par ailleurs, j'ai fait partie en 2003 du comité local d'organisation des journées nationales du Réseau de recherche en Micro et Nano Technologies (RMNT), qui ont eu lieu à Lille les 3 et 4 novembre 2003.

4.6 VALORISATION

Les activités de valorisation concernent d'une part la co-invention de 4 brevets, dont la liste et les références sont données à la page 99, et d'autre part la participation à des projets et à des contrats de recherche. La Figure 4.6-1 présente chronologiquement les projets et les contrats dans lesquels je suis intervenu depuis 2001. Dans la suite, ceux-ci sont repris plus en détails par ordre alphabétique.

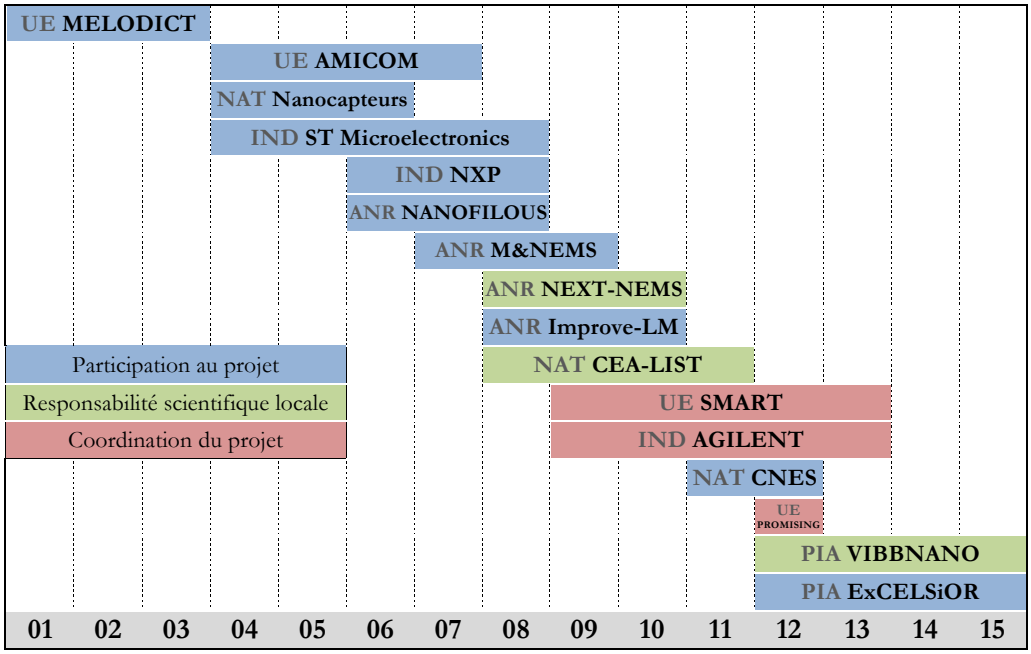


Figure 4.6-1 : Chronologie des projets depuis 2001. Les couleurs indiquent les différents niveaux de responsabilités prises dans ces projets. ANR : projet financé par l'Agence Nationale de la Recherche. IND : projet en collaboration avec un partenaire industriel. NAT : projet en collaboration avec un (des) partenaire(s) nationaux. PIA : projet financé dans le cadre du « Programme Investissements d'Avenir ». UE : projet financé par l'Union Européenne.

AGILENT
Mesure de dispositifs micro et nanométriques de haute impédance à haute fréquence
Collaboration industrielle CNRS-IEMN / Agilent Technologies, CA (USA), 2008
Rôle : co-initiateur de la coopération et responsable de thématique
Financement obtenu : 40 k$ par an de la part d'*Agilent University Programme*

[1] STIC : Sciences et Technologies de l'Information et de la Communication.

AMICOM
Advanced MEMS for RF and Millimeterwave Communications
Réseau d'Excellence du 6ème PCRD, Union Européenne, 2004-2007
Rôle : participant

CEA-LIST
Synthèse de bioMEMS à base de micro mécanismes flexibles, pour la génération de déplacements de précision nanométrique et la mesure de forces de quelques nanoNewton
Collaboration avec le CEA-LIST, Fontenay-aux-Roses, France, dans le cadre des travaux de thèse d'Aymen Grira, 2008-2011
Rôle : co-encadrant de la thèse

CNES
Applications spatiales des résonateurs MEMS
Contrat entre le CNES et un consortium académique CNRS, 2011-2012
Partenariat : LIRMM (Montpellier, France), IEF (Orsay, France), ESIEE-ESYCOM (Noisy-le-Grand, France), FEMTO-ST (Besançon, France), IEMN
Rôle : participant
Financement obtenu : 36 k€ sur 150 k€ attribués au projet

ExCELSiOR
Centre expérimental pour l'étude des propriétés des nanodispositifs dans un large spectre du DC au moyen infra-rouge
Projet EQUIPEX du « Programme Investissements d'Avenir », 2012
Rôle : co-élaborateur du projet, membre du comité scientifique, participant
Financement obtenu : 3 250 k€

Improve-LM
Imaging probe for vacuum environment and liquid medium
Projet de l'appel PNANO de l'ANR, 2008-2010
Partenariat : IEMN, CPMOH (Bordeaux, France), Institut Néel (Grenoble, France)
Rôle : participant
Financement obtenu : 250 k€ sur 580 k€ attribués au projet

M&NEMS
Micro capteur d'accélération résonant bas coût
Projet de l'appel PNANO de l'ANR, 2007-2009
Partenariat : CEA-LETI (Grenoble, France), IEMN, STMicroelectronics (Crolles, France), SupElec (Gif, France)
Rôle : participant
Financement global : 575 k€ attribués au projet

MELODICT
Micromachined Electromechanical Devices for Integrated Wireless Communication Transceivers
Projet du 5ème PCRD, Union Européenne, 2000-2003
Rôle : participant

Nanocapteurs de force
Technologies microsystèmes pour les sondes AFM
Action Concertée Incitative (ACI), 2004-2006
Partenariat : IEMN, CPMOH (Bordeaux, France), LEPES (Grenoble, France)
Rôle : participant

NANOFILOUS
Etudes des propriétés physiques et électriques des nano-fils de silicium
Projet de l'appel Jeunes Chercheurs de l'ANR (IEMN), 2006-2008
Rôle : participant
Financement global : 150 k€ attribués au projet

NEXT NEMS
Nouveaux modes d'actionnement et de détection pour les nanodispositifs NEMS
Projet de l'appel PNANO de l'ANR, 2008-2010
Partenariat : LPMCN (Lyon, France), IEMN, LADHYX (Palaiseau, France), THALES TRT (Palaiseau, France)
Rôle : responsable scientifique pour le partenaire IEMN
Financement obtenu : 148 k€ sur 556 k€ attribués au projet

NXP
Conception de microstructures résonantes destinées aux applications radiofréquences et fabrication en technologie d'intégration de composants passifs sur silicium
Collaboration industrielle avec NXP Semiconductors, Caen, France, dans le cadre des travaux de thèse de Marc Sworowski, 2006-2008
Rôle : co-encadrant de la thèse

PROMISING
High performance atomic force microscope for in vitro bio-imaging
Projet ERC « Proof of Concept » du 7ème PCRD, Union Européenne, 2012
Rôle : coordinateur principal
Financement obtenu : 144 k€

SMART
Scanning microscopy using active resonating nanotips
Projet ERC « Starting Grant » du 7ème PCRD, Union Européenne, 2008-2013
Rôle : coordinateur principal
Financement obtenu : 1 500 k€

ST Microelectronics
Microrésonateurs MEMS en technologie silicium
Collaboration industrielle avec ST Microelectronics, Crolles, France, dans le cadre du laboratoire commun IEMN/ST Microelectronics, 2004-2008
Rôle : co-encadrant du post-doctorat de Tristan Pichonat et de la thèse de Cédric Durand

VIBBNANO
Video Imaging of biological and bioinspired nanosystems
Projet « Nanobiotechnologies » du « Programme Investissements d'Avenir », 2012
Partenariat : Université de Bordeaux (CBMN, ARNA, LP2N, IINS, CRPP), IEMN, LAAS (Toulouse, France)
Rôle : co-élaborateur du projet, responsable scientifique pour le partenaire IEMN
Financement obtenu : 472 k€ sur 2 030 k€ attribués au projet

5 ANNEXES

5.1 LISTE DES PUBLICATIONS

5.1.1 ARTICLES DANS DES REVUES INTERNATIONALES A COMITE DE LECTURE

(1) Optical study of GaAs/AlAs pillar microcavities with elliptical cross-section
B. Gayral, J.M. Gérard, B. Legrand, E. Costard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **72**, 12 (1998) 1421-1423

(2) Enhanced spontaneous emission by quantum boxes in a monolithic optical microcavity
J.M. Gérard, B. Sermage, B. Gayral, B. Legrand, E. Costard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **81**, 5 (1998) 1110-1113

(3) Scanning tunneling microscopy and scanning tunneling spectroscopy of self-assembled InAs quantum dots
B. Legrand, B. Grandidier, J.P. Nys, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **73**, 1 (1998) 96-98

(4) InAs quantum boxes in GaAs/AlAs pillar microcavities: from spectroscopic investigations to spontaneous emission control
J.M. Gérard, B. Legrand, B. Gayral, E. Costard, B. Sermage, R. Kuszelewicz, D. Barrier and V. Thierry-Mieg, T. Rivera and J.Y. Marzin
Physica E, **2**, 1-4 (1998) 804-808

(5) Strong and weak coupling regime in pillar semiconductor microcavities
J. Bloch, F. Boeuf, J.M. Gérard, B. Legrand, J.Y. Marzin, R. Planel, V. Thierry-Mieg and E. Costard
Physica E, **2**, 1-4 (1998) 915-919

(6) Novel prospects for self-assembled InAs/GaAs quantum boxes
J.M. Gérard, A. Lemaître, B. Legrand, A. Ponchet, B. Gayral and V. Thierry-Mieg
Journal of Crystal Growth, **201**, (1999) 1309-1116

(7) Optical losses in plasma etched AlGaAs microresonators using reflection spectroscopy
T. Rivera, J.P. Debray, J.M. Gérard, B. Legrand, L. Mannin-Ferlazzo and J.L. Oudar
Applied Physics Letters, **74**, 7 (1999) 911-913

(8) Nanoscale desorption of H-passivated Si(100)-2x1 surfaces using an ultrahigh vacuum scanning tunneling microscope
C. Syrykh, J.P. Nys, B. Legrand and D. Stiévenard
Journal of Applied Physics, **85**, 7 (1999) 3887-3892

(9) Quantum Box size effect on vertical self-alignment studied using cross-sectional Scanning Tunneling Microscopy
B. Legrand, J.P. Nys, B. Grandidier, D. Stiévenard, A. Lemaître, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **74**, 18 (1999) 2608-2610

(10) Nanooxidation of silicon with an Atomic Force Microscope: a pulsed voltage technique
B. Legrand and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **74**, 26 (1999) 4049-4051

(11) Experimental evidence of spontaneous emission enhancement for quantum boxes in pillar microcavities
B. Gayral, J.M. Gérard, B. Sermage, B. Legrand, V. Thierry-Mieg and E. Costard
Superlattices and Microstructures, **25**, 1-2 (1999) 401-404

(12) Atomic force microscope tip-surface behavior under continuous bias or pulsed voltages in non-contact mode
B. Legrand and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **76**, 8 (2000) 1018-1020

(13) Formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate upon thermal annealing
B. Legrand, V. Agache, J.P. Nys, V. Senez and D. Stiévenard
Applied Physics Letters, **76**, 22 (2000) 3271-3273

(14) Imaging the wave-function amplitudes in cleaved semiconductor quantum boxes
B. Grandidier, Y.M. Niquet, B. Legrand, J.P. Nys, C. Priester, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **85**, 5 (2000) 1068-1071

(15) Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate
B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J.P. Nys, V. Senez and D. Stiévenard
Journal of Applied Physics, **91**, 1 (2002) 106-111

(16) Silicon nanowires with sub 10 nm lateral dimensions: from AFM lithography based fabrication to electrical measurements
B. Legrand, D. Deresmes and D. Stiévenard
Journal of Vacuum Science and Technology B, **20**, 3 (2002) 862-870

(17) Adhesive forces investigation on a silicon tip by contact mode atomic force microscope
V. Agache, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Applied Physics Letters, **81**, 14 (2002) 2623-2625

(18) Vacuum and cryogenic station for Micro-Electro-Mechanical Systems probing and testing
B. Legrand, E. Quevy, B. Stefanelli, D. Collard and L. Buchaillot
Review of Scientific Instruments, **73**, 12 (2002) 4393-4395

(19) Influence of the Step Covering on Fatigue Phenomenon for Polycrystalline Silicon Micro-Electro-Mechanical-Systems (MEMS)
O. Millet, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Japanese Journal of Applied Physics / Part 2, **41**, 11B (2002) L1339-L1341

(20) Design, realization and testing of micro-mechanical resonators in thick-film silicon technology with postprocess electrode-to-resonator gap reduction
D. Galayko, A. Kaiser, L. Buchaillot, B. Legrand, D. Collard and C. Combi
Journal of Micromechanics and Microengineering, **13**, 1 (2003) 134-140

(21) Tunable passband T-filter with electrostatically-driven polysilicon micromechanical resonators
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, L. Buchaillot, D. Collard and C. Combi
Sensors and Actuators, **117**, 1 (2004) 115-120

(22) Fabrication and characterization of 1.1 GHz blade nanoelectromechanical resonator
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot and H. Fujita
Applied Physics Letters, **86**, 21 (2005) 213104-1-3

(23) Modeling and experimental validation of sharpening mechanism based on thermal oxidation for fabrication of ultra-sharp silicon nanotips
V. Agache, R. Ringot, P. Bigotte, V. Senez, B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
IEEE Transactions on Nanotechnology, **4**, 5 (2005) 548-556

(24) Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids
B. Legrand, A.S. Rollier, D. Collard and L. Buchaillot
Applied Physics Letters, **88**, 3 (2006) 034105-1-3

(25) Stability and Pull-in voltage of electrostatic parallel-plate actuators in liquid solutions
A.S. Rollier, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Journal of Micromechanical Microengineering, **16**, 4 (2006) 794-801

(26) Silicon surface nano-oxidation using scanning probe microscopes (invited review)
D. Stiévenard and B. Legrand
Progress in Surface Science, **81**, 2-3 (2006) 112-140

(27) Coupled-resonator micromechanical filters with voltage tunable bandpass characteristic in thick film polysilicon technology
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, L. Buchaillot, C. Combi and D. Collard
Sensors and Actuators A-Phys, **126**, 1 (2006) 227-240

(28) A complete system for wireless powering and remote control of MEMS devices by inductive coupling
P. Basset, A. Kaiser, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, **12**, 1 (2007) 23-31

(29) SOI-based nanoelectrospray emitter tips for mass spectrometry: a coupled MEMS and microfluidic design
B. Legrand, A.E. Ashcroft, L. Buchaillot and S. Arscott
Journal of Micromechanical Microengineering, **17**, 3 (2007) 509-514

(30) Towards mechanical characterization of biomolecules by MNEMS tools
D. Collard, C. Yamahata, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, N. Sakaki, G. Hashiguchi and H. Fujita
IEEJ Transactions on Electrical and Electronic Engineering, **2**, 3 (2007) 262-271

(31) A silicon beam-based microcantilever nanoelectrosprayer
S. Arscott, B. Legrand, L. Buchaillot and A.E. Ashcroft
Sensors and Actuators B-Chem, **125**, 1 (2007) 72-78

(32) In-plane silicon-on-nothing nanometer-scale resonant suspended gate MOSFET for in-IC integration perspectives
C. Durand, F. Casset, P. Renaux, N. Abelé, B. Legrand, D. Renaud, E. Ollier, P. Ancey, A. M. Ionescu and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **29**, 5, (2008) 494-496

(33) Silicon nanotweezers with subnanometer resolution for the micromanipulation of biomolecules
C. Yamahata, D. Collard, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi and H. Fujita
Journal of Microelectromechanical Systems, **17**, 3 (2008) 623-631

(34) Design, fabrication, and operation of two-dimensional conveyance system with ciliary actuator arrays
M. Ataka, B. Legrand, L. Buchaillot, D. Collard and H. Fujita
IEEE/ASME Transactions on Mechatronics, **14**, 1, (2009) 119-125

(35) Towards silicon-nanowire-structured materials by the intimate mixing of patterning the solid state and chemical reactions
D. Hourlier, B. Legrand, C. Boyaval and P. Perrot
Journal of Nano Research, **6** (2009) 215-224

(36) Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz
B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B. Legrand, R. Boisgard, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **19**, 11 (2009) 115009-1-7

(37) Fabrication of 24-MHz-disk resonators with silicon passive integration technology
M. Sworowski, F. Neuilly, B. Legrand, A. Summanwar, P. Philippe and Buchaillot
Electron Device Letters, **31**, 1 (2010) 23-25

(38) Materials selection procedure for RF-MEMS
G. Guisbiers, E. Herth, B. Legrand, N. Rolland, T. Lasri and L. Buchaillot
Microelectronic Engineering, **87**, 9 (2010) 1792-1795

(39) Electron beam nanolithography in AZnLOF 2020
E. Herth, P. Tilmant, M. Faucher, M. François, C. Boyaval, F. Vaurette, Y. Deblock, B. Legrand and L. Buchaillot
Microelectronic Engineering, **87**, 11 (2010) 2057-2060

(40) Optimization of SiNX:H films deposited by PECVD for reliability of electronic, microsystems and optical applications
E. Herth, B. Legrand, L. Buchaillot, N. Rolland and T. Lasri
Microelectronic Reliabiblity, **50**, 8 (2010), 1103-1106

(41) Development of a new generation of active AFM tools for applications in liquids
A.S. Rollier, D. Jenkins, E. Dogheche, B. Legrand, M. Faucher and L Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **20**, 8 (2010) 085010-1-11

(42) Optimization of ohmic contact and adhesion on polysilicon in MEMS-NEMS wet etching process
E. Herth, E. Algré, B. Legrand and L. Buchaillot
Microelectronic Engineering, **88**, 5 (2011) 724-728

(43) MEMS ring resonators for laserless AFM with sub-nanoNewton force resolution
E. Algré, Z. Xiong, M. Faucher, B. Walter, L. Buchaillot and B. Legrand
Journal of Microelectromechanical Systems, **21**, 2 (2012) 385-397

5.1.2 COMMUNICATIONS DANS DES CONFERENCES INTERNATIONALES A COMITE DE LECTURE

(1) InAs quantum boxes in GaAs/AlAs pillar microcavities : from spectroscopic investigations to spontaneous emission control
J.M. Gérard, B. Legrand, B. Gayral, E. Costard, B. Sermage, R. Kuszelewicz, D. Barrier, V. Thierry-Mieg, T. Rivera and J.Y. Marzin
8th International Conference on Modulated Semiconductor Structures
MSS 8, Santa-Barbara, CA (USA), july 14-18, 1997

(2) Strong and weak coupling regime in pillar semiconductor microcavities
J. Bloch, F. Boeuf, J.M. Gérard, B. Legrand, J.Y. Marzin, R. Planel, V. Thierry-Mieg and E. Costard
8th International Conference on Modulated Semiconductor Structures
MSS 8, Santa-Barbara, CA (USA), july 14-18, 1997

(3) STM study of InAs quantum dots buried in GaAs
B. Legrand, B. Grandidier, J.P. Nys, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
European Materials Research Society Spring Meeting
E-MRS 1998 Spring Meeting, Strasbourg, France, june, 1998

(4) Nanolithography of silicon using an Atomic Force Microscope and pulsed voltages
B. Legrand and D. Stiévenard
European Materials Research Society Spring Meeting
E-MRS 1999 Spring Meeting, Strasbourg, France, june, 1999

(5) Characterization of InAs quantum boxes using cross-sectional STM
B. Legrand, B. Grandidier, Y.M. Niquet, J.P. Nys, C. Priester and D. Stiévenard
Materials Research Society Fall Meeting
MRS 1999 Fall Meeting, Boston, MA (USA), november 29-december 3, 1999

(6) Thermal induced formation of silicon islands from silicon on oxide substrates
B. Legrand, V. Agache, V. Senez and D. Stiévenard
Materials Research Society Fall Meeting
MRS 1999 Fall Meeting, Boston, MA (USA), november 29-december 3, 1999

(7) IF MEMS filters for mobile communication
E. Quévy, D. Galayko, B. Legrand, C. Renaux, C. Combi, D. Flandre, L. Buchaillot, D. Collard, B. Vigna and A. Kaiser
Proceedings of the 8th IEEE International Conference on Emerging Technologies and Factory Automation
ETFA 2001, Antibes-Juan les Pins, France, october 15-18, 2001, 773-776

(8) High-frequency high-Q micro-mechanical resonators in thick epipoly technology with post-process gap adjustment
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot and C. Combi
Proceedings of the 15th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2002, Las Vegas, NV (USA), january 20-24, 2002, 665-668

(9) Architecture-level center frequency drift compensation method for micro-mechanical filters used in IF stages of wireless telecommunication receivers
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand and O. Billoint
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2002, Cannes, France, may 6-8, 2002, 136-142

(10) Study of adhesive forces on a silicon nanotip by atomic force microscope in contact mode
V. Agache, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2002, Cannes, France, may 6-8, 2002, 601-611

(11) Design of clamped-clamped beam resonator in thick-film epitaxial polysilicon technology
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, L. Buchaillot, C. Combi and D. Collard
Proceedings of the 32nd European Solid-State Device Research Conference
ESSDERC'2002, 32nd European Solid-State Device Research Conference, Firenze, Italiy, september 24-26, 2002, 447-450

(12) Ultimate technology for micromachining of nanometric gap high frequency microresonators
E. Quévy, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 16th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2003, Kyoto, Japan, january 19-23, 2003, 879-882

(13) Thermally actuated probe arrays for manipulation and characterization of individual bio-cell
B. Kim, D. Collard, M. Lagouge, F. Conseil, B. Legrand and L. Buchaillot
Proceedings of the 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'03, Boston, MA (USA), june 8-12, 2003, 1255-1258

(14) Modeling and experimental validation of silicon nanotip oxidation: towards a nanoelectromechanical filter application
V. Agache, P. Bigotte, B. Legrand, V. Senez, L. Buchaillot and D. Collard
Proceedings of the 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'03, Boston, MA (USA), june 8-12, 2003, 1287-1290

(15) Modeling of failure mechanisms for optimized MEMS CAD: Design, fabrication and characterization of in situ test benches
O. Millet, V. Agache, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'03, Boston, MA (USA), june 8-12, 2003, 1578-1581

(16) Tapping-mode HF nanometric lateral gap resonators: experimental and theory
E. Quévy, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 12th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'03, Boston, MA (USA), june 8-12, 2003, 879-882

(17) Microelectromechanical coupled resonsator IF filters with variable bandwidth in thick-film epitaxial polysilicon technology
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, L. Buchaillot, D. Collard and C. Combi
Proceedings of the 4th Workshop on MEMS for Millimeterwave Communications
MEMSWAVE 2003, Toulouse, France, july 2-4, 2003, F23-F26

(18) Predictive modeling of the fatigue phenomenon for polycristallyne structural layers
O. Millet, P. Bertrand, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 17th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2004, Maastricht, Netherlands, january 25-29, 2004, 145-148

(19) Characterization of individual bio-cells with thermally actuated probe arrays
Y.H. Cho, D. Collard, L. Buchaillot, B. Legrand, and B.J. Kim
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2004, Montreux, Switzerland, may 12-14, 2004, 425-429

(20) Reliability of polycrystalline MEMS: prediction of the debugging-time
O. Millet, P. Bertrand, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 30th International Symposium for Testing and Failure Analysis
ISTFA 2004, Worcester, MA (USA), november 14-18, 2004, 221-224

(21) An original methodology to assess fatigue behavior in RF MEMS devices
O. Millet, P. Bertrand, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 34th European Microwave Conference
EuMC 2004, Amsterdam, Nertherlands, october 12-14, 2004, 69-72

(22) 1.1 GHz silicon blade nano-electromechanical resonator featuring 20 nm gap lateral transducers
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, H. Fujita and L. Buchaillot
Proceedings of the 18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2005, Miami Beach FL (USA), january 30-february 3, 2005, 121-124

(23) MEMS reliability: metrology set-up for investigation of fatigue causes
O. Millet, O. Blanrue, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2005, Miami Beach FL (USA), january 30-february 3, 2005, 483-486

(24) Characterization of vertical vibration of electrostatically actuated resonators using atomic force Microscope in noncontact mode
V. Agache , B. Legrand, K. Nakamura, H. Kawakatsu, L. Buchaillot, H. Toshiyoshi, D. Collard, H. Fujita
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 2023-2026

(25) The 2D feedback conveyance with ciliary actuator arrays
M. Ataka , B. Legrand, L. Buchaillot, D. Collard and H. Fujita
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 31-34

(26) Stiction drive operation of micromotors: direct and reverse rotation control
B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 57-60

(27) Reliability of non-released microstructures: failure analysis and innovative solution process
O. Millet, P. Muller, O. Blanrue, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 840-842

(28) Tensile stress determination in silicon nitride membrane by AFM characterization
A.S. Rollier, B. Legrand, D. Deresmes, M. Lagouge, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 828-831

(29) 3D self-assembling of SU-8 microstructures on silicon by plasma induced compressive stress
J.B. Bureau, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Seoul, Korea, june 5-9, 2005, 19-22

(30) Electrostatic actuators operating in liquid environment : position control without pull-in effect
A.S. Rollier, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2005, Montreux, Switzerland, june 1-3, 2005, 341-346

(31) RF blade nano-electromechanical resonator with self-aligned process for definition of lateral electrostatic transducers
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, H. Fujita and L. Buchaillot
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2005, Montreux, Switzerland, june 1-3, 2005, 26-31

(32) Micromachined actuators for friction driven linear micro-motors
B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
Proceedings of the 5th International Symposium on Linear Drive for Industry Applications
LDIA 2005, Hyogo, Japan, september 25-28, 2005, 25-28

(33) Parallel-plate electrostatic actuators in liquids: displacement-voltage optimization for microfluidic applications
B. Legrand, A.S. Rollier, L. Buchaillot and D. Collard
Proceedings of the 19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2006, Istanbul, Turkey, january 22-26, 2006, 718-721

(34) Ultra-low voltage MEMS resonator based on RSG-MOSFET
N. Abele, K. Segueni, K. Boucart, F. Casset, B. Legrand, L. Buchaillot, P. Ancey and A.M. Ionescu
Proceedings of the 19th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2006, Istanbul, Turkey, january 22-26, 2006, 718-721

(35) Silicon nanotweezers with adjustable and controllable gap for the manipulation and characterization of DNA molecules
C. Yamahata, T. Takekawa, K. Ayano, M. Hosogi, M. Kumemura, B. Legrand, D. Collard, G. Hashiguchi and H. Fujita
Proceedings of the 2006 IEEE-EMBS International Conference on Microtechnologies in Medicine and Biology
MMB 2006, Bankoku-Shinryokan / Okinawa, Japan, may 9-12, 2006, 123-126

(36) Micro-machined actuators for the friction driven micro-motor
B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
Proceedings of the 10th International Conference on New Actuators
ACTUATOR 2006, Bremen, Germany, june 14-16, 2006, 211-214

(37) Electrostatic actuators operating in liquid environment: suppression of pull in instability and dynamic response
A.S. Rollier, M. Faucher, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the SPIE Conference on Design, Test, Integration, and Packaging of MEMS/MOEMS
DTIP 2006, Stresa / Lago Maggiore, Italy, april 26-28, 2006, 244-249

(38) High yield grafting of carbon nanotube on ultra-sharp silicon nanotips: mechanical characterization and AFM imaging
A.S. Rollier, C. Bernard, S. Marsaudon, A.M. Bonnot, M. Faucher, J.P. Aimé, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 20th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2007, Kobe, Japan, january 21-25, 2007, 851-854

(39) Silicon nano-ESI emitters for mass spectrometry: A mixed micromechanical and microfluidic design
B. Legrand, L. Buchaillot, A.E. Ashcroft and S. Arscott
Proceedings of the 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'07, Lyon, France, june 10-14, 2007, 791-794

(40) Proposition of atomic force probes based on silicon ring-resonators
M. Faucher, B. Walter, A.S. Rollier, K. Segueni, B. Legrand, G. Couturier, J.P. Aimé, C. Bernard, R. Boisgard and L. Buchaillot
Proceedings of the 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'07, Lyon, France, june 10-14, 2007, 1529-1532

(41) Compact multilayer piezoresistive gauge for in-plane strain measurement in liquids
J.B. Bureau, B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'07, Lyon, France, june 10-14, 2007, 2267-2270

(42) Characterization of in-IC integrable in-plane nanometer scale resonators fabricated by a silicon on nothing advanced CMOS technology
C. Durand, F. Casset, B. Legrand, M. Faucher, P. Renaux, D. Mercier, D. Renaud, D. Dutartre, E. Ollier, P. Ancey and L. Buchaillot
Proceedings of the 21st IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2008, Tucson, AZ (USA), january 13-17, 2008, 1016-1019

(43) Tip-matter interaction measurements using MEMS ring resonators
E. Algré, B. Legrand, M. Faucher, B. Walter and L. Buchaillot
Proceedings of the 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'09, Denver CO (USA), june 21-25, 2009, 1638-1641

(44) High-Q and low-Rm 24-MHz radial-contour mode disk resonators fabricated with silicon passive integration technology
M. Sworowski, F. Neuilly, B. Legrand, A. Summanwar, F. Lallemand, P. Philippe and L. Buchaillot
Proceedings of the 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'09, Denver CO (USA), june 21-25, 2009, 2114-2117

(45) Surface microscopy with laserless MEMS based AFM probe
E. Algré, B. Legrand, M. Faucher, B. Walter and L. Buchaillot
Proceedings of the 23rd IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2010, Hong Kong, China, january 24-28, 2010, 292-295

(46) Conception and fabrication of silicon ring resonator with piezo-resistive detection for force sensing applications
Z. Xiong, B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of the ASME 2011 International Mechanical Engineering Congress & Exposition
IMECE 2011, Denver, CO (USA), november 11-17, 2011, IMECE2011-65083-1-5

(47) Optimal design of non intuitive compliant microgripper with high resolution
A. Grira, B. Legrand, C. Rotinat-Libersa, E. Mairiaux and L. Buchaillot
Proceedings of 2011 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems
IROS 2011, San Francisco, CA (USA), september 25-30, 2011, 45-50

(48) 4.8 MHz AFM nanoprobes with capacitive transducers and batch-fabricated nanotips
B. Walter, M. Faucher, E. Mairiaux, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of the 24th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2011, Cancun, Mexico, january 23-27, 2011, 517-520

(49) Conception and fabrication of piezo-resistive ring shaped AFM probe
Z. Xiong, B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of 25th IEEE Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2012, Paris, France, january 29-february 2, 2012, 547-550

(50) DNA origami imaging with 10.9 MHz AFM MEMS probes
B. Walter, M. Faucher, E. Mairaiux, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of 25th IEEE Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2012, Paris, France, january 29-february 2, 2012, 555-558

5.1.3 CONFERENCES ET SEMINAIRES SUR INVITATION

(1) Microsystèmes : enjeux et perspectives
D. Collard, L. Buchaillot and B. Legrand
Journée IMAPS, Lille, France, october 11, 2000

(2) Microsystèmes : Un état des lieux, enjeux et perspectives
D. Collard, L. Buchaillot and B. Legrand
48èmes Journées nationales de l'Union des Physiciens, Lille, France, october 28-31, 2000

(3) Microsystem Technology: trends and possible application for textile
D. Collard, L. Buchaillot and B. Legrand
HIGHTEX Conference on Modern Textile Factory, Lille, France, april, 2001

(4) Un état de l'art des microsystèmes
D. Collard, L. Buchaillot and B. Legrand
Journées d'Electronique Régionale
JER 2001, Marcq en Baroeul, France, december, 2001

(5) Nanotechnologie, Micro et Nanosystèmes
B. Legrand
5ème Colloque International TELECOM'2005 & 4èmes Journées Franco-Maghrébines des Micro-ondes et leurs Applications
JFMMA, Rabat, Maroc, mars 23-25, 2005, 13-22

(6) Microsystèmes : Principales applications et contexte national
L. Buchaillot, D. Collard and B. Legrand
Ecole thématique CNRS : Nanosciences et sondes locales
Anglet, France, april 1-4, 2005

(7) Microsystèmes, résonateurs électromécaniques : où celà nous mène-t-il ?
V. Agache, E. Quévy, O. Millet, A.S. Rollier, R. Ringot, D. Collard, B. Legrand and L. Buchaillot
Ecole thématique CNRS : Nanosciences et sondes locales
Anglet, France, april 1-4, 2005

(8) Micro et Nanomécanique, MEMS et NEMS
B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
Ecole CNRS : Nanosciences et Nanotechnologies
Autrans, France, october 9-13, 2006

(9) Résonateurs électromécaniques : principe et applications
B. Legrand
Ecole CNRS : Microsystèmes acoustiques
Lille, France, april 3-4, 2007

(10) Microsystèmes sur silicium – Résonateurs électromécaniques : du filtrage pour les télécommunications à l'instrumentation pour le champ proche
B. Legrand
Séminaire au CEA / MINATEC, Grenoble, France, october 9, 2007

(11) New generation of atomic force probes based on resonators for operation in a liquid medium
L. Buchaillot, M. Faucher and B. Legrand
MEMS and Nanotechnology through Science and Applications
Scientific Day of NanoWal, Louvain-la-Neuve, Belgium, march 18, 2008

(12) Vers une nouvelle génération de sonde de microscopie à force atomique à base de micro et nano-systèmes électromécaniques
B. Legrand, E. Algré, L. Buchaillot, M. Faucher and B. Walter
Journées Nationales en Nanosciences et Nanotechnologies
J3N, Toulouse, France, october 21-23, 2009

(13) Apport des micro et nano-systèmes pour la microscopie à force atomique
B. Walter, Z. Xiong, E. Algré, E. Mairiaux, M. Faucher, L. Buchaillot and B. Legrand
Journées Nationales Nanosciences et Nanotechnologies
J3N 2011, Strasbourg, France, november 7-9, 2011

(14) Micro et nanorésonateurs électromécaniques radio-fréquences. Principes et applications
M. Faucher, B. Legrand, B. Walter, E. Algré, A. Ben-Amar, Y. Cordier, C. Gaquière, D. Théron and L. Buchaillot
11ème Colloque International TELECOM'2011 & 7èmes Journées Franco-Maghrébines des Micro-ondes et leurs Applications
JFMMA, Tanger, Maroc, march 16-18, 2011, 554 / 1-6

(15) 12 years of resonator: from telephone to atomic force microscopy
L. Buchaillot, B. Legrand, M. Faucher, B. Walter, M. Faucher, B. Walter, E. Algré and Z. Xiong
22nd International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science
MHS 2011, Nagoya, Japan, november 6-9, 2011, 2-2

5.1.4 CHAPITRES D'OUVRAGE

(1) Surface Micro-Machining – An Overview –
D. Collard, H. Fujita, H. Toshiyoshi, B. Legrand and L. Buchaillot
in *Microsystem technology. Fabrication, Test and Reliability* (Editor: J. Boussey)
ISBN 9781903996478
Hermes Science Publications (2002) **2**, 35-49

(2) Electrostatic micro-actuators
D. Collard, H. Fujita, H. Toshiyoshi, B. Legrand and L. Buchaillot
in *Microsystem technology. Fabrication, Test and Reliability* (Editor: J. Boussey)
ISBN 9781903996478
Hermes Science Publications (2002) **2**, 35-49

(3) Silicon surface nano-oxidation
D. Stiévenard and B. Legrand
in *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology* (Editor: H.S. Nalwa)
ISBN 1-58883-001-2
American Scientific Publishers (2004) **7**, 859-864

(4) Micro et nanorésonateurs Radio-Fréquence
B. Legrand, C. Durand, M. Faucher and L. Buchaillot
in *La Micro-Nanoélectronique – Enjeux et Mutations*
ISBN 978-2-271-06829-3
CNRS Editions (2008) 239-242

5.1.5 BREVETS

(1) **Brevet français n° 99 03835** du 26/03/1999
Détecteur infrarouge semi-conducteur et son procédé de fabrication
D. Stiévenard, C. Delerue and B. Legrand
Extension internationale WO 2000/059042

(2) **Brevet français n° 02 02658** du 1/03/2002
Compensation de la dérive de la fréquence centrale d'un filtre micro-mécanique dans une architecture de récepteur RF superhétérodyne par asservissement de la fréquence intermédiaire
A. Kaiser, D. Galayko, B. Legrand and O. Billoint
Extension internationale WO 2003/075474

(3) **Brevet français n° 07 03161** du 2/05/2007
Sonde pour microscopie à force atomique
M. Faucher, L. Buchaillot, J.P. Aimé, B. Legrand and G. Couturier
Extension internationale WO 2008/148951

(4) **Brevet international** — *Patent filing in progress* (4/1/2012)
Detecting responses of Micro-ElectroMechanical System (MEMS) resonator device
B. Legrand, D. Ducatteau, D. Théron and H. Tanbakuchi

5.1.6 WORKSHOPS, CONGRES, SYMPOSIUMS ET SEMINAIRES

(1) Microscopie et spectroscopie tunnel de boîtes quantiques d'InAs
B. Legrand, B. Grandidier, J.P. Nys, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Forum microscopie à champ proche
Calais, France, march, 1998

(2) Enhanced spontaneous emission by quantum boxes in a solid-state microcavity
J.M. Gérard, B. Gayral, B. Sermage, B. Legrand, V. Thierry-Mieg and E. Costard
17th General Conference of the Condensed Matter Division, European Physical Society & 6èmes Journées de la Matière Condensée, Société Française de Physique
CMD 17 JMC 6, Grenoble, France, august 25-29, 1998

(3) Novel prospects for self-assembled InAs/GaAs quantum boxes
J.M. Gérard, A. Lemaître, B. Legrand, A. Ponchet, B. Gayral and V. Thierry-Mieg
10ème Conférence Internationale sur l'Epitaxie à Jets Moléculaires
MBE X, Cannes, France, august 31-september 4, 1998

(4) Dépassivation locale d'une surface H-Si(100)-2x1 par STM. Etude systématique et modélisation de l'effet de dose
C. Syrrykh, J.P. Nys, B. Legrand and D. Stiévenard
Forum microscopie sonde locale
Autrans, France, march, 1999

(5) Nanooxydation de silicium par AFM en mode non-contact et impulsions de tension
B. Legrand and D. Stiévenard
Forum microscopie sonde locale
Autrans, France, march, 1999

(6) Nanostructures de silicium
B. Legrand
Doctoriales Association Bernard Grégory
Villeneuve d'Ascq, France, september, 1999

(7) Conception de résonateurs micromécaniques pour les filtres IF dans la technologie de couches épaisses épitaxiées
D. Galayko, A. Kaiser, B. Legrand, L. Buchaillot, D. Collard and C. Combi
Colloque CAO des Circuits Intégrés et Systèmes
Paris, France, may, 2002

(8) Microsystems activities at IEMN
B. Legrand
Workshop Franco-Indien « Nanosciences – Nanotechnologies »
Bangalore, India, october 23-29, 2004

(9) TP de nanotechnologie. Réalisation et observation de nano-fils de silicium à l'aide de l'AFM
B. Legrand and H. Happy
Actes des 8èmes Journées Pédagogiques du CNFM
Saint-Malo, France, december 1-3, 2004, 73-78

(10) Micromoteur entraîné par friction à double sens de rotation
B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
Congrès Français de Mécanique
Troyes, France, august 29-september 2, 2005, oral communication #347

(11) Actionneurs électrostatiques complètement isolés : fabrication, fonctionnement et caractérisation en milieu liquide
A.S. Rollier, B. Legrand, L. Buchaillot and D. Collard
Congrès Français de Mécanique
Troyes, France, august 29-september 2, 2005, oral communication #359

(12) Micro et Nanosystèmes, Application aux résonateurs électromécaniques
B. Legrand
« Club Pionniers Métropole »
Société Francelog, Tourcoing, France, september 18, 2008

(13) Projet ERC – Starting Grant « SMART » - Scanning Microscopy using Active Resonating nanoTips
B. Legrand
Demi-journée d'information nationale du PCN ERC – Appel à propositions ERC 2009
Villeneuve d'Ascq, France, october 9, 2008

(14) Caractérisation de microsystèmes à l'IEMN - Résonateurs électromécaniques
B. Legrand
Séminaire IEMN interne « caractérisation »
Villeneuve d'Ascq, France, october 16, 2008

(15) Le projet SMART : une sonde pour l'exploration du nanomonde
B. Legrand and L. Buchaillot
Forum de recherche – ISEN-Lille
Lille, France, november 12, 2008

(16) Tip-matter interaction measurements using MEMS ring resonators
E. Algré, B. Legrand, M. Faucher, B. Walter and L. Buchaillot
Forum microscopie sonde locale
Neufchâtel-Hardelot, France, march, 2009

(17) Projet ERC – Starting Grant « SMART » - Scanning Microscopy using Active Resonating nanoTips
B. Legrand
Intervention-témoignage à la réunion des directeurs d'unités CNRS INST2I
Paris, France, april 14, 2009

(18) Projet ERC – Starting Grant « SMART » - Scanning Microscopy using Active Resonating nanoTips
B. Legrand
Intervention-témoignage à la réunion des nouveaux entrants CNRS INST2I
Paris, France, may 4, 2009

(19) General overview of the activity of the 'Micro and Nano Systems' department. An example: microelectromechanical resonators and applications
B. Legrand
French-Chinese Workshop
Villeneuve d'Ascq, France, june 2-4, 2009

(20) Projet ERC – Starting Grant « SMART » - Scanning Microscopy using Active Resonating nanoTips
B. Legrand
Demi-journée d'information nationale du PCN ERC – Appel à propositions ERC 2010
Lille, France, september 11, 2009

(21) Micro et Nanosystèmes, Application aux résonateurs électromécaniques
B. Legrand
« Club Pionniers Métropole »
Société Whessoe, Calais, France, september 15, 2009

(22) Synthèse des contributions du thème 8 : « Instrumentation, caractérisation »
B. Legrand
Ateliers Nano du CNRS
Paris, France, october 4, 2010

(23) Nano and Microsystems activities at IEMN
B. Legrand
Georgia Tech./IEMN workshop
Atlanta, GA (USA), october 25-26, 2010

(24) Nano and Microsystems activities at IEMN
B. Legrand
University of Michigan/IEMN workshop
Ann Arbor, MI (USA), october 27-28, 2010

(25) Improve-LM imaging probe for vacuum environment and liquid medium
B. Walter, M. Faucher, B. Legrand, E. Mairiaux, R. Boisgard, J. Buchoux, S. Marsaudon, Z. Xiong, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journées du Réseau National en Nanosciences et en Nanotechnologies
J3N 2010, Lille, France, november 8-10, 2010

(26) Atomic force probe using silicon ring resonator conception
B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
5èmes Journées Nationales du GDR Micro et Nano Systèmes
Lyon, France, december 14-15, 2010

(27) Conception and fabrication of silicon ring resonator with piezo-resistive detection for force sensing applications
Z. Xiong, B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, L. Buchaillot and B. Legrand
5èmes Journées Nationales du GDR Micro et Nano Systèmes
Lyon, France, december 14-15, 2010

(28) 4.8 MHz AFM nanoprobes with capacitive transducers and batch-fabricated nanotips
B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
XXIème Congrès Général de la Société Française de Physique
SFP 2011, Bordeaux, France, july 4-8, 2011

(29) IMPROVE-LM - Imaging probe for vacuum environment and liquid medium
B. Legrand, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journées Nationales Nanosciences et Nanotechnologies
J3N 2011, Strasbourg, France, november 7-9, 2011

5.1.7 AUTRES COMMUNICATIONS ET ACTIVITES DE DISSEMINATION

(1) Physique des électrons : Sonder la structure électronique à l'échelle atomique
D. Stiévenard, B. Grandidier, T. Melin, B. Legrand and J.P. Nys
Images de la physique 2002
CNRS SPM (2002) 73-77

(2) Les microsystèmes
B. Legrand
AI contact
A.I.G.ISEN, **1**, june (2002)

(3) Les microsystèmes
B. Legrand
Vues d'ensemble
Université Catholique de Lille, **23**, october (2004) 19-20

(4) Réalisation de nano-fils par lithographie AFM
F. Vaurette, B. Legrand, D. Stiévenard and M. Miens
Film vidéo de 17 minutes accessible à :
mms://semmline.univ-lille1.fr/Wmedia/wmol/f8befb1d-62fd-4817-8b10-4c90302321d4/39ce887b-3f10-4394-afce-5c5c1ef8e5cd.wmv
CNRS IEMN (2005)

(5) Microvibromoteurs à actionnement combdrive
B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Exposition CNRS *Zoom sur les micro et nano systèmes* (démonstration de microsystèmes)
Paris, France (2005)

(6) Microtechnologie, Micro et nanosystèmes
B. Legrand
AI contact
A.I.G.ISEN, **7**, june (2005), 17-20

(7) Les microsystèmes, c'est quoi ?
B. Legrand
Journées Mondiales de la Physique.
Physifolies, Lille, France, november 11-13 (2005)

(8) Nanotubes de carbone pour l'actionnement photomécanique d'une micropince
B. Legrand
Observatoire des Micro et Nanotechnologies
Synthèse bimestrielle « Nanoconstruction », **8** (2007)

(9) Nanotubes de carbone à MEMS'07
B. Legrand
Observatoire des Micro et Nanotechnologies
Synthèse bimestrielle « Nanoconstruction », **10** (2007)

(10) MEMS et nanotubes de carbone
B. Legrand
Observatoire des Micro et Nanotechnologies
Synthèse annuelle de l'année 2007, (2008) 16

(11) Contribution et intervention dans le film « MEMS »
B. Legrand
DVD Nanosciences Nanotechnologie
CNRS Images (2008)
www.cnrs.fr/cnrs-images/nano

5.2 SELECTION DE PUBLICATIONS

5.2.1 LISTE DES PUBLICATIONS REPRODUITES

Travaux antérieurs à la thèse

(1) Enhanced spontaneous emission by quantum boxes in a monolithic optical microcavity
J.M. Gérard, B. Sermage, B. Gayral, B. Legrand, E. Costard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **81**, 5, (1998) 1110-1113

Travaux relatifs la thèse

(2) Scanning tunneling microscopy and scanning tunneling spectroscopy of self-assembled InAs quantum dots
B. Legrand, B. Grandidier, J.P. Nys, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Applied Physics Letters, **73**, 1 (1998) 96-98

(3) Imaging the wave-function amplitudes in cleaved semiconductor quantum boxes
B. Grandidier, Y.M. Niquet, B. Legrand, J.P. Nys, C. Priester, D. Stiévenard, J.M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Physical Review Letters, **85**, 5 (2000) 1068-1071

(4) Silicon nanowires with sub 10 nm lateral dimensions: from AFM lithography based fabrication to electrical measurements
B. Legrand, D. Deresmes and D. Stiévenard
Journal of Vacuum Science and Technology B, **20**, 3 (2002) 862-870

(5) Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon on insulator substrate
B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J.P. Nys, V. Senez and D. Stiévenard
Journal of Applied Physics, **91**, 1 (2002) 106-111

Travaux relatifs aux micro-actionneurs

(6) Stiction drive operation of micromotors: direct and reverse rotation control
B. Legrand, D. Collard and L. Buchaillot
Proceedings of the 13th IEEE International Conference On Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems
TRANSDUCERS'05, Séoul, Korea, June 5-9, 2005, 1/57-60

(7) Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids
B. Legrand, A.S. Rollier, D. Collard and L. Buchaillot
Applied Physics Letters, **88**, 3 (2006) 034105

(8) Silicon nanotweezers with subnanometer resolution for the micromanipulation of biomolecules
C. Yamahata, D. Collard, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi and H. Fujita
Journal of Microelectromechanical Systems, **17**, 3 (2008) 623-631

Travaux relatifs aux micro-résonateurs électromécaniques

(9) Fabrication and characterization of 1.1 GHz blade nanoelectromechanical resonator
V. Agache, B. Legrand, D. Collard, L. Buchaillot and H. Fujita
Applied Physics Letters, **86**, 21 (2005) 213104

(10) In-plane silicon-on-nothing nanometer-scale resonant suspended gate MOSFET for in-IC integration perspectives
C. Durand, F. Casset, P. Renaux, N. Abelé, B. Legrand, D. Renaud, E. Ollier, P. Ancey, A.M. Ionescu and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **29**, 5 (2008) 494-496

(11) Fabrication of 24-MHz-disk resonators with silicon passive integration technology
M. Sworowski, F. Neuilly, B. Legrand, A. Summanwar, P. Philippe and L. Buchaillot
Electron Device Letters, **31**, 1 (2010) 23-25

(12) Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz
B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B. Legrand, R. Boisgard, J.P. Aimé and L. Buchaillot
Journal of Micromechanics and Microengineering, **19**, 11 (2009) 115009

(13) MEMS ring resonators for laserless AFM with sub-nanoNewton force resolution
A. Algré, Z. Xiong, M. Faucher, B. Walter, L. Buchaillot and B. Legrand
Journal of Microelectromechanical Systems (2012) *Published online Jan. 9th 2012*

(14) DNA origami imaging with 10.9 MHz AFM MEMS probes
B. Walter, E. Mairiaux, M. Faucher, Z. Xiong, L. Buchaillot and B. Legrand
Proceedings of the 25th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems
MEMS 2012, Paris, France, january 28-february 2, 2012, 555-558

5.2.2 REPRODUCTION DES PUBLICATIONS

VOLUME 81, NUMBER 5 PHYSICAL REVIEW LETTERS 3 AUGUST 1998

Enhanced Spontaneous Emission by Quantum Boxes in a Monolithic Optical Microcavity

J. M. Gérard,* B. Sermage, B. Gayral, B. Legrand, E. Costard,† and V. Thierry-Mieg‡
France Télécom/CNET/DTD/CDP, 196 avenue H. Ravera, F-92220 Bagneux, France
(Received 3 April 1998)

Semiconductor quantum boxes (QB's) are well suited to cavity quantum electrodynamic experiments in the solid state because of their sharp emission. We study by time-resolved photoluminescence InAs QB's placed in the core of small-volume and high-finesse GaAs/AlAs pillar microresonators. A spontaneous emission rate enhancement by a factor of up to 5 is selectively observed for the QB's which are on resonance with one-cavity mode. We explain its magnitude by considering the Purcell figure of merit of the micropillars and the effect of the random spatial and spectral distributions of the QB's. [S0031-9007(98)06704-0]

PACS numbers: 78.55.Cr, 12.20.–m, 78.66.–w

In a founding paper, Purcell proposed to control the spontaneous emission (SE) rate of a quasimonochromatic dipole by using a cavity to tailor the number of electromagnetic modes to which it is coupled [1]. Cavity quantum electrodynamics (CQED) has provided a firm theoretical and experimental basis for this revolutionary concept [2] and has been since 1990 a major source of inspiration for the research activity on solid-state optical microcavities [3–14]. An ability to enhance the SE rate (Purcell effect) would open novel avenues for physics and engineering [3], e.g., the development of high-efficiency light emitters.

Let us first examine the requirements for observing a large Purcell effect. Originally [1], Purcell considered a localized dipole (wavelength λ_e, linewidth $\Delta\lambda_e$) placed on resonance with a single cavity mode (wavelength λ_c, linewidth $\Delta\lambda_c$, quality factor $Q = \lambda_c/\Delta\lambda_c$). Since $\Delta\lambda_e \ll \Delta\lambda_c$, the escape time of SE photons out of the cavity is much shorter than the radiative lifetime and reabsorption is negligible. In this so called "weak coupling regime," the emitter feels a quasicontinuum of modes and the SE rate is given by the Fermi golden rule. For an electric dipole transition

$$\frac{1}{\tau} = \frac{4\pi}{\hbar}\rho_{\mathrm{cav}}(\omega)\langle|\vec{d}\cdot\vec{\varepsilon}(\vec{r})|^2\rangle,$$

where $\vec{\varepsilon}(\vec{r})$ is the vacuum electric-field amplitude at the location $\vec{r}$ of the emitter and $\vec{d}$ is the electric dipole. $\rho_{\mathrm{cav}}(\omega)$ is the density of modes at the emitter's angular frequency ω and is given by a normalized Lorentzian in the cavity case. A simple derivation shows that the SE rate in the cavity mode, referenced to the total SE rate in a homogeneous medium, is given by the Purcell factor $F_p = 3Q\lambda_c^3/4\pi^2 n^3 V$, where n is the refractive index of the medium and V is the effective mode volume [15], provided several important conditions are satisfied: The emitter must be on exact resonance, located at the antinode of the vacuum field, with its dipole parallel to the vacuum electric field. In other words, the Purcell factor is a figure of merit for the cavity alone, which describes its ability to increase the coupling of an ideal emitter with the vacuum field, via a local enhancement of its intensity (small V's) or of the effective mode density (high Q's). In practice, however, the choice of the emitter is essential, since its linewidth puts an upper limit on the cavity Q's which can be used ($Q < \lambda_e/\Delta\lambda_e$). Early CQED experiments have benefited in this respect from the compatibility of Rydberg atoms and high-F_p microwave cavities, resulting in a 500-fold cavity enhancement of the SE rate [2].

At optical frequencies, planar dielectric cavities using distributed Bragg reflectors (DBR's) have been studied first due to the excellent control provided by layer-by-layer fabrication techniques. However, such planar cavities support a continuum of modes and theory [4,6] predicts SE enhancement factors close to unity for independent light emitters in the weak coupling regime, as observed, e.g., for rare-earth atoms [5] or GaAs quantum wells (QW's) in low Q cavities [6]. More recently, progress in microfabrication techniques has allowed a three-dimensional (3D) engineering of the refractive index on the wavelength scale and a rich diversification of the microcavity designs. Silica microspheres [8], pillar microresonators [9–11], photonic disks [12] and wires [13], and 1D photonic bandgap microcavities [14] sustain a discrete set of resonant modes (as well as a continuum of leaky modes) and have the potential to display the Purcell effect ($F_p \gg 1$), provided a convenient emitter is used. The large spectral width of commonly used emitters, i.e., rare-earth atoms in dielectric matrices (~20 nm at 300 K) or semiconductor QW's (~1 nm, even at low temperature), has been until now a major hindrance in this respect, leading to SE enhancement factors of the order of unity in the weak coupling regime [3,10].

Self-assembled InAs QB's constitute an appealing alternate class of light emitters [11]. Owing to their discrete density of electronic states, individual QB's exhibit a single, very narrow emission line (<0.1 nm) under weak excitation conditions [16], which allows implementing high Q and high F_p microcavities. We have inserted such QB's in the core of pillar microresonators, and we report in this Letter the observation of a (up to) fivefold enhancement of their SE when on resonance with a confined cavity

 0031-9007/98/81(5)/1110(4)$15.00 © 1998 The American Physical Society

mode. We show that the magnitude of this effect can be quantitatively explained by considering both the cavity figure of merit F_p and the effect of the random spatial and spectral distributions of the QB's.

The scanning electron micrograph (SEM) shown in Fig. 1 highlights the structure of the micropillars under study. These objects have a circular cross section, a core diameter d in the 40–0.7 μm range, and have been processed [11] through the reactive ion etching (RIE) of a GaAs/AlAs planar microcavity grown by molecular beam epitaxy. Apparent on this SEM is the one-wavelength-thick cavity layer of GaAs, inserted between a 15 period top DBR and a 25 period bottom DBR. Layer thicknesses are designed for the on-axis resonance energy of the planar cavity to be 1.33 eV. Five arrays of InAs QB's (density: 4×10^{10} cm^{-2} per array) have been inserted within the GaAs cavity layer, close to the antinodes of the on-axis resonant mode of the planar cavity. More precisely, two arrays are located at 10 nm from the interface with the top or bottom DBR's, and the other three are, respectively, at the center of the cavity layer, 10 nm above it, and 10 nm below it. In a reference sample without DBR's, the emission of such QB arrays is spectrally broad (60 meV), due to QB size fluctuations, and centered around 1.33 eV.

The combination of the waveguiding by the sidewalls and of the longitudinal confinement by the DBR's allows the pillar to sustain a discrete set of 3D confined modes [9–11]. A simple estimate of their energies and field distributions can be obtained by developing these modes

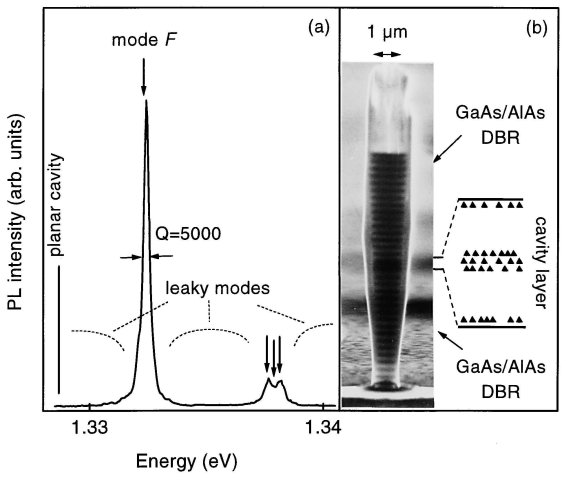


FIG. 1. (a) Typical cw PL spectrum, obtained for a 3 μm diameter micropillar containing InAs QB's. The vertical bar and the arrows indicate, respectively, the resonance energy of the planar cavity prior to etching and the calculated energies for the resonant modes of the pillar. The noise level for this spectrum is 100 times smaller than the background PL from leaky modes. (b) SEM displaying a GaAs/AlAs micropillar; its diameter d, measured in the cavity region, is 1 μm. The location of the five QB arrays within the GaAs cavity layer is sketched in the inset.

as linear combinations of the guided modes of a GaAs cylinder [11]. Focusing our attention on the fundamental resonant mode of the pillar, hereafter labeled F, we can estimate within this framework its effective height ($\sim 2\lambda_c/n$) and area ($\sim \pi d^2/16$). Such a micropillar as shown in Fig. 1 is thus able to confine light within an effective volume as small as $\sim 5\ (\lambda_c/n)^3$.

These confined modes can be conveniently probed by microphotoluminescence (mPL), using the QB arrays as a broadband internal light source [11] (see Fig. 1). These modes contribute a series of sharp lines to the mPL spectra, which allows us to measure their energies and Q's. In addition, we observe for the thinnest pillars a broad featureless background related to the SE from off-resonance QB's into leaky modes. This emission, which exits the pillar through its sidewalls, can be partially collected by our setup for small enough diameters ($d < 4\ \mu$m). Coming back now to mode F, Q is very close to the planar cavity value ($\sim$5200) for diameters larger than 3 μm. For thinner pillars, the scattering by the roughness of the sidewalls reduces the photon lifetime inside the cavity, and thus Q. For the present optimized RIE process, Q is still close to 2000 for mode F for some 1 μm diameter pillars, which corresponds to a record Purcell factor for such microcavities ($F_p = 32$).

We thus expect to observe a clear Purcell effect when studying such small radius pillars containing QB's. Obviously, only those QB's which are both well matched spectrally with mode F and located close to its antinode (i.e., near the center of the pillar) will experience a strong enhancement of their SE rate. In spite of the random spectral and spatial distribution of the QB's, this effect leads, as shown in the following, to a global shortening of the average radiative lifetime of the QB's which emit photons into mode F. Time-resolved mPL is a convenient technique for studying such effects. For low enough temperatures, charge carriers are trapped in QB states. Unlike QW's, their migration toward nonradiative centers is quenched, as shown previously for InAs QB's in a dislocated GaAs layer [17] or placed at 50 nm from a RIE etched surface [16]. The PL decay time τ_d thus reflects accurately the radiative lifetime of trapped electron-hole pairs.

Single pillars have been studied at 8 K, using a setup based on a streak camera and on a Ti:sapphire laser delivering 1.5 ps pulses at 82 MHz. A microscope objective is used to focus the laser beam within a 3 μm diameter laser spot and to collect the PL. For good control of the excitation of the QB system, we use a 1.48 eV laser energy, which is below the band gap of GaAs and above the stop band of the DBR's. Under such conditions, the charge carriers are photogenerated in the InAs wetting layers of the QB arrays, which ensures a good transfer toward confined QB states. The average excitation power P_{ex} lies in the 0.5–5 μW range, which corresponds to an estimated density of photoexcited carriers of the order of 0.1 to 1 electron-hole pair per QB for each laser pulse. Such weak

excitation conditions ensure that only the fundamental optical transition of the QB's contributes to the SE, which is essential to get reliable information on the cavity effect.

We compare in Figs. 2(*a*) and 2(*b*) the time-resolved PL spectra obtained for a given class of QB's either placed in bulk GaAs or on resonance with mode F in the pillar shown in Fig. 1(b) ($d = 1\ \mu$m, $F_p = 32$). For this pillar, mode F is centered at 1.351 eV so that we collect for both spectra the PL emission within the 1.351 ± 0.001 eV spectral window. For the bulk reference, we observe a short PL rise time (<50 ps), which highlights the efficient capture and relaxation of the photogenerated carriers, and a monoexponential decay curve with a 1.3 ns time constant, in agreement with previous experimental work [17]. A much faster decay is observed for QB's on resonance with mode F ($\tau_d^{\mathrm{on}} \sim 250$ ps). As expected in this low excitation regime, the shape of the profile and τ_d do not change significantly with P_{ex} [18]. We consider this clear shortening of τ_d, which is also observed when QB's are on resonance with other confined modes of the pillar, as being due to the Purcell effect.

The study of the SE of off-resonance QB's into the leaky modes provides a firm support for this interpretation. The efficient collection of this SE by our setup for $d < 2\ \mu$m allows the study of τ_d in a single experiment for both on-resonance QB's and QB's detuned by a few meV with respect to mode F. For such a small band gap difference, QB's in bulk GaAs exhibit the same τ_d. The temporal profile shown in Fig. 2(*c*) has been obtained for the same pillar as Fig. 2(*b*) by integrating the signal from off-resonance QB's over the 1.339–1349 eV spectral range in order to improve the signal to noise ratio. In clear contrast with on-resonance QB's, their PL decay rate ($\tau_d^{\mathrm{off}} \sim 1.1 \pm 0.2$ ns) is close to the lifetime of reference QB's in bulk GaAs. The same behavior is observed for off-resonance QB's emitting slightly above mode F. As a result, nonradiative recombination at etched sidewalls is not likely to explain the lifetime shortening observed for on-resonance QB's, which can be unambiguously attributed to a selective SE enhancement due to their resonant coupling with mode F.

This effect has been studied for variable pillar diameters (Fig. 3). For each pillar under study, the on-resonance lifetime of the QB's, τ_d^{on}, is extracted from a monoexponential fit of the PL decay over the first nanosecond after the pulse. Within experimental accuracy, we observe a smooth regular increase of $1/\tau_d^{\mathrm{on}}$ as a function of Purcell's factor F_p. It does not exhibit such a monotonic dependence on Q or V since Q displays large fluctuations from pillar to pillar for a given pillar size in the 1–2 μm range. As expected, the Purcell factor is the relevant microcavity figure of merit for our problem.

For a more quantitative analysis we must also consider, besides F_p, how the emitters are coupled to the vacuum field. First, their electric dipole is randomly oriented in good approximation as shown by recent PL studies [19]. Second, the SE rate of a given QB into a cavity mode depends on its location $\vec{r}$ and emission wavelength λ_e, which govern, respectively, the amplitude of the vacuum field it feels and the density of modes to which it is coupled. Finally, the global SE rate $1/\tau$ of a given QB combines the emission into the leaky modes of the micropillar, $1/\tau_{\mathrm{leak}}$, and the emission into mode F, which is twofold polarization degenerate [9,11]. We assume that $1/\tau_{\mathrm{leak}}$ is close to $0.8/\tau_0$, where τ_0 is the emitter's lifetime in bulk GaAs, as for planar GaAs/AlAs cavities [4,6]. To

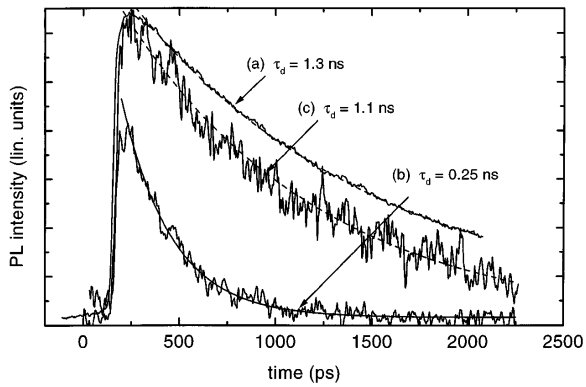


FIG. 2. Time-resolved PL spectra for QB's in a GaAs matrix (*a*) or in the core of the pillar shown in Fig. 1(b) and either placed on resonance (*b*) or out of resonance (*c*) with the fundamental mode. The dashed lines are monoexponential fits of the decay. The solid line in (*b*) features the result of our theoretical model.

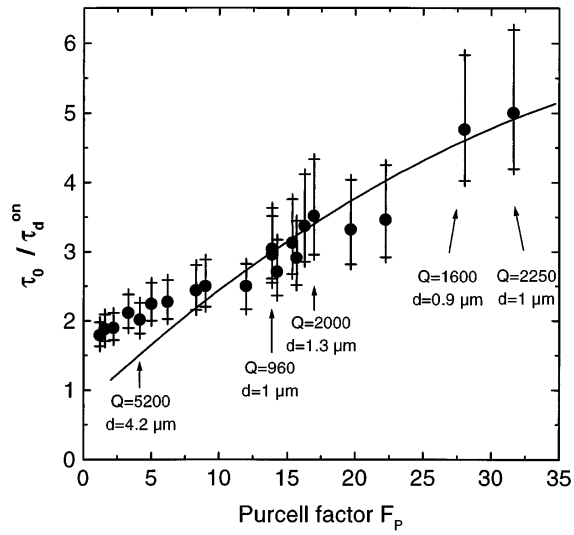


FIG. 3. Experimental (dots) dependence of the PL decay time τ_d^{on} as a function of the Purcell factor F_p. d and Q are indicated for some of the pillars under study. Error bars correspond to a ± 70 ps uncertainty on τ_d^{on}. The solid line shows the result of our calculation of the average lifetime of on-resonance QB's.

summarize,

$$\frac{\tau_0}{\tau} = \frac{2F_p}{3} \frac{|\vec{\varepsilon}(\vec{r})|^2}{|\vec{\varepsilon}|^2_{\max}} \frac{\Delta\lambda_c^2}{\Delta\lambda_c^2 + 4(\lambda_e - \lambda_c)^2} + 0.8 .$$

Even for our thinnest pillars ($d = 0.9\ \mu$m) the number of QB's coupled to mode F is large enough ($\sim$30) for allowing a statistical averaging of the effect of the spatial and spectral distributions. For that purpose, we assume that the QB's are randomly distributed and homogeneously excited during the pulse. The temporal evolution of the emission in mode F is then obtained through a spatial averaging over the pillar cross section and a spectral averaging over the energy window corresponding to the resolution of our experiment ($\lambda_c \pm 1$ nm). As shown in Fig. 2(b), a satisfying agreement with the experimental temporal behavior of the PL is obtained, without any adjustable parameter.

As for experimental profiles, such a theoretical PL decay curve can be reasonably approximated by a single exponential during the first nanosecond after the pulse. We compare in Fig. 3 this calculated initial decay time to our experimental data. Here again, our description of Purcell effect for this inhomogeneous collection of emitters accounts well for the experimental results. We note also a slight systematic deviation for the largest pillars ($F_p < 8$ on Fig. 3). Such structures are wider than our laser spot ($d > 3\ \mu$m), which can lead to a preferential excitation of QB's located close to the center of the pillar, and better coupled to the vacuum field. A detailed discussion of this effect is beyond the scope of this Letter.

Clearly, InAs self-assembled QB's are outstanding light emitters for observing SE enhancement in solid-state microcavities, which opens novel avenues for fundamental physics and optoelectronics. Vertical-cavity light-emitting diodes (LED's) are potential challengers of lasers for, e.g., telecom distribution, owing to their narrow linewidth, reliability, and easy coupling to optical fibers. Using the Purcell effect on a QB active medium might allow us to obtain in a near future pulse decay times in the 50 ps range and LED operation frequencies up 10 GHz, only limited by carrier relaxation dynamics [20]. In principle, using much bigger InAs QB's, emitting, e.g., around 1 eV, should allow us to implement the Purcell effect up to room temperature.

These results also pave the way to fascinating experiments on single QB's in high F_p microcavities. A solid-state replica of the ultimate "one atom + one mode" CQED system can be obtained through the insertion of a very dilute QB array (1 QB per μm^2) in a micropillar with elliptical cross section and nondegenerate fundamental mode [21]. A temperature tuning of the QB emission energy should allow us to demonstrate on a single light emitter the effect of the resonant coupling to a discrete mode. For the present state of the art, the SE enhancement factor would be about 10 on resonance. In this regime, the QB emits only one photon into leaky modes when nine photons are funneled into the cavity mode, which corresponds to an extremely good figure of merit β for the SE coupling efficiency ($\beta \sim 0.9$). Finally, the photon flux in mode F should exhibit as for single atoms a clear antibunching behavior. Owing to this unique set of properties, such solid-state light emitters might open very interesting opportunities for the generation of photon number squeezed states of light and, in particular, for quantum cryptography [3].

The authors are very grateful to the technological team of CNRS-L2M for expert support and to C. Weisbuch, J. Bloch, B. Jusserand, and I. Abram for fruitful conversations. J.M.G. is a member of DGA, French Ministry of Defense.

*Email address: jeanmichel.gerard@cnet.francetelecom.fr
†Permanent address: Thomson-CSF/LCR, Domaine de Corbeville, F-91404 Orsay, France.
‡Permanent address: CNRS/L2M, 196 avenue H. Ravera, F-92220 Bagneux, France.

[1] E.M. Purcell, Phys. Rev. **69**, 681 (1946).
[2] For a review, see, S. Haroche and D. Kleppner, Phys. Today **42**, No. 1, 24 (1989).
[3] For a recent review, see *Microcavities and Photonic Bandgaps: Physics and Applications,* edited by C. Weisbuch and J. Rarity, NATO ASI, Ser. E, Vol. 324 (Kluwer, Dordrecht, 1996).
[4] G. Björk *et al.,* Phys. Rev. A **44**, 669 (1991); IEEE J. Quantum Electron. **30**, 2314 (1994).
[5] A.M. Vredenberg *et al.,* Phys. Rev. Lett. **71**, 517 (1993).
[6] K. Tanaka *et al.,* Phys. Rev. Lett. **74**, 3380 (1995).
[7] C. Weisbuch *et al.,* Phys. Rev. Lett. **69**, 3314 (1992).
[8] L. Collot *et al.,* Europhys. Lett. **23**, 327 (1993).
[9] J.L. Jewell *et al.,* Appl. Phys. Lett. **55**, 22 (1989).
[10] T. Tezuka *et al.,* Jpn. J. Appl. Phys. **32**, L54 (1993).
[11] J.M. Gérard *et al.,* Appl. Phys. Lett. **69**, 449 (1996).
[12] R.E. Slusher *et al.,* Appl. Phys. Lett. **63**, 1310 (1993).
[13] J. Zhang *et al.,* Phys. Rev. Lett. **75**, 2678 (1995).
[14] J.D. Joannopoulos *et al.,* Nature (London) **386**, 143 (1997).
[15] V is given by the spatial integral of the vacuum field intensity for the cavity mode, divided by its maximum value.
[16] J.Y. Marzin *et al.,* Phys. Rev. Lett. **73**, 716 (1994).
[17] J.M. Gérard *et al.,* Appl. Phys. Lett. **68**, 3123 (1996).
[18] Above 10 μW on the opposite, the PL profile exhibits a clear saturation behavior after the pulse. This behavior is due to the relaxation of carriers from excited QB states, which begin to be populated during the pulse and act as a reservoir, toward the fundamental QB states.
[19] D. Labilloy, H. Benisty, and J.M. Gérard (unpublished).
[20] In this case, QB's would still be in the weak coupling regime since the cavity damping ($\sim$5 ps for $Q = 10\,000$) remains very fast compared to SE dynamics.
[21] B. Gayral *et al.,* Appl. Phys. Lett. **72**, 1621 (1998).

APPLIED PHYSICS LETTERS VOLUME 73, NUMBER 1 6 JULY 1998

Scanning tunneling microscopy and scanning tunneling spectroscopy of self-assembled InAs quantum dots

B. Legrand, B. Grandidier,[a] J. P. Nys, and D. Stiévenard[b]
Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord, IEMN (CNRS, UMR 9929), Département ISEN, 59046 Lille Cédex, France

J. M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Groupement Scientifique CNET-CNRS, 92220 Bagneux, France

(Received 30 December 1997; accepted for publication 6 May 1998)

We present cross-sectional scanning tunneling microscopy images and scanning tunneling spectroscopy results of InAs quantum dots grown on GaAs. The samples contain 12 arrays of quantum dots. The analysis of the scanning tunneling microscope images reveals the self-alignment of the dots as well as the different dot interfaces with the under- and overgrown GaAs layers. We measure the strain distribution along the [001] direction in the (110) plane. The roughness of the dot interfaces along the [110] direction is also estimated and local spectroscopy of the dots evidences the electronic confinement (measured gap of 1.25 eV compared with 0.4 eV for bulk InAs).
© *1998 American Institute of Physics*. [S0003-6951(98)03627-4]

One exciting and promising direction of semiconductor physics is the use of low dimensional structures such as quantum dots (QDs) obtained by self-organized growth. QD arrays are now used as an active medium in certain laser structures and inserted into optical cavities to study quantum electrodynamic effects.[1] Such QDs are indeed very interesting light sources due to their high radiative efficiency, large spacing between confined states, and quite monochromatic emission (typically 0.1 meV) with no thermal broadening. The most widely studied QD system is InAs on GaAs where, due to a 7% lattice mismatch, InAs aggregates into QDs from typically a 1.7 monolayer (ML) InAs planar wetting layer. Moreover, when successive InAs layers covered by GaAs are used, the QDs are vertically self-aligned in the growth direction.[2–5] Photoluminescence (PL) and transmission electron microscopy (TEM) are commonly used to characterize, respectively, the optical and morphological properties of QDs.[2–5] PL gives spectroscopic information and TEM averages over many atomic layers. One powerful complement to these techniques is the scanning tunneling microscope (STM) which allows analysis of surfaces with atomic resolution as well as local spectroscopy.[6,7] One limitation of the STM is its capability to analyze only surfaces. This drawback can be overcome by working on cleaved surfaces. For GaAs, the (110) cleaved surface is electronically unpinned, due to the buckling effect in which there is a relaxation of the arsenic and gallium atoms leading to an empty state localized at the gallium site and a filled state localized at the arsenic site, with a gap of 2.4 eV (Ref. 8) [the InAs(110) cleaved surface is also unpinned[9]]. So, cross-sectional STM (XSTM) has been used to analyze surfaces, interfaces, or buried delta-doped layers.[10–13] To our knowledge, only one work was recently published on InAs QDs studied by XSTM.[14]

In this letter, InAs QDs are investigated using XSTM and local spectroscopy. STM images allow us (i) to measure the size of the dots, (ii) to confirm the self-alignment of the QDs in the [001] growth direction, already studied by TEM,[2–5] (iii) to analyze the roughness along the [110] direction of the different dot interfaces with the under- and overgrown GaAs layers, (iv) to measure the strain along the [001] direction in the QD area, and, finally, (v) to evidence the electronic confinement in the dot from the spectroscopic measurements.

The samples are grown using molecular beam epitaxy and are made of 12 arrays of QDs surrounded by 85 nm AlAs layers on a GaAs substrate. In order to build each QD array, we deposit 0.55 nm of InAs within 1 s at 520 °C immediately buried with GaAs. The 12 QD arrays are organized in three groups of 3, 6, and 3 arrays, respectively. The groups are separated by a 70 nm GaAs layer. In each group, the arrays are separated by a 13 nm GaAs layer. Such a structure allows us to study correlations between arrays, and in particular the self-alignment of the QDs. Under such conditions the PL emission of the sample is centered at around 1.1 eV at 77 K with a full width at half maximum (FWHM) equal to 60 meV. AlAs layers are used as markers to easily find the structure during STM imaging.

The STM and scanning tunneling spectroscopy (STS) measurements were performed with an ultrahigh vacuum (UHV) Omicron STM with a base pressure lower than 3×10^{-11} Torr on (110) cleaved surfaces. The samples were cleaved *in vacuo* to yield atomically flat, electronically unpinned (110) surfaces perpendicular to the [001] growth direction. The W tips were prepared as follows: after an electrochemical etch in NaOH, they were cleaned and sharpened in UHV by mixed heating, field emission, and ion milling processes. Very clean tips with radii of less than 6 nm were routinely obtained. In order to increase the sensitivity of the spectroscopic measurements, we used a z ramp of 6 Å towards the surface when the voltage approached zero. The conductivity dI/dV was measured using an ac modulation (6

[a]Present address: Physics Department, Carnegie Mellon University, Pittsburgh, PA. Electronic mail: stievenard@isen.fr
[b]Electronic mail: dst@isen.fr

 © 1998 American Institute of Physics

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

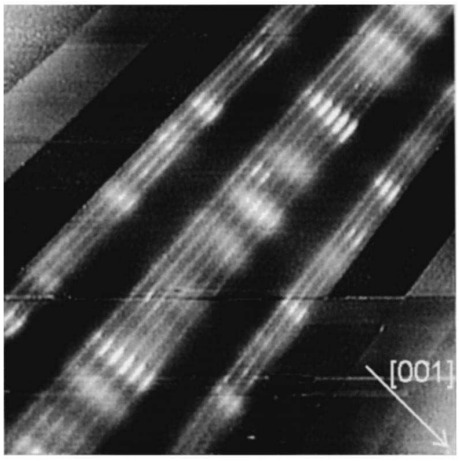


FIG. 1. STM image (500×500 nm^2) of the 12 (3, 6, 3) quantum dot arrays. The conditions for imaging are $V=-2.3$ V and $I=0.15$ nA.

kHz, 20 mV peak to peak) applied on the bias voltage V and detected by a lock-in amplifier, the density of states being proportional to the quantity $(dI/dV)/(I/V)$.[15] To avoid the conductance diverging at the band edges, we used an exponential function for broadening the conductance[15] with a broadening width equal to 1.4 eV.

Figure 1 gives an overview of the 12 QD arrays (500×500 nm^2). The dark and gray stripes on each side of the QDs are AlAs and GaAs layers, respectively. The image clearly shows the self-alignment of the dots inside each group of QD arrays.[2–5] However, the correlation of the dot positions is very weak over the three groups of QD arrays. An explanation can be given by the fact that the self-alignment is induced by the strain: the strain created by a dot is strong enough over 13 nm to induce alignment of a neighboring dot, but the same strain is too weak if the next QD array is grown 70 nm from the previous one. The dots appear more or less bright depending on their locations with respect to the surface. The wetting layers are also clearly resolved as bright stripes. Since InAs has a lower gap than GaAs, electrons are confined in these layers which act as quantum wells. Owing to the higher electron density, the STM current tends to increase when the tip is scanning over such a layer. Thus, in the constant current mode, the tip to sample distance increases. For the same reason, we also observed that the QDs are brighter than the InAs wetting layers because they have a lower gap. Finally, the QDs are lens shaped, with an average size of the order of 26 nm in the [110] direction and 4 nm in the [001] direction. Note that the lens shape observed is different from the pyramidal one commonly used for theoretical calculations.[16]

Figures 2(a) and 2(b) (16×16 nm^2) are simultaneously acquired images at positive (+1.8 V) and negative (−1.8 V) sample bias (dual mode) with a constant current of 130 pA. The local density-of-states (LDOS) associated with arsenic atoms is resolved at negative bias, whereas the LDOS associated with gallium or indium atoms is resolved at positive bias. We observed that the interface between the GaAs layer and the QD (bottom of the dot in the [001] direction) is abrupt, whereas the transition from the dot to the GaAs layer (top of the dot in the [001] direction) is gradual, and associated with a GaInAs alloy. We have measured the root mean square (rms) roughness of the interfaces of a QD along the [110] direction [partly shown in Fig. 2(a)]. This rms value is defined as the square root of the sum of $(x_i-x_0)^2$divided by N where x_0 is the average position of the interface atoms along the [110] direction, x_i is their current position, and N is the total number of atoms considered. For the QD shown in Fig. 2(a), we have examined 53 atoms for the interface between the GaAs layer and the dot (bottom of the dot) and 33 for the interface between the dot and the GaAs overgrown layer (top of the dot). We estimate a roughness of 3.7 ± 0.3 and 4.9 ± 0.3 Å, respectively, which shows that the QD top interface is of poorer quality than the bottom one. This effect is probably due to the indium segregation phenomenon during the growth of GaAs on InAs.

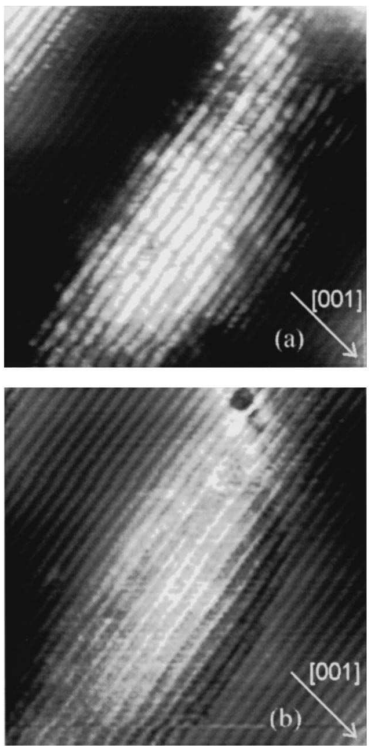


FIG. 2. Simultaneously acquired STM images (16×16 nm^2) of a dot taken at sample bias of (a) +1.8 and (b) −1.8 V.

Figure 3 gives the measured strain ϵ_{zz} along the [001] axis across a dot center. This strain is calculated using the relation $(d-d_0)/d_0$ where d is the distance between two atomic rows along the [001] direction and d_0 is the distance in the corresponding bulk material (GaAs or InAs). The results are obtained from an average value over 15 measurements. We observe that the GaAs is highly compressed at the edges of the QD and that the QD is expanded (up to ~7% with an average value of 5%) but with a partial relaxation at the center. The shape and amplitude of ϵ_{zz} are in good agreement with previous theoretical results of Grundmann *et al.*[16] for pure InAs dots. Indeed, they calculated an expansion of up to 7% for a pure InAs dot with a compression of the GaAs at the edges of the dot down to 10%, i.e., of the same order as our experimental results. $|\epsilon_{zz}|$ would obviously be much

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

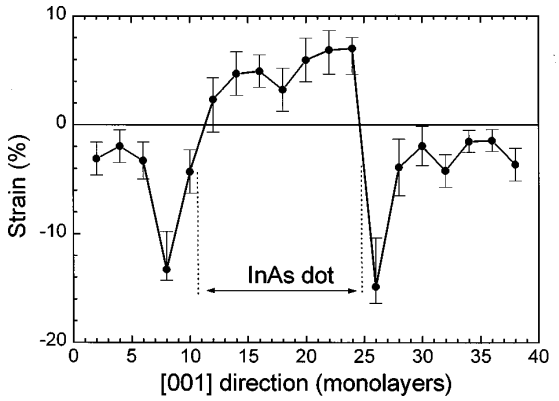


FIG. 3. Measured strain ϵ_{zz} along the [001] direction across one dot. Error bars take into account the fact that the atom rows meander along the [110] direction.

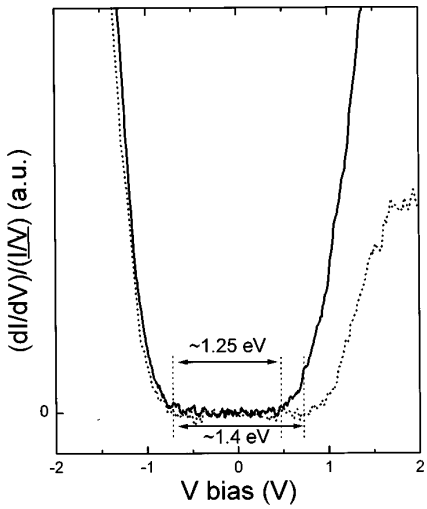


FIG. 4. Local spectroscopy measured on a quantum dot (solid line) and on GaAs far from the dots (dashed line).

lower for a GaInAs alloy (about 1.5% for a $Ga_{0.8}In_{0.2}As$) simply assuming a linear approximation for the lattice constant. We think that the almost 7% expansion we measured on the dot is an indication of a dot with a pure InAs core.

Figure 4 gives, for the first time we believe, a comparison of local spectroscopic measurements performed on dots and on the GaAs surface far from the dots. The curves presented correspond to an average of five curves with, for each point of each curve, an average over 50 values. We find a gap of 1.4 eV for GaAs whereas the gap of a dot is of the order of 1.25 eV (more or less 50 meV). This value is much larger than the gap of InAs bulk (0.4 eV). The difference can be partly explained by the strain effects in the dot and depends mainly on the electronic confinement in the dot. Let us note that if no confinement is assumed, a 1.25 eV gap would be associated to a GaInAs alloy with typically 20% of In. The presence of surface donor states[17] associated with truncation effects due to cleaving is ruled out. Indeed, if the 1.25 eV gap were due to these donor states, the corresponding alloy should have a greater gap (i.e., less In in the GaInAs alloy), and, in the case of a $Ga_{0.8}In_{0.2}As$ alloy, these states would give a lower gap value than the one measured. Thus, our experimental strain results, showing a pure InAs dot core, allow us to propose that the 1.25 eV gap measured on a dot is mainly linked with a high electronic confinement in the dot.

In conclusion, we presented STM and STS results on InAs QDs with atomic resolution. We show the self-alignment of the dots and the different interface roughness of the dots with the lower and the upper GaAs layers (with respect to the [001] direction). We also measured the local strain of the dots, showing strong strain effects as well as partial relaxation of InAs in the dot center. These experimental results are in agreement with previous theoretical calculations assuming pure InAs dots. Between two groups (3, 6, or 3) of QD arrays, the distance is 70 nm and the distance between two arrays of the same group is 13 nm. As the dots are self-aligned only in a given group but not from group to group, we deduce that the strain effects have a significant influence at a distance of less than 70 nm. Finally, with regard to the strain measurements, the spectroscopic measurements evidence the electronic confinement in the dots and the STS potential for studying the confined energy levels of QDs.

[1] J. M. Gérard, D. Barrier, J. Y. Marzin, R. Kuszelewicz, L. Manin, E. Costard, V. Thierry-Mieg, and T. Rivera, Appl. Phys. Lett. **69**, 449 (1996); Proceedings of the MSS8 Conference, Santa Barbara, CA, 1997 (in press).
[2] L. Goldstein, F. Glas, J. Y. Marzin, M. N. Charasse, and G. Le Roux, Appl. Phys. Lett. **47**, 1099 (1985).
[3] D. Leonard, M. Krishnamurthy, C. M. Reeves, S. P. Denbaars, and P. M. Petroff, Appl. Phys. Lett. **63**, 3203 (1993).
[4] G. S. Solomon, J. A. Trezza, and J. S. Harris, Jr., Appl. Phys. Lett. **66**, 3161 (1995).
[5] G. S. Solomon, J. A. Trezza, A. F. Marshall, and J. S. Harris, Jr., Phys. Rev. Lett. **76**, 952 (1996).
[6] R. M. Feenstra, J. A. Stroscio, J. Tersoff, and A. P. Fein, Phys. Rev. Lett. **58**, 1192 (1987).
[7] J. A. Stroscio, R. M. Feenstra, and A. P. Fein, Phys. Rev. Lett. **58**, 1668 (1987).
[8] R. M. Feenstra and J. A. Stroscio, in *Scanning Tunneling Microscopy*, edited by J. A. Stroscio and W. J. Kaiser (Academic, New York, 1993), p. 254.
[9] J. van Laar and J. J. Scheer, Surf. Sci. **8**, 342 (1967).
[10] O. Albrektsen and H. Salemink, J. Vac. Sci. Technol. B **9**, 779 (1991).
[11] M. B. Johnson, O. Albrektsen, R. M. Feenstra, and H. W. M. Salemink, Appl. Phys. Lett. **63**, 2923 (1993).
[12] Z. F. Zheng, X. Liu, N. Newman, E. R. Weber, D. F. Ogletree, and M. Salmeron, Phys. Rev. Lett. **72**, 1490 (1994).
[13] Z. F. Zheng, M. B. Salmeron, and E. R. Weber, Appl. Phys. Lett. **64**, 1836 (1994).
[14] W. Wu, J. R. Tucker, G. S. Solomon, and J. S. Harris, Jr., Appl. Phys. Lett. **71**, 1083 (1997).
[15] R. M. Feenstra, J. Vac. Sci. Technol. B **7**, 925 (1989).
[16] M. Grundmann, O. Stier, and D. Bimberg, Phys. Rev. B **52**, 11 969 (1995).
[17] L. Koenders, M. Blömacher, and W. Mönch, J. Vac. Sci. Technol. B **6**, 1416 (1988).

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

VOLUME 85, NUMBER 5 PHYSICAL REVIEW LETTERS 31 JULY 2000

Imaging the Wave-Function Amplitudes in Cleaved Semiconductor Quantum Boxes

B. Grandidier,* Y. M. Niquet, B. Legrand, J. P. Nys, C. Priester, and D. Stiévenard
Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord, IEMN, (CNRS, UMR 8520), Département ISEN, 41 boulevard Vauban, 59046 Lille Cédex, France

J. M. Gérard and V. Thierry-Mieg
Groupement Scientifique CNET-CNRS, 196 avenue H. Ravera, 92220 Bagneux, France
(Received 30 December 1999)

We have investigated the electronic structure of the conduction band states in InAs quantum boxes embedded in GaAs. Using cross-sectional scanning tunneling microscopy and spectroscopy, we report the direct observation of standing wave patterns in the boxes at room temperature. Electronic structure calculation of similar cleaved boxes allows the identification of the standing waves pattern as the probability density of the ground and first excited states. Their spatial distribution in the (001) plane is significantly affected by the strain relaxation due to the cleavage of the boxes.

PACS numbers: 73.20.–r, 61.16.Ch, 71.24.+q

Semiconductor zero-dimensional (0D) quantum structures, or quantum boxes (QB), exhibit a three dimensional confinement with a δ-function-like electronic density of states. In the past years, self-assembled QB have shown very rich spectroscopic signatures [1]. As their optical properties depend on the wave functions of the electron and hole confined in the box, the knowledge of the shape, the extent, and the overlapping of the different wave functions is therefore of prime interest. So far, to glean details of the wave functions in such 0D structures, a growing number of theoretical works have been achieved. The electronic structure of semiconductor boxes with different sizes and facet orientations, embedded or not in an overlayer, have been calculated [2]. But the charge densities associated with the confined wave functions have not yet been resolved experimentally. Even though some experimental results, in electroluminescence and magnetophotoluminescence, have been obtained on the average spatial extent or symmetry of the hole or electron wave functions for an array of boxes [3,4], a detailed analysis of the wave functions in a single box is still missing.

In recent years, scanning tunneling microscopy (STM) and spectroscopy have provided unique means to characterize low dimensional structures. These techniques have allowed the determination of the energy level structure and the observation of the charge densities in artificial structures like the quantum corral [5] or on natural scattering centers like surface steps [6] and nanoscale islands [7]. Since the temperature imposes a limit of the spectroscopic resolution of the STM, most of the experiments were achieved at low temperatures. Indeed, at room temperature, the energy separation between electron levels must be in the range of a few kT, to resolve each of them individually. In the case of 0D semiconductor nanostructures, this requirement is fulfilled.

Such nanostructures can be formed by the controlled growth of InAs on a GaAs substrate in the Stransky-Krastanow growth mode. Recently, cross-sectional STM studies of InAs QB buried in GaAs have been achieved on the (110) face of cleaved samples to determine the shape and size of individual boxes at an atomic resolution [8]. Here, we investigate the conduction band (CB) states of InAs quantum boxes embedded in GaAs with the spectroscopic ability of the STM. We observe at room temperature, for the first time, standing wave patterns in the InAs boxes associated with the lowest CB states. For comparison, within the single band effective mass approximation, we calculate the electronic structure of the box according to its shape given by the STM image. This calculation enables us to determine unambiguously the spatial distribution of the states in the (110) plane of a truncated box.

The InAs quantum boxes were grown by molecular beam epitaxy on a (001) oriented GaAs substrate, with a residual p-type concentration. The active part of the samples consists of 15 arrays of InAs boxes separated by 15 nm GaAs barriers. The whole structure is covered by a 140 nm GaAs overlayer. In order to build each box array, 2.3 monolayers of InAs were deposited on the GaAs layer within 20 s at a temperature of 520 °C. They were immediately buried with GaAs. Samples cut from the wafer were cleaved *in situ* at a pressure below 5×10^{-11} Torr. Polycrystalline tungsten tips were prepared by electrochemical etching. The tips were then cleaned by heating and sharpened by a self-sputtering process in UHV. Topographic STM images were acquired with a 120 pA current and positive sample biases.

In Fig. 1, we display a cross-sectional topographic STM image of a stack of self-aligned QB along the [001] growth direction. The QB appear bright and the GaAs layers dark. The four boxes are lying on bright layers which correspond to the wetting layers. We may expect the boxes that show the largest sizes and the highest contrast to be cleaved near the dot center, leaving one-half of the boxes underneath the cleavage plane. We will now focus on such

 0031-9007/00/85(5)/1068(4)$15.00 © 2000 The American Physical Society

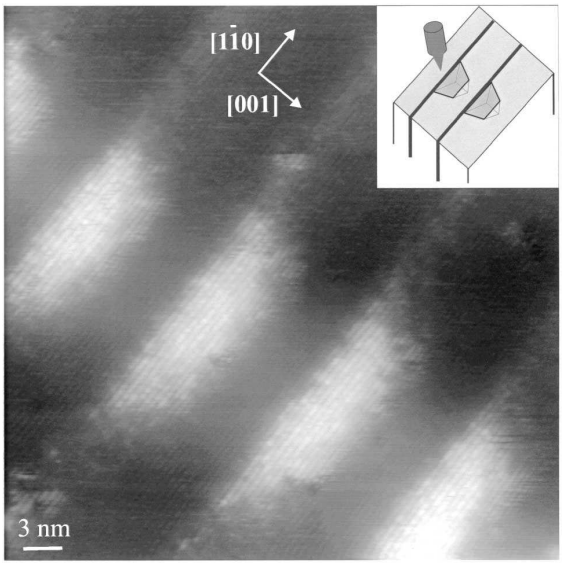


FIG. 1. STM image of the (110) face of an InAs box-stack layer in GaAs. The image was acquired at a sample bias of 1.86 V. Inset: Schematic diagram of the cleave.

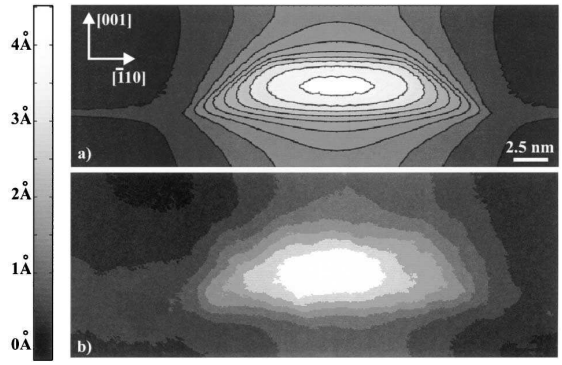


FIG. 2. Comparison of the height variation between (a) a simulated topographical image and (b) a STM image of the cleaved InAs box located in the center of Fig. 1. A low pass filter was used to remove the atomic corrugation from (b). For clarity, a contour line plot is displayed.

boxes, where the confined electron states can easily be resolved. In general, these boxes have a length around 20 nm and their height ranges from 4 to 5.6 nm.

As the sensitivity of the spectroscopy measurements depends strongly on the tip-sample separation, we first focus on the contrast mechanism of topographic STM images. To estimate the relative contributions of the electronic effects and the strain relaxation on the contrast, we have performed computations on cleaved InAs boxes embedded in GaAs. A truncated pyramidlike InAs box, with a 20 nm $[100] \times [010]$ square base and $\{110\}$ faces, was considered in the calculation. The truncated pyramid lies on a 0.4 nm thick wetting layer. The calculated box was cleaved perpendicular to the [110] direction, along the main diagonal of the square base. Strain relaxation at the cleaved edge was calculated with a finite difference method within continuum elasticity theory, following the work of Grundmann *et al.* [9].

Figure 2(a) shows the calculated structural height variation at the cleavage surface due to the strain relaxation. For comparison, a contour line plot obtained from the central dot on the STM image in Fig. 1 is plotted in Fig. 2(b). Both the computation and the experimental observation give a height variation of 4 Å. At voltages higher than +1.86 V, the strain relaxation is thus the major source for the contrast between the box and the surrounding layer. This result is similar to the one found for InGaAsP heterostructures imaged at sufficiently large positive sample bias [10].

To investigate the electronic structure of a box, tunneling current voltage curves were acquired simultaneously with the topographic image above individual quantum boxes. At every point of the image, obtained with a sample voltage of +2.15 V, the feedback loop was switched off to measure I-V curves. During an I-V measurement, the vertical position of the tip is held stationary. A current image at a given voltage is then drawn by plotting in each point of the image the value of the current obtained at this point during the I-V measurement. The results are displayed in Fig. 3. Figure 3(a) is the topographic image of a QB. This particular box has a base length of 20 nm and a height of 4 nm. Figure 3(b) shows a typical series of tunneling current voltage curves taken at different locations above the QB. Depending on the positions where the $I(V)$ curves are taken, a significant voltage offset can be seen. The current images are displayed in Figs. 3(c) and 3(d). They were obtained for an applied voltage of +0.69 and +0.82 V, respectively. In these images, regions of high current are bright and regions of low current are dark. While the Fig. 3(a) outlines the box contour, the current image in Fig. 3(c) shows a standing wave pattern in the center of the box. The intensity of this feature varies with voltage: It becomes clearly visible at a voltage of +0.63 V, and its intensity increases up to +0.74 V. At a voltage of +0.74 V, the standing wave pattern suddenly changes. Two new features are now apparent surrounding the central feature in the $[1\bar{1}0]$ direction, as shown in Fig. 3(d). Their intensity increases with voltage up to +0.9 V. For sample voltages larger than +0.9 V, the box becomes brighter and brighter with no other distinct feature visible in the box. For such large voltages, we may expect to tunnel into the empty states of the wetting layer and the GaAs conduction band.

We have previously shown that the tip-sample separation is insensitive to the electronic effects for a voltage of +2.15 V. Therefore, the variation of the tip-sample separation over the quantum box can be considered significantly small and cannot explain the measured 2 orders of magnitude in the current images.

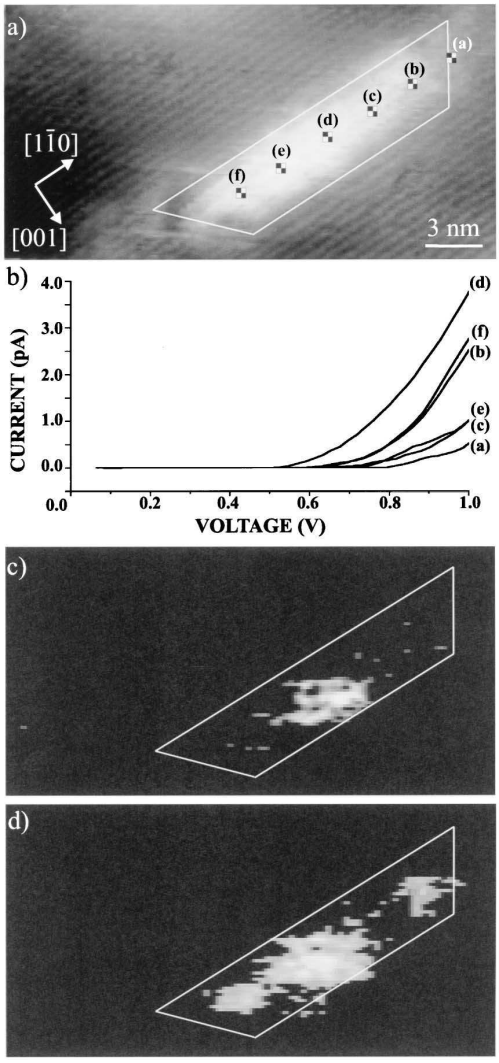


FIG. 3. Simultaneously acquired topographic and current images of an InAs QB: (a) STM topograph with +2.15 V applied to the sample, (b) tunneling current voltage curves for different locations in and near the box as reported in (a), current images at a sample bias of (c) +0.69 V and (d) +0.82 V. The boundaries of the box, determined from Fig. 2(a), are outlined in each image. The grey-scale ranges from 0.01 to 0.8 pA and 1.5 pA for (c) and (d), respectively.

The wave patterns in Figs. 3(c) and 3(d) are obtained without the interference of mechanical contributions and so reflect the spatial distribution of the lowest electron states confined in the box. As only the states lying between the Fermi levels of the sample and of the tip contribute to the tunneling process, the standing wave pattern at a voltage of +0.69 V corresponds therefore to the probability density of the electron ground state in the box, whereas at a voltage of +0.82 V, the standing wave pattern can be regarded as a combination of the probability densities of the electron ground and first excited states [11].

To confirm the origin of the observed standing wave patterns, we performed electronic structure calculations on a cleaved InAs box embedded in GaAs. The box has a similar shape to the one considered in the previous part. The conduction band states of the box were computed with a single band spatially varying effective mass approximation. A finite element method with piecewise-linear interpolation elements was used. The CB strain potential and effective mass tensor were calculated for each cell with an eight band $\mathbf{k} \cdot \mathbf{p}$ model [12,13]. The mean effective mass in the InAs box was found to be $0.039m_0$, in agreement with other calculations [13,14]. The piezoelectric potential was neglected, its effects being less important [9]. Energies are measured with respect to the conduction band minimum of bulk GaAs. All parameters are taken from Ref. [14]. A 4.07 eV high barrier was assumed between bulk GaAs and vacuum.

The squared ground state $|000\rangle$ [15] and first excited state $|010\rangle$ are plotted in Fig. 4. Their energy is, respectively, $E = -307$ and -190 meV. The ground state is "s-like" (no nodes) and the first excited state is "p_y-like" with one nodal plane. Both states are pushed towards the surface by the strain potential which abruptly decreases at the cleaved edge [16]. Indeed, because of the strain relaxation, a "triangular" well appears along the [110] direction, whose depth with respect to the innermost parts of the box is about 500 meV. This triangular well increases the local density of states near the cleavage surface that is scanned by the STM tip.

Comparing the simulations with the experiments, we find that Fig. 4(a) matches Fig. 3(c). Similarly, a linear combination of Figs. 4(a) and 4(b) gives the probability amplitude distribution of Fig. 3(d). Therefore, the calculated density for the ground state and first excited state appears consistent with the STM current images.

As the geometry of the box remains to a large extent unknown, other geometries (position of the cleaved surface, shape of the base, . . .) were investigated. In composition variations were also considered (In rich core with flanks down to $Ga_{0.7}In_{0.3}As$) [17]. Although the eigenenergies may depend on the detailed geometry and alloy composition of the box, we always find an s-like ground state separated from the next p_y-like bound state by about 100 meV, which is consistent with our STM observations. In the case considered here, two other bound states exist with respect to the wetting layer ($E = -31$ meV): the $|100\rangle$ ($E = -131$ meV) and $|020\rangle$ ($E = -60$ meV) bound states. However, the $|100\rangle$ state may be hardly visible, the lobe pointing towards the surface being almost nonexistent.

In conclusion, we have used the STM to study the probability amplitude distribution of conduction states in cleaved InAs/GaAs QB. Tunneling spectroscopy performed on a low dimensional semiconductor structure provides evidence for size quantization at room temperature, due to the large energy splitting. We have observed two bound

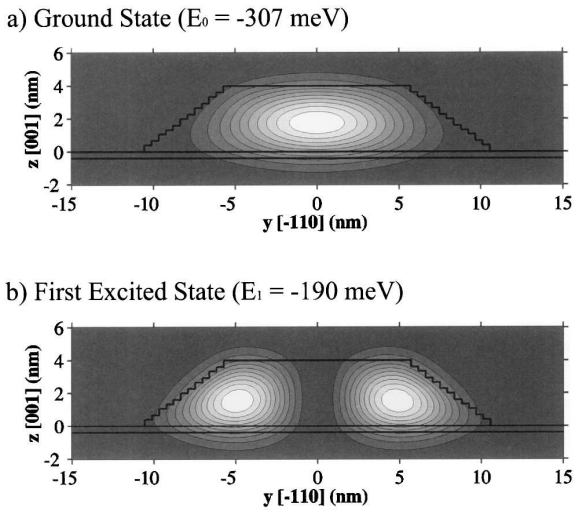


FIG. 4. Isosurface plots of the charge densities of the electron ground and first excited states just below the cleavage face of a cleaved InAs box.

states: the ground state shows an s-like envelope function, whereas a p_y-like envelope function is found for the first excited state. The shape of these envelopes is consistent with our electronic structure calculation of cleaved InAs QB. Our experiment demonstrates that the spatial variation of the probability densities of the electron states of a semiconductor QB can be resolved. It should not be restricted to electron states but could open up the possibility of obtaining the probability densities of the hole states. Such a direct observation of the wave functions could bring strong evidence for the presence of a permanent dipole in InAs/GaAs QB [18].

The authors thank C. Delerue for fruitful discussions.

*Email address: grandidier@isen.iemn.univ-lille1.fr

[1] K. Brunner *et al.,* Phys. Rev. Lett. **73**, 1138 (1994); J. Y. Marzin *et al.,* Phys. Rev. Lett. **73**, 716 (1994); D. Gammon *et al.,* Science **273**, 87 (1996); R. J. Warburton *et al.,* Phys. Rev. Lett. **79**, 5282 (1997); L. Landin *et al.,* Science **280**, 262 (1998).
[2] L.-W. Wang, J. Kim, and A. Zunger, Phys. Rev. B **59**, 5678 (1999); O. Stier, M. Grundmann, and D. Bimberg, Phys. Rev. B **59**, 5688 (1999).
[3] D. Bimberg *et al.,* Jpn. J. Appl. Phys. **35**, 1311 (1996).
[4] S. T. Stoddart *et al.,* Appl. Surf. Sci. **123/124**, 366–370 (1998).
[5] M. F. Crommie, C. P. Lutz, and D. M. Eigler, Nature (London) **363**, 524 (1993).
[6] P. Avouris and I. W. Lyo, Science **264**, 942 (1994); Ph. Hofmann, B. G. Briner, M. Doering, H-P. Rust, E. W. Plummer, and A. M. Bradshaw, Phys. Rev. Lett. **79**, 265 (1997).
[7] J. Li, W-D. Schneider, R. Berndt, and S. Crampin, Phys. Rev. Lett. **80**, 3332 (1998).
[8] W. Wu *et al.,* Appl. Phys. Lett. **71**, 1083 (1997); B. Legrand *et al.,* Appl. Phys. Lett. **74**, 2608 (1999); B. Lita *et al.,* Appl. Phys. Lett. **74**, 2824 (1999); H. Eisele *et al.,* Phys. Lett. **75**, 1060 (1999).
[9] M. Grundmann, O. Stier, and D. Bimberg, Phys. Rev. B **52**, 11 969 (1995).
[10] R. M. Feenstra, in Proceedings of the International Conference on Defects in Semiconductors [Physica (to be published)].
[11] Coulomb effect can be neglected. Indeed, after the tunneling of the electrons into the empty eigenstates of the QB, their annihilation occurs mainly through a radiative recombination process. For such boxes, the radiative lifetime of the tunneling electrons is of the order of 1.3 ns, which is short enough to avoid further charging of the box for a tunneling current of 1 pA.
[12] H. Jiang and J. Singh, Phys. Rev. B **56**, 4696 (1997).
[13] C. Pryor, Phys. Rev. B **57**, 7190 (1998).
[14] M. A. Cusack, P. R. Briddon, and M. Jaros, Phys. Rev. B **54**, R2300 (1996).
[15] The states are labeled $|lmn\rangle$, l, m, and n being the number of nodes in the x ([110]), y ([1$\underline{1}$0]), and z ([001]) directions.
[16] Y. M. Niquet, C. Priester, H. Mariette, and C. Gourgon, Phys. Rev. B **57**, 14 850 (1998).
[17] N. Liu, J. Tersoff, O. Baklenov, A. L. Holmes, Jr., and C. K. Shih, Phys. Rev. Lett. **84**, 334 (2000).
[18] P. W. Fry *et al.,* Phys. Rev. Lett. **84**, 733 (2000).

Silicon nanowires with sub 10 nm lateral dimensions: From atomic force microscope lithography based fabrication to electrical measurements

B. Legrand,[a] D. Deresmes, and D. Stiévenard
Institut d'Electronique et de Microélectronique du Nord (IEMN), CNRS UMR 8520, Department ISEN, Avenue H. Poincaré, Cité Scientifique, F-59652 Villeneuve d'Ascq, France

(Received 17 December 2001; accepted 25 February 2002)

The ability of the atomic force microscope (AFM) to realize lithography patterns on silicon surfaces is widely known and leads to the formation of silicon nanostructures after an etching step. In this article, we aim at improving the fabrication process to yield silicon nanowires with minimum lateral dimensions for the realization of Coulomb blockade based devices. First, we focus on the AFM lithography step: using pulsed voltages for the anodic oxidation of the silicon surface instead of the commonly employed continuous polarization, we obtain an improvement of both AFM lithography resolution and tip reliability. Second, after the wet etching step, we present a technique of oxidation/deoxidation cycles, which allows a controlled thinning of the silicon wires. Combining these two techniques, we obtain silicon nanowires the widths of which are lower than 10 nm. Finally, as the wires are made on a silicon on insulator substrate, it opens the way to electrical characterization and we present some realizations and results. © *2002 American Vacuum Society.*
[DOI: 10.1116/1.1470519]

I. INTRODUCTION

Nanometer sized structures are of prime interest for basic physical studies and are very challenging in terms of technological realization. In this field of research, silicon nanostructures are very fascinating objects since they open the way to low dimensional electronic effects and could offer full integration and technological compatibility with silicon microelectronic circuits.

The key point for fabricating silicon structures at nanometer scale is lithography. Since the pioneering work of Dagata[1] and further related works,[2–6] it is now well known that an atomic force microscope (AFM) operating in ambient air can be used for the lithography step, involving the local anodic oxidation of the silicon at the tip–surface junction when a sufficient electrical field is applied. Many studies have been devoted to the understanding and the control of the local oxidation mechanism.[7–16] The lithography is generally performed in noncontact mode using a continuous tip–surface polarization.[9] The recently introduced pulsed voltage techniques have brought better resolution and reproducibility.[17–19] However, little attention has been paid to the feedback loop behavior of the AFM when continuous patterns are drawn on the surface. This behavior is crucial for tip–surface interaction control and thus for the lithography quality and reliability. This point will be discussed in the first part of the article.

The oxide pattern obtained by AFM lithography is robust enough to act as a mask for the etching step. Dry or wet etching is suitable to form the silicon nanostructures.[11–28] Unfortunately, there is an increase in the width of the structures due to etching anisotropy, especially for wet etching. In the second part of this article, we show that an easy manner to counteract this phenomenon is to make successive oxidation/deoxidation treatments of the nanostructures.

Finally, electrical measurements of silicon nanowires require electrical contacts to connect the nanostructures to the measurement setup. It is technologically very challenging to ensure both technological compatibility with AFM lithography and good electrical properties. In the last part of the article, we present realizations of electrical contacts and electrical measurements on silicon nanowires.

II. EXPERIMENTAL SETUP

Local oxidation and surface imaging are both performed with an AFM operating in ambient air in noncontact oscillating mode (Digital Instruments Nanoscope IIIa). The cantilevers used are made of doped *n*-type silicon (Nanosensors, Germany). The average force constant and resonance frequency are typically 40 N/m and 300 kHz, respectively. The radius of curvature of the tip apex is about 10 nm. Before performing lithography by local oxidation, the cantilevers are shortly dipped in a 10% hydrofluoric acid solution for 2 s, then rinsed in isopropyl alcohol, and finally dried under nitrogen flux. This treatment prevents tip oxidation. Samples are cut either from *p* doped ($\sim 10^{15}$ cm^{-3}, resistivity ~ 10 Ω cm), (001) oriented silicon substrates or from silicon on insulator (SOI) substrates (SmartCut technology) the top silicon layer of which is *p* doped (10^{15} cm^{-3}, resistivity ~ 10 Ω cm), (001) oriented and 6–20 nm thick. The thicknesses of the buried oxide and the silicon substrates are, respectively, 400 nm and 700 μm. Silicon surfaces are cleaned and passivated by successive treatments in trichloroethane, acetone, isopropyl alcohol, 10% HF acid solution, de-ionized water, and finally dried in nitrogen flux. The pattern dimensions (oxide line or silicon wire) are measured by the mean of AFM topographic images. The width corresponds to the full width at half maximum (FWHM). Unless otherwise noted, no filtering processes aiming at canceling the tip convolution

[a]Electronic mail: bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr

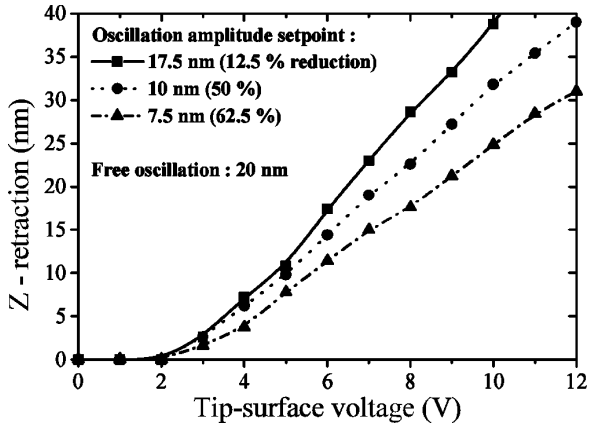


FIG. 1. Retraction of the z-piezo tube of the AFM microscope vs the continuous bias applied between the tip and the surface.

effects with the surface topography have been applied to the images or results. Note that in the case of objects on the surface the height of which is comparable to the tip apex curvature radius (typically 10 nm), the tip–surface convolution artifact is not negligible when the lateral dimensions of the objects are typically below 100 nm.

III. AFM LITHOGRAPHY IN NON-CONTACT MODE

A. Continuous tip bias voltage lithography

As noted by many authors,[9,15,29,30] AFM operating in non-contact mode provides better resolution and reliability for local oxidation than contact mode AFM. The microscope feedback loop is the key feature to perform displacements of the tip with respect to the surface and thus to draw continuous oxide patterns, but few works have been devoted to its behavior.[31,32] The bias applied to the tip for performing local oxidation is usually on the order of 10 V in order to get an electric field on the order of 10^9 V/m at the tip–surface junction, assuming an average tip–surface distance of 10 nm. We have measured the effects of such a tip–surface bias on the microscope feedback loop. The AFM tip is oscillating close to the cantilever resonance frequency and the free oscillation amplitude is chosen equal to 20 nm. Figure 1 shows the z-piezo retraction (increase of the tip–surface distance) induced by the feedback servo-loop when a continuous bias V is applied between the tip and the surface. The measurements are done for three values of oscillation amplitude setpoint. We observe that as V increases, the z distance increases. This effect is all the more important when the setpoint is raised. Note that in the case of a 10 nm amplitude setpoint and a 10 V bias, the tip–surface distance is increased by about 32 nm, which is larger than the free oscillation amplitude value. Finally, a threshold voltage around 2 V is observed. Below this threshold, the z retraction induced by the feedback loop is negligible. The z retraction is explained by the electrostatic forces occurring between the tip and the surface when the bias is applied: electrostatic interactions tend to reduce the oscillation amplitude of the cantilever. In order to maintain the oscillation amplitude equal to the setpoint value, the feedback loop increases the tip–surface distance. The effects are of less magnitude when the setpoint is decreased, because the bias induced electrostatic effects are relatively less significant compared to the mechanical interaction needed to reduce the free oscillation amplitude to the chosen setpoint amplitude. As far as the surface patterning by AFM local oxidation is concerned, the feedback loop behavior that increases the tip–surface distance when the tip–surface bias is applied, leads to a diminution of the electric field at the tip–surface junction. Moreover, too large tip–surface distance may prevent formation of the water meniscus needed for the oxidation reaction and thus prevent the lithography.[19,30] This fact is usually uncited and is counteracted most often by choosing a very low oscillation amplitude setpoint (typically less than 10% of the free oscillation amplitude),[32] which decreases the electrostatic effects and the tip retraction as explained above. The drawback of this technique is that the tip is in strong interaction with the surface. The tip lifetime and the lithography resolution are thus both degraded.

B. Pulsed voltage lithography

Another way to perform the lithography, described and studied elsewhere, is the use of pulsed voltages applied to the tip with the microscope feedback loop off. In this case, no tip retraction due to the feedback loop is observed. Unfortunately, continuous patterns have to be drawn point by point, the microscope feedback loop being switched on during the tip displacement from one point to the next and then switched off to perform the oxidation. Note that the use of pulsed voltages allows better control of the water meniscus at the tip–surface junction and for short pulse duration lateral diffusion of the ionic species involved in the oxidation reaction is inhibited, which explains the lithography resolution improvement.[19,30] In the context of our work, we have studied the use of pulsed voltages with the microscope feedback loop on so as to combine better reliability and resolution with easy tip displacement and lithography patterning. During the oxidation, a burst of pulsed voltages is applied to the tip–surface junction with the feedback loop on. The frequency of the pulsed voltages is equal to the frequency of the cantilever excitation signal and the pulse duration is short compared to the tip oscillation period. So, the pulsed voltages are applied synchronously with the tip oscillation and we introduce the phase between the cantilever excitation signal and the pulsed voltages as a new parameter to control the lithography process.

Figure 2(a) shows oxidation patterns obtained using pulsed voltages. The tip oscillation frequency, free oscillation amplitude, and amplitude setpoint are, respectively, 275 kHz, 15 nm, and 14.2 nm (95% of the free oscillation amplitude). The amplitude of the pulsed voltages is +12 V applied to the surface with respect to the tip, their duration is 0.2 μs, i.e., 5.5% of the tip oscillation period. 18 lines have been drawn on the silicon surface with a 1 μm/s tip velocity. For each line, the phase between the pulsed voltages and the cantilever excitation is increased. In this case, the phase var-

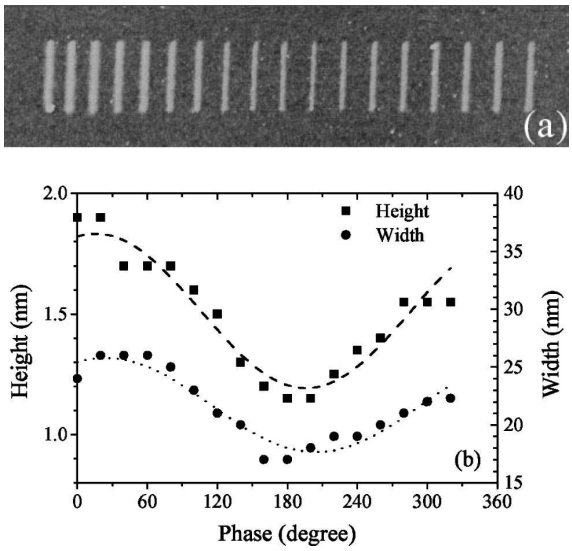


FIG. 2. (a) AFM image (2×0.5 μm^2) of 18 oxide lines obtained by the pulsed voltage technique. The phase of the pulsed voltages is increased from one pattern to the next one. (b) Variation of the oxide height and width of the patterns of (a) vs the phase of the pulsed voltages.

ies from 0° to 320°. The average value of the applied voltage is 0.65 V and we observe that surface oxidation occurs for each line. Note that such a voltage value, if applied in a continuous way, would not induce surface oxidation. This is in agreement with the existence of an electric field threshold ($\sim 10^9$ V/m) for the oxidation process. A fine observation of the feedback loop behavior during the oxidation has actually shown a less than 2 nm z-piezo retraction. It is consistent with the results of Fig. 1 which show that tip retraction is negligible for continuous voltages below 2 V. However, the pulses are applied at the cantilever resonance. Significant perturbation of the cantilever motion and feedback response could then occur due to the associated periodic electrostatic force that acts as an extra excitation of the cantilever. We have already carried out a detailed study of this phenomenon and consequent effects in a previous paper,[31] so this point is not further developed here. In the case of the experiments under consideration, the pulse voltage features have been chosen in agreement with our previous studies[31] in order to minimize the perturbation to the cantilever and feedback response.

In Fig. 2(b) both the width and height of each oxide line have been reported versus the phase of the pulsed voltages. The width and height vary, respectively, from 16 and 1.2 nm to 26 and 1.9 nm. These variations of width and height are quite sinusoidal versus the phase of the pulsed voltages. They can be explained by two facts. First, the pulsed voltages are applied to the tip–surface junction at a precise instant of tip oscillating motion, so they are applied when the tip is at a given distance with respect to the surface, this distance depending on the phase between the pulsed voltage and the cantilever excitation signal. As a consequence, as the tip–surface distance varies with the phase of the pulsed voltages, the electric field at the tip–surface junction also varies, as well as the characteristics of the resulting oxide patterns. The smaller the tip distance is when the pulsed voltages are applied, the higher the electric field between the tip and the surface and the thicker and wider the oxide pattern. On the other hand, the shape and volume of the water meniscus at the tip–surface junction are affected by the tip–surface distance. For that reason, we can suggest that the oxide pattern characteristics are also affected by this phenomenon. Moreover, as noted above, the use of pulsed voltages inhibits the lateral diffusion of ionic species in the water meniscus and contributes to the improvement in the lateral resolution of the oxide pattern as well as in the height to width ratio. In the case of Fig. 2(a), the minimum width is 16 nm for a 1.2 nm height. For comparison, the use of a continuous tip–surface bias of 12 V with a tip velocity of 1 μm/s leads to a 21 nm wide oxide pattern. By tuning the experimental conditions (tip velocity, pulse duration, phase, free oscillation amplitude) of the pulsed voltage technique, we have obtained oxide patterns the minimum width and height of which are, respectively, 10 and 1 nm. Finally, note that pulsed voltages can be applied to the tip at frequencies other than the frequency of the excitation signal of the cantilever. In this case, the phase of the pulses changes for each tip oscillation cycle and does not play a role in the oxide pattern width control.

In summary, we have developed a technique of pulsed voltages so as to perform local oxidation of a silicon surface with the microscope feedback loop on with no significant tip retraction. So, the setpoint amplitude during the oxidation step can be close to the free oscillation amplitude, which guarantees better tip and lithography reliability. Patterns the widths of which are in the 10–15 nm range can be routinely obtained. The phase between the pulsed voltages and the tip oscillation is an additional parameter to control the oxide pattern features.

IV. ETCHING OF THE STRUCTURES

A. KOH wet etching characterization

Wet etching using a potassium hydroxide (KOH) solution is employed to etch the silicon nanostructures,[33] the oxide patterns obtained by AFM lithography acting as a mask. KOH etching is known to offer a very good silicon/silicon dioxide selectivity and is easy to perform. Moreover, when using SOI substrates, the buried oxide layer acts as an etch stop layer and facilitates the etching process control. A 1 mol l^{-1} KOH solution with 5% isopropyl alcohol by mass at 23 °C is used in the context of this work and leads to an etching depth of 20 nm for an etching time of 60 s.

Figure 3(a) presents a set of five [110] oriented oxide lines obtained by AFM lithography on a (100) oriented silicon wafer. The subsequent silicon wires formed after a 70 s etch are shown in Fig. 3(b). Cross sections of the structures before and after etching are shown in Figs. 3(c) and 3(d). The etching depth is about 27 nm. An increase in the width of the patterns (IWP) is clearly visible after etching. The width and height of the oxide lines and of the corresponding silicon wires are reported in Table I. The IWP is nearly the same for

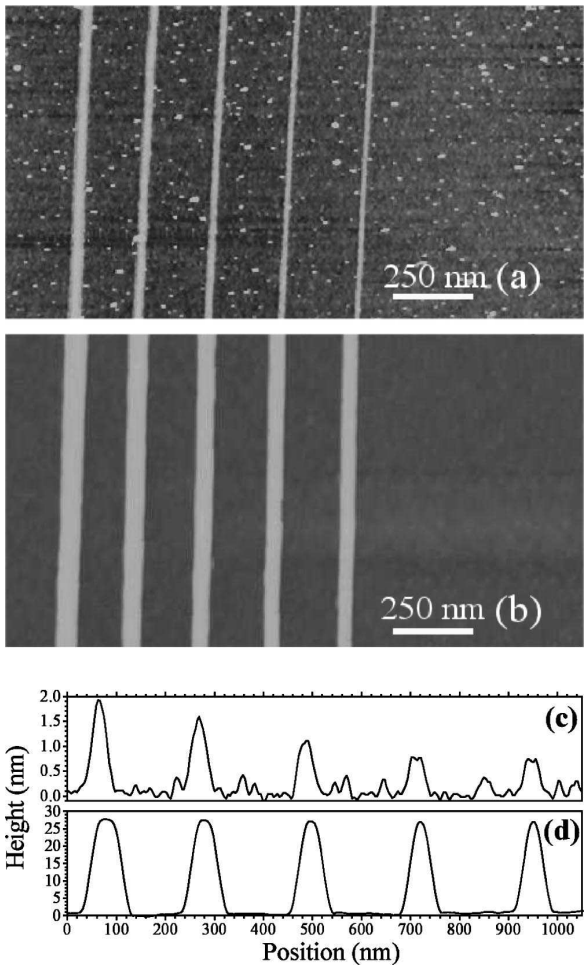


FIG. 3. AFM images: (a) top view of a set of five oxide lines of various width and height; (b) resulting silicon wires after KOH etching; (c) section across oxide lines of (a); and (d) section across silicon wires of (b).

all the patterns and is about 32 nm. The IWP measured on the AFM images is explained by two facts. On one hand, the KOH etching is known to be very anisotropic: {001} faces are etched about 100 times more quickly than the {111} faces. So the [110] oriented silicon wires do not present vertical lateral sides but lateral sides composed of {111} faces. As the angle between the [001] and {111} planes is 54.7°, the width increase e at half maximum is given by

$$e=\frac{h}{\tan 54.7}\approx 0.7\times h, \tag{1}$$

where h is the height (equal to the etching depth) of the silicon wire. In the case of the patterns of Fig. 3(b), where the etching depth is typically 27 nm, the IWP due to the etching anisotropy is typically equal to $e=19$ nm [calculated using Eq. (1)]. So, this effect does not completely explain the IWP measured on the silicon wires of the Fig. 3(b) and reported in Table I.

TABLE I. Characteristics of the oxide patterns and resulting silicon wires of Figs. 3(a) and 3(b). Calculated real and artificial width increases due to KOH anisotropic etching and tip–surface convolution are also reported.

Pattern No.	1	2	3	4	5
Oxide height (nm)	1.9	1.7	1.3	1.1	0.9
Oxide width (nm)	27	24	19	15	14
Etching depth (nm)	27	27	26	26	26
Width after etching (nm)	62	57	49	46	44
Measured width increase (nm)	35	33	30	31	30
Calculated width increase due to etching anisotropy (nm)	19	19	18	18	18
Calculated overall width increase due to tip–surface convolution (nm)	13	14	14	15	15

On the other hand, the tip–surface convolution phenomenon on AFM images cannot be neglected and induces an increase in the width of both the oxide lines and the resulting silicon wires on the AFM images. An estimation of this artifact is obtained considering a semispherical AFM tip apex of radius R. Under such an assumption, the convolution phenomenon leads to a IWP equal to $2\sqrt{2Rd-d^2}$ if $d<R$ and $2R$ if $d\geqslant R$, where d is the height of the object on the surface. For a tip radius $R=11$ nm, the overall IWP arising from the tip–surface convolution is in the 13–15 nm range. The overall IWP is defined as the difference between the width increase of the etched wires and the width increase of the oxide lines due to the convolution phenomenon. This result allows us to explain the results of Table I. Note that the value of 11 nm taken for the tip radius is consistent with the values given for such commercial AFM tips.

B. Oxide mask robustness

As the robustness of the oxide pattern obtained by AFM lithography is concerned, we have determined the minimum thickness of the oxide pattern required to realize an efficient masking of the silicon. Figure 4(a) presents a set of six oxide lines of various heights ranging from 0.2 to 1.9 nm. Figure 4(b) shows the silicon wires obtained after etching. The etching depth is 14 nm. We observe that the two thinnest oxide lines have not led to the formation of silicon wires. Cross sections of the structures before and after etching are shown in Figs. 4(c) and 4(d). In Table II, we have reported for each pattern of Fig. 4 the height of the oxide line and the height of the subsequent silicon wires after etching. We note that for oxide height greater than 0.7 nm, the height of the etched silicon wires is about 13.5 nm and quite constant. Small variations of the silicon wire heights can be explained by the fact that the oxide patterns remain present on the top of the etched silicon wires. As the oxide pattern heights are not the same for each line, this induces slight variations of the silicon wire heights after etching. On the contrary, the 0.2 nm height oxide line does not bring about any silicon structure after etching. In the case of the 0.4 nm height oxide line, the resulting silicon structure has a height lower than 4 nm and

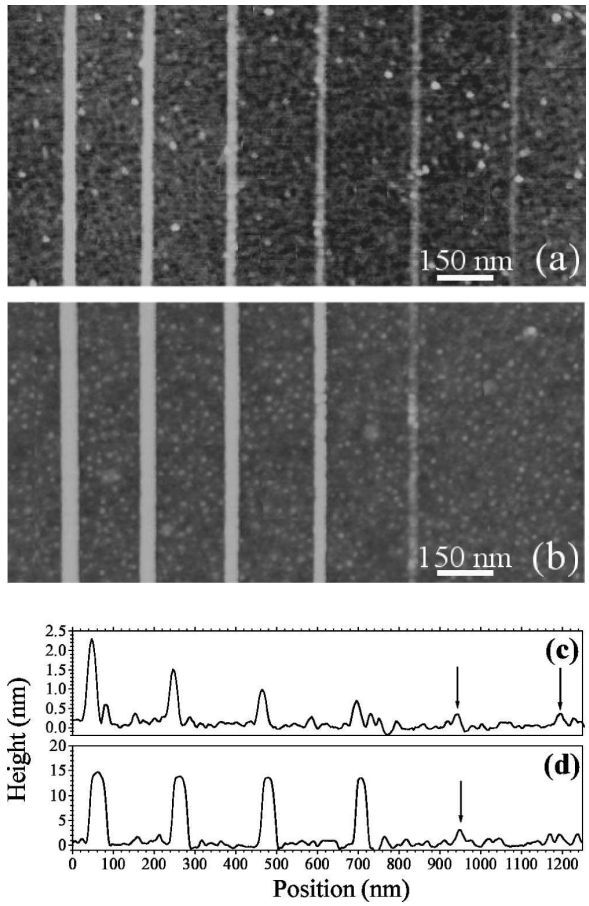


FIG. 4. AFM images: (a) top view of a set of six oxide lines; (b) resulting silicon wires after etching; (c) section across oxide lines of (a); (d) section across silicon wires of (b). Arrows indicate the locations of the less visible oxide lines and silicon wires.

Fig. 4(b) shows that it is irregular and of poor quality. So, it appears that oxide patterns, the height of which is lower than 0.7 nm, cannot act as reliable masks for etching using a KOH solution. Note that this phenomenon does not come from the etching selectivity since no silicon structures at all are formed after etching for the thinnest oxide pattern. If selectivity were involved in the phenomenon, the thinnest oxide pattern would have led to the formation of a silicon wire, the height of which would have been lower than 14 nm but not equal to zero. A plausible explanation can be found elsewhere. First, let us remember that the thickness of the oxide pattern arising from AFM lithography is roughly double the height of the oxide pattern measured on the surface by the AFM,[9] since a part of the oxide is located below the surface level. Moreover, it has been established that the minimum thickness of a silicon dioxide layer is 0.7 nm. It corresponds to the thickness required to have enough silicon and oxygen atoms in the material so as to obtain the properties of bulk silicon dioxide.[34] So, our results show that an oxide pattern acts as a mask for etching if its thickness is at least twice this minimum thickness value (1.4 nm).

TABLE II. Heights of the oxide patterns and resulting silicon wires after etching of Figs. 4(a) and 4(b).

Pattern No.	1	2	3	4	5	6
Oxide height (nm)	1.9	1.3	1.0	0.7	0.4	0.2
Pattern height after etching (nm)	14	14	13.5	12.5	<4	0

As far as the etching selectivity is concerned, experiments combining oxide patterns of various heights and large etching depths have allowed the determination of the selectivity value. We found a silicon/AFM oxide pattern etching selectivity value of 40:1. This is much lower than the expected value since the silicon/silicon dioxide selectivity is about 500:1 when KOH solution is employed for etching. This can be explained by the fact that the quality of the oxide obtained by AFM lithography is poorer than the quality of a thermal oxide generally employed to mask the silicon. This fact has already been pointed out by other studies on the quality and properties of the AFM induced oxide.[12,35,36]

In summary, wet etching using a KOH solution has been employed to obtain silicon nanostructures using AFM lithography patterns as a mask. Etching selectivity is about 40:1 and we have observed that patterns the height of which is lower than 0.7 nm do not lead to the formation of silicon structures after etching. These two points may represent a limitation of the use of AFM lithography patterns as masks for etching. We have observed that AFM characterizations of the silicon wires show an increase in the width due to both etching anisotropy and measurement artifact (tip–surface convolution). These two effects have been quantitatively taken into account and the results are in good agreement with the observations. In Sec. V, we present a technique of oxidation/deoxidation cycles, which allows counteracting the increase in the width of the structures during the KOH etching.

V. WIDTH REDUCTION: OXIDATION/DEOXIDATION CYCLES

The technique consists of oxidizing the sample, which consumes silicon, and removing the subsequent oxide. The oxidation is realized by dipping the sample in hot (80 °C) deionized (DI) water for 60 min. Under these conditions, a 1.5 nm thick oxide is expected to be formed on the {111} silicon surfaces.[37] The deoxidation is performed by dipping the sample for 10 s in a 3% HF acid solution at 20 °C so as to remove the oxide and is followed by a rinsing in DI water at 20 °C. Such a HF solution is expected to etch the silicon dioxide at a rate of 0.3 nm/s at room temperature (20 °C). As the molar volume of silicon dioxide is roughly twice the molar volume of silicon, each oxidation/deoxidation cycle is expected to decrease the silicon wire width by about 1.5 nm (0.75 nm on each side). In order to validate this technique, a set of 6 silicon wires of various widths have been realized. After etching, the wire height is 9 nm and their widths vary from 31 to 53 nm. Successive oxidation/deoxidation cycles

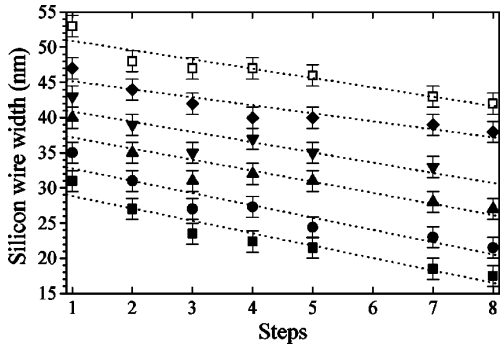


FIG. 5. Silicon wire FWHM vs the number of oxidation/deoxidation cycles. Step 1 corresponds to the situation after the etching step. Steps 2–8 correspond to seven successive oxidation/deoxidation cycles.

are then performed on the sample. At each cycle, the silicon wires are observed by AFM. Their widths are then measured and the results are reported in Fig. 5. In Fig. 5, step 1 corresponds to the KOH etching of the structures. Each following step corresponds to an oxidation/deoxidation cycle. Error bars on the width values take into account the measurement uncertainties due to AFM image resolution. We note that for any silicon wire under consideration, its width decreases monotonously at nearly the same rate. A refined analysis of the data shows that the decreasing rate of the wire width is equal to 1.58 ± 0.18 nm per cycle. This value is in good agreement with the expected value as described above. The seven cycles have decreased the wire width by 11 nm on average.

In order to illustrate the results, we show in Fig. 6 a silicon wire with minimal dimensions. This structure has been obtained starting from a SOI substrate with a 6 nm top silicon layer. Lithography has been performed using the pulsed voltage technique as described above. After the KOH etching step, two oxidation/deoxidation cycles have been performed. The final FWHM of the wire measured on the AFM image is

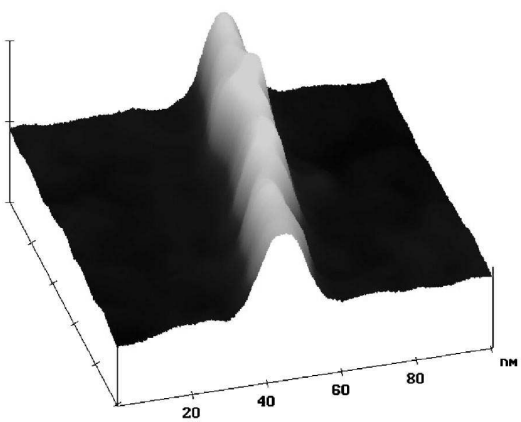


FIG. 6. Three dimensional view of an AFM image (100×100 nm^2) showing a 5.5 nm high silicon wire on SOI substrate. The true FWHM is estimated to be about 8 nm.

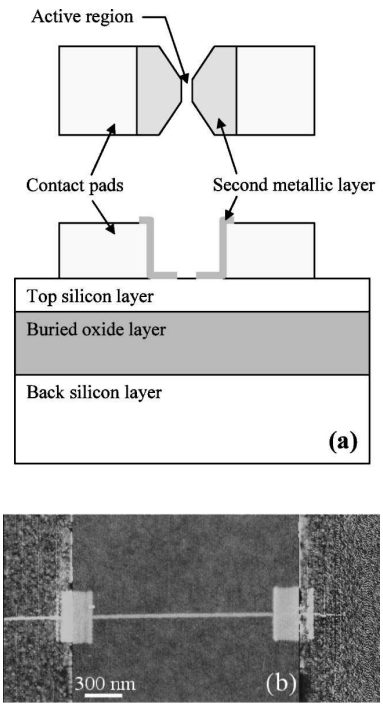


FIG. 7. (a) Schematic top view and side view of the two metallic layers forming the contact pads and active region on SOI substrate. (b) AFM image of an oxide line patterned in the active region. The second metallic layer is visible on each side of the oxide line.

17 nm. The height is 5.5 nm. Taking into account the tip–surface convolution and assuming a tip radius of 5 nm, the true FWHM of the wire is about 8 nm, which is the smallest dimensions obtained with AFM based lithography in air ambient. Note that lower lateral dimensions could have been reached by performing further oxidation/deoxidation cycles. However, they could also have lifted the silicon wire off the substrate during the deoxidation steps because of the etching of the oxide layer on which the wire lies.

VI. ELECTRICAL MEASUREMENTS

The key point to performing electrical measurements on the silicon wires is to realize the electrical contacts on the nanostructures, which is challenging. In the context of our work, electrical contacts are obtained as follows. First, contact pads (150×150 μm^2) are deposited on the SOI substrate by evaporating 4 nm of Ti followed by 200 nm of Au. A second metallic layer is then realized by successively depositing 4 nm of Cr and 12 nm of Au. This second layer defines the active region where the silicon wires are fabricated afterward. It overlaps the first metallic level so as to ensure the electrical continuity. A schematic view of the metallic contacts is shown in Fig. 7(a).

Lithography of the silicon wires is then performed in the active region defined by the second metallic layer. As an example, Fig. 7(b) shows an oxide pattern located in a 2 μm wide active region. On each side of the oxide line, a part of

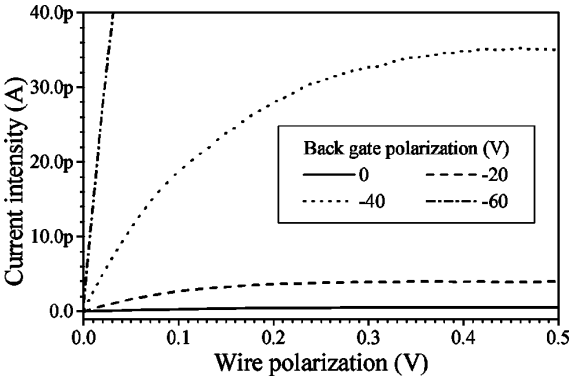


FIG. 8. Current–voltage curves measured on a silicon wire for various back gate voltages at 300 K.

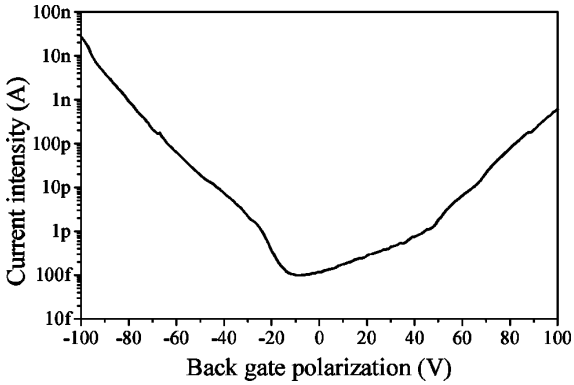


FIG. 9. Variation of the current in a silicon wire vs the back gate polarization at 300 K.

the second metallic layer is visible. At the second metallic layer edges, squares of oxide have been patterned by AFM lithography in order to ensure continuity between the second metallic layer and the oxide line. The oxide line FWHM is 20 nm and its effective length is 1.6 μm. As the structure is realized on the SOI substrate, the silicon wire obtained after etching is electrically insulated from the substrate by the oxide layer.

Current–voltage (I–V) characteristics have been measured on such silicon nanowires using a HP 4140B picoamperemeter. First of all, measurements are performed in a vacuum chamber, the pressure of which is in the 1 Pa range. This allows eliminating water contamination on the device surfaces, which could lead to undesirable leakage currents. Preliminary measurements done on test samples without any silicon wires have shown after etching that no detectable currents flow across the insulating oxide layer of the SOI substrate. Moreover, the electrical resistance between the two pads of a 1 μm wide and 5 μm long active region has been estimated to be 10^{17} Ω.

A. Effect of a back gate polarization on the silicon wire current

Figure 8 presents I–V curves obtained at 300 K on a 20 nm high, 0.9 μm long, and 200 nm wide (FWHM) silicon wire. The back silicon layer of the SOI substrate is negatively biased and is used as a back gate. Around 0 V, we note that the current increases linearly. At higher voltage, typically a few 100 mV depending on the back gate polarization, the current saturates. The current intensity in the silicon wire varies with the back gate polarization, which denotes current control in the wire by an electrical field effect. In Fig. 9, this effect is clearly evidenced. For negative back gate bias, the current increases exponentially. As the wire is made of p type silicon, this is consistent with a field effect leading to a carrier accumulation in the wire. On the contrary, for positive voltage, the field effect leads to the inversion of the carrier population and for voltages higher than 50 V, and the current also increases exponentially. Note that the field effect control efficiency of the wire current is weak, since about 18 V are needed to increase the current by a factor of 10. The shape of the curve of Fig. 9 is very similar to the shape of the curve corresponding to the variation of the charge density versus the surface potential for a metal insulator p-type silicon device.[38] In such a device, the charge density in the silicon layer space charge region varies exponentially in the accumulation and in the strong inversion regimes versus the surface potential. This fact confirms that the current variation versus the back gate bias observed in Fig. 9 is directly proportional to the carrier concentration variation in the silicon wire. Further comparisons between the MIS device and our experimental results should take into account that the back gate of our device is not a metal layer but consists of the back silicon layer of the wafer. Concerning the weak efficiency of the back gate, it is obviously explained by the potential drop in the 400 nm thick oxide layer of the device: the surface potential values are much lower than the voltage applied on the silicon back layer of the SOI substrate.

B. Evidence of the surface defect effects on the silicon wire conductivity

We have studied the effects of the silicon wire dimensions on the current. We report in Table III for various wire dimensions the experimental current values and theoretical current values. Theoretical values are calculated using a classical model, which gives the electrical resistance R of the wire versus its length l, width w, and height h as follows:

TABLE III. Comparison between calculated and measured currents in silicon wires of various widths and lengths at 1 V bias. The silicon wire height is 20 nm. A −100 V back gate voltage is applied for the measurements. The reported widths for the silicon wires are the true FWHM taking into account a tip–surface convolution with a typical 10 nm curvature radius AFM tip.

Wire width (nm)	Wire length (μm)	Theoretical resistance (MΩ)	Theoretical current I_T at 1 V (nA)	Measured current I_M at 1 V (nA)	Current ratio I_T/I_M
180	2	55	18	10	1.8
40	1.25	156	6.5	2.5	2.6
10	2.3	1150	0.9	0.1	9

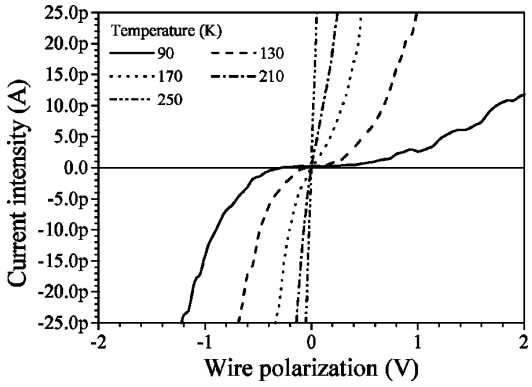


FIG. 10. Current–voltage curves performed on a 30 nm wide silicon wire at temperatures ranging from 90 to 250 K.

$$R=\rho_{\mathrm{Si}}\frac{l}{hw}, \tag{2}$$

where ρ_{Si} is the silicon resistivity, equal to 10 Ω cm in our experiments. The experimental current values are measured for a 1 V voltage applied to the wires. A -100 V back gate polarization is also applied. The comparison between the calculated and measured current values shows that under these conditions, the experimental current values are always lower than the theoretical values, in spite of the back gate polarization, which is expected to bring extra carriers in the wire as described above. We attribute these results to charged surface defects located at the Si–SiO_2 interfaces[39] around the silicon wire. They produce carrier depletion of the wire[40] and as a consequence, the wire resistance is increased compared to the theoretical value. Moreover, we note in Table III that the ratio between the theoretical and the measured current values is not constant but increases when the wire width is decreased. This confirms that the effect is associated with surface defects: the surface to volume ratio of the wire is increased when the wire width is decreased, so surface defects have a relatively larger importance, leading to greater depletion effects and thus higher relative electrical resistance values. In order to counteract the depletion phenomenon some techniques are available to decrease the surface defect densities, such as hydrogen passivation or thermal oxidation[37] of the silicon surfaces. Such techniques are currently under consideration and should allow one to get higher current values in the silicon nanowires.

C. Low temperature measurements and Coulomb blockade effects

I–V curves versus temperature have been performed on a 3 μm long, 20 nm high, and 30 nm wide (FWHM) silicon wire as shown in Fig. 10. A -100 V back gate bias is used in order to bring carriers in the silicon wires as described above. At temperatures higher than 170 K, the *I–V* curves are linear around 0 V. Below this temperature, we note that a zero current region appears around 0 V. The width of this zero current region increases when the temperature decreases. At 90 K, the width of the zero current region is about 600 mV. Such a behavior could be associated with multiple Coulomb blockade effects occurring in the silicon nanowire. The effects are attributed to constrictions in the silicon wire arising from width variations at nanometer scale. Multiple constrictions lead to the formation of islands along the wire. Due to electronic confinement, constrictions act as tunnel barriers for the carriers and these barriers separate the islands from the rest of the wire. Assuming that the barrier heights are greater than the thermal energy for temperatures lower than 170 K, the zero current region observed in the *I–V* curves could then be explained by Coulomb blockade effects: when the Coulomb energy becomes much greater than the thermal energy, a zero current region appears in the *I–V* curves.[41] In the case of Fig. 10, the zero current region is clearly visible at 130 K, which corresponds to a thermal energy of about 11 meV. The Coulomb energy E_C for an island is given by $E_C=e^2/2C$, where e is the electronic charge value and C the island capacitance. So, the capacitance values required in order to observe Coulomb blockade effects are in the aF to fF range.[41] In the case of the silicon wire under consideration, the dimensions are about 20 nm for the height and 10 nm for the width, assuming a tip–surface convolution with a tip the apex radius of which is 10 nm (typical value). If we consider for example 2–5 nm wide constrictions that define an island along the silicon wire, the capacitance C associated with this island in a simple approximation is less than 10 aF. In this approximation, the capacitance C_C between the silicon wire and the island separated from the wire by a constriction is given by

$$C_C=\frac{\epsilon_{\mathrm{Si}}hw}{e_c}, \tag{3}$$

where h and w are, respectively, the height and the width of the silicon wire, e_c is the width of the constriction along the silicon wire, and ϵ_{Si} is the silicon permittivity. The island capacitance C is equal to $2C_C$ and the resulting Coulomb energy E_C is larger than 15 meV. Such a value is consistent with the observation of a zero current region at temperatures equal to or lower than 130 K, as explained above. More detailed studies are needed to confirm this analysis of the experimental observations. For example, a lateral nanometer scaled gate placed in the plane of and close to the silicon wire would allow one to vary the potential of an island defined by two constrictions of the wire and then to obtain further signatures of the Coulomb blockade effects (mainly the conductance oscillation observation).

VII. CONCLUSION

In this article, we first described an improvement in AFM lithography based fabrication of silicon nanowires. Concerning the lithography step, we presented a pulsed voltage technique operating with the microscope feedback loop on. This technique offers a better resolution of the oxide pattern and an improved reliability. Moreover, the phase between the pulsed voltages and the tip oscillation is an extra parameter to control the oxide pattern features. Patterns the widths of

which are in the 10 nm range can be routinely obtained. The etching of the silicon structures using KOH solution was studied. The increase in the width of the patterns observed on the AFM images after the etching step was quantitatively analyzed in terms of etching anisotropy and tip–surface convolution artifacts. Advanced studies showed that the etching selectivity is equal to 40:1 and is attributed to the poor quality of the AFM oxide compared to a thermal oxide. Moreover, an oxide minimum thickness of 1.4 nm is required to act as a reliable mask for etching. Second, we presented a simple technique to reduce the lateral dimensions of the silicon structures by successive oxidation/deoxidation cycles. Each cycle decreases the width of the silicon wire by 1.5 nm. Third, combining all these techniques, we have been able to fabricate a silicon wire with lateral dimension lower than 10 nm, which is the lowest dimension obtained for an AFM based lithography fabrication. Electrical measurements were then performed on silicon wires fabricated on SOI substrates. We evidenced a field effect control of the wire current by using the back layer of the SOI substrate as a gate. We also showed that surface defects play a major role in the silicon wire conductivity and they have to be taken into account for nanometer sized devices. Finally, low temperature measurements exhibit features that can be reasonably attributed to Coulomb blockade effects, assuming constrictions along the silicon wire. This point has to be confirmed by further experiments.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank J. Gautier from CEA-LETI (France) for providing them with SOI substrates. B. Legrand was supported by a DGA (Délégation Générale de l'Armement) grant.

[1]J. A. Dagata, J. Scneir, H. H. Harary, C. J. Evans, M. T. Postek, and J. Bennet, Appl. Phys. Lett. **56**, 2001 (1990).
[2]V. A. Burrows, Y. J. Chabal, G. S. Higashi, K. Raghavachari, and S. B. Christman, Appl. Phys. Lett. **53**, 998 (1988).
[3]D. Gräf, M. Grundner, and R. Schulz, J. Vac. Sci. Technol. A **7**, 808 (1989).
[4]Y. J. Chabal, G. S. Higashi, K. Raghavachari, and V. A. Burrows, J. Vac. Sci. Technol. A **7**, 2104 (1989).
[5]D. B. Fenner, D. K. Biegelsen, and R. D. Bringans, J. Appl. Phys. **66**, 419 (1989).
[6]H. C. Day and D. R. Allee, Appl. Phys. Lett. **62**, 2691 (1993).
[7]P. Avouris, T. Hertel, and R. Martel, Appl. Phys. Lett. **71**, 285 (1997).
[8]F. Marchi, V. Bouchiat, H. Dallaporta, V. Safarov, and D. Tonneau, J. Vac. Sci. Technol. B **16**, 2952 (1998).
[9]P. A. Fontaine, E. Dubois, and D. Stiévenard, J. Appl. Phys. **84**, 1776 (1998).
[10]H. Sugimura, T. Uchida, N. Kitamura, and H. Mashuara, J. Phys. Chem. **98**, 4352 (1994).
[11]A. E. Gordon, R. T. Fayfield, D. D. Litfin, and T. K. Higman, J. Vac. Sci. Technol. B **13**, 2805 (1995).
[12]D. Stiévenard, P. A. Fontaine, and E. Dubois, Appl. Phys. Lett. **70**, 3272 (1997).
[13]T. Teuschler, K. Mahr, S. Miyasaki, M. Hundhausen, and L. Ley, Appl. Phys. Lett. **74**, 3206 (1999).
[14]J. A. Dagata, F. Perez-Murano, G. Abadal, K. Morimoto, T. Inoue, J. Itoh, and H. Yokoyama, Appl. Phys. Lett. **76**, 2710 (2000).
[15]E. S. Snow, G. G. Jernigan, and P. M. Campbell, Appl. Phys. Lett. **76**, 1782 (2000).
[16]R. Garcia, M. Calleja, and F. Pérez-Murano, Appl. Phys. Lett. **72**, 2295 (1998).
[17]B. Legrand and D. Stiévenard, Appl. Phys. Lett. **74**, 4049 (1999).
[18]F. Pérez-Murano, K. Birkelund, K. Morimoto, and J. A. Dagata, Appl. Phys. Lett. **75**, 199 (1999).
[19]M. Calleja and R. Garcia, Appl. Phys. Lett. **76**, 3427 (2000).
[20]H. C. Day and D. R. Allee, Appl. Phys. Lett. **62**, 2691 (1993).
[21]H. Sugimura, T. Yamamoto, N. Nakagiri, M. Miyashita, and T. Onuki, Appl. Phys. Lett. **65**, 1569 (1994).
[22]E. S. Snow and P. M. Campbell, Appl. Phys. Lett. **64**, 1932 (1994).
[23]F. Pérez-Murano, G. Abadal, N. Barniol, X. Aymerich, J. Servat, P. Gorostiza, and F. Sanz, J. Appl. Phys. **78**, 6797 (1995).
[24]J. Servat, P. Gorostiza, F. Sanz, F. Pérez-Murano, N. Barniol, G. Abadal, and Aymerich, J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 1 (1996).
[25]P. M. Campbell, E. S. Snow, and P. J. McMarr, Appl. Phys. Lett. **66**, 1388 (1995).
[26]K. Morimoto, K. Araki, K. Yamashita, K. Morita, and N. Niwa, Appl. Surf. Sci. **117/118**, 652 (1997).
[27]E. S. Snow, W. H. Juan, S. W. Pang, and P. M. Campbell, Appl. Phys. Lett. **66**, 1729 (1995).
[28]S. C. Minne, H. T. Soh, Ph. Flueckiger, and C. F. Quate, Appl. Phys. Lett. **66**, 703 (1995).
[29]E. Dubois and J. L. Bubendorff, J. Appl. Phys. **87**, 8148 (2000).
[30]R. Garcia, M. Calleja, and H. Rohrer, J. Appl. Phys. **86**, 1898 (1999).
[31]B. Legrand and D. Stiévenard, Appl. Phys. Lett. **76**, 1018 (2000).
[32]H. Dai, N. Franklin, and J. Han, Appl. Phys. Lett. **73**, 1508 (1998).
[33]W. R. Runyan and K. E. Bean, *Semiconductor Integrated Circuit Processing* (Addison-Wesley, New York, 1997), Chap. 6, p. 252.
[34]D. A. Muller, T. Sorsch, S. Moccio, F. H. Baumann, K. Evans-Lutterodt, and G. Timp, Nature (London) **399**, 758 (1999).
[35]J. A. Dagata, T. Inoue, J. Itoh, K. Matsumoto, and H. Yokoyama, J. Appl. Phys. **84**, 6891 (1998).
[36]J. A. Dagata, T. Inoue, J. Itoh, and H. Yokoyama, Appl. Phys. Lett. **73**, 271 (1998).
[37]H. Angermann, W. Herion, M. Rebien, K. Kliefoth, D. Fisher, and J.-T. Zettler, Microelectron. Eng. **36**, 43 (1997).
[38]S. M. Sze, *Physics of Semiconductor Devices* (Wiley, New York, 1981).
[39]E. H. Nicollian and J. R. Brews, *MOS (Metal Oxide Semiconductor) Physics and Technology* (Wiley, New York, 1982).
[40]C. Cadet, D. Deresmes, D. Vuillaume, and D. Stievenard, Appl. Phys. Lett. **64**, 2827 (1994).
[41]H. Grabert and M. H. Devoret, *Single Charge Tunneling-Coulomb Blockade Phenomena in Nanostructures* (Plenum, New York, 1992).

JOURNAL OF APPLIED PHYSICS VOLUME 91, NUMBER 1 1 JANUARY 2002

Thermally assisted formation of silicon islands on a silicon-on-insulator substrate

B. Legrand, V. Agache, T. Mélin, J. P. Nys, V. Senez, and D. Stiévenard[a)]
Institut d' Electronique et de Microelectronique du Nord, UMR 8520, Département ISEN, 41 Boulevard Vauban, 59046 Lille, France

(Received 9 July 2001; accepted for publication 26 September 2001)

We report the self-formation of nanometer-size silicon islands on a silicon-on-insulator (SOI) substrate that is associated with simple thermal treatment in the range of 500–900 °C. We study the island formation process versus the temperature of the thermal annealing, the thickness of the top silicon layer, and the presence of a native oxide on this top layer. The island size distribution is also studied. To follow the chemical evolution of the top layer, we used *in situ* Auger electron spectroscopy in an ultrahigh vacuum chamber. The island morphology is studied using *ex situ* atomic force microscopy (AFM). The formation temperature increases with the thickness of the top silicon layer and can be explained by thermal stress induced at the Si/SiO_2 interface. From a technological point of view, this study shows the limitation of a SOI substrate with a thin silicon top layer under thermal treatment. On the other hand, it opens up an easy way in which to build silicon dots on an insulator. Finally, we present preliminary data that show the possibility of charging these nanocrystallites with an AFM tip. © *2002 American Institute of Physics*.
[DOI: 10.1063/1.1420761]

I. INTRODUCTION

Semiconductor island formation creates a bottleneck for quantum dot-based electronics such as single electron memories,[1] quantum dot transistors,[2–5] or optoelectronic devices.[6–8] To get quantum size effects at room temperature, structures have to be nanometer in size. This is beyond the limit of current microelectronic technology. The self-organization process is another approach that is initially used, for example, for III–V quantum boxes.[9]

Generally, for silicon islands, chemical vapor deposition (CVD) is used,[10–14] as well as laser ablation [15] or low energy ion sputtering.[16] These techniques lead to the formation of islands, with average radius ranges of 1–5 nm. In these approaches, the starting point is a given substrate on which silicon is deposited. Another growth mode is solid-state nucleation of the islands. Starting from a thin silicon layer (crystalline or amorphous) on SiO_2, only in a few studies has the possibility of getting silicon islands by simple thermal annealing been demonstrated.[17–21] In this article, starting from a silicon-on-insulator (SOI) substrate, we study the island formation process versus the temperature of the thermal annealing, the thickness of the top silicon layer, and the presence of a native oxide on this top layer. The island size distribution is also studied. To follow the chemical evolution of the top layer, we used *in situ* Auger electron spectroscopy in an ultrahigh vacuum chamber. The island morphology was studied using *ex situ* atomic force microscopy (AFM). Finally, we present preliminary data that show the possibility of charging these nanocrystallites with an AFM tip.[22]

[a)]Electronic mail: stievenard@isen.fr

II. EXPERIMENTAL PROCEDURES

A. Samples

The samples are cut (10×3 mm^2) from a SOI substrate. The substrates are obtained using Smartcut™ technology.[23] They are made of a silicon substrate (700 μm thick), with a 400 nm silicon oxide buried layer and a silicon top layer, the thickness of which d_{Si} ranges from 6 to 19 nm. Both silicon layers are crystalline, (100) oriented and p type (10 Ω cm). Since the studies are made with d_{Si} ranging from 1 to 19 nm, thinning of the silicon top layer is required. For $d_{Si}=3$ nm, thermal oxidation in hot de-ionized water (80 °C, 100 min) is used, followed by a 10 s dip in hydrofluoric acid (HF) [HF (49%): H_2O (1:20)] solution. Each cycle is known to suppress 0.75 nm of silicon.[24] In this case, the silicon layer remains crystalline. Starting from a silicon thickness of 6 nm, four cycles lead to a 3 nm silicon layer thickness. For more cycles, apparently the HF solution permeates the silicon layer via pinhole defects, and the silicon layer is therefore lifted off. So, in order to get a smaller thickness, down to 1 nm, the silicon top layer is thinned in an ultrahigh vacuum (UHV) chamber with argon ion milling (ion energy:1 keV), which leads in this case to an amorphous layer. The silicon thickness δ is controlled by monitoring the oxygen Auger peak intensity. The thickness is determined using,

$$\delta=\lambda\frac{I_{SiO_2}}{I_m}, \tag{1}$$

where λ is the escape length of the Auger electrons in silicon, I_{SiO_2} is the Auger peak amplitude of the oxygen in bulk SiO_2, and I_m is the measured Auger peak intensity of oxygen in the buried oxide layer attenuated by the top silicon layer (more details of this are given in Ref. 21).

 © 2002 American Institute of Physics

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

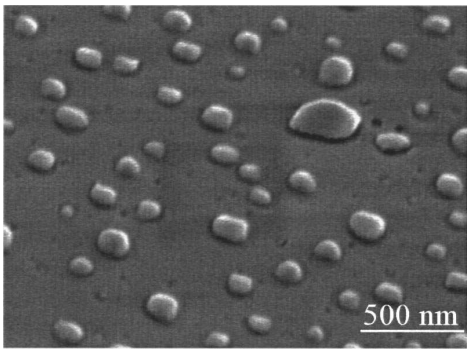


FIG. 1. Scanning electron microscopy image showing the semispherical-like island shape.

B. Thermal treatments

Thermal treatments are performed in an UHV chamber with base pressure better than 2×10^{-10} Torr. The samples are held and electrically connected to a power source via tantalum holders and therefore resistively heated. The temperature is measured using an IR pyrometer at 0.85 μm. This wavelength corresponds to constant silicon emissivity from 600 to 900 °C, the main contribution to the emissivity being due to the silicon substrate. From room temperature, the sample is heated within typically 10 s to a given temperature for 10 min; the sample is then cooled down to room temperature. At each subsequent temperature cycle, the temperature is increased (the temperature ranges from 500 to 900 °C). Finally, prior to any treatment, the continuity of the top silicon layer is checked using an AFM over 15×15 μm^2 areas, areas that are large compared with the average island size.

To follow the chemical nature of the surface and subsequently the island formation, we use *in situ* Auger electron spectroscopy the beam size of which is typically 100 μm. Two of the data are correlated: the oxygen Auger peak (505 eV) intensity (associated with the presence of silicon dioxide) and the silicon Auger peak (89 eV) intensity. We characterize the shape, size, and density of the islands by *ex situ* AFM measurements. Moreover, from scanning electron microscopy images (see Fig. 1), we know that the island shape is semispherical which allows us to estimate the island volume. In the case in Fig. 1, we started with a 5 nm silicon layer thickness. Taking an average diameter of 80 nm and island density of 20 μm^{-2}, the average volume per unit of surface associated with the islands is of the order of 5.4 $\times10^6$ nm^3, which is in good agreement with the volume associated with a 5 nm silicon layer thickness; we therefore conclude that the islands come from the silicon top layer.

III. RESULTS AND DISCUSSION

A. Auger electron spectroscopy and AFM results

Figure 2(a) shows the evolution of the silicon Auger peak intensity versus the annealing temperature. From 830 to 860 °C, the peak intensity increases. This can be explained by the native silicon oxide sublimation which increases the visibility of the buried silicon layer. To verify the sublimation temperature of the native oxide, we have studied a bulk silicon sample and monitored the oxygen Auger peak intensity evolution versus thermal annealing. This oxygen peak begins to decrease at 850 °C and a thermal treatment at 870 °C for 15 min is sufficient to complete the sublimation. This observation range is in good agreement with the evolution [Fig. 2(a)] of the silicon Auger peak increase from 830 to 860 °C attributed to sublimation of the native oxide. Finally, at 870 °C, the silicon Auger peak decreases: according to the silicon island formation, the average silicon surface decreases, i.e., there is reduced effective silicon surface coverage.

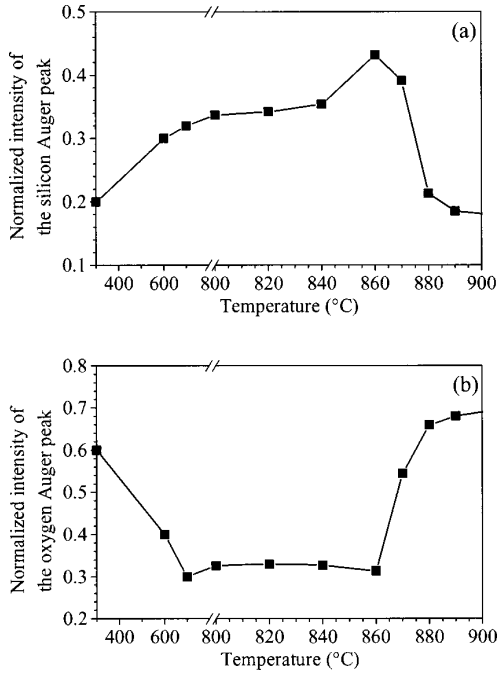


FIG. 2. (a) Evolution of the normalized intensity of the silicon Auger peak from 300 to 900 °C for a 6 nm thick silicon layer (normalization is done with respect to a bulk Si material). (b) evolution of the normalized Auger oxygen peak from 300 to 900 °C for a 6 nm thick silicon layer (normalization is done with respect to a thick SiO_2 material). In order to facilite the presentation, the abcissa axis is on a nonlinear scale.

Figure 2(b) gives the evolution of the oxygen Auger peak. Between 840 and 860 °C, the oxygen Auger peak intensity slightly decreases because of sublimation of the native oxide layer. From 860 to 880 °C, the oxygen peak intensity increases: the island formation makes the buried oxide layer more visible. So, the associated Auger peak intensity increases.

To confirm the island formation hypothesis, we have performed an AFM measurement because it is a good technique with which to get morphological information.

Figure 3 shows AFM images taken at different stages of island formation (with $d_{Si}=6$ nm) corresponding to temperatures ranging from 865 to 880 °C with respect to the Auger observation (Fig. 2). At 865 °C [Fig. 3(a)], we can observe that a few islands with a low density (around 1 μm^{-2}) appear. These islands are located at the edge of the missing

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

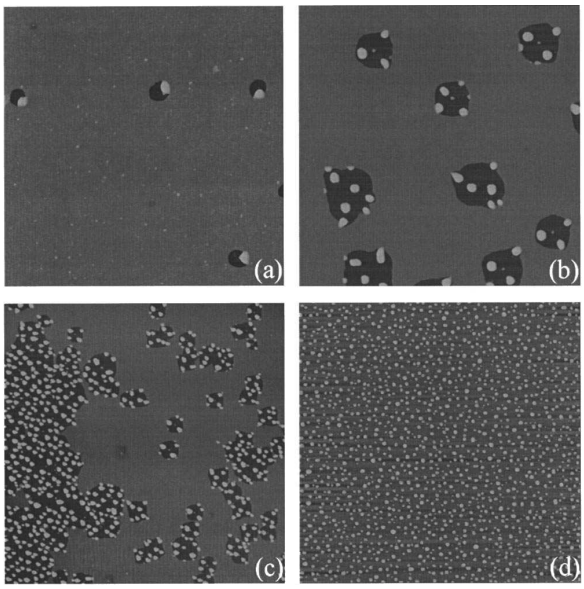


FIG. 3. AFM observations of formation of islands vs temperatures (a) of 865, (b) 870, (c) 875, and (d) 880 °C with $d_{Si}=5$ nm.

silicon area (MSA) associated with the formation of the islands. The depth of these MSAs is 5 nm, showing consumption of the silicon top layer. At this growth step, the average island height and diameter are, respectively, 30 and 70 nm. At 870 °C [Fig. 3(b)], few archipelagos are observed. The islands are located mainly at the edge of the MSAs but these islands are not completely formed. On the other hand, some islands are isolated in the MSAs. These islands are completely formed and they cannot consume more silicon. At 875 °C [Fig. 3(c)], one observes partial coalescence of the archipelagos and in Fig. 3(d), at 880 °C, no isolated archipelagos are detected and complete coalescence is thus observed. The island density is 17 μm^{-2}. These observations confirm the evolution of the silicon and oxygen Auger peak intensity observed.

B. Formation temperature versus the initial silicon thickness

We have performed a systematic study of the temperature formation of islands versus the initial silicon thickness. The temperature is deduced from a comparison between the measured Auger peak intensity (silicon and oxygen) during thermal treatment and the corresponding peak intensity seen in Fig. 2. The results are reported in Table I. We observe that the formation temperature increases as the silicon thickness increases. For the thinner silicon layer (1.1–1.5 nm), the formation temperature is well below the other temperatures (570 compared with 850 °C). There is obviously an effect associated with the silicon thickness but, in this case, let us remember that the silicon layer was amorphous, without a native oxide (obtained after ion bombardment), whereas it was crystalline in the other cases. So, in that case, both the thickness and the nature of the silicon layer play a role for temperature formation. These results are in agreement with those of Wakayama *et al.*[19] who obtained a formation temperature of around 600 °C for an amorphous silicon thickness of 1.5 nm.

TABLE I. Formation temperature (measured and calculated) of the silicon islands vs the initial silicon thickness.

Thickness of the initial silicon layer (nm)	Formation temperature measured (°C)	Formation temperature calculated (°C)
1.1–1.5	570	590
3	825	780
6	850	800
19	875	890

C. Influence of the native oxide

The earlier results were obtained starting with simply degreased SOI substrates, i.e., with a silicon native oxide (typically 1 nm thick), except for the substrates thinned with ion bombardment. We have shown that the first phenomenon observed during thermal treatment is native oxide sublimation, prior to any island formation. In order to understand the influence of this native oxide on island formation, we have removed this oxide. For that, under dry nitrogen flux, fast HF treatment is performed on a sample, followed by a fast introduction in the UHV chamber to prevent any surface oxidation. Before heating, Auger analysis shows that the oxygen Auger peak intensity is always lower compared with the same SOI substrates with a native oxide. This is illustrated in Fig. 4 for a $d_{Si}=6$ nm thick initial silicon layer. We observed that the island formation temperature is around 800 °C, compared with the 850 °C obtained with a native silicon oxide on the silicon top layer. Figure 5 gives the formation temperature versus the silicon top layer thickness for samples with and without a silicon native oxide. The influence of the native oxide is weak for a 19 nm silicon thickness whereas it increases for thinner ones. As presented previously in this article, we have observed silicon oxide sublimation at 850 °C for a bulk sample, i.e., the same temperature measured for island formation in the case of the 19 nm silicon layer. This layer has the same behavior as a bulk layer. On the contrary, the silicon native oxide acts as an encapsulation layer for the thinner silicon layers and it partially delays island formation. On a thin silicon layer, the silicon native oxide is surely less

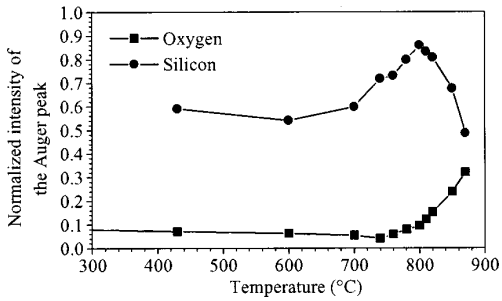


FIG. 4. Evolution of the Auger oxygen and silicon peaks vs the temperature for 6 nm silicon thickness without a native oxide.

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

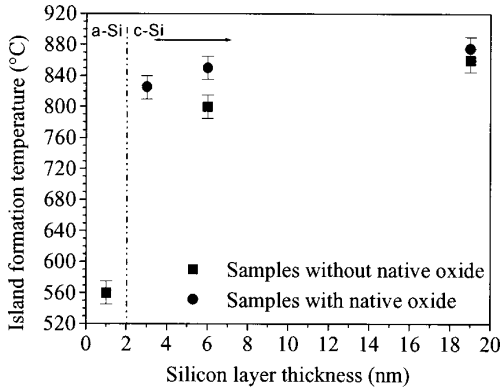


FIG. 5. Comparison of the island formation temperature vs the silicon thickness and the presence or nonpresence of silicon native oxide.

stable that on a bulk layer (i.e., its sublimation temperature is less than 850 °C) but it is stable enough (up to typically 830–840 °C) to delay the island formation.

In order to determine the formation temperature theoretically, we assumed that island formation is related to the high shear stress induced by thermal treatment because silicon and silicon oxide do not have the same thermal expansion. So, we have investigated this hypothesis using the IMPACT simulator.[25] This is a multilayer process simulator that can predict the evolution of stress in silicon-based micro- and nanostructures according to the process conditions (deposition, etching, implantation, thermal annealing, and epitaxy). In this work, different sources of stress have been modeled (thermal mismatch, geometrical modification, and intrinsic and extrinsic stresses in deposited materials) and complex mechanical behavior has been introduced for many materials.[26] In our case, the interesting rheological features are $\alpha_{Si}=3.5\times10^{-6}/°C$, $\alpha_{SiO2}=0.5\times10^{-6}/°C$ (thermal expansion coefficients),[27] $E_{Si}=187$ GPa, $E_{SiO_2}=66$ GPa (Young moduli), and $\nu_{Si}=0.28$ and $\nu_{SiO_2}=0.17$ (Poisson ratios). The evolution of the stress on the top layer surface versus the thermal treatments is given in Fig. 6 for a 3 nm

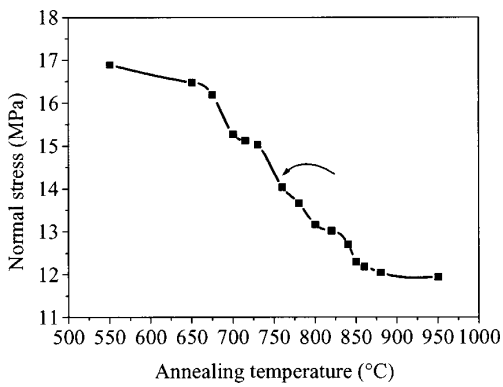


FIG. 6. IMPACT simulation of the normal stress on the top layer vs the annealing temperature for a 3 nm thick silicon layer. The island formation temperature is around 750 °C.

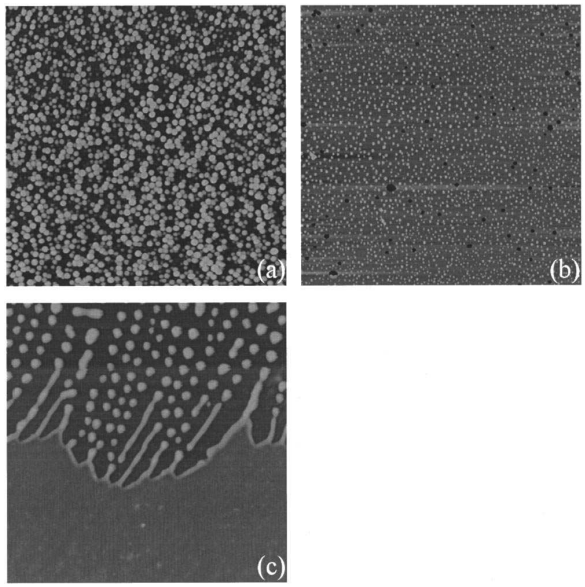


FIG. 7. AFM images for three silicon top layer thicknesses: (a) 1.25, (b) 3, and (c) 19 nm. The images are, respectively, 2×2, 10×10, and $15\times15\ \mu m^2$.

silicon film. One observes a significant decrease of this stress, ascribed to the island formation. The formation temperature is determined around the center of the stress step. We found reasonable agreement with the experimental values (see Table I) (the simulation gives an underestimation but it was done without the native oxide).[21] Adhesive forces are not taken into account in the simulation, i.e., the shear strain is certainly overestimated, leading to small underestimation of the calculated formation island temperature.

D. Island density and size distribution study

By using the AFM, it is easy to analyze the island density and size distribution. Figure 7 shows three typical AFM images for three silicon thicknesses: 1.25, 3, and 19 nm. We observe two behaviors: as the silicon thickness increases, the average silicon island size increases and their density decreases. Table II gives the island density versus silicon thickness. In the case of the thinnest silicon layer (around 1 nm), island formation is achieved easily. A comparison can be done with InAs/GaAs quantum boxes, for which a typical 0.7 nm InAs layer grown on GaAs leads to the nucleation of islands. Typically, the average density of these InAs islands is 400 μm^{-2},[28] with an average volume of 400 nm^3 compared with 550 μm^{-2} and an average volume of 500 nm^3 for the smallest silicon islands we obtained.

TABLE II. Silicon island density vs the silicon layer thickness.

Silicon layer thickness (nm)	1.1–1.5	3	6	19
Island density (μm^2)	550±50	50±5	17±5	6±2

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

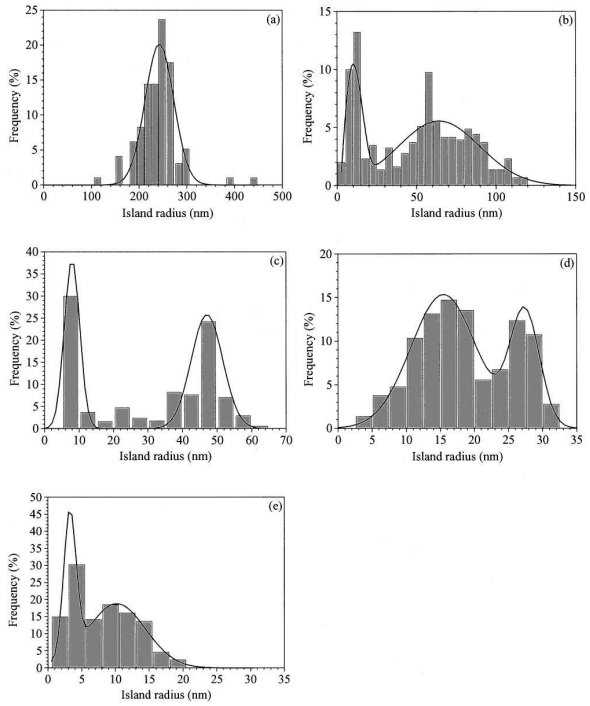


FIG. 8. Size distribution for various initial silicon layer thickness: (a) 19, (b) 6, (c) 3, (d) 1.3, and (e) 1.15 nm.

An important feature is the island size distribution (ISD). We have checked this using the AFM and the main results are given in Figs. 8(a)–8(e) for silicon layer thicknesses of 19, 6, 3, 1.3, and 1.15 nm, respectively. Typically, 500 islands have been taken into account for determination of each size distribution and the solid lines are multi-Gaussian fits as a guide to the eye. Looking at the ISD associated with 19 nm silicon layer thickness, we observe it is unimodal and centered around a radius of 240 nm. For the other thicknesses, however, the distribution is always bimodal. The results are summarized in Table III. The island size is directly related to the initial silicon layer thickness. A first island family is created (with the larger size). These islands do not totally consume the top silicon layer. Thus, a second family is created that is associated with the residual amorphous silicon layer.[19] The presence of small islands was also observed in Fig. 3(b) in the center of the MSAs.

The basic phenomenon driving island formation is associated with minimization of the free energy of the Si/SiO_2 system. A simple model is now given (Fig. 9). Starting from a volume V of silicon, associated with thickness d_{Si}, an island with a semispherical-like shape (radius r) forms. The energy variation ΔE between the initial and the final states is equal to

$$\Delta E=(\sigma_{co}\pi r^2+\sigma_c\pi r^2)-(\sigma_{co}+\sigma_c)S, \tag{2}$$

with σ_{co} and σ_c the silicon-silicon oxide interface energy and the free silicon surface energy, respectively. Taking into account that $Sd_{Si}=2/3\,\pi r^3$, and making $\Delta E<0$ in the case of island formation, we find a simple relation that gives a minimum radius r_m associated with island formation:

$$r_m=\frac{3d_{Si}}{2}\frac{\alpha+2}{\alpha+1}, \tag{3}$$

where $\alpha=\sigma_{co}/\sigma_c$.

σ_{co} is of the order of 0.3 J/m^2,[29] and σ_c is of the order of 0.75 J/m^2.[30] These values lead to r_m of the order of 2.5 d_{Si}. For $d_{Si}=6$, 3, 1.3, and 1.15 nm, we measure r_m (from Fig. 8) to be of the order of 15, 7.5, 15, and 3 nm, respectively. Except for the abnormal size distribution associated with $d_{Si}=1.3$ nm, the estimation of r_m is reasonable. For $d_{Si}=1.3$ nm, we suspect partial island formation. Moreover, in the case of $d_{Si}=1.3$ and 1.15 nm, the silicon layer is amorphous whereas Eq. (3) is only valid for a crystalline silicon layer. Finally, let us note that these r_m values are in agreement with the results of Wakayama *et al.*[19]

TABLE III. Average island radius distribution vs the initial silicon layer thickness.

Initial silicon layer thickness (nm)	1.15	1.3	3	6	19
Island radius peak distribution (nm)	10 and 3	27 and 15	45 and 9	60 and 10	240

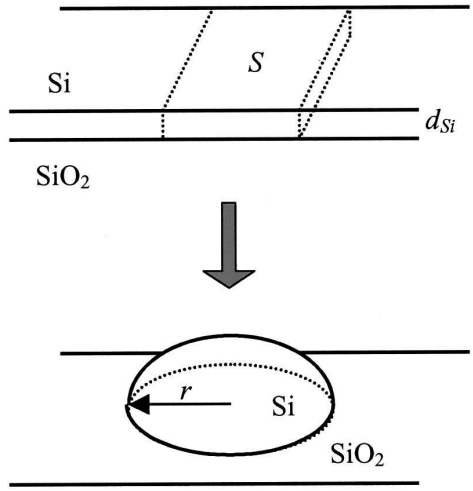


FIG. 9. Schematic of island formation.

E. Evidence of island charging using a polarized AFM tip

The possibility of charging the silicon islands can be observed in a capacitance–voltage ($C-V$) study of silicon dots buried in an ultrathin SiO_2 layer.[31] In this case, deformation of the $C-V$ curve is observed which is associated with charge trapped in the dot. In our case, we have tested the possibility of charging the silicon islands individually using an AFM tip, in a way similar to that in the recent work of Boer *et al.*[22] In order to achieve island charging using a reasonable tip–substrate bias, the 400 nm buried oxide is first wet etched using HF solution. The solvent is then evapo-

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

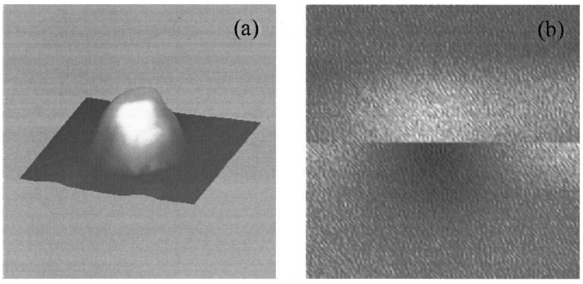


FIG. 10. (a) 3D AFM topography image ($300\times300\ \mathrm{nm}^2$) of a silicon island 45 nm high; (b) EFM image of the same negatively charged silicon island. The upper part is associated with positive applied voltage on the tip and the lower part to negative applied voltage during measurement.

rated from the sample at a temperature of ~100 °C, leaving nanocrystals on the 700 μm silicon substrate. The cleanliness of the transfer process was checked by scanning electron microscopy and AFM. Figure 10(a) shows a three-dimensional (3D) view of an AFM scan ($300\times300\ \mathrm{nm}^2$) of an individual silicon island ~45 nm high. Figure 10(b) illustrates the possibility of charging silicon islands. To do this, we applied a negative voltage (−6 V) on the surface for 1 min with the tip in contact with the island.[22] To detect the charging effect, we used an electrostatic force microscope (EFM) with a commercial PtIr metallized cantilever having a typical 63 kHz resonance frequency and a constant spring of $2\ \mathrm{N\,m^{-1}}$. The electrostatic interaction between the polarized tip and the charged island is monitored by the shift in the cantilever resonance frequency, which is plotted in the EFM image in Fig. 10(b). During acquisition of the lower part of the scan, the EFM tip was positively (+2 V) biased while for the upper part, it was negatively (−2 V) polarized. The corresponding maximum frequency shifts are, respectively, −3.6 and +1.2 Hz. The frequency shift inversion versus the sign of the tip polarization demonstrates the presence of negative charges stored in the island. Also, frequency shifts are inverted if a positive voltage (+6 V) is applied during island charging, and this shows that the islands can be positively charged as well. These preliminary results show that Si islands formed by thermal annealing of SOI substrates can be used as memory devices. The discharge time versus the time and the applied voltage during the island charge is now being studied.

IV. CONCLUSION

We reported the self-formation of nanometer-size silicon islands on a SOI substrate that is associated with simple thermal treatment in the range of 500–900 °C. The formation temperature increases with the top silicon layer thickness and can be explained by the thermal stress induced in the Si/SiO_2 system. The self-organization of silicon islands is easily observed using AFM. From a technological point of view, this study shows the limitation of a SOI substrate with a thin silicon top layer under thermal treatment but it opens up a way to easily build silicon dots on an insulator. Finally, using EFM, we have shown the potential of these dots to be charged with a polarized AFM tip.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank J. Gautier of CEA-LETI (France) for providing them with SOI substrates. One of the authors (B.L.) was supported by a Direction Générale de l'Armement (DGA) grant.

[1] K. Yano, T. Ishii, T. Hashimoto, T. Kobayashi, F. Murai, and K. Seki, IEEE Trans. Electron Devices **41**, 1628 (1994).
[2] E. Leobandung, L. Guo, Y. Wang, and S. Y. Chou, Appl. Phys. Lett. **67**, 938 (1995).
[3] L. Zhuang, L. Guo, and S. Y. Chou, Appl. Phys. Lett. **72**, 1205 (1998).
[4] S. Tiwari, F. Rana, H. Hanafi, A. Hartstein, E. F. Crabbe, and K. Chan, Appl. Phys. Lett. **68**, 1377 (1996).
[5] *Single Charge Tunneling*, NATO ASI Series B: Physics Vol. 294, edited by H. Grabert and M. H. Dévoret (Plenum, New York, 1992).
[6] J. Temmyo, E. Kuramochi, M. Sugo, T. Nishiya, R. Notzel, and T. Tamamura, Electron. Lett. **31**, 209 (1995).
[7] H. Shoji, Y. Nakata, K. Mukai, Y. Sugiyama, M. Sugawara, N. Yokoyama, and H. Ishikawa, Appl. Phys. Lett. **71**, 193 (1997).
[8] M. Tabe, M. Kumezawa, T. Yamamoto, S. Makita, T. Yamaguchi, and Y. Ishikawa, Appl. Surf. Sci. **142**, 553 (1999).
[9] J. M. Gérard, D. Barrier, J. Y. Marzin, R. Kuszelewicz, L. Manin, E. Costard, V. Thierry-Mieg, and T. Rivera, Appl. Phys. Lett. **69**, 449 (1996).
[10] S. A. Ding, M. Ideka, M. Fukuda, S. Miyasaki, and M. Hirose, Appl. Phys. Lett. **73**, 3881 (1998).
[11] J. Vizoso, F. Martin, X. Martinez, M. Garriga, and X. Aymerich, J. Electrochem. Soc. **146**, 4219 (1999).
[12] B. H. Choi, S. W. Hwang, I. G. Kim, H. C. Shin, Y. Kim, and E. K. Kim, Appl. Phys. Lett. **73**, 3129 (1998).
[13] A. Dutta, S. P. Lee, Y. Hayafune, S. Hatatani, and S. Oda, Jpn. J. Appl. Phys., Part 1 **39**, 264 (2000).
[14] T. Baron, F. Martin, P. Mur, C. Wyon, and M. Dupuy, J. Cryst. Growth **209**, 1004 (2000).
[15] L. Patrone, D. Nelson, V. I. Safarov, M. Sentis, W. Marine, and S. Giorgio, J. Appl. Phys. **87**, 3829 (2000).
[16] R. Gago, L. Vazquez, R. Cuerno, M. Varela, C. Ballesteros, and J. M. Albella, Appl. Phys. Lett. **78**, 3316 (2001).
[17] N. Sugiyama, T. Tezuka, and A. Kurabe, J. Cryst. Growth **192**, 395 (1998).
[18] Y. Ono, M. Nagase, M. Tabe, and Y. Takahashi, Jpn. J. Appl. Phys., Part 2 **38**, L789 (1999).
[19] Y. Wakayama, T. Tagami, and S.-i. Tanaka, J. Appl. Phys. **85**, 8492 (1999).
[20] R. Nuryadi, Y. Ishikawa, and M. Tabe, Appl. Surf. Sci. **159**, 121 (2000).
[21] B. Legrand, V. Agache, J. P. Nys, V. Senez, and D. Stiévenard, Appl. Phys. Lett. **76**, 3271 (2000).
[22] E. A. Boer, L. D. Bell, M. L. Brongersma, H. A. Atwater, M. L. Ostraat, and R. C. Flagan, Appl. Phys. Lett. **78**, 3133 (2001).
[23] M. Bruel, Electron. Lett. **31**, 1201 (1995).
[24] B. Legrand and D. Stiévenard, Appl. Phys. Lett. **74**, 4049 (1999).
[25] V. Senez, D. Collard, B. Baccus, M. Brault, and J. Lebailly, J. Appl. Phys. **76**, 3285 (1994).
[26] P. Ferreira, V. Senez, and B. Baccus, IEEE Trans. Electron Devices **43**, 1525 (1996).
[27] Note: $\alpha_{Si}=3.5\times10^{-6}/°C$ corresponds to an average value since this parameter varies from 2.6 to $4.2\times10^{-6}/°C$ when the temperature increases from 20 to 1000 °C; $\alpha_{SiO_2}=0.5\times10^{-6}/°C$ is a constant value since no clear data versus temperature are available in the literature.
[28] B. Legrand, J. P. Nys, D. Stiévenard, A. Lemaître, J. M. Gérard, and V. Thierry-Mieg, Appl. Phys. Lett. **74**, 2608 (1999).
[29] M Schrems, T. Brabec, M. Budil, H. Potzl, E. Guerrero, D. Huber, and P. Pongrate, in *Defect Control in Semiconductors*, edited by K. Sumino (Elsevier, Amsterdam, 1990), pp. 245–250.
[30] M. A. Berding, S. Krishnamurthy, A. Sher, and A. B. Chen, J. Appl. Phys. **67**, 6175 (1990).
[31] Y. Ishikawa, M. Kosugi, M. Kumezawa, T. Tsuchiya, and M. Tabe, Thin Solid Films **369**, 69 (2000).

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://jap.aip.org/about/rights_and_permissions

1C3.2

STICTION DRIVE OPERATION OF MICROMOTORS: DIRECT AND REVERSE ROTATION CONTROL

Bernard Legrand, Lionel Buchaillot, Dominique Collard*
Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN – CNRS UMR 8520)
ISEN Dpt., *also with CIRMM/ The University of Tokyo
Cité Scientifique, Avenue H. Poincaré, F-59652 VILLENEUVE D'ASCQ – France
email : bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr

ABSTRACT

This submission presents friction driven angular micro-motors that demonstrate both clockwise (CW) and counter clockwise (CCW) rotations with a single set of mechanical converters. Fabrication technology is based on surface micromachining of polycrystalline silicon layers in thin films. Rotor diameter is 125 µm and converter vibration is obtained by the use of combdrive actuators. Rotation direction depends on the operating conditions (driving amplitude and frequency of the actuators) that lead to either pure friction or to friction and stiction between the converters and the rotor. Potential applications for driving micro-mechanisms will benefit from a high available torque at low speeds.

Keywords:
Combdrive actuator, Friction, Micromotor, Stiction

INTRODUCTION

At the micrometric scale, electrostatic driven angular motors have been realized using MEMS technology. However the poor start-up characteristics limit the possibility to transfer energy to other micro-mechanisms [1,2]. On the contrary, vibromotors produce high torque at low speeds, which is a key feature for applications. They convert the vibratory motion of a converter into a continuous linear and angular motion of a rotor by friction contact. Such motors have already been realized down to the millimeter range using piezoelectric stimulated vibratory converters [3]. The same operation principle can be applied to micro-motors with stimulation induced by combdrive actuators. An impact mass is driven either at [4] or out of [5] the resonance frequency to transfer energy through the converter to the rotor. In this submission, we present micro-vibromotors [6] that offer CW and CCW rotations with a single set of mechanical converters. Rotation direction control is obtained by taking advantage of stiction effects between the converters and the rotor that occur at low vibration frequency.

FABRICATION PROCESS AND DESIGN

The fabrication process shown on Figure 1 is based on surface micromachining of two structural layers of polycrystalline silicon (polysilicon). Six mask levels are used for the realization. Starting from a (100) silicon wafer, a 350 nm thermal oxidation is performed, followed by the deposition of a 150 nm thick low stress silicon nitride (Si_xN_y) layer and a 250 nm doped polysilicon layer (P0) (Fig. 1a). This layer is used for the electrical contacts and electrodes that are defined by standard optical lithography on a 1.6 µm thick spin coated resist layer (Shipley S1818). Resulting patterns are transferred to the polysilicon layer P0 by Reactive Ion Etching (RIE) using a $SF_6/CF_4/O_2$ based plasma. The resulting polysilicon electrodes are buried by a 500 nm thick low stress silicon nitride (Si_xN_y) layer and by a 2 µm Low Temperature silicon Oxide (LTO) sacrificial layer. This oxide layer is then patterned by two step optical lithography and RIE etching using a CF_4/CHF_3 gas mixture in order to define bushings and contact holes in the oxide layer (Fig. 1b).

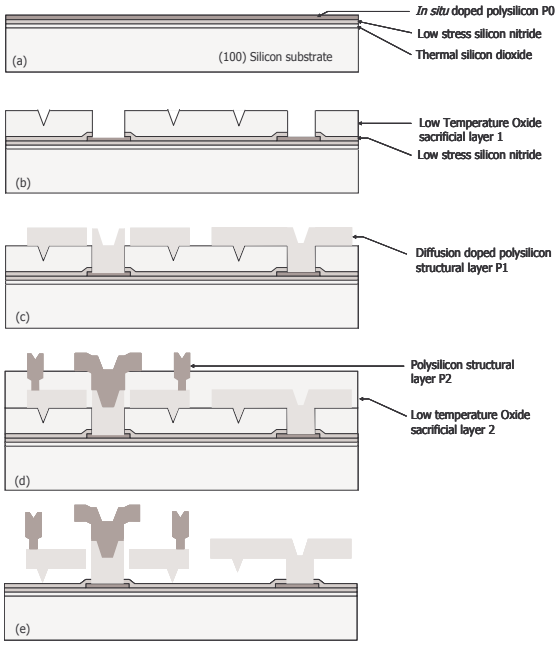


Fig. 1. Schematic view of the fabrication process based on surface micromachining of two structural levels of polycrystalline silicon.

0-7803-8952-2/05/$20.00 ©2005 IEEE.

A 2 µm thick diffusion doped polysilicon layer (P1) is subsequently deposited on the wafer. This first structural layer is patterned after optical lithography using chlorine/helium based RIE to obtain vertical sidewalls with no mask underetching, which is a required feature for the combdrive actuators realization (Fig. 1c). A second 2 µm LTO sacrificial layer followed by a second 2 µm polysilicon structural layer (P2) are then deposited and processed in the same way as described just before (Fig. 1d). Stress relaxation in the structural materials is obtained by thermal annealing at 1100 °C during 60 min.
Structures are released by etching the LTO sacrificial layers in a 49 % HF solution during 20 min., followed by a 20 min. rinsing in de-ionized water and a 20 min. rinsing in isopropylic alcohol (Fig. 1e). Finally, a supercritical CO_2 machine is used to dry the wafer and prevent the released structures from sticking onto the surface.
Figure 2 presents an overview (a) and some details (b, c, d) of a micro-vibromotor. The 125 µm diameter rotor has a 4 µm rim thickness, a shaft diameter of 25 µm and a hub clearance of either 2 or 4 µm. Three dimples provide contact with the ground plane to limit friction. Many converter shapes have been designed and clearance between the converter and the rotor is 2.5 µm. Two combdrive actuators are used for each motor. They are designed to give a 5 µN force for a 40 V voltage supply, which corresponds to a theoretical static torque applied on the rotor of 440 10^{-6} µNm.

Suspension beams of the combdrive actuators have been designed using Finite Element Method (FEM) simulations so as to obtain both longitudinal and transversal deflections, which is required for efficient rotor friction driving. Figure 3 (a,b) shows simulation results obtained using ANSYS software. The beam square section is 2 x 2 µm². Selected structure offers longitudinal and transversal stiffness at the converter location of 0.63 Nm^{-1} and 7.25 Nm^{-1} respectively. Figure 3c shows the static deformed shape of the suspension structure for a large displacement of an actuator which is consistent with the previous FEM simulations.

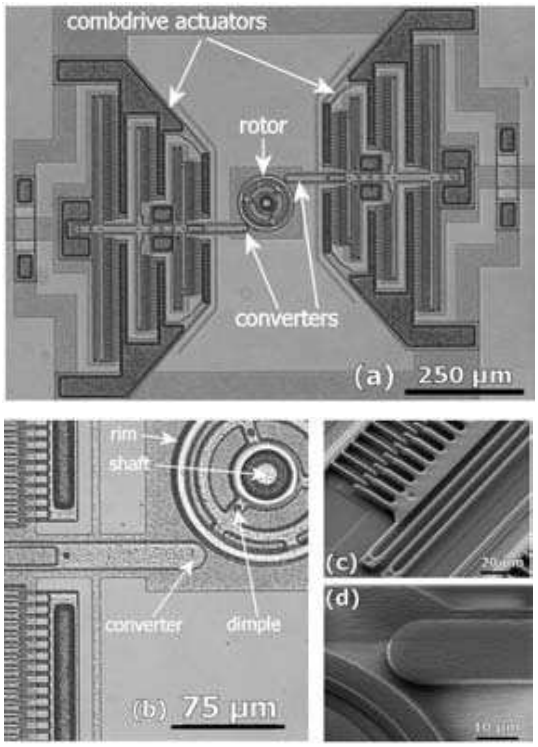


Fig. 2. (a) Optical microscope image of a micro-motor with its two combdrive actuators. (b) Close view of the rotor and the converter. (c) SEM image of the combdrive actuators and suspension beams. (d) SEM close view of the gap between the rim and the converter.

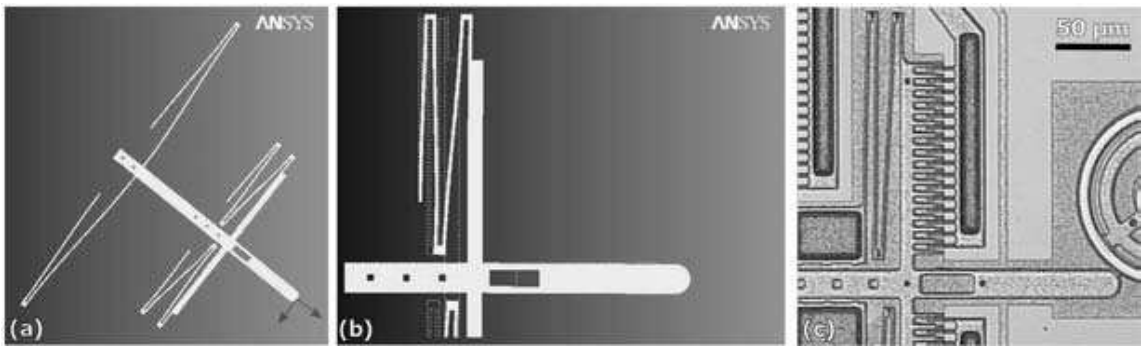


Fig. 3. (a) ANSYS FEM static simulation of the displacement of the combdrive actuator suspension structure. Arrows represent the combination of the applied forces. (b) Close view of the resulting deformation of the suspension beams. (c) Optical microscope image of an actuator with a large static force applied to the rotor through the round shaped converter. Note the deformation of the suspension beams.

Electrical excitation is supplied to the combdrive actuators through the electrical interconnects of the polysilicon layer P0. Electrostatic shields are drawn on the P0 layer below the mobile parts and put at the same electrical potential to avoid any pull-in effects between the combdrive actuators and the substrate. Excitation can be supplied either synchronously or not to each of the two combdrive actuators of the micro-motor.

EXPERIMENTAL CHARACTERIZATIONS

Tests are carried out using manual probe heads on a Suss-Microtec PM5 probe station at atmospheric pressure and room temperature with 40 % relative humidity. A standard waveform generator followed by a high voltage amplifier is used to deliver the driving signal to the micro-motors. Peak to peak amplitude of the supplied signal can thus reach +/- 200 V on the 0-1 MHz frequency range.

RESULTS

First, the combdrive actuators have been characterized. Measured resonance frequency f_0 of the actuators is around 8 kHz, which is consistent with FEM simulations. Displacement versus voltage static characterizations of the actuators are in good agreement with the calculations of the produced electrostatic forces and of the longitudinal stiffness of the suspension beams. For the following experiments, the actuators are driven at frequencies lower than f_0.

Figure 4 shows CCW rotation of a motor fitted with triangle shaped converters under 1 kHz sinusoidal excitation and 20 V peak amplitude. Linear speed of the rim is 300 µm.s^{-1}, which corresponds to a displacement of 150 nm per converter cycle. In this case, the rotor is driven by both impact and friction phenomena between the converters and the rotor.

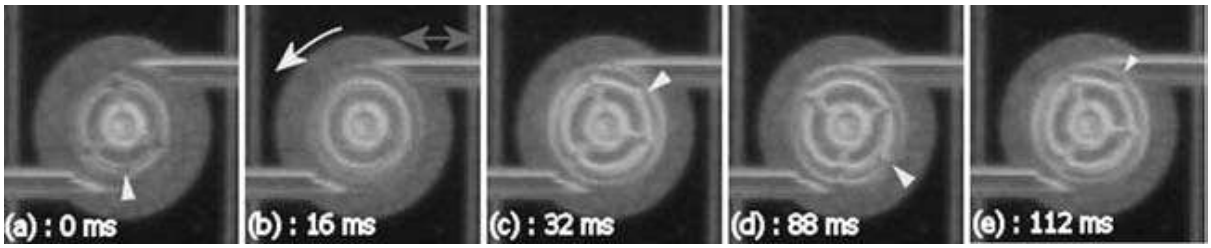


Fig. 4. Snapshots of a video sequence showing the counter clockwise rotation of the motor due to friction effects at 1 kHz driving excitation. Triangles highlight a mark on the rotor.

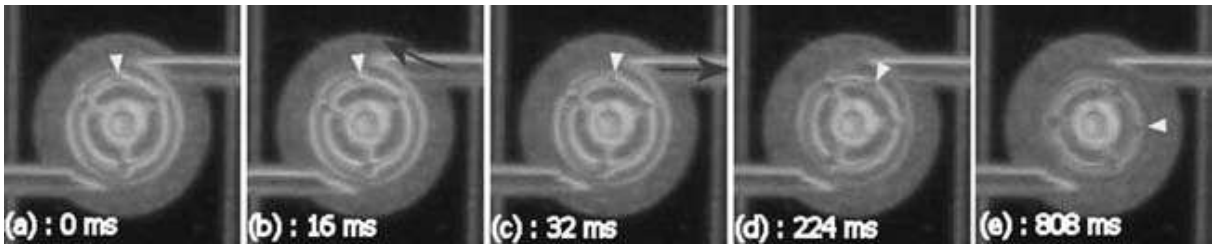


Fig. 5. Snapshots of a video sequence showing the clockwise rotation of the motor due to stiction effects at 15 Hz driving excitation. Triangles highlight a mark on the rotor.

Figure 5 shows the same motor under 15 Hz excitation and 30 V amplitude. During the approach of the converters (fig. 5b), friction leads to CCW rotation and transversal flexion of the converters. When the converters are withdrawn a larger CW rotation occurs (fig. 5c) due to adhesion forces between the rotor and the converters. These forces are estimated to be 2 µN. Each converter cycle produces a net rim linear displacement of 4.5 µm.

Figure 6 gives a schematic representation versus time of the micro-motor operation for direct and reverse rotations. Note that the mechanical excitation frequency (Fig. 6b) is twice the electrical driving frequency (Fig. 6a) due to the fact that electrostatic forces depend on the square value of the applied voltage. The fact that adhesion forces leading to CW rotation act only at low frequency (Fig. 6f) can be explained by rotor inertial characteristics : actuator acceleration at high frequency (Fig. 6e) excitation is high enough to prevent the converters from remaining stuck to the rim. Consequently, CCW rotations have only been observed at 15 Hz excitation due to adhesion forces between the converters and the rim.

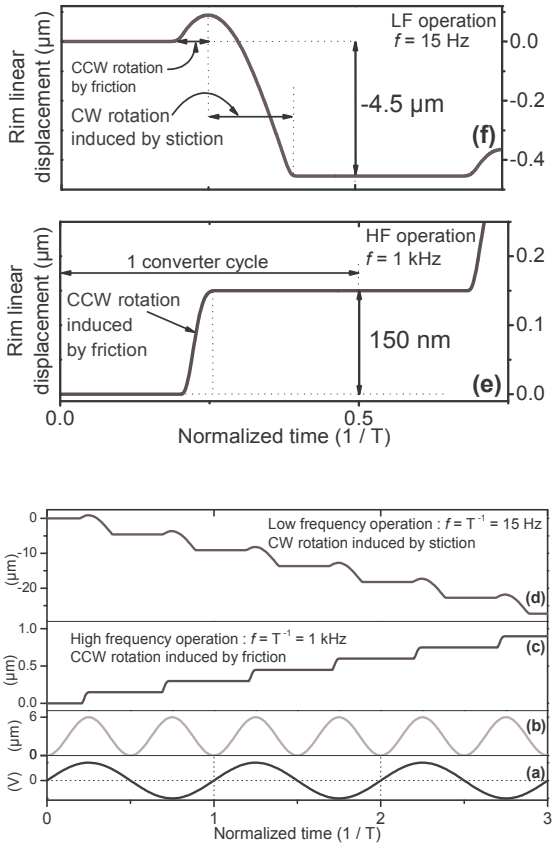


Fig. 6. Schematic representation versus time of :
(a) Micro-motor excitation voltage waveform ;
(b) Combdrive actuator theoretical free displacement ;
(c) Rim displacement for a high frequency excitation ;
(d) Rim displacement for a low frequency excitation.
(e) Detail of schematic operation of CCW rotation induced by friction effects ;
(f) Detail of schematic operation of CW rotation induced by combination of friction and stiction effects

CONCLUSION

We have demonstrated the fabrication and the characterization of micro-vibromotors that present both CCW and CW rotations with a single set of mechanical converters. CW rotations are obtained at low driving frequency by taking advantage of stiction between the converters and the rotor. Potential applications for micro-mechanisms will benefit from the high available torque.

REFERENCES

[1] Y.C. Tai and R.S. Muller, *Sensors and Actuators*, A21-23, 180-183 (1990)
[2] K.J. Gabriel, F. Behi, and R. Mahadevan, *Sensors and Actuators*, A21-23, 184-188 (1990)
[3] M. Fleisher, D. Stein, and H. Meixner, *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelec., Frequency Contr.*, 36, 607-613 (1989)
[4] M.J. Daneman, N.C. Tien, O. Solgaard, A.P. Pisano, K.Y. Lau, R.S. Muller, *J. MEMS*, 5, 3, 159-165 (1996)
[5] A.P. Lee, A.P. Pisano, *J. MEMS*, 2, 70-76 (1992)
[6] L. Buchaillot, French Patent n° 00 06677, 05/25/2000

APPLIED PHYSICS LETTERS **88**, 034105 (2006)

Suppression of the pull-in instability for parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids

B. Legrand,[a] A.-S. Rollier, D. Collard,[b] and Lionel Buchaillot
Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, IEMN CNRS, UMR8520, ISEN Department, 59652 Villeneuve d'Ascq, France

(Received 13 September 2005; accepted 18 December 2005; published online 18 January 2006)

We study electrostatic parallel-plate actuators operated in dielectric liquids. The stable operation zone of the actuators in common liquids is extended far beyond one-third of the initial gap, which is the typical limit of stability for such actuators operated in air. The pull-in effect can even be totally suppressed. In spite of higher dielectric constants in liquids than in air, which is expected to magnify the electrostatic forces, the required voltages to actuate are not significantly reduced and may even be larger. These results are discussed with regard to the dielectric constant of the liquids and to the electrical insulating layers of the parallel plates which appear to play a major role. Finally, the analytical approach is compared to experiments performed on fabricated devices. © *2006 American Institute of Physics*. [DOI: 10.1063/1.2165282]

Electrostatic actuators are extensively used in silicon based microelectromechanical systems (MEMS) as they demonstrate simple fabrication, easy integration with integrated electronics, short response times, and proven reliability. In particular, parallel-plate actuators are commonly used in devices such as deformable membranes,[1] variable capacitors,[2] optical,[3] and radio-frequency[4] microswitches or electromechanical resonators.[5] The voltage-displacement characteristic exhibits in air an instability called the pull-in effect, which limits the stable positioning of the mobile plate to one-third of the gap prior to collapse.[6] This effect is a great advantage when a binary state actuation is required[3,4] but represents a drawback for continuous mode actuation[1,2] since the displacement is limited to one-third of the full gap. In spite of the wide-ranging use of electrostatic actuation in air or in vacuum, very few applications have been developed in microfluidic environments. Such applications are however very promising because direct integration of electrostatic actuators would simplify the design and fabrication of microfluidic MEMS and allow the integration of more complex components.[7] Moreover, electrostatic actuation is expected to benefit from a much higher energy density in liquids due to the larger dielectric constant than in air (e.g., $\epsilon_r=80$ in water). Recent work[8] has demonstrated that electrostatic actuation is feasible in many aqueous electrolytes and other dielectric liquids by counteracting electrode potential screening and undesirable electrochemistry[9] using ac drive signals. In this letter, we study the voltage-displacement characteristics of MEMS parallel-plate actuators in dielectric liquids. Analytical approaches show that the electrical insulating layers of the plates play a major role in the actuator displacement characteristics and that the stable operation zone is extended far beyond one-third of the gap, even leading to the elimination of the pull-in effect. The analytical modeling is then compared to experiments performed on fabricated MEMS actuators.

An electrostatic parallel-plate actuator is typically modeled as shown in the inset of Fig. 1. It is considered as a capacitor having a fixed electrode while the second electrode is mobile, connected to a mechanical spring of constant k, and free to move along the x axis when an electrostatic force is induced on the plate by applying a voltage V between the two plates. An electrical insulating layer of thickness e_1 [respectively, (resp.) e_2] and of dielectric constant ϵ_{r1} (resp. ϵ_{r2}) is deposited on the mobile (resp. fixed) plate so as to prevent any short circuit when the gap between the plates is closed. g is the initial gap value at zero voltage and the actuator is operated in a medium of dielectric constant ϵ_{rL}. The force F_{tot} along the x axis, acting on the mobile plate results from the capacitive electrostatic force[10] and the spring restoring force. F_{tot} is given by

$$F_{\text{tot}}=\frac{\epsilon_0\epsilon_{rL}SV^2}{2g^2(\gamma-u)^2}-kgu, \quad 0\leqslant u<1, \tag{1}$$

where $\gamma=1+(\epsilon_{rL}/\epsilon_{r1})(e_1/g)+(\epsilon_{rL}/\epsilon_{r2})(e_2/g)$, $u=x/g$, S is the area of the plates, and $\epsilon_0=8.85\times10^{-12}$ F m^{-1}. This result applies either in the limit of a high drive signal frequency or assumes no ions in the dielectric liquid.

In order to obtain a stable equilibrium position of the actuator versus voltage, the following conditions (2) have to be satisfied:

$$F_{\text{tot}}=0 \text{ and } \left(\frac{\partial F_{\text{tot}}}{\partial u}\right)_V\leqslant 0. \tag{2}$$

From Eq. (2), we obtain in Eq. (3) the voltage V required to have a mechanical equilibrium at the position u and the range of values of u for which the system is stable:

$$V=\sqrt{\frac{2g^3k}{\epsilon_0\epsilon_{rL}S}}(\gamma-u)\sqrt{u} \text{ and } u\leqslant\frac{\gamma}{3}. \tag{3}$$

From Eq. (3), we can deduce that if γ is greater than 3 then the system can be positioned at any location within the gap in a stable manner. If we first consider an actuator operated in air ($\epsilon_{rL}=1$), with a gap of a few micrometers [typically (typ.) $g=2$ μm] and insulating layers of a few hundreds nanometers (typ. $e_1=e_2=300$ nm, $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$ for silicon nitride),[11] γ is very close to 1 so that the actuator is stable for $u\leqslant\gamma/3\approx1/3$; that is to say over one-third of the gap. Note

[a]Electronic mail: bernard.legrand@isen.fr
[b]Present address: LIMMS/CNRS-IIS, University of Tokyo, Japan.

 © 2006 American Institute of Physics

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

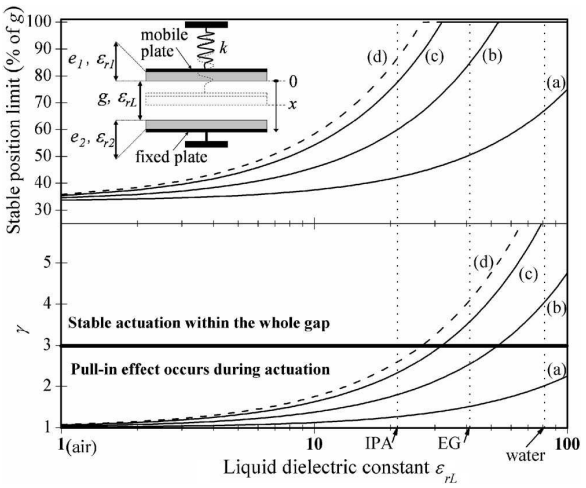


FIG. 1. Value of γ (lower) and extension of the stable operation range (upper) of a parallel-plate actuator operated in a liquid of dielectric constant ϵ_{rL}, for: (a) $e_1=e_2=0.05g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, (b) $e_1=e_2=0.15g$, and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, (c) $e_1=e_2=0.25g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, and (d) $e_1=e_2=0.15g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=4$. The inset shows a schematic diagram of the parallel-plate electrostatic actuator.

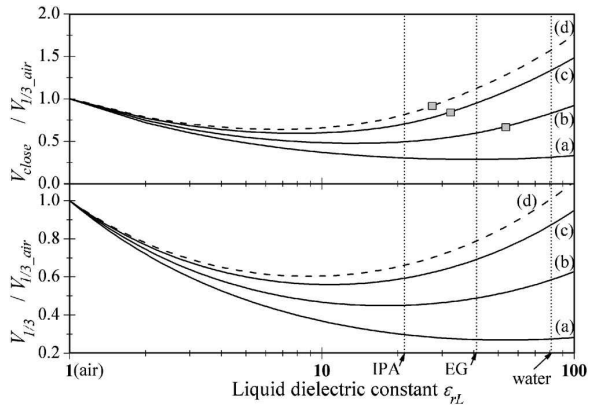


FIG. 2. Voltage values required to close one-third of the gap (lower) and to completely close the gap (upper) in a liquid of dielectric constant ϵ_{rL}, for: (a) $e_1=e_2=0.05g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, (b) $e_1=e_2=0.15g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, (c) $e_1=e_2=0.25g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=8$, and (d) $e_1=e_2=0.15g$ and $\epsilon_{r1}=\epsilon_{r2}=4$. The voltage required to close one-third of the gap in air is taken as the reference voltage. Squares show the limit between the pull-in and no pull-in regimes. When the pull-in effect occurs, the pull-in voltage is used to plot V_{close}.

that in air, due to the low value of ϵ_{rL}, it is nearly impossible to avoid actuation instability using reasonable insulating layer thicknesses. Hence, the insulating layers are generally neglected in air for the calculations and using this assumption we can retrieve, using Eq. (3), the well-known value of the pull-in voltage $V_{\text{pull-in_air}}$ by considering the voltage V required to position the actuator at the limit of stability in air (i.e., $\gamma=1$ and $u=1/3$):

$$V_{\text{pull-in_air}}=\sqrt{\frac{8kg^3}{27\epsilon_0 S}}. \tag{4}$$

For voltages greater than $V_{\text{pull-in_air}}$, the electrostatic force becomes larger than the spring restoring force irrespective of the actuator position. As a consequence, the mobile plate collapses onto the fixed plate.

Let us now consider operation of parallel-plate actuators in liquids where ϵ_{rL} is of the order of 1–100, which is the case for common liquids, such as water ($\epsilon_{rL}=80$ at low frequency). In this case, γ can be greater than 3, even with reasonable insulating layer thicknesses e_1 and e_2, leading to the elimination of the pull-in effect and to the possibility of positioning the actuator at any location within the gap. In order to illustrate this effect, Fig. 1 shows the extension of the actuator stable operation regime and the variation of γ with the liquid dielectric constant and the thickness of the insulating layers. For common liquids—such as isopropyl alcohol (IPA), ethylene glycol (EG) or water—stable operation of the actuator is obtained far beyond one-third of the gap. When condition (5) is fulfilled:

$$\frac{e_1}{\epsilon_{r1}}+\frac{e_2}{\epsilon_{r2}}\geqslant\frac{2g}{\epsilon_{rL}}, \tag{5}$$

which corresponds to $\gamma\geqslant 3$, the pull-in effect is avoided and actuator stability is achieved within the whole gap g. We note that for example in Fig. 1(b), a parallel-plate actuator with 300 nm thick silicon nitride insulating layers ($\epsilon_r=8$) and $g=2$ μm does not exhibit the pull-in effect in water ($\epsilon_{rL}=80$) any longer, whereas the instability still occurs in IPA ($\epsilon_{rL}=21.3$) or EG ($\epsilon_{rL}=41.2$). The role of the insulating layer material is shown in Fig. 1(d), where the silicon nitride is replaced by silicon dioxide ($\epsilon_r=4$) for the same thicknesses as cited before. In this case, the pull-in effect is eliminated at lower ϵ_{rL} than for silicon nitride, and no pull-in effect is expected in either water or EG. Actually, as the gap decreases in a dielectric liquid, a greater percentage of the potential drop is partitioned into the insulating layers. This effect is all the more significant as ϵ_{rL} is large, and it slows the increase in electrostatic force with decreasing gap. This is a stabilizing mechanism that leads, at large ϵ_{rL} values, to the suppression of the pull-in instability as shown in Fig. 1. In Fig. 2, the voltages needed to close one-third $V_{1/3}$ and the entire gap V_{close} are plotted from Eq. (3) versus ϵ_{rL} for different insulating layers configurations. When ϵ_{rL} is increased, $V_{1/3}$ and V_{close} first decrease as one expects since electrostatic forces are, neglecting the effect of the insulating layers, proportional to ϵ_{rL}. Subsequently, lower voltages are needed to induce the same actuator displacement. However, $V_{1/3}$ and V_{close} curves exhibit a minimum, and ultimately the required voltages increase with ϵ_{rL}. This behavior is explained by the fact that, for a given actuator displacement, the potential drop in the insulating layers increases with ϵ_{rL}, and is significant enough at large ϵ_{rL} values to reduce the electrostatic force. As a consequence, when ϵ_{rL} increases, a larger voltage is required to compensate for the potential drop and to produce the same actuator displacement. In practical cases, such as that represented in Fig. 2, actuation voltages are typically in the range of 25% to 150% of the required voltages in air, depending on the liquid dielectric constant value.

Experiments have been performed on a MEMS actuator as described in Figs. 3(a) and 3(b). The cantilever-type actuator is fabricated using a 2 μm thick structural layer of polycrystalline silicon. The fixed and mobile plates are encapsulated in 300 nm thick layers of silicon nitride in order to prevent any short circuit when the gap is closed. The detailed fabrication process has been presented elsewhere.[12] The device is actuated in air, IPA, deionized (DI) water [Figs. 3(c) and 3(d)] and ordinary water. In order to prevent charge screening that would disable the actuator, an ac volt-

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

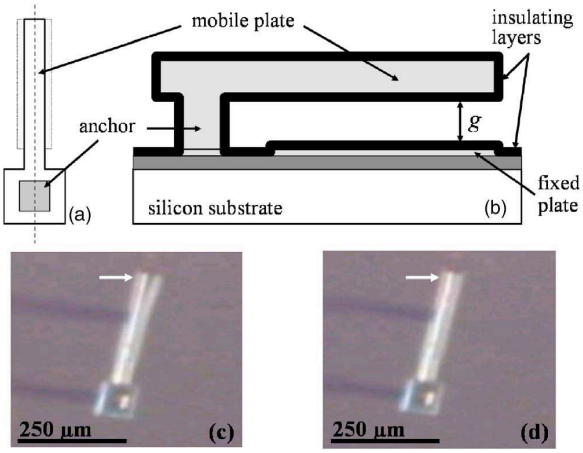


FIG. 3. (a) Schematic top view of the cantilever type actuator. (b) Schematic cross section along the dashed line in (a). The mobile (resp. fixed) plate is 250 μm (resp. 200 μm) in length and 30 μm in width. Electrodes are coated by 300 nm thick silicon nitride layers ($\epsilon_r = 8$). Gap value is 2 μm. (c) Optical microscope image of the actuator in DI water when zero voltage is applied. (d) Optical microscope image of the closed position in DI water when the actuation voltage is applied. The images (c) and (d) are taken at an angle of 25° relative to the substrate normal. The arrow indicates the free end of the actuator.

age is employed to drive the device as reported in Ref. 8. The closed position of the actuator is detected from optical images. Table I reports for each liquid the voltage V_{close} required to close the gap. These values are compared to theoretical values calculated as in Fig. 2. We note good agreement between experimental and theoretical values.

In conclusion, we have studied stability and displacement-voltage characteristics of parallel-plate electrostatic actuators operated in dielectric liquids. Stable operation is extended far beyond one-third of the gap, and the pull-in effect can even be totally eliminated in common liquids. On the other hand, actuation voltages remain roughly in the same range as in air in spite of the fact that the electrostatic forces are expected to be magnified by the dielectric constant of the liquids. This is explained by considering the plate insulating layers which play a major role in the actuator capacitance for large ϵ_{rL} values. This work gives guidelines to design MEMS actuators operated in liquids, and to optimize the pull-in effect and actuation voltages depending on the targeted application.

TABLE I. Comparison of theoretical and experimental actuation voltages of the MEMS actuator in different dielectric liquids. In air, the actuator is driven by a dc voltage. In the liquids, the actuator is driven by an ac signal at 1 MHz. In the theoretical calculations, a value of 1.2 N m^{-1} is assumed for the spring constant k.

Liquid	ϵ_{rL}[a]	σ[a] (μS cm^{-1})	f_C[b] (kHz)	Theoretical V_{close} (V)	Experimental V_{close} (V_{rms})
Air	1	⋯	⋯	7.6[c]	8±0.1
IPA	21.3	0.09	17	3.9[c]	4±0.1
DI water	80	0.07	13	6.3	6±0.1
Water	80	5	950	6.3	6±0.1

[a]Dielectric constant and conductivity data taken from Ref. 13.
[b]Minimum signal frequency required to prevent potential screening (calculated from Ref. 8).
[c]Gap is closed due to the pull-in effect.

[1]G. Vdovin, P. M. Sarro, and S. Middelhoek, Opt. Eng. **36**, 5509 (1997).
[2]D. J. Young, and B. E. Boser, in *Proceedings of the IEEE Solid State Sensor and Actuator Workshop*, Hilton Head Island, SC (IEEE, New York, 1996), p. 86.
[3]R. T. Chen, H. Nguyen, and M. C. Wu, in *Proceedings of the IEEE Micro Electro Mechanical Systems Conference MEMS'99*, Orlando, FL (IEEE, New York, 1999), p. 424.
[4]Z. J. Yao, S. Chen, S. Eshelman, D. Denniston, and C. L. Goldsmith, J. Microelectromech. Syst. **8**, 129 (1999).
[5]H. C. Nathanson, W. E. Newell, R. A. Wickstrom, and J. R. Davis, IEEE Trans. Electron Devices **14**, 117 (1967).
[6]S. D. Senturia, *Microsystem Design* (Kluwer, Dordrecht, 2001), p. 134.
[7]J. W. Judy, Smart Mater. Struct. **10**, 1115 (2001).
[8]T. L. Sounart, T. A. Michalske, and K. R. Zavadil, J. Microelectromech. Syst. **14**, 125 (2005).
[9]K. R. Zavadil, M. A. Rising, and P. C. Galambos, in *Proceedings of the Electrochemical Society Microfabricated Systems and MEMS Conference* (ECS, Pennington, NJ, 2002), p. 144.
[10]The principle of virtual work is employed to calculate the electrostatic force acting on the mobile plate from the energy stored in the capacitor. The capacitor is formed by the two plates of the actuator separated by the two insulating layers and the dielectric liquid.
[11]Electrical insulating layers of the plates are designed to avoid any short circuit when the actuator is in the fully closed position, and have to withstand the electric field with no breakdown. Silicon nitride is commonly used for that purpose in actuators micromachined using silicon-based technologies.
[12]A. S. Rollier, B. Legrand, D. Collard, and L. Buchaillot, in *Proceedings of the Symposium on Design, Test, Integration and Packaging of MEMS/MOEMS*, Montreux, Switzerland (IEEE, New York, 2005), p. 341.
[13]G. J. Janz and R. P. T. Tomkins, *Nonaqueous Electrolytes Handbook* (Academic, New York, 1972), Vol. 1.

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

JOURNAL OF MICROELECTROMECHANICAL SYSTEMS, VOL. 17, NO. 3, JUNE 2008 623

Silicon Nanotweezers With Subnanometer Resolution for the Micromanipulation of Biomolecules

Christophe Yamahata, Dominique Collard, *Member, IEEE*, Bernard Legrand, Tetsuya Takekawa, Momoko Kumemura, Gen Hashiguchi, and Hiroyuki Fujita, *Member, IEEE*

***Abstract*—We describe electrostatically actuated silicon nanotweezers which are intended for the manipulation and characterization of filamentary molecules. The microelectromechanical system consists of a pair of opposing tips whose distance can be accurately adjusted by means of an integrated differential capacitive sensor. The fabrication process is based on silicon-on-insulator technology and combines KOH wet anisotropic etching and deep reactive ion etching of silicon to form sharp nanotips and high aspect ratio microstructures, respectively. In the designed prototype, the initial gap between the tips was around 20 μm. The device showed a maximum displacement of about 2.5 μm, and we could achieve a resolution better than 0.2 nm (in static mode). We measured a resonant frequency of 2.5 kHz and a quality factor (Q factor) of 50 in air. The instrument was used to perform static and dynamic mechanical manipulations on DNA molecules, and we could distinctly observe the viscoelastic behavior of DNA bundles from these experiments. [2007-0162]**

***Index Terms*—Biomechanics, dielectrophoresis (DEP), differential capacitive sensor, DNA tweezers, molecular biophysics, silicon-on-insulator (SOI).**

I. Introduction

TRAPPING of micrometer-sized particles by laser light was pioneered over 20 years ago by Ashkin *et al.* [1]. Later on, the technique of "optical traps" gave birth to optical tweezers (OTs), a scientific instrument which is commonly used nowadays in biophysics laboratories [2]. Using such a tool, Bustamante *et al.* [3], [4] have thence been able to manipulate single molecules of DNA attached to beads and made direct measurements of their mechanical properties. In a similar way, magnetic tweezers (MTs) were proposed by Strick *et al.* [5] to manipulate DNA strands soon after the birth of OTs. In this method, the force is generated by a magnetic field that offers both the possibilities of stretching and twisting the molecules [6], [7]. Aside from these techniques, atomic force microscopy (AFM) is being widely used in today's biomechanical experiments. Moreover, one can note that the first demonstration of the direct handling of DNA was carried out with AFM [8]. Typical biomechanical experiments performed with AFMs include force-extension characterization, indentation, and combination of AFM with fluorescence microscopy [9]. Some of AFM's recent achievements include the microrheology of grown dendritic actin networks [10], the targeted delivery of single molecules in a pick-and-place approach [11], and the extension of *E. coli* type I fimbriae to demonstrate uncoiling, elongation, and contraction at a wide range of physiological forces [12].

Depending mainly upon the required level of force sensitivity—ranging from a few femtonewtons with MT to the nanonewton level with AFM probing—the aforementioned instruments allow for a large range of biomechanical applications [13]. However, a major limitation of OT and MT techniques arises from their working principle which precludes electrical measurement or stimulation. Although electrical measurements on DNA have been demonstrated by using a metal-covered AFM and a gold substrate [14], such an approach remains technically challenging for currents lower than or near the nanoampere level. In fact, electrical measurements with nanopatterned electrodes are more appropriate in that case [15], [16].

The achievements of AFM in molecular biophysics incited us to exploit further the possibilities offered by silicon micromachining technology; our purpose is to develop a fully integrated monolithic device that could combine trapping capability, mechanical manipulation, and electrical/mechanical sensing at the molecular level. As the first step toward this idea, Hashiguchi *et al.* [17], [18] have proposed the concept of microelectromechanical system (MEMS)-based tweezers dedicated to the capture and manipulation of DNA molecules. In contrast to other miniaturized systems developed for manipulating biological samples, this approach is oriented to the characterization of filamentary molecules. Furthermore, mechanical stretching implies a different methodology from the other MEMS tweezers found in the literature. In fact, most of the microgrippers presented to date were dedicated to the prehension of cells, microbeads, or other micrometer-sized objects [19]–[21].

Manuscript received July 6, 2007; revised February 6, 2008. This work was supported in part by the Swiss National Science Foundation under Grant PBEL2-107898, by the Japan Society for the Promotion of Science under Grant P06373, and by a JST Grant for Advanced Instrumentation ("Development of Handling and Characterization Tools for Nano Objects"). Subject Editor C.-J. Kim.

C. Yamahata, M. Kumemura, and H. Fujita are with the Center for International Research on MicroMechatronics, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, Tokyo 153-8505, Japan (e-mail: christophe.yamahata@a3.epfl.ch).

D. Collard is with the Laboratory for Integrated MicroMechatronic Systems, Centre National de la Recherche Scientifique, Institute of Industrial Sciences (LIMMS/CNRS–IIS), The University of Tokyo, Tokyo 153-8505, Japan (e-mail: collard@iis.u-tokyo.ac.jp).

B. Legrand is with the Silicon Microsystems Group, Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN, UMR CNRS 8520), Université des Sciences et Technologies de Lille, 59652 Villeneuve d'Ascq, France.

T. Takekawa was with the Faculty of Engineering, Kagawa University, Takamatsu 761-0396, Japan. He is now with the Nippon Telegraph and Telephone Company, Nagoya 460-8319, Japan.

G. Hashiguchi is with the Nanostructure Analysis and Applications Laboratory, Nanodevices and Nanomaterials Division, Research Institute of Electronics, Shizuoka University, Shizuoka 432-8011, Japan.

Digital Object Identifier 10.1109/JMEMS.2008.922080

1057-7157/$25.00 © 2008 IEEE

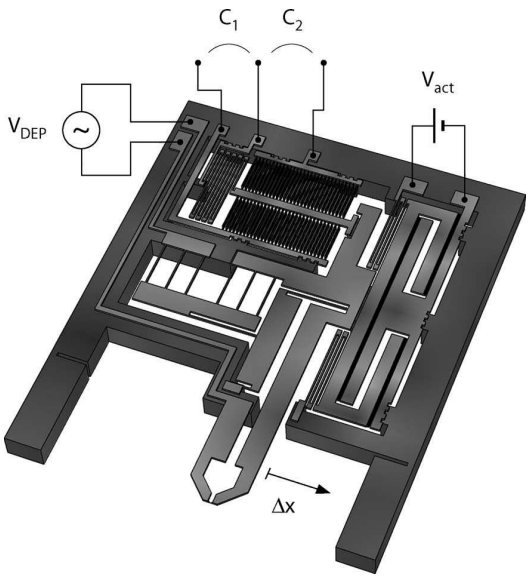


Fig. 1. Three-dimensional schematic view of the silicon nanotweezers (external dimensions: 4.5 mm × 5.5 mm). The mobile electrode is electrostatically actuated (actuation voltage V_{act}), and its displacement Δx results in a change in the capacitances C_1 and C_2. DEP is applied between the electrodes with a sinusoidal voltage V_{DEP}.

By downscaling the tool with innovative fabrication methods, several researchers have further proposed nanotweezers that are capable of manipulating nanometer-sized objects such as carbon nanotubes or silicon nanowires [22]–[25].

Following the work of Hashiguchi *et al.* [17] demonstrating the straightforward trapping of DNA bundles with MEMS tweezers, we propose fully integrated silicon nanotweezers that can simultaneously perform electrical/mechanical measurements and mechanical manipulation of biomolecules. With such a device, we have previously conducted an extensive study of charge transport through DNA bundles, and we could detect currents down to picoampere [26] (the complete electrical study on DNA bundles is the object of a separate publication [27]).

In this paper, we describe the working principle of the electrostatically actuated nanotweezers and present two instrumentation setups used for differential capacitive sensing. Next, we detail the microfabrication process based on silicon-on-insulator (SOI) technology and introduce the dielectrophoresis (DEP) method used for DNA trapping. Finally, we discuss the results obtained for static, transient, and dynamic mechanical characterization of the device before and after the DNA capture. We also propose a model of the DNA bundle extracted from these different experiments.

II. Working Principle and Design

Fig. 1 shows a 3-D illustration of the device. It consists of two sharp tips that act as electrodes for either DEP trapping or conductivity measurements on the sample. One electrode is fixed, whereas the other can be displaced with an electrostatic actuator. The gap between the electrodes (x-direction) can be sensed, owing to a differential capacitor that measures the relative displacement of the moving electrode. Thus, the device consists of the following three parts:

1) two sharp tips;
2) a series of comb-drive actuators;
3) a differential capacitive sensor.

These different elements must be electrically insulated while being mechanically linked to each other. This is achieved by using the SOI technology. Indeed, the handling substrate is used for the mechanical connection, and the intermediate oxide layer serves as an electrical insulator.

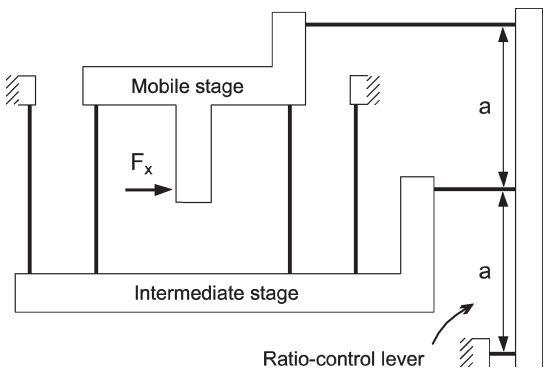


Fig. 2. Compensated parallelogram flexure beam mechanism with a ratio-control lever (after Spanoudakis *et al.* [28]).

A. Mechanical Design

A translational motion of the mobile arm Δx is essential to get a reliable sensing of the tip displacement. Thus, a guiding mechanism using flexure-beam structures has been implemented. In our design, we adapted the solution developed by Spanoudakis *et al.* [28] for a high precision linear scan mechanism integrated with an interferometer. They used flexure beams in the "two compensated parallelogram" configuration in combination with a ratio-control lever (see Fig. 2). This design avoids undesirable vibration of the intermediate stage and constrains its motion to half of that of the mobile stage in both directions, allowing for low rotational discrepancy and low lateral shift deviations.

B. Differential Capacitive Sensor

Integrated differential capacitive sensors are commonly used for small displacement, force, or acceleration measurements. For example, this type of transducer is used in the monolithic accelerometer ADXL50, which is one of the first IC accelerometers commercialized by Analog Devices (Norwood, MA, USA, http://www.analog.com). In this device, as well as in the most recent products, differential capacitances are used in the triplate comb configuration [29], [30].

For our force/displacement capacitive sensor, we have chosen the triplate configuration with transverse combs (gap change), which is suitable for bulk micromachining (see Fig. 3). The sensor consists of a series of central plates that move relatively to the fixed external plates, thus forming two variable

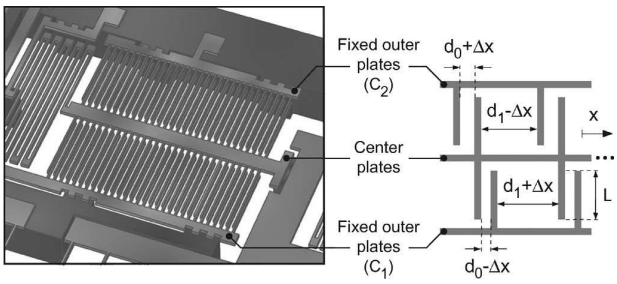


Fig. 3. Close-up view of the differential capacitive sensor. In the right diagram, only two repeating comb units (out of $N = 30$) are represented.

capacitances C_1 and C_2 whose difference ΔC is related to the displacement Δx by the following equation:

$$\Delta C = C_1 - C_2$$
$$\Delta C = N\epsilon Lh\left(\left(\frac{1}{d_0 - \Delta x} + \frac{1}{d_1 + \Delta x}\right) - \left(\frac{1}{d_0 + \Delta x} + \frac{1}{d_1 - \Delta x}\right)\right) \quad (1)$$

where N is the number of pairs of combs forming the capacitances C_1 and C_2, ϵ is the permittivity of ambient air, L is the length of a plate, h is the width of a plate (height of the Si layer), d_0 is the initial gap between plates, and d_1 is the initial distance between repeating comb units. By choosing these parameters adequately, the relation between ΔC and Δx can be taken as quasi-linear, thus enabling a direct electrical measurement of the displacement. Indeed, we note that, for displacements where $\Delta x \ll d_0$, the first-order expansion of (1) gives

$$\Delta C \cong 2N\epsilon Lh\left(\frac{1}{d_0^2} - \frac{1}{d_1^2}\right)\Delta x. \quad (2)$$

For a comprehensive description of the differential capacitor, we refer to the work of Sun *et al.* [30], [31] after which we have modeled our prototype. Our parameters (measured on the fabricated device) are summarized in Table I.

III. Displacement Sensing

Hereafter, we describe two instrumentation chains that can be used to measure the differential capacitance ΔC. The first one uses a signal conditioning board based on the low-cost CMOS IC capacitive readout MS3110 (Irvine Sensors, Costa Mesa, CA, USA). The second one measures the differential capacitance by current-to-voltage conversion and lock-in amplification. The latter setup drastically improves the measurement sensitivity compared with the first one.

A. Universal Capacitive Readout

In this case, the electronic conversion is entirely achieved with the Universal Capacitive Readout MS3110 whose block diagram is shown in Fig. 4(a). This general purpose IC is capable of sensing capacitance changes down to 4.0 aF/$\sqrt{\text{Hz}}$ (adjustable bandwidth $\text{BW} = 500, \ldots, 8000$ Hz). The circuit

TABLE I
Main Parameters of the Device and Configuration of the Electrical Instruments. The Parameters Are Those Calculated or Measured on the Fabricated Prototype

Differential capacitance	$N = 30$; $\epsilon = 8.85 \times 10^{-12}$ F.m^{-1}; $L = 450$ µm; $h = 25$ µm; $d_0 = 6.7$ µm; $d_1 = 21.4$ µm
Maximum displacement	$\Delta x = 2.5$ µm $\Leftrightarrow$ $\Delta C \approx 300$ fF
Capacitive Readout MS3110	$G_1 = 4.56$; $BW = 8$ kHz; $V_{ref} = 2.25$ V; $C_F = 2.5 \times 10^{-12}$ F
Lock-in amplifier (static)	$G_2 = 10^7$ V.A^{-1}; $f_{ref} = 10$ kHz; $V_0 = 1$ V; $\tau = 300$ ms (time constant)
Lock-in amplifier (step response)	$G_2 = 10^7$ V.A^{-1}; $f_{ref} = 10$ kHz; $V_0 = 1$ V; $\tau = 300$ μs
Lock-in amplifier (dynamic)	$G_2 = 10^7$ V.A^{-1}; $V_{dc} = 3$ V; $V_0 = 1$ V; $V_{act} = V_{ref}$; $\tau = 300$ ms

provides an output voltage V_{out} that is proportional to the change in capacitance ΔC (and, consequently, to the displacement Δx) according to the following transfer function:

$$V_{\text{out}} = G_1 \times V_{\text{ref}} \frac{\Delta C}{C_{\text{F}}} \propto \Delta x \quad (3)$$

where G_1 is the gain, V_{ref} is the reference voltage, and C_{F} is a programmable feedback capacitance selected to optimize the sensitivity. With the values summarized in Table I, we could achieve a resolution of 5 nm by placing the device in a Faraday cage [32].

B. Lock-In Amplifier

In order to achieve the best displacement/force resolution, we measured ΔC with the experimental setup shown in Fig. 4(b). A sinusoidal excitation signal V_{ref} (amplitude V_0 and frequency f_{ref}) is supplied by the internal reference of a lock-in amplifier (NF, model LI 5640) and applied to the central plates of the differential capacitive sensor. The resulting currents flowing through the capacitances C_1 and C_2 are converted into voltages V_1 and V_2, respectively, by two low-noise current-to-voltage (I/V) preamplifiers (Signal Recovery, model 5182). Due to their reduced input impedance, the preamplifier inputs are virtually grounded. The lock-in amplifier performs the magnitude-phase detection of the differential inputs $(V_1 - V_2)$ at the frequency f_{ref}, thus enabling a significant noise rejection. The phase signal φ is expected to be theoretically 90° since the measured currents I_1 and I_2 are purely capacitive. The amplitude of the output signal V_{out} is directly related to ΔC:

$$V_{\text{out}} = G_2 \times 2\pi f_{\text{ref}} \frac{V_0}{\sqrt{2}} \Delta C \propto \Delta x \quad (4)$$

where G_2 is the gain of the I/V preamplifiers. The parameters used in the experiments are summarized in Table I. Using these typical values for dc and step responses, we calculate from (4) a sensitivity $S = 444\ \mu\text{V} \cdot \text{fF}^{-1}$. For small displacements, based on (2), this corresponds to a sensitivity $S' = 53\ \text{mV} \cdot \mu\text{m}^{-1}$.

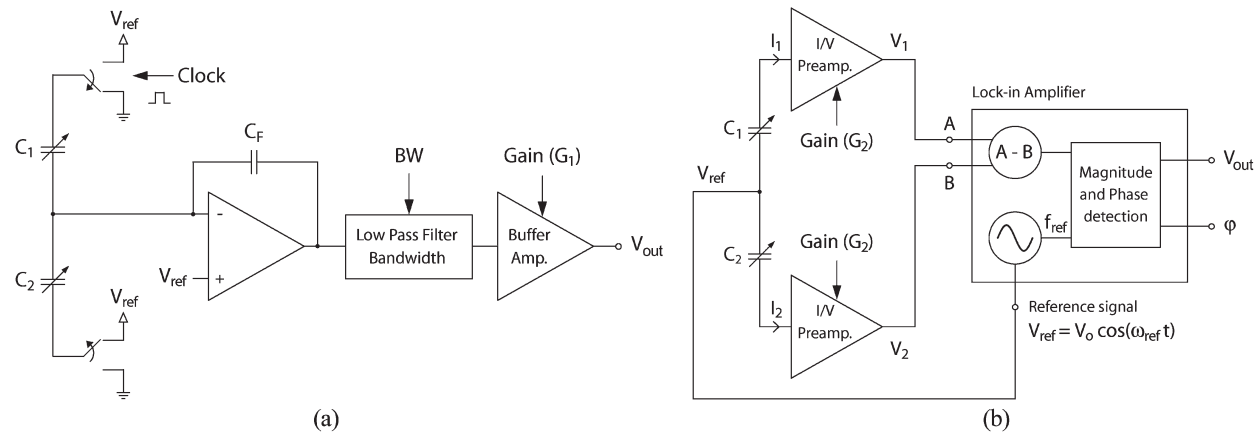


Fig. 4. Electronic circuits used for differential capacitive measurements. (a) Block diagram of the differential capacitive readout circuit MS3110 (Irvine Sensors Corporation). (b) Electrical circuit used for differential capacitive measurements with a lock-in amplifier (the diagram shows the static-mode configuration).

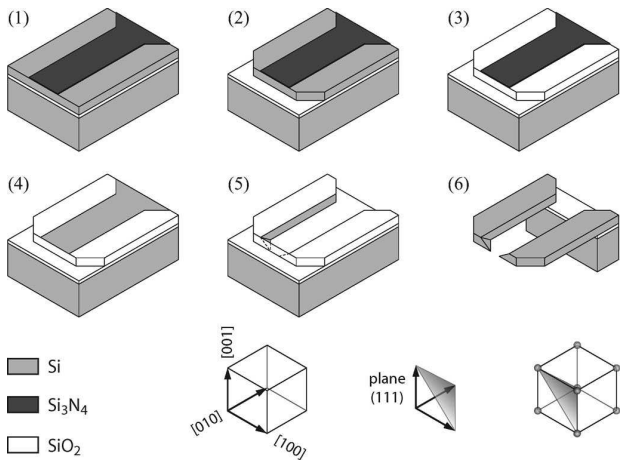


Fig. 5. Fabrication process of the sharp silicon nanotweezers using SOI technology. The crystallographic orientation is indicated with Miller indices.

As with the MS3110 circuit, we performed the measurements on the silicon nanotweezers in a Faraday cage and observed a stable output signal with a resolution better than 10^{-5} V. In other words, according to the sensitivity S' of V_{out}, we could achieve a subnanometer displacement resolution down to about 0.15–0.2 nm.

IV. Microfabrication

The fabrication of the MEMS nanotweezers is based on reactive ion etching, local oxidation, and anisotropic etching of silicon [17], [26], [32]. The starting material for our prototype was a SOI substrate having the following characteristics: (100)-oriented 25-μm-thick Si active layer/1.5-μm-thick buried oxide insulator/380-μm-thick Si handling substrate. The process flow is summarized in Fig. 5, and the different fabrication steps are enumerated as follows [32].

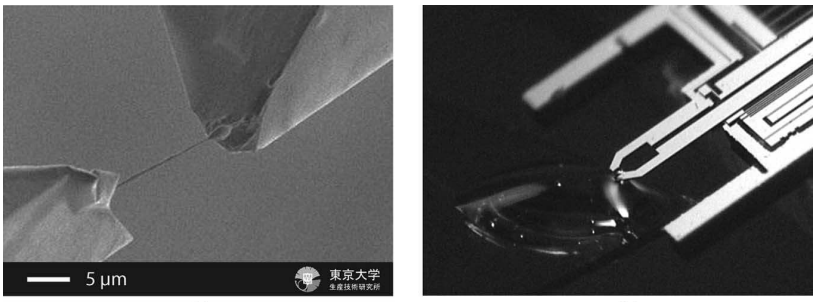
1) A thin Si_3N_4 layer is first deposited by low-pressure chemical vapor deposition and patterned to form rectangles aligned along the $\langle 100 \rangle$ directions (mask #1).
2) The Si_3N_4 and the Si over layer are etched by reactive ion etching (mask #2).
3) Next, a local oxidation of silicon process is used to grow SiO_2 on the top and sidewalls of the structured Si.
4) The Si_3N_4 layer is then removed.
5) A KOH wet anisotropic etching of Si is performed to obtain $\{111\}$ facets, which make sharp opposing tips.
6) The buried oxide is removed by HF, and the handling Si is structured by deep reactive ion etching (using an Al mask on the backside: mask #3).

In the final step, a thin aluminum film is evaporated on the front side (not shown in Fig. 5). Indeed, aluminum acts as an anchoring material for DNA molecules (cf. Section V) [33]. One should note that the process only requires three lithographic masks: one for defining the area of the sharp tips with silicon nitride (#1), one for microstructuring the silicon over layer (#2), and one for the backside etching of the handling substrate (#3).

V. DNA Trapping by DEP

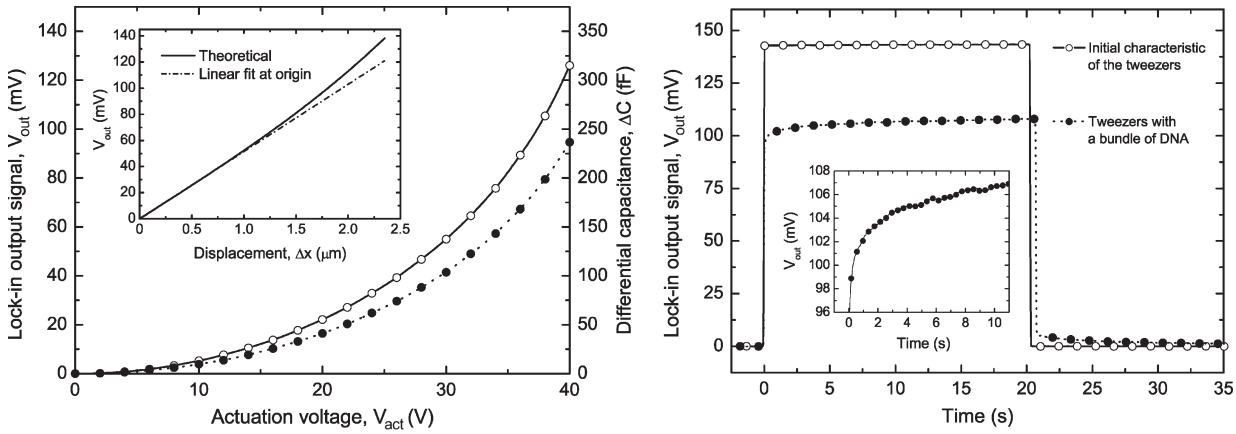
Fig. 6(a) shows a typical scanning electron microscope (SEM) image of a DNA bundle anchored between the tips of nanotweezers. This bundle was trapped by DEP [34], following the method proposed by Hashiguchi *et al.* [17]. Hereafter, we briefly describe this method, but for more detailed explanations on DNA trapping by DEP and its theoretical background, the reader should refer to the pioneering work of Washizu and Kurosawa [35].

Electrical manipulation of DNA is achieved when an ac electric field causes positive DEP [35]. The electric field is generated by electrodes immersed in an aqueous solution; the DNA molecules elongate along the electric field lines $\mathbf{E}$ and move toward the regions where the product $\mathbf{E} \cdot \nabla \mathbf{E}$ is higher [36]. Furthermore, it is known that the DNA molecules adhere to several electrochemically active metals such as Al or Pt. This property can be exploited in combination with DEP in order to align and anchor DNA strands on Al electrodes, and it has been recently demonstrated in microfluidic devices [33], [37]. The high frequency and intensity of the electric field uncoil and stretch the DNA molecules. Additionally, sharp Al electrodes create high electric gradients that cause the ends of the DNA strands to be attracted to the edges of the electrodes and become



(a) (b)

Fig. 6. DNA trapping by DEP. (a) SEM micrograph of a DNA bundle trapped between a pair of silicon tips coated with aluminum. (b) Photograph of the setup. Capillary forces induce a deformation of the droplet when it comes in contact with the tweezers. With this effect, we can ensure that only a limited area of the tips is dipped in the solution during DEP.



(a) (b)

Fig. 7. Mechanical stretching of a DNA bundle, as compared with the curve obtained with bare tweezers. A clear increase of the stiffness could be observed after the retrieval of DNA. (a) Static response of the silicon nanotweezers to an increasing actuation voltage; the inset shows the variation of $V_{\rm out}$ as a function of Δx. (b) Step response of the silicon nanotweezers ($V_{\rm act} = 0{-}40$ V). The symbols (○ and ●) used in Figs. 7(a) and (b) and 8 correspond to the consecutive experiments performed with the same samples.

attached, resulting in the permanent formation of a bridging structure.

Another noteworthy aspect of DEP is that the method can be used to trap single molecules of DNA by tuning the parameters appropriately. In our laboratory, we are currently investigating the following two approaches for single molecule studies.

1) Lab-On-a-Chip—A double-stranded λ-DNA molecule could be isolated by dc electrophoresis and consecutively trapped by ac DEP in a microfluidic device [37].
2) Silicon tweezers—By using pulsed DEP (i.e., short-duration excitation), silicon tweezers could be used to trap a single DNA molecule in an aqueous solution [38].

For all the biomechanical experiments described in Section VI, we used a solution of double-stranded λ-DNA (48.5 kbp and 16 μm long) obtained from Takara Bio Inc. (Shiga, Japan). After dilution in deionized water, a small droplet of the solution was put on a microscope glass slide. The nanotweezers were mounted on an optical microscope (Keyence VHX-500 Digital Microscope) and were brought in contact with the surface of the droplet with a 3-D precision micromanipulator [see Fig. 6(b)]. Then, a high ac electric field ($V_{\rm DEP} = 40$ $\rm V_{pk-pk}$ at 1 MHz for a gap of ~20 μm) was applied for a few seconds in order to capture DNA molecules by DEP [17]. After the experiments, the bundle could be broken and removed by blowing air and rinsing the tips with water. In addition, the DEP experiment could be repeated as long as the aluminum coating remained on the silicon tips.

VI. Results and Discussion

We first describe the static, transient, and dynamic mechanical characterization of the device itself. Then, we compare and discuss the results obtained after the trapping of DNA bundles. All the data presented in this section were obtained with the lock-in amplifier. Our comments on the electrical circuit are in reference to Fig. 4(b).

A. Static Characteristic

In Fig. 7(a), we have plotted the variation of the output signal of the lock-in amplifier $V_{\rm out}$ as a function of the dc voltage $V_{\rm act}$ applied to the comb-drive actuator (circle plot symbol: ○). These measurements were performed with the electrical circuit shown in Fig. 4(b) using the parameters reported in Table I. On the same graph, we have also plotted the measurements

obtained after the retrieval of a DNA bundle (•). We see from Fig. 7(a) that the relationship between $V_{\rm out}$ and $V_{\rm act}$ is highly nonlinear. We use electrostatic actuation in the lateral comb-drive configuration (overlapping area change). Thus, the electrostatic force varies quadratically with $V_{\rm act}$ (therefore, $\Delta x \propto V_{\rm act}^2$). Furthermore, as stated in Section II-B, the gap variation Δx is proportional to the differential capacitance ΔC (and, thus, to $V_{\rm out}$) only for small displacements ($\Delta x \ll d_0$). This can be verified in the inset of Fig. 7(a) which gives the theoretical relationship between Δx and $V_{\rm out}$, as calculated from (1) and (4).

B. Step Response

With the same setup, we have also measured the transient mechanical response of the Si nanotweezers for a step actuation $V_{\rm act} = 0 \rightarrow 40$ V. The parameters were all identical, except for the integration time τ which was set to 300 μs to reduce the acquisition time during transient measurements.

C. Harmonic Characteristic

The frequency response was also obtained with the lock-in amplifier[1] but in a configuration slightly different from that shown in Fig. 4(b). The electrical connection was modified so that the sinusoidal reference signal of the lock-in amplifier $V_{\rm ref}$ was used as the actuation voltage while a dc voltage $V_{\rm dc}$ was applied on the central plates of the differential capacitor. The tweezer oscillation amplitude was detected by using the second harmonic analysis mode since the quadratic dependence of Δx with $V_{\rm act}$ induces a mechanical oscillation at $2f$. The voltage values are given in Table I (dynamic response mode). The measured data are reported in Fig. 8 and show a fundamental resonant frequency at $f_{0,\rm meas} = 2.61$ kHz, with a quality factor (Q factor) of ~56 at atmospheric pressure for the bare tweezers. One should note that the mechanical stiffness of the flexure beams has a cubic dependence with their thickness, thus making the resonant frequency highly dependent on underetching effects occurring during the microfabrication process. From the dimensions of the fabricated device and the application of the Euler–Bernoulli theory, we estimate an equivalent overall stiffness $K = 50$ N $\cdot$ m^{-1} for an oscillating mass $m = 1.9 \times 10^{-7}$ kg, which corresponds to a theoretical fundamental resonant frequency at $f_{0,\rm th} = 2.58$ kHz (see also Table II).

D. Mechanical Stretching of DNA Bundles

Using the same conditions as those previously given, we repeated the measurements described in Sections VI-A–C after trapping a DNA bundle. As shown in Figs. 7 and 8, a clear difference can be seen between the mechanical response of bare tweezers (○) and the tweezers with a bundle of DNA bridging the two opposing tips (•). Note that all the experiments were conducted with the same silicon device. Each symbol corresponds to a series of experiments performed on the same sample. From the resonant frequency shift, and knowing the stiffness of the mechanical structure ($K = 50$ N $\cdot$ m^{-1}), we can easily deduce the stiffness increase after DNA trapping (~50%). Thus, we can estimate that there were around 1 million DNA strands in the bundle because one DNA strand has a stiffness of 3×10^{-5} N $\cdot$ m^{-1} in the elastic domain [13]. In Fig. 8, the noticeable decrease of the Q factor (○: 56 and •: 17) additionally indicates losses caused by viscous forces inside the bundle. In addition, the viscoelastic behavior of a DNA bundle could be directly observed under the optical microscope, as shown in the video frame sequence of Fig. 9 which was recorded during the dynamic stretching of a DNA bundle.

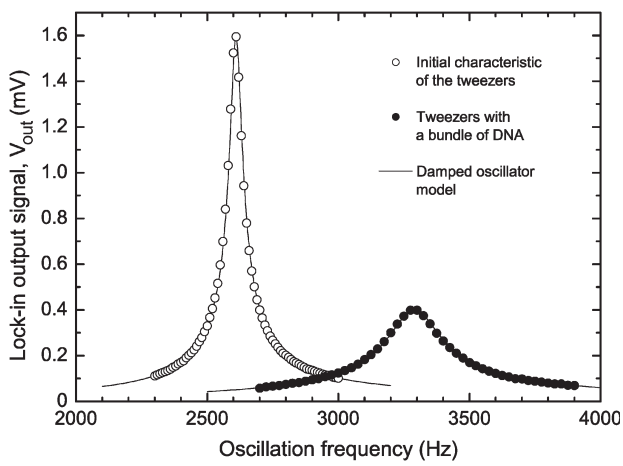


Fig. 8. Frequency response of the silicon nanotweezers in the x-direction (gap variation) as measured with the lock-in amplifier in air at atmospheric pressure. The electrostatic comb-drive actuator was excited with an ac sinusoidal signal. A clear increase of the resonant frequency, together with a decrease of the Q factor, could be observed after the retrieval of DNA.

TABLE II
MAIN PARAMETERS OF THE TWEEZER–BIOMOLECULE SYSTEM. THE VALUES WERE EXTRACTED FROM FIGS. 7(b) AND 8 (REFER TO FIG. 10 FOR THE SYMBOLS)

Parameter	Tweezers / DNA bundle characteristics	
	initial characteristic	after bundle trapping
Resonance	$f_0 = 2.61$ kHz	$f_0' = 3.29$ kHz
Q–factor	$Q = 55.8$	$Q' = 16.7$
Mass	$m = 1.9 \times 10^{-7}$ kg	–
Stiffness	$K = 50$ N.m^{-1}	$K_1 = 30$ N.m^{-1}; $K_2 = 44$ N.m^{-1}; $K' = K + K_1 = 80$ N.m^{-1}
Viscous losses	$\eta = 5.6 \times 10^{-5}$ N.m^{-1}.s	$\eta_1 = 1.8 \times 10^{-4}$ N.m^{-1}.s; $\eta_2 = 55.1$ N.m^{-1}.s; $\eta' = \eta + \eta_1$
Time constant	$\tau_0 = 1.1 \times 10^{-6}$ s	$\tau_1 = 5.9 \times 10^{-6}$ s; $\tau_2 = 1.25$ s *

* See the inset in Fig. 7(b).

[1]As an alternative method for dynamic measurements, Ayano *et al.* proposed to measure directly the admittance of the electrostatic actuator with an impedance spectrometer. For a detailed analysis of the relation between the actuator admittance and the mechanical response of the system, we refer to [18].

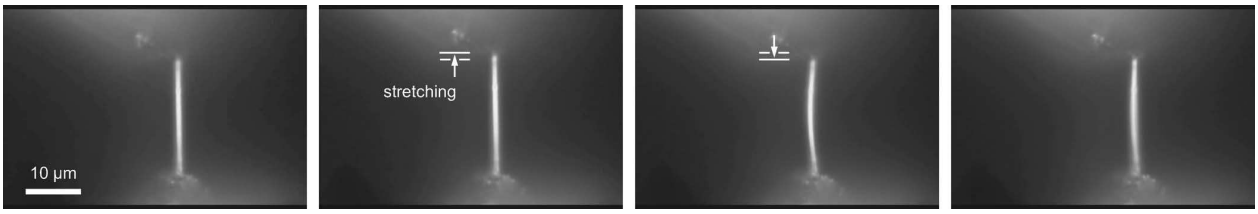


Fig. 9. Sequence showing the elongation of a DNA bundle by oscillating silicon nanotweezers. The movie was taken at room condition under a Keyence VHX-500 Digital Microscope (×5000 magnification). From left to right: (1) Initial state; (2) under stretching; (3) just after release; (4) few seconds later, the bundle almost entirely returns to the original state.

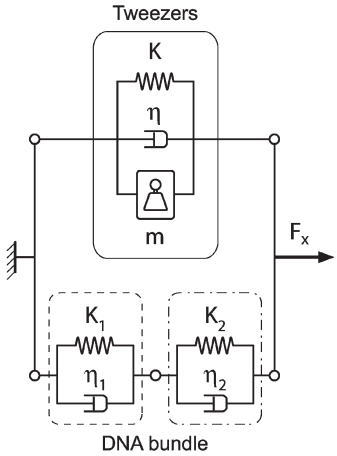


Fig. 10. Damped oscillator model of the tweezer–biomolecule system. The parameters (K_1, η_1) and (K_2, η_2) were extracted from the dynamic response and from the step response, respectively.

E. Viscoelastic Model of the DNA Bundle

The tweezers can be modeled as a simple damped oscillator system (see Fig. 10) whose parameters are directly obtained from the dynamic response. By comparing the step and dynamic responses of the tweezers after DNA trapping, the model parameters could be extracted to describe the viscoelastic behavior of the bundle. We found from these signals that the macroscopic mechanical model of the DNA bundle can be described with two Kevin–Voigt (KV) patterns[2] in series, as shown in Fig. 10. Such a system exhibits two characteristic time constants: $\tau_1 = \eta_1/K_1$ and $\tau_2 = \eta_2/K_2$. The first block (K_1, η_1) corresponds to the viscoelastic characteristic observed for high frequencies (dynamic response). It models the increased resonant frequency f_0' and the reduced Q factor Q', resulting from the stiffness of the bundle (K_1) and the mechanical losses in the bundle (η_1), respectively. The second block (K_2, η_2) models the relaxation time observed in the step response. The latter can be clearly observed in the inset of Fig. 7(b). We attribute this effect to the gliding of the DNA molecules within the bundle. All the model parameters extracted from our experiments are reported in Table II.

[2]In the KV pattern, an ideal spring is set in parallel with a damper, whereas in the Maxwell pattern, the spring and the damper are in series. With the KV model, there is no irreversible deformation. Therefore, according to our experimental observations (see Fig. 9), the KV model describes more closely the behavior of the bundle.

VII. Conclusion

We have presented a MEMS instrument that is capable of handling and performing biomechanical assays on filamentary molecules. The prototype provides manipulation capability with ∼0.2 nm resolution, a level which corresponds to a force resolution of ∼10 nN. Due to the relatively large stiffness of the flexure beams, the sensitivity achieved so far is still too low for direct sensing of a single molecule. Nevertheless, the tweezers are readily suitable for biomechanical assays on molecular aggregates, such as actin networks [10], in which the forces required for stretching are typically in the range of few nanonewtons to several hundreds of nanonewtons.

We were able to demonstrate the potential of our silicon-based tweezers using double-stranded λ-DNA. The manipulation of DNA bundles proved to be very convenient, and after trapping by DEP, the molecules could be dipped into biological solutions or exposed to various environmental conditions. One can also note that the dynamic excitation of the Si nanotweezers could serve for the detection of effective trapping by resonance. For example, by using the phase φ measured with the lock-in amplifier, the dynamic response offers a simple and direct detection method for DNA capture from the shift of the resonant frequency. Last but not the least, our tool offers the possibility of direct observation of biomolecules under an optical microscope while performing electrical and/or mechanical measurements.

Having succeeded in anchoring other filamentary biomolecules such as actin or microtubules, we now envision to conduct biophysical experiments on complex biological systems. To this extent, we are currently working on the functionalization of the electrodes for the specific anchoring of biomolecules on each tip.

Acknowledgment

The photolithography masks were fabricated with the 8-in EB writer F5112+VD01 donated by the Advantest Corporation to the VLSI Design and Education Center, The University of Tokyo.

References

[1] A. Ashkin, J. M. Dziedzic, J. E. Bjorkholm, and S. Chu, "Observation of a single-beam gradient force optical trap for dielectric particles," *Opt. Lett.*, vol. 11, no. 5, pp. 288–290, May 1986.
[2] K. C. Neuman and S. M. Block, "Optical trapping," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 75, no. 9, pp. 2787–2809, Sep. 2004.
[3] S. B. Smith, Y. Cui, and C. Bustamante, "Overstretching B-DNA: The elastic response of individual double-stranded and single-stranded DNA molecules," *Science*, vol. 271, no. 5250, pp. 795–799, Feb. 1996.

[4] C. Bustamante, Z. Bryant, and S. B. Smith, "Ten years of tension: Single-molecule DNA mechanics," *Nature*, vol. 421, no. 6921, pp. 423–427, Jan. 2003.
[5] T. R. Strick, J.-F. Allemand, D. Bensimon, A. Bensimon, and V. Croquette, "The elasticity of a single supercoiled DNA molecule," *Science*, vol. 271, no. 5257, pp. 1835–1837, Mar. 1996.
[6] T. R. Strick, V. Croquette, and D. Bensimon, "Single-molecule analysis of DNA uncoiling by a type II topoisomerase," *Nature*, vol. 404, no. 6780, pp. 901–904, Apr. 2000.
[7] T. Strick, J.-F. Allemand, V. Croquette, and D. Bensimon, "Twisting and stretching single DNA molecules," *Prog. Biophys. Mol. Biol.*, vol. 74, no. 1/2, pp. 115–140, Jul./Aug. 2000.
[8] G. U. Lee, L. A. Chrisey, and R. J. Colton, "Direct measurement of the forces between complementary strands of DNA," *Science*, vol. 266, no. 5186, pp. 771–773, Nov. 1994.
[9] A. Alessandrini and P. Facci, "AFM: A versatile tool in biophysics," *Meas. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 6, pp. R65–R92, Apr. 2005.
[10] O. Chaudhuri, S. H. Parekh, and D. A. Fletcher, "Reversible stress softening of actin networks," *Nature*, vol. 445, no. 7125, pp. 295–298, Jan. 2007.
[11] A.-S. Duwez, S. Cuenot, C. Jérôme, S. Gabriel, R. Jérôme, S. Rapino, and F. Zerbetto, "Mechanochemistry: Targeted delivery of single molecules," *Nat. Nanotechnol.*, vol. 1, no. 2, pp. 122–125, Nov. 2006.
[12] M. Forero, O. Yakovenko, E. V. Sokurenko, W. E. Thomas, and V. Vogel, "Uncoiling mechanics of *Escherichia coli* type I fimbriae are optimized for catch bonds," *PLoS Biol.*, vol. 4, no. 9, pp. 1509–1516, Aug. 2006.
[13] D. Collard, C. Yamahata, B. Legrand, T. Takekawa, M. Kumemura, N. Sakaki, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Towards mechanical characterization of biomolecules by MNEMS tools," *IEEJ Trans. Electr. Electron. Eng.*, vol. 2, no. 3, pp. 262–271, 2007.
[14] H. Cohen, C. Nogues, R. Naaman, and D. Porath, "Direct measurement of electrical transport through single DNA molecules of complex sequence," *Proc. Nat. Acad. Sci.*, vol. 102, no. 33, pp. 11 589–11 593, Aug. 2005.
[15] D. Porath, A. Bezryadin, S. de Vries, and C. Dekker, "Direct measurement of electrical transport through DNA molecules," *Nature*, vol. 403, no. 6770, pp. 635–638, Feb. 2000.
[16] S. M. Iqbal, G. Balasundaram, S. Ghosh, D. E. Bergstrom, and R. Bashir, "Direct current electrical characterization of ds-DNA in nanogap junctions," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 86, no. 15, pp. 153 901/1–153 901/3, Apr. 2005.
[17] G. Hashiguchi, T. Goda, M. Hosogi, K. Hirano, N. Kaji, Y. Baba, K. Kakushima, and H. Fujita, "DNA manipulation and retrieval from an aqueous solution with micromachined nanotweezers," *Anal. Chem.*, vol. 75, no. 17, pp. 4347–4350, Jul. 2003.
[18] K. Ayano, K. Suzuki, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Electromechanical analysis of a micromachined comb-drive actuator by admittance measurement," *IEEJ Trans. Sens. Micromach.*, vol. 126, no. 7, pp. 281–285, 2006.
[19] C.-J. Kim, A. P. Pisano, and R. S. Muller, "Silicon-processed overhanging microgripper," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 1, no. 1, pp. 31–36, Mar. 1992.
[20] N. Chronis and L. P. Lee, "Electrothermally activated SU-8 microgripper for single cell manipulation in solution," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 14, no. 4, pp. 857–863, Aug. 2005.
[21] F. Beyeler, A. Neild, S. Oberti, D. J. Bell, Y. Sun, J. Dual, and B. J. Nelson, "Monolithically fabricated microgripper with integrated force sensor for manipulating microobjects and biological cells aligned in an ultrasonic field," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 16, no. 1, pp. 7–15, Feb. 2007.
[22] P. Kim and C. M. Lieber, "Nanotube nanotweezers," *Science*, vol. 286, no. 5447, pp. 2148–2150, Dec. 1999.
[23] S. Akita, Y. Nakayama, S. Mizooka, Y. Takano, T. Okawa, Y. Miyatake, S. Yamanaka, M. Tsuji, and T. Nosaka, "Nanotweezers consisting of carbon nanotubes operating in an atomic force microscope," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 79, no. 11, pp. 1691–1693, Sep. 2001.
[24] K. Mølhave, T. M. Hansen, D. N. Madsen, and P. Bøggild, "Towards pick-and-place assembly of nanostructures," *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 4, no. 3, pp. 279–282, Mar. 2004.
[25] T. Takekawa, K. Nakagawa, and G. Hashiguchi, "The AFM tweezers: Integration of a tweezers function with an AFM probe," in *Proc. IEEE 13th Int. Conf. Solid-State Sens., Actuators and Microsyst.—TRANSDUCERS*, Seoul, Korea, Jun. 2005, vol. 1, pp. 621–624.
[26] C. Yamahata, T. Takekawa, M. Kumemura, M. Hosogi, G. Hashiguchi, D. Collard, and H. Fujita, "Electrical and mechanical characteristics of DNA bundles revealed by silicon nanotweezers," in *Proc. IEEE 14th Int. Conf. Solid-State Sens., Actuators and Microsyst.—TRANSDUCERS*, Lyon, France, Jun. 2007, vol. 1, pp. 395–398.
[27] C. Yamahata, D. Collard, T. Takekawa, M. Kumemura, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Humidity dependence of charge transport through DNA revealed by silicon-based nanotweezers manipulation," *Biophys. J.*, vol. 94, no. 1, pp. 63–70, Jan. 2007. DOI: 10.1529/biophysj.107.115980.
[28] P. Spanoudakis, P. Schwab, and P. Johnson, "Design and production of the METOP satellite IASI corner cube mechanisms," in *Proc. 10th Eur. Space Mech. Tribol. Symp.*, San Sebastian, Spain, Sep. 2003, pp. 97–103.
[29] M. Despont, G. A. Racine, P. Renaud, and N. F. de Rooij, "New design of micromachined capacitive force sensor," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 3, no. 4, pp. 239–242, Dec. 1993.
[30] Y. Sun, S. N. Fry, D. P. Potasek, D. J. Bell, and B. J. Nelson, "Characterizing fruit fly flight behavior using a microforce sensor with a new comb-drive configuration," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 14, no. 1, pp. 4–11, Feb. 2005.
[31] Y. Sun, B. J. Nelson, D. P. Potasek, and E. Enikov, "A bulk microfabricated multi-axis capacitive cellular force sensor using transverse comb drives," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 12, no. 6, pp. 832–840, Nov. 2002.
[32] C. Yamahata, T. Takekawa, K. Ayano, M. Hosogi, M. Kumemura, B. Legrand, D. Collard, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Silicon nanotweezers with adjustable and controllable gap for the manipulation and characterization of DNA molecules," in *Proc. Int. Conf. Microtechnol. Med. Biol.*, Okinawa, Japan, May 2006, pp. 123–126.
[33] T. Yamamoto, O. Kurosawa, H. Kabata, N. Shimamoto, and M. Washizu, "Molecular surgery of DNA based on electrostatic micromanipulation," *IEEE Trans. Ind. Appl.*, vol. 36, no. 4, pp. 1010–1017, Jul./Aug. 2000.
[34] H. A. Pohl, *Dielectrophoresis*. Cambridge, U.K.: Cambridge Univ. Press, 1978.
[35] M. Washizu and O. Kurosawa, "Electrostatic manipulation of DNA in microfabricated structures," *IEEE Trans. Ind. Appl.*, vol. 26, no. 6, pp. 1165–1172, Nov./Dec. 1990.
[36] C.-F. Chou, J. O. Tegenfeldt, O. Bakajin, S. S. Chan, E. C. Cox, N. Darnton, T. Duke, and R. H. Austin, "Electrodeless dielectrophoresis of single- and double-stranded DNA," *Biophys. J.*, vol. 83, no. 4, pp. 2170–2179, Oct. 2002.
[37] M. Kumemura, D. Collard, C. Yamahata, N. Sakaki, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Single DNA molecule isolation and trapping in a microfluidic device," *ChemPhysChem*, vol. 8, no. 12, pp. 1875–1880, Aug. 2007.
[38] N. Sakaki, M. Kumemura, D. Collard, G. Hashiguchi, and H. Fujita, "Trapping of single DNA molecules by MEMS tweezers with pulsed dielectrophoresis," in *Proc. 11th Int. Conf. Miniat. Syst. Chem. Life Sci.—microTAS*, Paris, France, Oct. 2007, vol. 1, pp. 415–417.

Christophe Yamahata was born in Paris, France, in 1977. He received the M.S. and Ph.D. degrees in microengineering and microsystems from the Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), Lausanne, Switzerland, in 2000 and 2005, respectively.

In 2005, he joined the Center for International Research on MicroMechatronics, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, Tokyo, Japan, as a Postdoctoral Fellow of the Swiss National Science Foundation. He is currently researching the topic of "DNA characterization with silicon nanotweezers" as a Japan Society for the Promotion of Science Postdoctoral Fellow.

Dominique Collard (M'01) was born in Cambrai, France, in 1958. He received the Eng. degree from the Institut Supérieur d'Electronique et du Numérique, Lille, France, in 1980, and the Ph.D. degree from the Université de Lille, Lille, in 1984.

From 1985 to 1986, he was with the Toshiba VLSI Research Center, Kawasaki, Japan, as a Visiting Scientist. Since 1988, he has been with the Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS), being alternatively with the Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN), Lille, France, and with the Laboratory for Integrated MicroMechatronic Systems (LIMMS), Tokyo, Japan. From 1995 to 1997, he was the Director of the LIMMS, which is a joint laboratory between the CNRS and the Institute of Industrial Science (IIS), The University of Tokyo. In 1997, he became CNRS Research Director at IEMN and settled the Silicon Microsystems Group. In November 2000, he became a Professor at the University of Tokyo. Since August 2005, he has been a member of the LIMMS and, again, became its Director in September 2007. His scientific interests include microsystems and nanosystems for applications in biology and nanotechnology.

Bernard Legrand received the Electrical Engineering degree from the Institut Supérieur d'Electronique et du Numérique, Lille, France, in 1996 and the M.S. and the Ph.D. degrees in electronics from the Université des Sciences et Technologies de Lille, Villeneuve d'Ascq, France, in 1996 and 2000, respectively.

Since 2000, he has been with the Silicon Microsystems Group, Institut d'Electronqique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN), Université des Sciences et Technologies de Lille, Villeneuve d'Ascq, France. Since 2001, he has also been a Research Scientist with the Centre National de la Recherche Scientifique. His research at IEMN was initially focused on microelectromechanical system resonators and their characterization. He is currently working on micromechanical resonators and electrostatic actuators with ultimate performances for the characterization of nanoobjects and for operation in liquid environments.

Tetsuya Takekawa was born in Kagawa, Japan, in 1983. He received the B.E. and M.S. degrees from the Department of Intelligent Mechanical Systems Engineering, Faculty of Engineering, Kagawa University, Takamatsu, Japan, in 2005 and 2007, respectively.

As a graduate student of the Graduate School of Engineering, Kagawa University, he worked on the development of atomic force microscopy tools having prehension capability for surface scanning and microparticles handling. He is currently with the Nippon Telegraph and Telephone Company (NTT West), Nagoya, Japan.

Momoko Kumemura was born in Kagoshima, Japan, in 1975. She received the M.S. degree in engineering from Tokushima University, Tokushima, Japan, in 2002, and the Ph.D. degree in chemistry from Tokyo Metropolitan University, Tokyo, Japan, in 2005.

She is currently with the Center for International Research on MicroMechatronics, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, Tokyo, as a Postdoctoral Researcher of the Japan Science and Technology Agency, Kawaguchi, Japan.

Gen Hashiguchi was born in 1963. He received the M.S. degree in electrical engineering from Chuo University, Tokyo, Japan, in 1988, and the Ph.D. degree in electrical engineering from The University of Tokyo, Tokyo, in 1996.

From 1988 to 1998, he was with the Nippon Steel Corporation, Tokyo, where he was involved in the development of microdevices, including thermal sensors, field emitters, and amorphous silicon imaging sensors. From 1998 to 1999, he was a Researcher with the Japan Science and Technology Corporation, Kawaguchi, Japan, working on microelectromechanical systems (MEMS). From 1999 to 2007, he was with the Faculty of Engineering, Kagawa University, Takamatsu, Japan, where he was an Associate Professor from 1999 to 2005 and a Professor from 2005 to 2007. Since September 2007, he has been a Professor with the Nanostructure Analysis and Applications Laboratory, Nanodevices and Nanomaterials Division, Research Institute of Electronics, Shizuoka University, Shizuoka, Japan. His current research interests include MEMS, with emphasis on nanometer-scale mechanical devices and vacuum microelectronics.

Hiroyuki Fujita (S'76–M'80) received the B.S., M.S., and Ph.D. degrees in electrical engineering from The University of Tokyo, Tokyo, Japan, in 1975, 1977, and 1980, respectively.

Since 2000, he has been the Director of the Center for International Research on MicroMechatronics, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, where he was a Lecturer from 1980 to 1981, an Associate Professor from 1981 to 1993, and has been a Professor since 1993. He is currently engaged in the investigation of microelectromechanical systems fabricated by IC-based processes and applications to optics, hard disk drives, and bio/nanotechnology. He is also interested in autonomous distributed microsystems.

Dr. Fujita is a member of the Institute of Electrical Engineers of Japan.

HTML ABSTRACT + LINKS

APPLIED PHYSICS LETTERS **86**, 213104 (2005)

Fabrication and characterization of 1.1 GHz blade nanoelectromechanical resonator

V. Agache,[a] B. Legrand, D. Collard,[b] and L. Buchaillot
Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, UMR-CNRS 8520, Cité Scientifique, Avenue Poincaré, 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex, France

H. Fujita
CIRMM/Institute of Industrial Sciences, The University of Tokyo, 4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo 153-8505, Japan

(Received 14 January 2005; accepted 5 April 2005; published online 16 May 2005)

An electromechanical resonator based on a blade geometry is proposed in this letter. This particular geometry allows self-alignment of the mechanical resonator structure to its lateral electrodes while achieving high eigenfrequencies in the GHz range. This letter reports both the fabrication process of the device and measurements in order to extract its mechanical response according to a lateral flexural solicitation. A mixing setup characterization is performed in order to suppress direct capacitive coupling feedthrough from the output current measurement and enable the effective quality factor extraction. © *2005 American Institute of Physics*. [DOI: 10.1063/1.1929873]

In order to face the rapid growth of the wireless telecommunication systems market and demands in this area, a lot of efforts are focused on the development of very efficient radio frequency (rf) mobile transceivers, including for the signal frequency selection and filtering stage. This function is conventionally performed by bulky surface acoustic wave devices,[1] which size in the cm^3 range and cannot be cointegrated with rf CMOS circuits. This hybridization leads to high power consumption, and insertion losses through interconnections. In a counter part, micromachining technologies allow to fabricate high quality factor (Q) on-chip micromechanical resonators.[2–4] Such devices are in micrometer size, and their fabrication process is fully compatible with integrated circuit processes, for which reasons a complete cointegration with electronics may be expected, reducing both assembling cost and power consumption.

Several electromechanical resonators based on a capacitive transduction scheme have already been demonstrated. Up to now, the maximum frequency attained with such transduction mechanism is about 1.51 GHz.[4] This corresponds to the second mode frequency of the resonator, where the transmission level at resonance is about −86 dBm in vacuum.

In the present study, a nanoelectromechanical resonator based on blade geometry is proposed, depending on capacitive transduction for both excitation and detection schemes. The theoretical resonance frequency modes for this geometry, in the case of lateral flexion solicitation, depend only on the structure sharpness. This feature allows self-alignment of the resonator with its lateral electrodes and is able to reach rf band ranges(>1 GHz).

As shown in Fig. 1, the device architecture comprises a blade geometry based mechanical resonator, and is made of silicon. Coupling to the resonator is done capacitively using two lateral transducers. To bias and excite the device, a dc-bias voltage V_{dc} is applied to the blade resonator, while an ac excitation voltage v_{in} with the frequency f_{in} is applied to one of the lateral electrodes. This combination leads to a laterally acting force inducing lateral vibrations of the resonator at the frequency f_{in}. The oscillation amplitude is maximum, at constant V_{dc} and v_{in} excitation voltage, as soon as the frequency f_{in} corresponds to one resonance mode of the resonator. Then, the mechanical motion of the structure modulates in the time domain the output transducer capacitance. A motional current is then detected at the output electrode and can be further processed by subsequent transceiver electronics. In summary, the input electrical signal is restituted in the output port, and filtered by the mechanical response of the resonator.

Concerning the device design, two major key points must be kept in mind for proper operation in the GHz frequency range. First, the resonator material must exhibit large acoustic velocities. This is the case for single crystal silicon, which also exhibits good advantageous properties in terms of structural quality (minimization of the intrinsic loss dissipation mechanisms). Second, extremely small (sub-100 nm) electrode gaps d_0 are needed in order to achieve low motional resistances and low insertion losses.

In order to determine an approximation of the resonator fundamental resonance frequency, a preliminary approach consisted in modeling the resonator as a clamped-free trian-

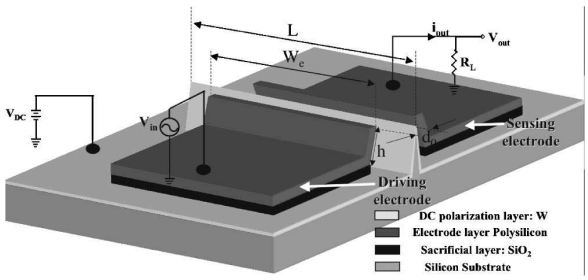


FIG. 1. Perspective view of the two-port capacitively transduced silicon blade resonator and details depicting the bias and excitation scheme. The typical length is comprised between 10 $\mu m < L < 30$ μm.

[a]Author to whom correspondence should be addressed. Present address: LIMMS/Institute of Industrial Sciences, The University of Tokyo, 4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo 153-8505, Japan. electronic mail: vagache@fujita3.iis.u-tokyo.ac.jp
[b]Also at CIRMM/Institute of Industrial Sciences, The University of Tokyo, 4-6-1 Komaba, Meguro-ku, Tokyo 153-8505, Japan.

 © 2005 American Institute of Physics

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

TABLE I. Mode characteristics of a clamped-free triangular shaped blade.

Mode	n	λ_n	f_n/f_1
Fundamental	1	4.612	1
First harmonic	2	7.799	2.86
Second harmonic	3	10.958	5.7
Third harmonic	4	14.109	9.48
Fourth harmonic	5	17.256	14.02

gular shaped blade. In the case of zero axial stress, the resonance frequency f_n of the mode n for a clamped-free blade deriving from the Euler–Bernouilli theory[5] is given by the expression:

$$f_n = \frac{\lambda_n^2 \tan(\beta)}{8\pi h}\sqrt{\frac{E}{3\rho}}, \tag{1}$$

where h and β refer, respectively, to the blade height and its half-aperture angle. As can be seen, the modal frequency is independent of the blade breadth, but governed mainly by its material properties and its aspect ratio (h and β). Each mode is distinguished by the coefficient λ_n, which is the nth eigenvalue of the following transcendental equation for the natural frequencies:

$$J_1(\lambda_n)I_2(\lambda_n) + J_2(\lambda_n)I_1(\lambda_n) = 0, \tag{2}$$

where J_1 and J_2 are the Bessel functions of the first kind of order one and two, respectively. As to I_1 and I_2, they correspond to the modified Bessel functions of the first kind of order one and two, respectively. The first five eigenvalues λ_n of the Eq. (2) have been tabulated and are given in Table I.

This analytical model has been validated by performing Finite element analysis (FEA) modal simulations using ANSYS™ software. The FEA results matched within 9% of the analytical model. The independence of the modal solutions versus the breadth of the blade has been verified. Indeed, a variation less than 1.5% has been observed when the blade length varied between 4 and 100 μm. To conclude, the non-time consuming analytical method approximates the fundamental resonance frequency well, and is used to design the filter device. Hence, ultrasharp blades can provide high-fundamental frequencies in the GHz range, and they can be as long as desired in order to maximize the transduction capacitance with lateral transducers.

The fabrication process requires only two lithography steps. A thermal oxidation step is performed in order to sharpen the apex of a silicon trapezoidal wall [Fig. 2(a)]. After removal of the thermal silicon oxide (SiO_2), a thin tungsten metal layer is sputtered over the structure in order to avoid the free carrier depletion phenomenon, which would limit the transducer coupling efficiency.[3] Then a 30 nm thick SiO_2 layer is deposited, followed by a 300 nm thick *in situ* doped polysilicon layer providing the material for lateral transducers. The polysilicon layer covering the blade apex is removed by reactive ion etching (RIE) after planarization based on a thick photoresist layer deposition. Then, the blade apex is released by 45-min-wet etching of SiO_2 layer [Fig. 2(b)]. Last, photolithography and RIE etching is used to pattern lateral electrodes [Fig. 2(c)]. Blade resonators, the geometry of which predicts a first resonance frequency centered at 1.05 GHz, and the second mode at 3 GHz (from the

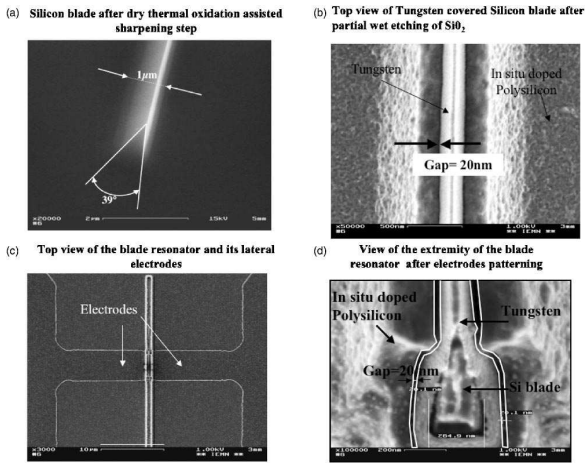


FIG. 2. SEM micrograph at different stages of the process.

Euler–Bernoulli theory) have been fabricated, with a 20 nm lateral gap d_0 as shown in Fig. 2(d).

The fabricated devices transmission response is characterized under vacuum condition (pressure less than 10^{-5} Torr), causing negligible air damping. Figure 3(a) shows a signal amplification compared to the continuous level around 1.08 GHz, followed by a strong attenuation peak around 1119 MHz, exhibiting a Q factor of 4300. In the case of the Fig. 3(b), the amplification peak occurs at 2475 MHz, with a Q factor of 62, while the attenuation peak is around 2525 MHz. The results shown in Figs. 3(a) and 3(b), are attributed to the excitation of the resonator on its two first flexural modes (1.08 and 2.475 GHz), while the attenuation peaks are due to the static feedthrough capaci-

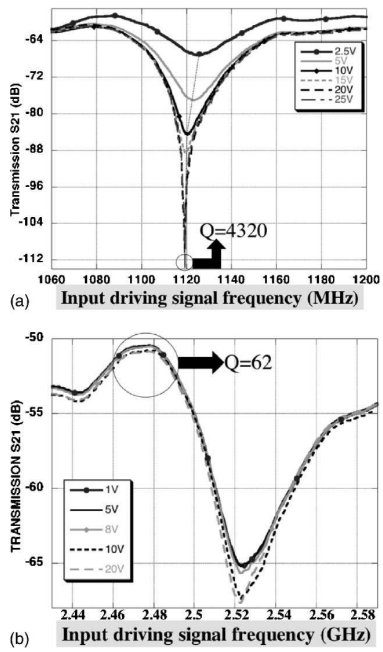


FIG. 3. Blade resonator transmission response vs the V_{dc} bias voltage and the driving signal frequency f_{in}, given a 15 dBm driving signal power P_{in}: (a) f_{in} is ranging from 1.06 up to 1.2 GHz; (b) f_{in} is ranging from 2.43 up to 2.59 GHz.

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

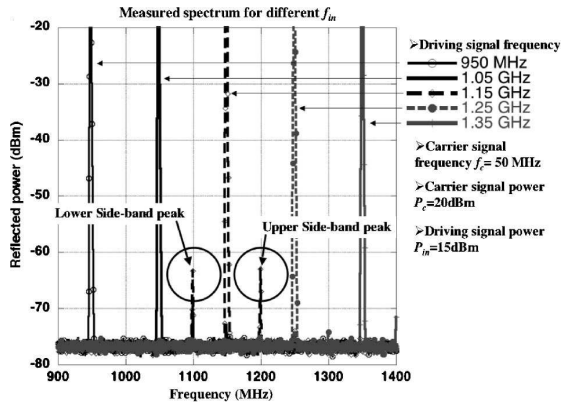


FIG. 4. Measured frequency spectrum of the reflected power, given a 15 dBm driving signal power P_{in}, a 50 MHz carrier signal frequency f_c, and a 20 dBm carrier signal power P_c: (a) frequency spectrum vs the driving signal frequency f_{in}; the sweeping frequency is varied between 0.9 and 1.4 GHz; V_{dc} bias voltage is set to 1.5 V.

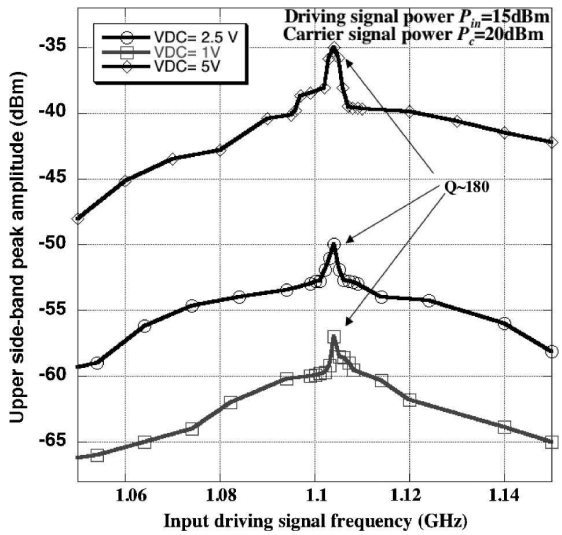


FIG. 5. Amplitude (dBm) of the upper side-band peak in reflection vs the V_{dc} bias voltage and the driving signal frequency f_{in}, given a 50 MHz carrier signal frequency f_c, a 20 dBm carrier signal power P_c, and a 15 dBm driving signal power P_{in}.

tance C_0 presence between the two lateral electrodes, in parallel to the electrical equivalent $R_mL_mC_m$ serial circuit modeling the resonator mechanical behavior (also called motional branch).[6] The disagreement between the measured resonance frequency and its theoretical value is about 1.6% and 22.6%, for the first mode and the second mode, respectively. In both cases, the tuning of the absorption peak frequency position versus the V_{dc} signal level is demonstrated. For the first mode, the error percentage between the estimated parallel resonance peak position and its measured position is less than 7%. For each case, we associate the imbalance between the amplification of the signal and the strong attenuation peak to a large value of C_0 (0.42 fF), responsible of the parallel resonance, in combination with a nonlinear mechanical behavior induced by high excitation voltage (vibration amplitude higher than $0.1\times d_0$ when $V_{dc}>10$ V).[7] These two effects contribute to lead to distortion of the measured signal, altering the pass band,[7] and make the true performance parameters of the resonator difficult to extract, especially the Q factor.

Therefore, a mixing-based measurement setup[6] is performed in order to suppress parasitic feedthrough currents by moving motional currents away from them in the frequency domain and allow characterization of the resonator with lower electromechanical coupling (in order to avoid the pass band distortion arising from mechanical nonlinearities). A carrier signal ν_c with a frequency $f_c=50$ MHz is applied to the resonator, added to the dc bias voltage V_{dc}, while the driving excitation voltage is still applied to the input electrode. The resonator displacement modulates the carrier, creating side band peaks at the frequencies $(f_{in}+f_c)$ and $(f_{in}-f_c)$ [Fig. 4(a)], the amplitude of which is maximum when the driving signal frequency is around 1.104 GHz (Fig. 5), namely the fundamental resonance frequency of the tested device. The difference with the resonance frequency measured by direct transmission setup, is attributed, as already mentioned, to the mechanical nonlinearities induced by high excitation level required in that case. The resulting large deformations affect the mechanical response of the resonator, tilting its resonance peak to lower frequencies.[7]

Device Q factor at the resonance extracted from curves in Fig. 5 is 180. This low value is attributed to high dissipation losses into anchors due to high surface area at the blade base (24 μm^2). Higher Q factor can be expected if the blade length is reduced, but at the same time it will reduce the transduction efficiency. A tradeoff must be found in order to maximize the motional current value.

In conclusion, an innovative architecture of high-frequency nanoelectromechanical silicon resonator based on a blade geometry was demonstrated, in combination with a self-aligned process for definition of nanogap lateral electrostatic transducers. Electrode-to-resonator gap as low as 20 nm was obtained, characterization of fundamental resonance and second mode at, respectively, 1.104 and 2.475 GHz was demonstrated.

This work was supported by the European Union under Contract No. IST-1999-10945. The authors would like to thank S. Lepillet and D. Ducatteau for their valuable help during the devices characterization, and in the same way the IEMN Process Team, for their assistance in the fabrication process.

[1]P. H. Huang, IEEE Trans. Electron Devices **35**, 744 (1988).
[2]F. D. Bannon III, J. R. Clark, and C. T.-C. Nguyen, IEEE J. Solid-State Circuits **35**, 512 (2000).
[3]E. Quévy, B. Legrand, D. Collard, and L. Buchaillot, Proc. IEEE MEMS'03, Kyoto, Japan, 2003, P. 157.
[4]J. Wang, J. E. Butler, T. Feygelson, and C. T.-C. Nguyen, Proc. IEEE MEMS'04, Maastricht, Netherlands, 2004, P. 641.
[5]S. S. Rao, *Mechanical Vibrations*, 3rd ed., (Addison-Wesley, Reading, MA, 1995).
[6]J. Cao and C. T.-C. Nguyen, Proc. Transducers'99, Sendai, June 1999, P. 1826.
[7]V. Kaajakari, T. Mattila, A. Oja, and H. Seppä, J. Microelectromech. Syst. **13**, 715 (2004).

Downloaded 12 Mar 2012 to 194.57.171.11. Redistribution subject to AIP license or copyright; see http://apl.aip.org/about/rights_and_permissions

494 IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS, VOL. 29, NO. 5, MAY 2008

In-Plane Silicon-On-Nothing Nanometer-Scale Resonant Suspended Gate MOSFET for In-IC Integration Perspectives

C. Durand, F. Casset, P. Renaux, N. Abelé, B. Legrand, D. Renaud, E. Ollier, P. Ancey, A. M. Ionescu, and L. Buchaillot

***Abstract*—A 14-MHz in-plane nanoelectromechanical resonator based on a resonant-suspended-gate (RSG) MOSFET principle and integrated in a front-end process is demonstrated. The devices are in-plane flexural vibration mode beams ($L = 10$ μm, $w = 165$ nm, and $h = 400$ nm) with 120-nm gaps. This letter details the design and process flow fabrication steps. Then, the electrical device characteristics are demonstrated, comprising static and dynamic studies around the resonant frequency. Devices enable the comparison of a pure capacitive detection with the RSG-MOSFET-based detection on the same component, showing a 4.3-dB-huge peak. Due to its output signal amplification and in-IC integration potentialities, the RSG-MOSFET-based detection is ideal for any type of nanoelectromechanical structure displacement detection.**

***Index Terms*—In-IC integration, in-plane resonator, nanometer-scale resonator, resonant suspended gate (RSG) MOSFET, silicon on nothing (SON).**

I. Introduction

FOR THE first time, an in-plane nanoelectromechanical (NEM) resonator based on a resonant suspended gate (RSG) MOSFET principle [1], [2] and integrated in a front-end process is demonstrated. Advanced silicon-on-nothing (SON) technology [3] based on industrial 8-in tools is used to fabricate RSG-MOSFETs with high in-IC integration capabilities.

This letter reports on the design, fabrication process, measurement setup, and experimental results of a 14-MHz NEM resonator and compares a classic capacitive detection [4] with a MOSFET-based detection. Operational dc and vibrating characteristics of laterally excited nanogap RSG-MOSFETs are also reported for the first time. The proposed process and fabricated resonators enable the in-IC integration of off-chip modules such as time reference functions with significant cost, size, and consumption reduction [5].

Manuscript received December 31, 2007; revised February 8, 2008. The review of this letter was arranged by Editor K. De Meyer.

C. Durand is with the STMicroelectronics, 38926 Crolles, France, with the Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN), CNRS UMR 8520, 59652 Villeneuve d'Ascq, France, and also with the Commissariat à l' Énergie Atomique (CEA)/Laboratoire d'Électronique et Technologies de l'Information (LETI), Micro and Nanotechnology Innovation Centre (MINATEC), 38054 Grenoble, France (e-mail: cedric.durand@st.com).

F. Casset, P. Renaux, D. Renaud, and E. Ollier are with the Commissariat à l' Énergie Atomique (CEA)/Laboratoire d'Électronique et Technologies de l'Information (LETI), Micro and Nanotechnology Innovation Centre (MINATEC), 38054 Grenoble, France.

N. Abelé and P. Ancey are with the STMicroelectronics, 38926 Crolles, France.

B. Legrand and L. Buchaillot are with the Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN), CNRS UMR 8520, 59652 Villeneuve d'Ascq, France.

A. M. Ionescu is with the Electronics Laboratory (LEG), École Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), 1015 Lausanne, Switzerland.

Color versions of one or more of the figures in this letter are available online at http://ieeexplore.ieee.org.

Digital Object Identifier 10.1109/LED.2008.919781

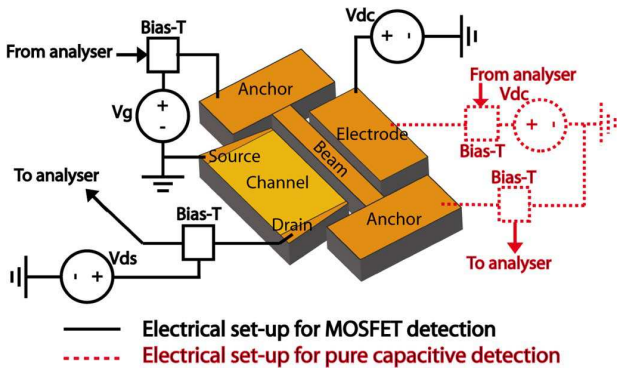


Fig. 1. Principle schematic and electrical characterization setup of the RSG-MOSFET device.

II. Device Design and Fabrication

The lateral MOSFET is composed of a vibrating gate and a channel separated from the mobile gate by an insulator and an air gap (Fig. 1). Drain and source are placed in the same horizontal plane as the gate. The mobile-gate (beam) vibration at resonance frequency modulates the mobile charges of the MOS conductive channel formed along the lateral etched sidewall and, consequently, the drain current. The design and the proposed process enable the integration of both capacitive [4] and amplified detections using the MOSFET intrinsic gain (tailored by the transistor transconductance $i_{\rm ds} = \nu_{\rm gs} \times g_m$).

Devices were fabricated by using the SON technology [3] to achieve sub-100-nm gaps and 400-nm-thick single-crystal silicon resonators using only front-end processes [4], [6] and materials, ensuring the in-IC integration capabilities. The fabrication-process flow presented in [4] and [6] is resumed in Fig. 2. It starts with the patterning of active areas through a thermal SiO_2 layer. A SiGe sacrificial layer is then grown by selective epitaxy and followed by a low boron-doped (10^{16} at/cm^3) nonselective single-crystal silicon epitaxy. Phosphorous dopants are implanted (10^{19} at/cm^3) to define gate,

0741-3106/$25.00 © 2008 IEEE

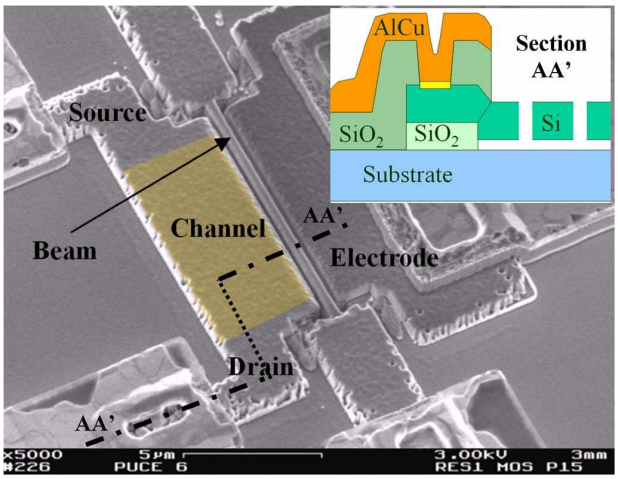


Fig. 2. Perspective SEM picture of a beam ($L = 10$ μm, $w = 165$ nm, and $d = 120$ nm).

source, and drain. E-beam lithography is used to define gaps and the resonator structure, leading to a 47-nm gap resolution. The 400-nm-thick silicon structural layer is then etched by an anisotropic plasma to define air gaps. After dopant diffusion and activation annealing steps, structures are released by an isotropic plasma etch of the SiGe sacrificial layer. The released structures were protected by a nonconformal SiO_2 deposition to allow metal pad deposition. Fig. 2 shows a picture of a suspended RSG-MOSFET.

III. Measurement Setup

RF characterizations are performed by using an Agilent 8753E network analyzer. Fig. 1 shows the two measurement configurations for comparing capacitive and MOSFET detections on the same device.

For a capacitive-detection measurement [4], the transmitted signal through the resonator is measured between the vibrating beam and the electrode of the device. A bias voltage $V_{\rm dc}$ is applied on the electrode; the beam and the substrate are grounded to avoid any pull-in effect of the structure.

For a MOSFET-detection measurement, three bias voltages are applied: the electrode $V_{\rm dc}$, the gate voltage V_g, and the drain voltage $V_{\rm ds}$. Optimal V_g and $V_{\rm ds}$ values for dynamic characterization were extracted from the static MOSFET characteristics $I_d(V_g)$ shown in Fig. 3 as well as $I_d(V_{\rm ds})$.

IV. Experimental Results

Fig. 3 shows the static electrical $I_d(V_g)$ measured characteristics of the MOSFET transistor. The threshold voltage $V_{\rm th}$ is 2 V. An OFF-state leakage current of 0.1–1.3 μA depending quasi-linearly on $V_{\rm ds}$ is observable at $V_g = 0$ V. It is attributed to a photolithography misalignment when protecting channel from phosphorous implants. Indeed, channel surface was partially implanted on a few nanometer widths, generating a 2.1-MΩ short-circuit resistor in parallel of the transistor, explaining the high leakage current and its quasi-linear dependence on $V_{\rm ds}$. Optimal operating points were defined from

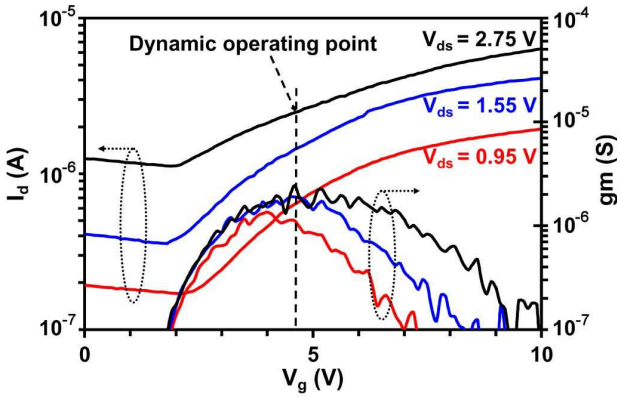


Fig. 3. Static MOS characteristics $I_d(V_g)$ and $G_m(V_g)$.

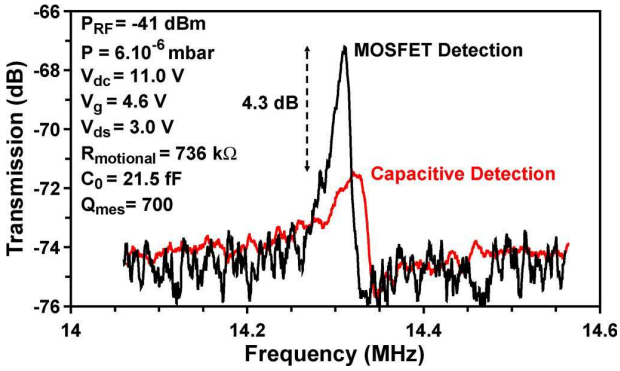


Fig. 4. Capacitive- and MOSFET-detection comparison on the dynamic response of the NEMS ($L = 10$ μm, $w = 165$ nm, and $d = 120$ nm).

static characteristics: V_g being 4.6 V corresponding to the maximum of transconductance and $V_{\rm ds}$ being 3 V corresponding to the saturation region, with an OFF-state leakage of 1.4 μA.

Fig. 4 compares the resonant amplitude response between capacitive and MOSFET detections, on the same structure ($L = 10$ μm, $w = 165$ nm, and $d = 120$ nm). The fundamental resonance frequency was measured to be 14.33 and 14.31 MHz with capacitive and MOS detections, respectively. The slight discrepancy between the two measurements is explained by the different bias conditions of actuation between the MOS and capacitive detections. The frequency shift is mainly due to the MOSFET channel surface potential which is set to zero in the case of the capacitive detection. Measurements are in good agreement with mechanical analytical calculations and FEM simulations, giving 14.43 and 14.42 MHz, respectively, being independent of the detection principle. The extracted motional resistance R_m is 736 kΩ, and the C_0 capacitance is 21.5 fF. The MOSFET detection yields a +4.3 dB signal amplification compared with the capacitive detection due to the MOSFET intrinsic gain. This amplitude could be increased first by optimizing the transistor design (channel width/length ratio), hence enabling a higher g_m, and second by limiting the leakages. In this way, the SiGe layer has to be completely etched, and the SiO_2 insulation layer has to be thicker.

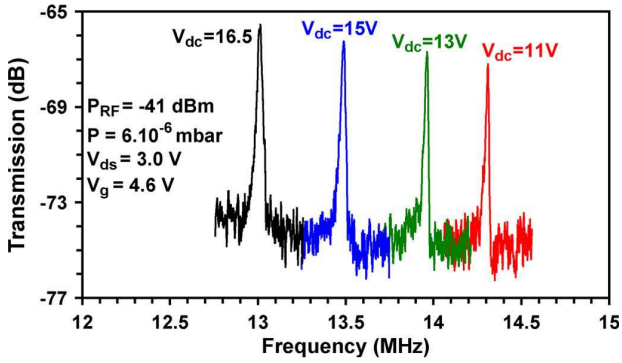


Fig. 5. Influence of V_{dc} variation on the dynamic response of the NEMS ($L = 10\ \mu$m, $w = 165$ nm, and $d = 120$ nm) using the MOSFET detection.

Fig. 5 shows the influence of the beam polarization on the output signal using the MOSFET detection. Its amplitude increases with V_{dc} due to the larger beam vibration amplitude caused by the larger electrostatic excitation. The effect is also reinforced by the air-gap reduction induced by the increase in V_{dc}. On the other hand, the electrostatic field increases with V_{dc} and acts as a negative stiffness, shifting down the resonant frequency of 10% for a 5.5 V V_{dc} variation. The influence of V_{ds} on the device response was also investigated. Results show an increase in the resonant peak amplitude with V_{ds}, as predicted on static characteristics for a given V_g of 4.6 V, due to the increase in g_m with V_{ds}. Moreover, a V_{ds} variation from 2.0 to 3.5 V induces a 0.16% decrease in the resonant frequency. This effect is negligible regarding the shift induced by V_{dc}.

Dependence of resonators' behavior with environmental conditions was studied in [4] on similar devices. Resonant frequencies shift down quasi-linearly with temperature (from -50 °C to 100 °C), giving a temperature coefficient of frequency of -32 ppm/°C. Quality factors were found to be maximum and constant at low pressure (< 1 Torr), whereas they decrease at higher pressures, showing that even for nanoscaled beams, air damping remains the major source of dissipation.

V. Conclusion

We fabricated and experimentally demonstrated, for the first time, a fully operational in-plane 14-MHz RSG-MOSFET resonator with intrinsic tunable amplification. The unique large gain, in terms of peak detection amplitude, makes this new device ideal for any type of NEM structure displacement detection. Future works will focus on reliability issues such as fatigue [7], packaging, and in-IC integration for industrial perspectives.

References

[1] N. Abelé, R. Fritschi, K. Boucart, F. Casset, P. Ancey, and A. M. Ionescu, "Suspended-gate MOSFET: Bringing new MEMS functionality into solid-state MOS transistor," in *IEDM Tech. Dig.*, Washington, DC, Dec. 5–7, 2005, pp. 479–481.

[2] D. Grogg, D. Tsamados, N. D. Badila, and A. M. Ionescu, "Integration of MOSFET detection in MEMS resonators for improved output detection," in *Proc. Transducers*, Lyon, France, Jun. 10–14, 2007, pp. 1709–1712.

[3] S. Monfray, T. Skotnicki, Y. Morand, S. Descombes, M. Paoli, P. Ribot, A. Talbot, D. Dutartre, F. Leverd, Y. Le Friec, R. Pantel, M. Haond, D. Renaud, M.-E. Nier, C. Vizioz, D. Louis, and N. Buffet, "First 80 nm SON (Silicon-On-Nothing) MOSFETs with perfect morphology and high electrical performance," in *IEDM Tech. Dig*, Washington, DC, Dec. 3–5, 2001, pp. 2971–2974.

[4] C. Durand, F. Casset, B. Legrand, M. Faucher, P. Renaux, D. Mercier, D. Renaud, D. Dutartre, E. Ollier, P. Ancey, and L. Buchaillot, "Characterization of In-IC integrable in-plane nanometer scale resonators fabricated by a silicon on nothing advanced CMOS technology," in *Proc. MEMS*, Tucson, AZ, Jan. 13–17, 2008, pp. 1016–1019.

[5] C. T.-C. Nguyen, "Vibrating RF MEMS technology fuel for an integrated micromechanical circuit revolution?" in *Proc. Transducers*, Seoul, Korea, Jun. 5–9, 2005, pp. 243–246.

[6] C. Durand, F. Casset, P. Ancey, F. Judong, A. Talbot, R. Quenouillère, D. Renaud, S. Borel, B. Florin, and L. Buchaillot, "Silicon on nothing MEMS electromechanical resonator," in *Proc. DTIP*, Stresa, Italy, Apr. 25–27, 2007, pp. 326–331.

[7] A. George, A. Jacques, and M. Legros, "Low-cycle fatigue in silicon: Comparison with fcc metals," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 30, no. 1, pp. 41–56, Jan. 2007.

IEEE ELECTRON DEVICE LETTERS, VOL. 31, NO. 1, JANUARY 2010 23

Fabrication of 24-MHz-Disk Resonators With Silicon Passive Integration Technology

Marc Sworowski, François Neuilly, Bernard Legrand, Anand Summanwar, Pascal Philippe, and Lionel Buchaillot, *Member, IEEE*

***Abstract*—A new approach for the fabrication of large contour-mode single-crystal silicon resonators has been demonstrated without the use of SOI substrates. Twenty-four-megahertz disk resonators have been built thanks to industrial facilities dedicated to the integration of passive components on silicon and exhibit a good compromise between the quality factor higher than 50 000 and the motional resistance of a few kiloohms.**

***Index Terms*—Bulk micromachining, microelectromechanical systems (MEMS), microresonator, single-crystal silicon.**

I. Introduction

SILICON-BASED systems-in-package (SbSiP) have been demonstrated to be complementary to systems-on-chip for improving the number of functions embedded in mobile electronic appliances as they take advantage of multiple processes of fabrication dedicated to specific functions such as radio-frequency (RF) [1]. Solutions proposed by NXP Semiconductors for RF transceivers combine the active die and an interconnecting silicon substrate that integrates passive components such as high-Q RF inductors, resistors, and high-density capacitors [2], [3].

Many investigations are also conducted in order to replace macroscale quartz resonators used in communication clock reference. Microelectromechanical systems (MEMS) are an alternative that meets the concerns of miniaturization and integration. Disk or square silicon MEMS resonators vibrating on a extensional mode thanks to capacitive transducers are potential candidates [4]–[7]. Their fabrication is either based on surface micromachining of a polysilicon layer [6], [7] or on bulk micromachining of SOI substrates [4], [5]. While surface micromachining technologies do not need any specific and costly substrate, MEMS fabricated in SOI benefit from a crystalline material that minimizes internal friction and from a higher thickness that improves the electromechanical coupling coefficient and the effective stiffness. These criteria participate to the reduction of the motional resistance and to the increase of the power handling which are essential parameters for the design of reference oscillators.

Manuscript received September 1, 2009. First published December 8, 2009; current version published December 23, 2009. The review of this letter was arranged by Editor A. Z. Wang.

M. Sworowski was with the Innovation Center RF, NXP Semiconductors, Campus EffiScience, 14906 Caen Cedex 9, France. He is now with the SilMach, Temis Innovation, 25000 Besancon, France (e-mail: marc.sworowski@wanadoo.fr).

F. Neuilly and A. Summanwar are with the Technology Development Team, NXP Semiconductors, 14079 Caen Cedex 5, France (e-mail: francois.neuilly@nxp.com; anand.summanwar@nxp.com).

B. Legrand and L. Buchaillot are with the Nano and Microsystems Group, Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex, France (e-mail: lionel.buchaillot@isen.iemn.univ-lille1.fr; bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr).

P. Philippe is with the Innovation Center RF, NXP Semiconductors, Campus EffiScience, 14906 Caen Cedex 9, France (e-mail: pascal.philippe@nxp.com).

Digital Object Identifier 10.1109/LED.2009.2034542

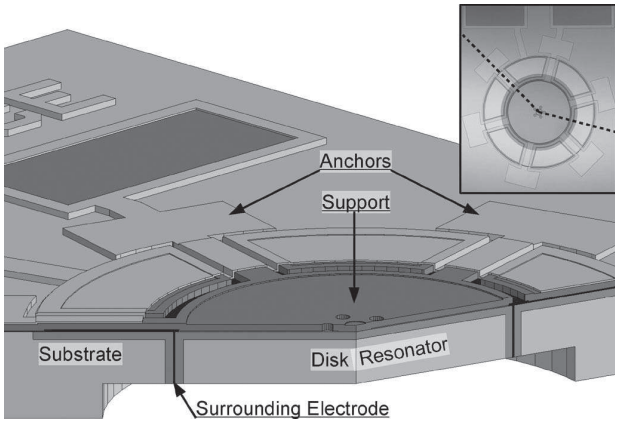


Fig. 1. Cross-sectional view of the 3-D model showing the released disk resonator micromachined in a silicon wafer. It is suspended at the center of a surrounding electrode thanks to supporting beams. (Inset) Optical microscopy top view of the disk resonator.

In this letter, we propose using the low-cost SbSiP technology initially dedicated to the integration of passive components on silicon as a mean to fabricate high-performance capacitive single-crystal silicon resonators. Micromachining large and thick devices in standard crystalline material offers the opportunity of improving the power handling and the motional resistance at low voltage while keeping a high quality factor.

II. Resonator Structure and Fabrication

A. Device Description

Fig. 1 shows the microresonator presented in this letter. The vibrating part consists in a disk suspended by six beams linking its topside center to the substrate. A surrounded electrode is used to create an electrostatic radial force that drives the vibration of the first radial-contour mode.

B. Process Flow

A 28-μm-deep circular trench is first etched to delimit the periphery of the 200-μm-diameter disk resonator in a silicon wafer that is heavily N-doped [Fig. 2(a)]. The trench is then filled with a thin sacrificial oxide and a doped polysilicon layer to form the surrounding transducer [Fig. 2(b)]. Another thicker sacrificial oxide layer covers the disk. Low-stress N-doped

0741-3106/$26.00 © 2009 IEEE

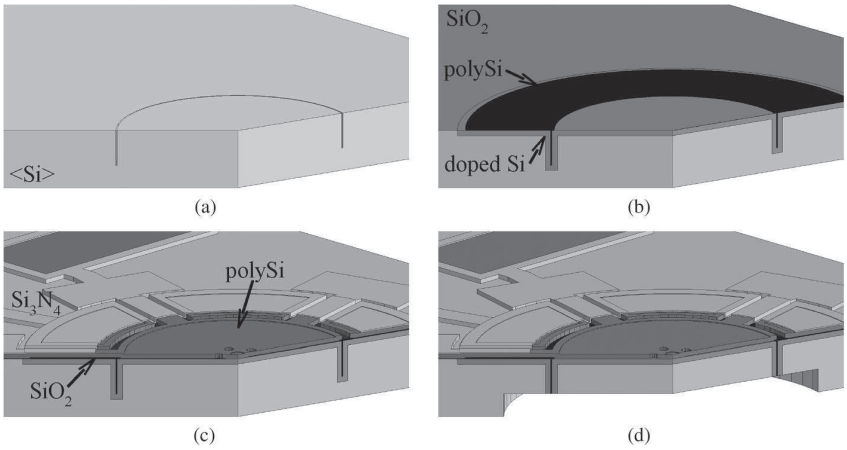


Fig. 2. Main steps of the fabrication process. (a) Trench etching. (b) Filling with SiO_2 and PolySi. (c) Second sacrificial oxide and support beams formation. (d) Resonator releasing.

TABLE I
RESONATOR DIMENSIONS AND CHARACTERISTIC PARAMETERS DETERMINED AT $V_{dc} = 5$ V IN VACUUM (AND IN AIR)

Parameters	Notation	Value
Resonator radius	R_{ref}	100 μm
Resonator thickness	t	20 μm (25 μm at periphery)
Anchor radius	R_{anc}	10 μm
Transducer gap	d	110 nm
Effective mass	m	$550 \cdot 10^{-12}$ kg
Effective stiffness	k	$13 \cdot 10^6$ N/m
Quality factor	Q	53 000 (13 000 in air)
Resonance frequency	f_0	24.0 MHz
Parallel parasitic cap.	C_{pp}	1.2 pF
Static capacitance	C_0	0.6 pF
Motional resistance	R_m	2.1 kΩ (8.8 kΩ in air)
Motional inductance	L_m	740 mH
Motional capacitance	C_m	60 aF
Critical vibration	X_{vib}	30 nm
Mechanical power-handling	P_M	16 μW (65 μW in air)

polysilicon is deposited and patterned to ensure the suspension of the disk [Fig. 2(c)]. This resonating part is cut from the substrate thanks to a deep reactive ion etching step performed at the wafer backside. The backside hole meets the trench and leaves a minimum thickness of 20 μm at the disk center. The resonator is finally released in a concentrated HF solution and dried with supercritical CO_2 [Fig. 2(d)].

III. FREQUENCY VERSUS DIMENSIONS

The geometry of our design actually does not meet the assumptions made by Onoe to establish the exact solution of equations governing the contour vibrations of circular plates [8]. Second-order effects due to the anisotropic elasticity of single-crystal silicon, the resonator thickness and the anchor width that both represent about one tenth of the disk diameter become significant. Thus, a 3-D finite element model (FEM) is built to study the influence of geometric parameters on the first radial-contour resonance frequency.

A modal analysis, taking into account the parameters summarized in Table I leads to the elongation-mode shape shown in Fig. 3 at a frequency of 24.2 MHz. In this simulation, the resonator thickness is 20 μm. This dimension has actually been

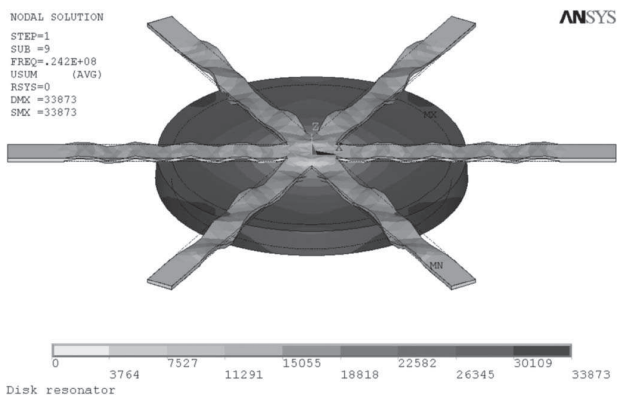


Fig. 3. Elongation mode of the disk resonator around reference dimensions. Mode shape simulated at 24.2 MHz for the geometry of reference.

determined thanks to FEM to minimize the frequency deviation due to uncertainty of the backside etching depth. Precision of ±200 ppm for the frequency may be reached when the thickness is controlled with a precision of ±10%.

Cumulative effects of the process variations are at the origin of the 0.2% standard deviation for the resonance frequency measured on devices located in 180-mm^2 samples.

IV. ELECTROMECHANICAL CHARACTERISTICS

The device is characterized in a vacuum chamber using an impedancemeter 4294 A from Agilent. The impedancemeter delivers a dc bias voltage V_{dc} superimposed with an ac signal V_{ac}. Fig. 4 shows the impedance spectra in magnitude and phase at the vicinity of the 24.0-MHz operating frequency (f_0). Measurements have been made in air and in vacuum for $V_{ac} = 100$ mV and $V_{dc} = 2.5$ V or 5 V. Resonance and antiresonance peaks are observed in the impedance spectra. Influence of pressure is clearly visible, yielding a shift of the resonance peak toward higher frequency when the pressure increases, accompanied by the decrease of the quality factor. A quality factor Q as high as 53 000 ± 2000 was observed in vacuum [Fig. 4(a)]. Q and f_0 are constant for pressure condition lower than 50 torr. In air [Fig. 4(b) and (c)], f_0 is slightly

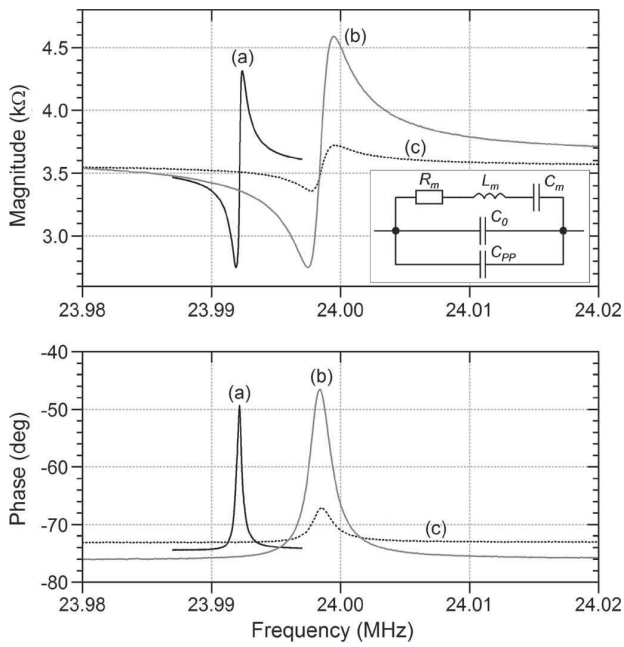


Fig. 4. Impedance spectra of the disk resonator measured with a drive signal $V_{\rm ac} = 100$ mV (a) in vacuum ($P < 50$ torr) for $V_{\rm dc} = 2.5$ V, (b) in air for $V_{\rm dc} = 5.0$ V, and (c) in air for $V_{\rm dc} = 2.5$ V. (Inset) Electrical equivalent circuit of the resonator (C_0, R_m, L_m, C_m) in parallel with a parasitic capacitance ($C_{\rm PP}$).

increased by 200 ppm and Q remains higher than $13\,000 \pm 500$. These values demonstrate the operating pressure has actually a low influence, as expected for such a bulk mode resonator.

This silicon resonator exhibits also a good stability versus temperature variations. The thermal coefficient of frequency variations has been measured to -20.9 ppm/°C in the 25 °C to 50 °C range.

Electrical parameters are then extracted using an equivalent circuit composed of the static capacitance C_0 of the capacitive transducer, in parallel with the motional branch R_m, L_m, C_m of the resonator. A parasitic capacitance $C_{\rm PP}$ is also introduced in parallel to this basic model to take into consideration the parasitic elements brought by the substrate, connections, and apparatus. All these parameters are summarized in Table I as well as the mechanical lumped model associated to this design. The narrow air-gap combined with the wide electrode area due to the thick and broad disk yield an important static capacitance of 0.6 pF and a high electromechanical coupling coefficient. Direct consequence is a low motional resistance R_m that has been estimated to 2.1 kΩ in vacuum under $V_{\rm dc} = 5$ V.

As demonstrated in [9], the level of bias voltage $V_{\rm dc}$ plays an important role in capacitive transducers. The first effect is the electrical stiffness directly proportional to $V_{\rm dc}^2$. It tends to shift the resonance peak to a lower frequency. Our design is not very sensitive to perturbations on $V_{\rm dc}$. Fig. 4(b) and (c) shows a variation of 5 ppm between $V_{\rm dc} = 2.5$ V and 5 V. Second, high level of bias tension and driving signal produce anharmonic effects called electrical nonlinearities that limit the vibration amplitude $X_{\rm vib}$. The prototype may reach peak amplitude of 30 nm (in vacuum for $V_{\rm ac} = 250$ mV-peak and $V_{\rm dc} = 5$ V) before hysteresis appears in the impedance spectrum. The power handling $P = 16$ μW is then deduced at the limit of nonlinearity from these values and the effective stiffness k given in Table I [6].

V. Conclusion

Low-cost microfabrication tools dedicated to the integration of passive components on silicon demonstrate powerful capabilities to fabricate MEMS resonators for communication time reference. Twenty-four-megahertz silicon disk resonators presented in this letter combine most of the highlights claimed in previous works: a high quality factor for a good short-term stability, a low motional resistance to facilitate the design of the oscillator circuit, voltage levels compatible with CMOS characteristics, no impact of the operating pressure below 50 torr to facilitate packaging operations and a minimal influence of temperature to be compensated. More particularly, the quality factor of 53 000 and the power handling of 16 μW are in the same range as quartz characteristics. According to [6], these values predict the oscillator based on such a resonator may satisfy most of the RF phase-noise specification (typically -130 dBc/Hz at 1 kHz) with a margin higher than 20 dBc/Hz. Hence, the high stability provides the opportunity to fully integrate the RF functions in a SbSiP where electronics of the active die may compensate the previously determined frequency offset due to processing variations.

Acknowledgment

The authors would like to thank Dr. P. Gamand for his support to the project. The authors would also like to thank the help of the staff of NXP and IEMN cleanrooms for device processing.

References

[1] F. Murray, F. LeCornec, S. Bardy, C. Bunel, J. Verhoeven, F. van den Heuvel, J. Klootwijk, and F. Roozeboom, "Silicon based system-in-package: A new technology platform supported by very high quality passives and system level design tools," in *Proc. Top. Meeting Silicon Monolithic Integr. Circuits RF Syst.*, 2007, pp. 149–153.

[2] P. Philippe and A. Oruk, "A highly miniaturized 2.4 GHz bluetooth radio utilizing an advanced system-in-package technology," in *Proc. 7th Eur. Conf. Wireless Technol.*, 2004, pp. 169–172.

[3] F. Roozeboom, A. Kemmeren, J. Verhoeven, F. van den Heuvel, J. Klootwijk, H. Kretschman, T. Fric, E. van Grunsven, S. Bardy, C. Bunel, D. Chevrie, F. LeCornec, S. Ledain, F. Murray, and P. Philippe, "More than 'moore': Towards passive and Si-based system-in-package integration (invited)," in *Proc. Microelectron. Technol. Devices SBMICRO*, 2005, pp. 16–31.

[4] V. Kaajakari, T. Mattila, A. Oja, J. Kiihamaki, and H. Seppa, "Square-extensional mode single-crystal silicon micromechanical resonator for low-phase-noise oscillator applications," *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 25, no. 4, pp. 173–175, Apr. 2004.

[5] S. Pourkamali, Z. Hao, and F. Ayazi, "VHF single crystal silicon capacitive elliptic bulk-mode disk resonators—Part II: Implementation and characterization," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 13, no. 6, pp. 1054–1062, Dec. 2004.

[6] Y.-W. Lin, S. Lee, S.-S. Li, Y. Xie, Z. Ren, and C.-C. Nguyen, "Series-resonant VHF micromechanical resonator reference oscillators," *IEEE J. Solid-State Circuits*, vol. 39, no. 12, pp. 2477–2491, Dec. 2004.

[7] J. Clark, W.-T. Hsu, M. Abdelmoneum, and C.-C. Nguyen, "High-Q UHF micromechanical radial-contour mode disk resonators," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 14, no. 6, pp. 1298–1310, Dec. 2005.

[8] M. Onoe, "Contour vibrations of isotropic circular plates," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 28, no. 6, pp. 1158–1162, Nov. 1956.

[9] V. Kaajakari, T. Mattila, A. Oja, and H. Seppa, "Nonlinear limits for single-crystal silicon microresonators," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 13, no. 5, pp. 715–724, Oct. 2004.

IOP Publishing Journal of Micromechanics and Microengineering
J. Micromech. Microeng. **19** (2009) 115009 (7pp) doi:10.1088/0960-1317/19/11/115009

Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz

B Walter[1], M Faucher[1], E Algré[1], B Legrand[1], R Boisgard[2], J-P Aimé[2] and L Buchaillot[1]

[1] IEMN, Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, CNRS UMR 8520, Avenue Poincaré BP 60069, 59652 Villeneuve d'Ascq Cedex, France
[2] CPMOH, Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne, CNRS UMR 5798, Université Bordeaux 1, 351 Cours de la Libération, 33405 Talence Cedex, France

E-mail: benjamin.walter@isen.iemn.univ-lille1.fr

Received 8 July 2009, in final form 26 July 2009
Published 5 October 2009
Online at stacks.iop.org/JMM/19/115009

Abstract
We present an integrated force probe based on a silicon bulk-mode MEMS resonator. This device uses a silicon ring with symmetrical tips vibrating in the elliptic vibration mode. The tips enable us to make mechanical interactions with surfaces or external objects. Both excitation and detection of the resonator are integrated thanks to electrostatic actuation and capacitive detection. Apart from optical and electrical characterizations of the fabricated device, we report for the first time on the interaction between the resonator tip and a hydrodynamic force applied thanks to a water droplet. This demonstrates a first step toward high frequency atomic force probes for liquid medium applications.

1. Introduction

Since its invention [1], the atomic force microscope (AFM) has rapidly spread into various research communities as a standard tool for observing surfaces at the nanoscale. Its success is based on batch-fabricated silicon tips and cantilevers that constitute a cheap, easily replaceable resonator [2]. Consequently, most of the AFM setups use external piezoelectric excitation and laser-based optical detection. For the reasons developed hereafter, this becomes unpractical for applications requiring either high-bandwidth resonator or operation in liquid media. Firstly, commercial AFM probes use flexural modes of cantilevers, and increasing the frequency of such devices above 10 MHz implies a downscaling of all dimensions. In particular, lateral dimensions have to decrease below 1–2 μm [3–5], which makes optical detection suffer from signal reduction or diffraction. Secondly, flexural modes of cantilevers are also strongly affected by hydrodynamic forces when operated in water [6, 7], which makes the force sensitivity drop by a factor 10–100 in the AFM dynamic mode.

The development of MEMS devices that offer new resonator geometries and original vibration modes is a way for increasing frequency without reaching the physical limits linked to hydrodynamics and optical issues [8]. Indeed, high frequency and high Q factor have been achieved in air using silicon bulk-mode micromechanical resonators [9–11]. The targeted applications for these components are on-chip versions of the high Q mechanical passive components and bandpass filter in the radio frequency (RF) and intermediate frequency (IF) stages of communication transceivers. The product of the frequency and the Q factor for the silicon bulk-mode resonator reaches 10^{12} to 10^{13} in air. Within optical lithography limits, bulk-mode resonators with equivalent dimensions to a typical AFM cantilever are much stiffer and exhibit a high Q factor as well as higher resonance frequency.

An AFM probe concept using a bulk-mode resonator has been presented in [12]. For the first time, we report the interaction between the resonator tip and the outside world.

2. Probe concept

The key issue for a new AFM probe is to provide a vibration mode that gives to the tip an orthogonal displacement above the sample with a minimum transverse displacement. We have

 © 2009 IOP Publishing Ltd Printed in the UK

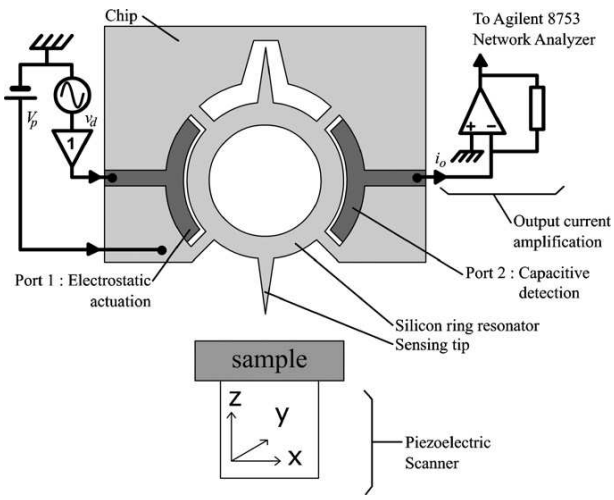


Figure 1. Silicon ring resonator and the associated setup for force sensing. The resonator is operated on the elliptical bulk mode with integrated capacitive electrodes for actuation and detection. Electrical schematic corresponds to input and output circuits located on the probe holder which allows the probe to be oriented vertically above the sample.

chosen to develop a resonating structure composed of a silicon ring of external radius R_E and internal radius R_I on which tips are symmetrically integrated. The ring resonator vibrates in the in-plane elliptic bulk mode that has four nodes located 90° apart from one another at the ring periphery. The silicon ring resonator is anchored at these nodes in order to reduce the support losses. Two tips are symmetrically integrated along one diameter of the ring where the maximum of vibration amplitude is reached in order to implement the interaction with external surfaces. One tip is used for sensing whereas the other is used to achieve the dynamical balance of the eigenmode. The resonant structure including the ring and the tips is of the same thickness t.

In order to overcome the limitation of optical motion detection, both excitation and detection are integrated. The simplest way is to use capacitive transducers with electrodes placed on both sides unoccupied by the tips. In order to use the resonator as a force sensor, the space around the sensing tip has to be free and the device must be manually movable. For this purpose, a chip defined by the backside etching of the silicon substrate holds the MEMS structure, its electrical lines and contact pads. Then this chip is extracted from the fabrication wafer and mounted onto a small holder in a vertical configuration that corresponds to figure 1.

3. Resonator design

As a first step for designing the probe, we need to know the resonance frequency dependence with respect to the dimensions of the structure. The simplest way to evaluate the resonance frequency is to isolate the ring resonator from the rest of the device, that is the tip and anchors. The resonance frequency of a free circular ring can be obtained by formula (1) developed by Kirkhope [13]:

Table 1. Parameters for equation (1).

Parameters	Significations	Values used in this paper
E (GPa)	Young's modulus	150
I (m^4)	Second moment of area of cross section about centroidal axis	$\frac{t\cdot(R_E-R_I)^3}{12}$
ρ (kg m^{-3})	Density	2300
A (m^2)	Area of the rectangular cross section	$t\cdot(R_E-R_I)$
R (m)	Centroidal radius	$\frac{R_E+R_I}{2}$
n (−)	Mode order	2
k (−)	Shear coefficient	$\frac{5}{6}$
G (GPa)	Shear modulus	$\frac{E}{2(1+\upsilon)}$
ν (−)	Poisson's ratio	0.22

$$f_n = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{EI}{2\pi\rho AR^4}\cdot\frac{n^2(n^2-1)^2}{n^2+1}\cdot\frac{1}{1+n^2\alpha}}, \qquad (1)$$

where $\alpha = \frac{EI}{kGAR^2}$. The parameters are described in table 1. The material used for all the resonant structures is polycrystalline silicon.

This formula gives the resonance frequency of a free-standing circular ring. The elliptic mode is found for $n = 2$. The resonance frequency depends only on the polycrystalline silicon parameters and the internal and external radii.

The resonance frequency given by formula (1) is plotted in straight lines in figure 3(*a*) for different external radius values versus the ratio of external radius over internal radius. For a 10 μm external radius and 5 μm internal radius, the resonance frequency is predicted at 75 MHz thus confirming that very high frequency (VHF) is reachable by using resonators defined by optical lithography.

In order to refine the resonance frequency of the entire probe that takes into account the tips and the anchors, we performed three-dimensional finite element simulations (FEM).

At first, we simulate as a reference a ring with completely free boundary conditions and we plot this result with the analytic formula (1). In figure 2(*a*), symbols represent ANSYS FEM performed at the corresponding dimensions of rings. We can see in figure 2(*b*) the elliptic mode of the simulated free ring.

As the second step, we study the influence of the anchors on the resonance frequency. External and internal radii are fixed respectively to 50 μm and 40 μm and an anchored resonator with tips is simulated. The dimensions of the tips are also fixed to 35 μm in length and 15 μm in width. In the FEM study, we vary both the width and length of the anchors. For different values of width w, we plot the resonance frequency obtained numerically versus the length l of the anchor. The results are shown in figure 3.

The resonance frequency of a free ring is materialized on the graph by the horizontal line. The influence of long and thin anchors on the resonance frequency is only a few percent.

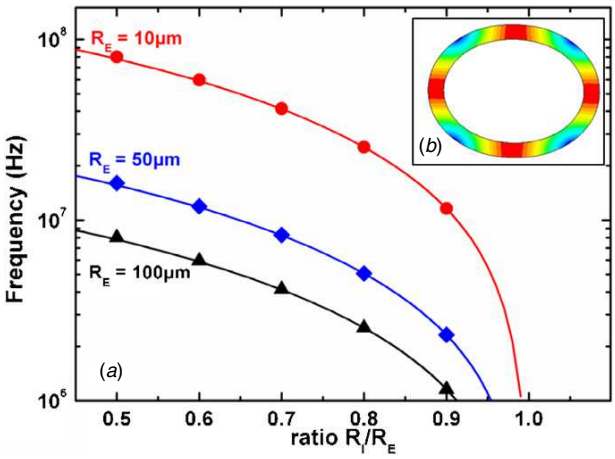


Figure 2. (*a*) Modeled and simulated resonance frequency of a free silicon ring versus dimensions, (*b*) ANSYS FEM of a free ring resonating in the elliptic bulk mode.

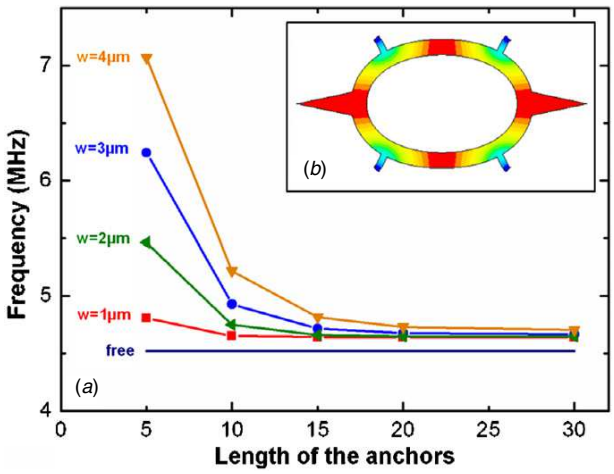


Figure 3. (*a*) Simulated resonance frequency of an anchored ring with its tips, (*b*) FEM of an anchored ring with its tips. FEM validates that the tips are at the maximum vibration amplitude at the mode and that the anchors remain at the node of the elliptic mode.

In contrast, with a larger or shorter anchor, the increase of the resonance frequency reaches 50%. A large increase of the resonance frequency means that the influence of the anchors on the vibration mode is non negligible.

The fabrication technology, such as UV lithography or deep reactive ion etching, imposes some design rules. We have to make a trade-off between anchors which do not influence the resonance frequency too much and the minimum feature size given by the fabrication technology. Thus we set the width of the anchor to 2.5 μm. Then the anchor length can be set depending on the size of the ring according to the targeted resonance frequency.

4. Fabrication

The fabrication process starts from a 5 μm polycrystalline silicon device layer atop of a 2 μm buried low temperature oxide (LTO) deposited on a crystalline silicon ⟨1 0 0⟩ substrate. First a 300 nm LTO layer is deposited in order to perform electrical insulation of the resonator signal and excitation coplanar access lines. The resonant structure and its electrical lines are defined by a Bosch-type anisotropic plasma etching of the top silicon layer (figure 4(*a*)). In order to avoid electrode bending during HF release, a low pressure chemically vapor deposited (LPCVD) silicon nitride is deposited and patterned (figure 4(*b*)). The sidewalls of the etched trenches are covered by LTO (figure 4(*c*)). Then a 6 μm LPCVD polysilicon layer is deposited (figure 4(*d*)) [14] and etched to form the electrodes, using the 300 nm LTO oxide as a stopping layer (figure 4(*e*)). Finally, to be able to extract the resonator chip including signal lines and support, a backside Bosch process is performed. This etching step removes the silicon from the backside around the chip and under the resonator. Then, the resonator is released using wet etching of the 300 nm LTO and the sacrificial lateral oxide gap (figure 4(*f*)). Once the releasing is done, each resonator can individually be picked up from the wafer thanks to the backside etching design. The resonator presented in the SEM picture (figure 5) and studied in the following section is a ring resonator, the external and internal radii of which equal 110 μm and 85 μm, respectively. The length of the anchors is 5 μm and the width is 2.5 μm. The symmetrical tips are 60 μm long. The thickness of the resonant structure is 5 μm, corresponding to the device layer of the SOI.

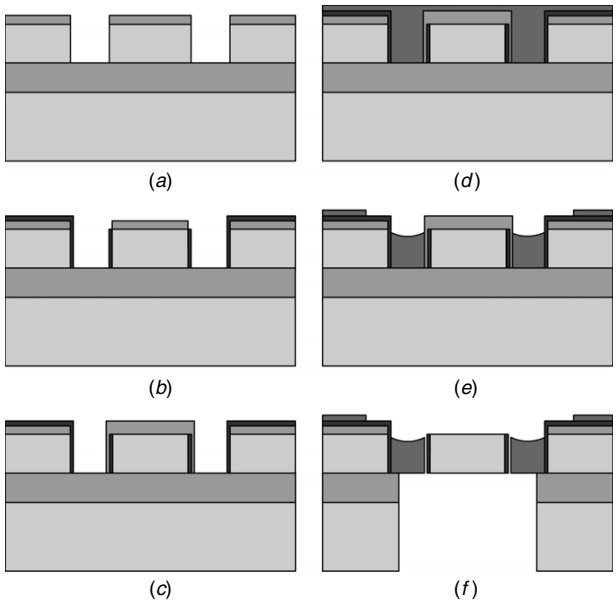


Figure 4. Fabrication process flow of the MEMS resonator.

A first device designed for 3 MHz operation has been fabricated to make a proof of concept experiment where a bulk-mode resonator can mechanically interact with an external medium.

5. Measurements and results

This section deals with the characterizations of the fabricated resonator. First of all, as described in section 2, a resonator

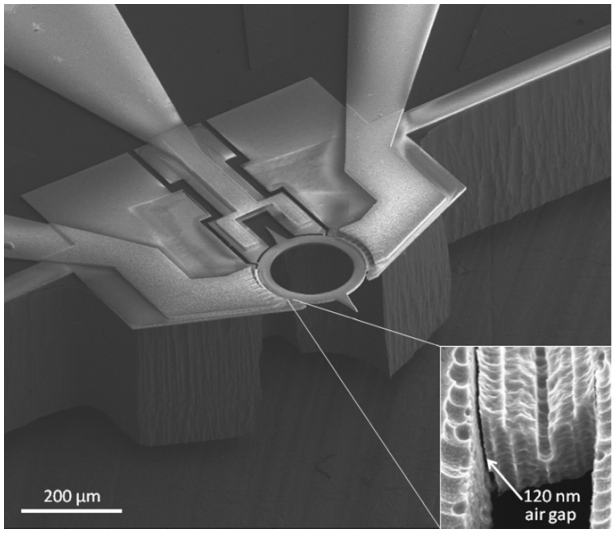


Figure 5. Scanning electron microscope (SEM) picture of the chip removed from the processed wafer. At the image center the resonant structure is present including a silicon ring and the tips. Input and output electrodes are located at each tip-less side of the ring and the other electrode provides electrical path for dc bias through the anchors. The bulk part of the SOI is etched in order to release the chip. The inset shows the air gap of 120 nm between the electrode and the ring resonator.

is individually connected to an electronic circuit board on a dedicated holder. To operate the device a dc polarization voltage V_p is applied to the ring through the anchors and an ac driving voltage v_d is applied on the input electrode through a voltage follower at the resonance frequency f_0 as illustrated in figure 1.

In order to confirm the in-plane vibrations at the tip location, we perform two optical measurements of the vibration amplitude. For this purpose, we apply a 25 V bias voltage. A Doppler vibrometry technique is used to measure the amplitude of vibration in-plane (figure 6(*a*)) and out-of-plane close to the tip location (figure 6(*b*)). The in-plane vibration measurement is obtained by illuminating the side of the resonator by a laser spot and the out-of-plane by illuminating the top of the resonator (figure 6(*c*)). This technique yields the spectrum of amplitude of vibration normalized in nanometer per volt of ac driving voltage amplitude. The main peak is detected at 2.972 MHz. The amplitude of the in-plane vibration is hundred times larger than the amplitude of the out-of-plane vibration that confirms a nearly ideal in-plane vibration mode at the tip location. The measured quality factor is around 400 at atmospheric pressure. The directivity of the tip vibrations and the measured quality factor are comparable to a commercial AFM cantilever.

The device integrates an electrical detection of the motion of the resonator. The ring resonates at f_0 and the dc biased time-varying capacitance at the output electrode produces an output current i_o. In order to make use of this electrical detection, a low input impedance current-to-voltage amplifier with a gain of 1000 V A^{-1} is connected to the output electrode as schematized in figure 1. An Agilent 8753 network analyzer is used to measure the frequency response of the system and the electrical transfer function of the MEMS resonator is extracted from the measurements. Figure 7 shows the magnitude of the device admittance $Y_{21} = i_0/v_d$ for dc voltage polarizations ranging from 10 V to 30 V applied to the resonator in the incremental step of 5 V with $v_d = 1$ V.

The resonance peak is detected between 2.97 and 2.98 MHz. The peak amplitude and the resonance frequency vary with V_p that is a known dependence for the

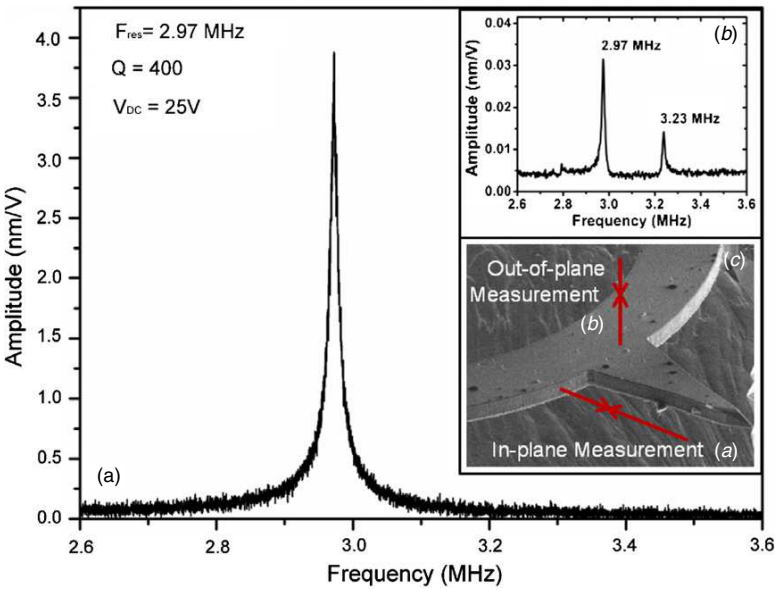


Figure 6. (*a*) Spectrum of amplitude of vibration normalized of the in-plane displacement and (*b*) the out-of-plane displacement. (*c*) SEM picture of a part of the resonant structure with a schematic represention of the locations where measurements were performed.

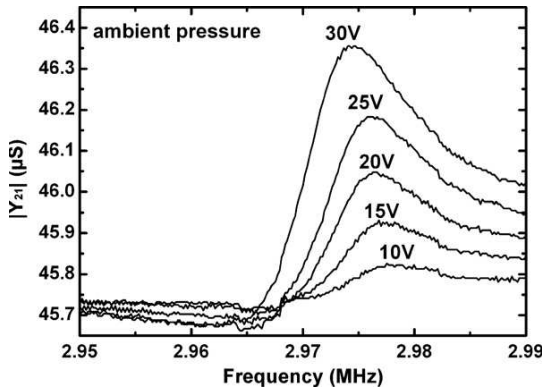


Figure 7. Admittance magnitude of the MEMS resonator measured in air and at room temperature versus the dc polarization.

electrostatically actuated resonator [15]. The resonance frequency electrically measured is in agreement with the optical measurement. Then by comparing it with figure 6, we note that 0.5 μS of electrical admittance magnitude corresponds to 4 nm of mechanical vibration amplitude. The resonator admittance signal is superimposed to a floor signal of 45.7 μS, which is due to a capacitance C_0 in parallel with the resonator [16]. C_0 is mainly due to a feedthrough between the input and the output of the device, linked to the capacitive coupling between the contact pads, the access lines and the wire bondings [17]. From the measurements, C_0 is evaluated to be of the order of 3 pF. According to the lumped model for a micromechanical resonator [18], at the resonance, the equivalent admittance comes down to C_0 in parallel with the motional admittance Y_{mot} that reads

$$Y_{\text{mot}} = \frac{Q \cdot (R_E \cdot \sin(\theta) \cdot t \cdot \varepsilon_0)^2 V_p^2}{\sqrt{k_{\text{eff}} m_{\text{eff}}} \cdot \left(\frac{t_n}{\varepsilon_n} + g\right)^4}. \quad (2)$$

Here k_{eff} and m_{eff} are the effective stiffness and mass of the resonator, g is the air gap size, θ is the angular size of the input electrode, t_n is the silicon nitride thickness and ε_n its relative permittivity. For $V_p = 30$ V, the predicted motional admittance is 0.9 ± 0.3 μS which is of the order of the peak amplitude measured at 0.6 μS. The slight difference can be explained by the gap technological fluctuations around the ring, as well as the precision of evaluation of the remaining nitride layer after releasing the structure. In term of transduction efficiency, the presence of the silicon nitride layer diminishes the motional admittance by comparison with a gap only constituted by air. However it will be useful for further experiments in a liquid medium to prevent ion-based degradation of the polysilicon electrode.

6. Resonator interactions with an external hydrodynamic force

The electrical configuration is the same as previously described with a 35 V dc bias applied. The experiment is performed as follows: we approach a water droplet thanks to a micromanipulator and we dip the vibrating tip. Once the tip is immersed, we do not move the droplet any longer and we let it evaporate. During the evaporation, the meniscus moves back and releases the tip, letting the resonator in the same state as that in the beginning. The advantage of such operation is that the interaction is not destructive in the case of wrong manipulation. Figure 8 shows the resonator and the water droplet before the immersion.

Figure 9 presents the measured interaction curves and the corresponding optical images of the experiment. Figure 9(*a*) displays the admittance magnitude versus time at the sensor resonance frequency f_0. The letters *c*, *d*, *e* and *f* in figure 9(*a*) correspond respectively to the optical images shown in figures 9(*c*), (*d*), (*e*) and (*f*). At the beginning of the experiment, the resonator and the tip vibrate at f_0 and the water droplet is away from the tip (*c*). When the tip is immersed into the water droplet (*d*), we observe a drop in the admittance magnitude of 0.4 μS. Then, the droplet progressively evaporates and the admittance magnitude increases. Before the point *e*, we observe a sudden jump due to the formation of a meniscus because of the surface defaults of the tip. At the point *e*, another meniscus appears before the complete separation of the tip from the droplet and we observe another jump. Once the tip is released, the admittance level comes back to its initial value (*f*).

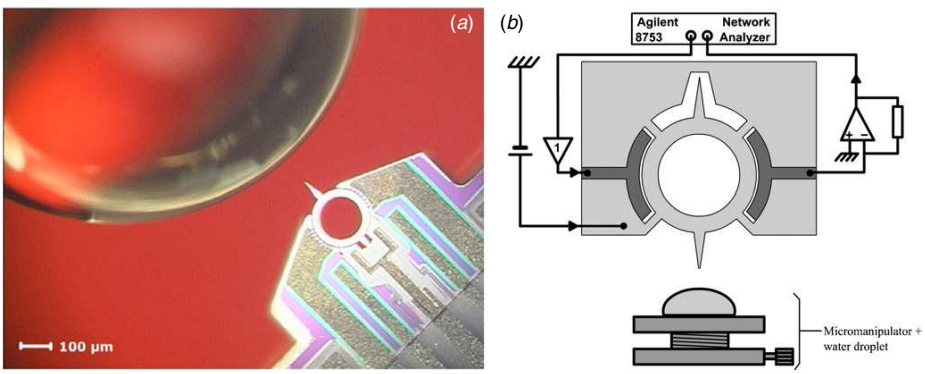


Figure 8. (*a*) Optical image of the first interaction experiment between a bulk-mode resonator and a water droplet, (*b*) schematic view of the experiment.

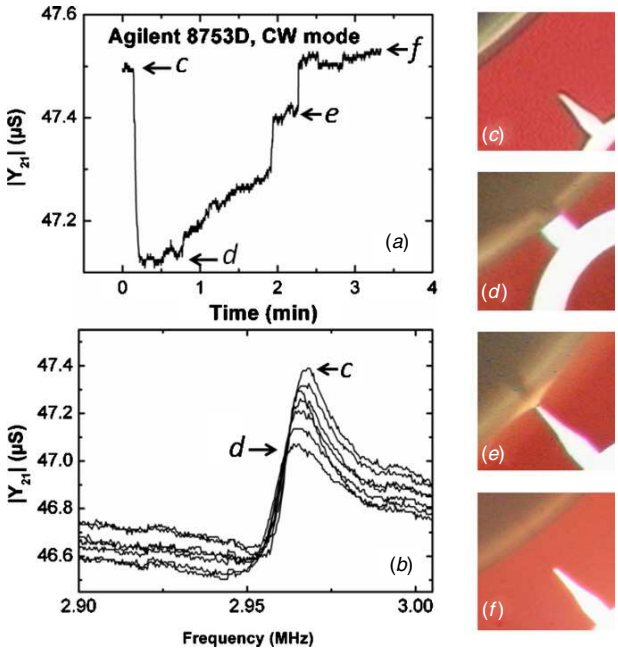


Figure 9. Interaction experiment: (*a*) admittance versus time, (*b*) spectrum of admittance, (*c*)–(*f*) photographs at different times of the water droplet evaporation.

In figure 9(*b*), the spectrum of admittance magnitude is plotted several times during the experiment. The curve *c* corresponds to the resonator oscillating freely. We observe the resonance peak as during the electrical characterization previously described. The curve *d* is the spectrum obtained when the tip is immersed. The vibration amplitude decreases as in figure 9(*a*) and we observe a negative shift of the resonance frequency. When the Q factor is diminished, a negative shift on the resonance frequency can be observed because of the damping force. The resonator shown in figure 8(*a*) has a Q factor greater than 100, the relative frequency shift due to the damping force is then less than 10^{-5}. So the frequency shift can be interpreted in terms of hydrodynamic interactions between the resonator and the liquid. Two types of interactions have to be considered. The first one is the surface tension due to the meniscus acting like restoring elastic force. The effective stiffness of the meniscus [19] is

$$k_{\text{men}} = \frac{\pi\gamma \sin^2\theta}{\ln(L/R_{\text{tip}})} \tag{3}$$

and the corresponding frequency shift

$$\Delta f_{st} = \frac{1}{2} f_0 \frac{k_{\text{men}}}{k_{\text{eff}}}, \tag{4}$$

with k_{eff} the effective stiffness calculated at 13 kN m^{-1}, θ and L respectively the contact angle and the meniscus length, γ the surface tension of the water and R_{tip} the equivalent radius of the tip. When the tip is dipped into the water droplet, the resulting Δf_{st} is positive and evaluated at only few hertz. This contribution stays negligible because the effective stiffness of the resonator is 10^7 times larger than the effective stiffness of the meniscus. The second type of interaction is due to the vibrating tip putting in motion the fluid around the tip. This interaction induces a negative shift in the resonance frequency. We define the liquid thickness involved in the oscillating shear motion as $\delta = (\upsilon/(\pi \cdot f_0))^{1/2}$, with ν the viscosity of the fluid. At our working frequency (2.97 MHz), we evaluate δ at 0.3 μm. This value being lower than the characteristic dimensions of the resonator allows us [20] to compute the added mass using the formula $m_{\text{ADD}} = \rho\delta S$ [19], where S is the surface of the tip which is immersed and ρ is the fluid density. The lengths are evaluated under the optical microscope with a precision of 5 μm. This gives us $S = 500 \pm 100$ μm^2. Thus, m_{ADD} is evaluated at 0.16 ± 0.03 pg and the frequency shift is expressed as [21]

$$\Delta f = -\frac{1}{2} f_0 \frac{m_{\text{ADD}}}{m_{\text{eff}}}. \tag{5}$$

With f_0 the resonance frequency at air, we find an expected frequency shift Δf of -6.5 ± 0.75 kHz that is in good agreement with the experimentally measured frequency shift $\Delta f_{\text{ex}} = -5 \pm 0.5$ kHz, confirming the added mass as the dominant source of the frequency shift observed.

The minimal detectable force is a key parameter in AFM; by using formula (5), we can link the frequency shift previously described with the variation of stiffness:

$$\Delta f = \frac{1}{2} f_0 \frac{\Delta k}{k_{\text{eff}}}. \tag{6}$$

During the experiment, the minimal Δf is evaluated at 1 kHz. The demodulation bandwidth of the network analyzer being set to 30 Hz, the minimal detectable Δf_{min} is evaluated at 180 Hz Hz$^{-1/2}$ and the effective stiffness k_{eff} is calculated at 13 kN m^{-1}. Thus, the minimal variation of stiffness that we are able to measure is 1.6 N m^{-1} Hz$^{-1/2}$. By taking into account the vibration amplitude of the device at the tip location, the minimal force detectable is evaluated at 6.3 nN Hz$^{-1/2}$. This approach is the simplest way to give an order of magnitude of the probe sensitivity.

7. Conclusions

We have presented an integrated force probe based on a silicon bulk-mode MEMS resonator. Analytic calculation of the resonance frequency of a free ring and three-dimensional FEM simulations of the whole structure have been performed giving us an efficient design method. Optical and electrical characterizations of a 3 MHz resonator show that the elliptical bulk mode allows us to operate the probe with a 4 nm amplitude range. We show that using a water droplet is a simple experiment that allows us to demonstrate an external mechanical interaction on the resonator. This proof of concept probe and experiment validate the use of bulk-mode MEMS resonators leading to a new class of AFM probes for high-frequency mechanical imaging.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge all the IEMN clean room and characterization center staff for their constant technical support. Polytec-PI is acknowledged for

optical measurements (MSA-500 system). This research is founded by National Agency for Research (ANR) PNANO programme, IMPROVE-LM project. The research leading to these results has received funding from the European Research Council under the European Community's Seventh Framework Programme (FP7/2007-2013 grant agreement no 210078).

References

[1] Binnig G, Gerber Ch and Quate C F 1986 *Phys. Rev. Lett.* **56** 930–3
[2] Albrecht T R, Akamine S, Carver T E and Quate C F 1990 *J. Vac. Sci. Technol* A **8** 3386–96
[3] Walters D A, Cleveland J P, Thomson N H, Hansma P K, Wendman M A, Gurley G and Elings V 1996 *Rev. Sci. Instrum.* **67** 3583–90
[4] Viani M B, Schäffer T E, Chand A, Rief M, Gaub H E and Hansma P K 1999 *J. Appl. Phys.* **86** 2258–62
[5] Kawakatsu H, Kawai S, Saya D, Nagashio M, Kobayashi D, Toshiyoshi H and Fujita H 2002 *Rev. Sci. Instrum.* **73** 2317–20
[6] Green C P and Sader J E 2005 *J. Appl. Phys.* **98** 114913
[7] Fukuma T and Jarvis S P 2006 *Rev. Sci. Instrum.* **77** 043701
[8] Ando T, Kodera N, Takai E, Maruyama D, Saito K and Toda A 2001 *Proc. Natl Acad. Sci. USA* **98** 12468–72
[9] Tang W, Judy M, Nguyen C T C and Howe R T 1989 *Proc. Transducers (Montreux)* pp 138–40
[10] Hao Z, Pourkamali S and Ayazi F 2004 *J. Microelectromech. Syst.* **13** 1043–53
[11] Xie Y, Li S, Lin Y, Ren Z and Nguyen C 2008 *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control* **55** 890–907
[12] Faucher M, Walter B, Rollier A-S, Seguini K, Legrand B, Couturier G, Aimé J-P, Bernard C, Boisgard R and Buchaillot L 2007 *Proc. Transducers (Lyon)* pp 1529–32
[13] Kirkhope J 1997 *J. Sound Vib.* **50** 219–27
[14] Wang J, Ren Z and Nguyen C 2004 *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq Control* **51** 1607–28
[15] Nguyen C and Howe R 1999 *J. Solid-State Circuits* **34** 440–55
[16] Clark J, Hsu W and Nguyen C 2001 *Proc. Transducers (Munich)* pp 1118–21
[17] Tanaka K, Kihara R, Sánchez-Amores A, Montserrat J and Esteve J 2007 *Microelectron. Eng.* **84** 1363–68
[18] Tilmans H A C 1996 *J. Micromech. Microeng.* **6** 157–76
[19] Jai C, Aimé J-P and Boisgard R 2008 *Europhys. Lett.* **81** 34003
[20] Landau L and Lifshitz E 1959 *Fluid Mechanics: Theoretical Physics* (London: Pergamon) pp 88–90
[21] Jai C, Aimé J-P, Mariolle D, Boisgard R and Bertin F 2006 *Nanoletters* **6** 2554–60

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

MEMS Ring Resonators for Laserless AFM With Sub-nanoNewton Force Resolution

Emmanuelle Algré, Zhuang Xiong, Marc Faucher, Benjamin Walter, Lionel Buchaillot, *Member, IEEE*, and Bernard Legrand

***Abstract*—A concept of atomic force microscopy (AFM) oscillating sensors using electromechanical silicon microresonators is presented, and imaging capabilities are demonstrated. The microresonators are designed to feature MHz resonance frequencies, and they are batch fabricated using standard silicon microtechnologies. Integrated capacitive transducers allow to drive the resonator and to sense its vibration amplitude. A nanotip is located at a maximum of displacement for sensing near-field forces when interacting with a surface. The device has been mounted on a commercial AFM setup through a dedicated probe holder and a preprocessing electronic circuit. Experiments show that intermittent contact AFM is possible with a tip vibration amplitude of a few nanometers. AFM images have been acquired on silicon micro and nanopatterns. A force resolution of 0.2 nN/$\sqrt{\text{Hz}}$ is deduced from the measurements. [2011-0210]**

***Index Terms*—Atomic force microscopy (AFM), electromechanical microresonators, force probes.**

I. Introduction

MANY kinds of sensors are used in atomic force microscopy (AFM) for making images of sample surfaces and local measurements of various properties at nanoscale. Among them, probes of commercial AFM setups are mostly based on microsized oscillating cantilevers. They give access to nanoscale measurements with a piconewton force resolution [1]–[3] in vacuum. Future trends of AFM technology consist in high-speed imaging up to the video rate and in-liquid imaging, one exciting application being direct observation of the dynamic behavior of nanobiological systems in liquids. Regarding these challenges, the cantilever technology faces some bottlenecks related to: 1) the resonance frequency, limiting the measurement bandwidth; 2) the complicated optical detection method; and 3) the poor hydrodynamic behavior of the cantilever [4]–[6], leading to lower performances in liquids. One approach to tackle the difficulties consists in using smaller cantilevers for which the resonance frequencies are higher [6], [7]. High-speed AFM imaging of biological nanosystems has been nicely demonstrated following this approach [8]–[11], but performance enhancement remains limited by a maximum resonance frequency of a few MHz [10]. As the detection method is concerned, self-sensing capability eliminates the optical methods conventionally employed for AFM cantilevers. Indeed, even if those have been improved [9]–[11], they do not allow parallel operation, on-chip integration, or convenient operation for in-liquid imaging yet. Integrated piezoresistive [12]–[14] or piezoelectric [15] sensing schemes have been developed for cantilevers but with a moderate success among the AFM users. Moreover, AFM sensors based on resonators made of quartz crystal have paved the way for extended AFM applications due to their self-driving and sensing capabilities. Quartz tuning forks [16] (qPlus sensors) or length-extension resonators [17] (KolibriSensors [18]) are utilized not only in vacuum but also in air and liquid [19] as they exhibit high quality factors regardless the environment. Moreover, they can be operated with small oscillation amplitudes because of their high stiffness preventing the tip from snapping into the sample. Atomic resolution in AFM imaging has been demonstrated with these quartz sensors [16], [17]. The main drawback concerns the fabrication technology which is not totally compatible with batch processing and standard silicon microtechnologies.

In such a context, a new type of force sensors based on microelectromechanical system (MEMS) ring resonators has been proposed [20]–[22]. Bulk-mode microresonators, like disks [23]–[25] or square resonators [26], have been intensively investigated for more than a decade, and they feature high resonance frequencies and high quality factors. Primary interests were applications as electronic oscillators, filters, or time references in the 1–100 MHz range. They offer also promising properties as vibrating sensors and particularly for AFM applications: compared to standard cantilevers for equivalent dimensions, the resonance frequencies are much higher, up to hundreds of MHz, which leads to a larger measurement bandwidth that would enable time-resolved experiments at the microsecond scale. Hydrodynamic damping of these MEMS resonators is also expected to be reduced due to the higher resonance frequencies. Another advantage of such MEMS-based probes concerns the integrated driving and sensing electromechanical transducers paving the way for performance laserless AFM sensors.

Manuscript received July 11, 2011; revised November 21, 2011; accepted November 27, 2011. This work was supported in part by the French National Agency for Research (ANR) in the framework of the project "Improve-LM," and received funding from the European Community's Seventh Framework Programme FP7/2007-2013 under Grant 210078. Subject Editor O. Tabata.

E. Algré was with the Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, UMR CNRS 8520, 59652 Villeneuve d'Ascq, France. She is now with the Université Paris-Est, ESYCOM-ESIEE Paris, 93162 Noisy le Grand, France (e-mail: e.algre@esiee.fr).

Z. Xiong, M. Faucher, B. Walter, L. Buchaillot, and B. Legrand are with the Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie, UMR CNRS 8520, 59652 Villeneuve d'Ascq, France (e-mail: zhuang.xiong@isen.iemn.univ-lille1.fr; marc.faucher@isen.iemn.univ-lille1.fr; benjamin.walter@isen.iemn.univ-lille1.fr; lionel.buchaillot@isen.iemn.univ-lille1.fr; bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr).

Color versions of one or more of the figures in this paper are available online at http://ieeexplore.ieee.org.

Digital Object Identifier 10.1109/JMEMS.2011.2179012

1057-7157/$31.00 © 2012 IEEE

The concept of MEMS-based AFM sensors has been previously presented [20] as well as preliminary demonstrations of probe output signal variations due to tip-to-matter interactions [20]–[22]. In this paper, AFM microscopy is demonstrated using MEMS-based sensors with capacitive transducers. First, working principle and probe design are described. In the second part, the fabrication process of the sensors is presented. In a third part, the experimental setup and the integration of the MEMS sensor into a commercial AFM microscope are described. Then characterizations of the probe are reported, and finally AFM imaging capabilities are demonstrated using 1-MHz MEMS-based laserless AFM sensors.

II. Working Principle and Design

The working principle of AFM using a MEMS-based probe is presented in Fig. 1. The proposed probe consists of a silicon ring microresonator surrounded by two capacitive transducers. By applying an ac driving voltage and a dc bias voltage on the transducers, electrostatic forces are created and induce the vibration of the ring resonator. At a given driving frequency, the ring resonance mode is elliptic. The vibration amplitude is maximal at four locations of the ring. A tip is integrated at a maximum of displacement in order to obtain a vertical motion of the tip when the resonator is placed perpendicular to the surface under study. The ring resonator is anchored at the four nodes of the vibration mode, these locations allowing to minimize energy losses by acoustic radiation.

The vibration of the resonator brings about a time-varying capacitance between the ring resonator itself and the electrodes of the capacitive transducers. Hence, due to the dc bias voltage applied between the ring and the electrodes, a motional current proportional to the vibration velocity flows through the transducers and is sensed at the anchor level. The tip located at the maximum of vibration corresponds to the probing part of the resonator. When oscillating at a nanometric distance from the surface, the tip is sensitive to short range forces. The near field interaction force gradient induces a shift in the ring resonance frequency, which leads to changes in the ring vibration amplitude and phase, the driving frequency being kept constant. The output current of the device is further processed and demodulated in magnitude and phase. These signals containing the minute changes of the probe vibration parameters are then used as feedback control signals to keep constant the tip-to-surface interaction. AFM microscopy can then be realized as for a setup involving standard AFM cantilever probes.

A. Mechanical Design

The mechanical design of the MEMS probes was driven by specifications related to the setup used for AFM imaging experiments. As most commercial AFM controllers are limited in probe frequency to less than 5 MHz, it has been decided to design at first MEMS-based AFM probes featuring resonance frequencies at around 1 MHz, allowing thus a straightforward integration.

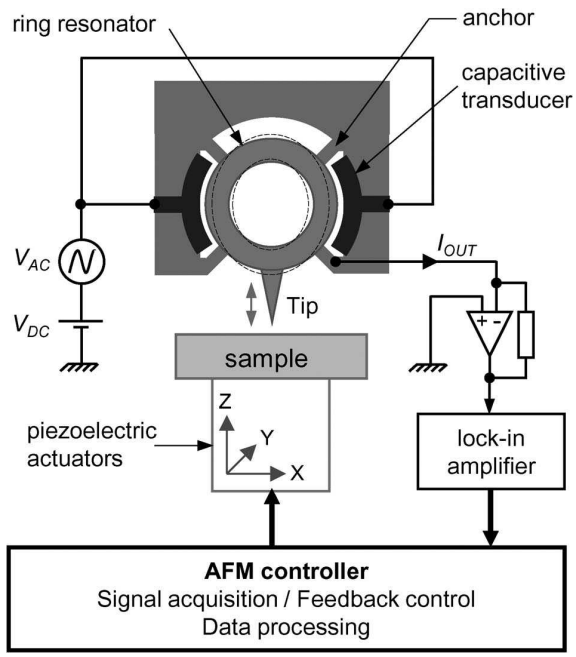


Fig. 1. Working principle of AFM microscopy using a MEMS-based AFM probe. The probe consists of a silicon ring microresonator, capacitive transducers, and a tip which is placed perpendicular to the surface under study. The vibration of the ring silicon resonator is driven by ac and dc voltages applied to the transducers. The output current proportional to the vibration velocity is converted to a voltage and then demodulated by a lock-in amplifier. When the tip-to-surface distance controlled by XYZ piezoelectric actuators is of a few nanometers, near-field interactions cause a decrease in the vibration amplitude. A feedback loop maintains the tip-surface interaction constant by controlling the Z displacement. By acquiring the Z-regulation signal while X and Y axis are scanning the surface, a topographic image is obtained.

The probe resonators are designed starting from the calculation of the resonance frequency and effective stiffness of a silicon-free ring for various dimensions. Analytical modeling [27]–[29] can be used to calculate the resonance frequency, but their accuracy depends on geometrical parameters. In particular, the formula (1) from the Hoffe model is accurate for thick rings [22]

$$f_{\text{Hoffe}} = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{EI}{\rho A R^4}\frac{n^2(n^2-1)^2}{n^2+1}} \tag{1}$$

where E is the Young modulus of silicon, ρ its density, I is the second moment of inertia of the ring cross section, A is the area of ring cross section, R is the centroïdal radius, and n is the mode number. Calculation of the exact resonance frequency versus ring dimensions is obtained from the 2-D elastic theory. The radial u_r and circumferential u_θ displacements shown in Fig. 2 are expressed as

$$u_r = \frac{\partial \chi}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial \psi}{\partial \theta} \tag{2}$$

$$u_\theta = \frac{1}{r}\frac{\partial \chi}{\partial \theta} - \frac{\partial \psi}{\partial r} \tag{3}$$

via the Helmholtz's theorem as a function of the scalar potential χ and the shear wave ψ.

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

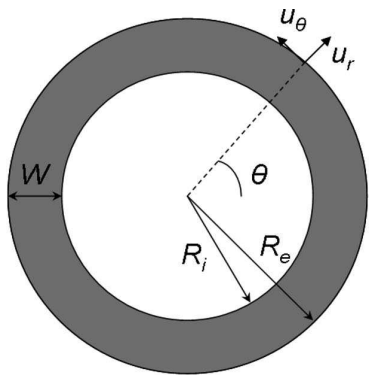


Fig. 2. Ring geometrical parameters used in calculations.

According to [30], χ and ψ satisfied

$$\frac{\partial^2 \chi}{\partial t^2} = \alpha^2 \nabla^2 \chi \tag{4}$$

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = \beta^2 \nabla^2 \psi \tag{5}$$

where $\alpha = E/\rho(1-\nu^2)$, $\beta = E/2\rho(1+\nu)$, with ν the Poisson coefficient of silicon.

The solutions of (4) and (5) are expressed as

$$\chi_n = \left\{ A_n J_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right) + B_n Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right) \right\} \cos(n\theta)\sin(\omega_n t) \tag{6}$$

$$\psi_n = \left\{ C_n J_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right) + D_n Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right) \right\} \sin(n\theta)\sin(\omega_n t) \tag{7}$$

where J_n and Y_n are Bessel functions of first and second kinds, respectively.

The resulting expressions for radial and circumferential displacements are then given by

$$u_r = \left\{ \begin{array}{c} A_n\left(\frac{\omega_n}{\alpha} J_{n-1}\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right) - \frac{n}{r} J_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right)\right) + \\ B_n\left(\frac{\omega_n}{\alpha} Y_{n-1}\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right) - \frac{n}{r} Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right)\right) + \\ \frac{n}{r}\left(C_n J_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right) + D_n Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right)\right) \end{array} \right\} \times \cos(n\theta)\sin(\omega_n t) \tag{8}$$

$$u_\theta = -\left\{ \begin{array}{c} C_n\left(\frac{\omega_n}{\beta} J_{n-1}\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right) - \frac{n}{r} J_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right)\right) + \\ D_n\left(\frac{\omega_n}{\beta} Y_{n-1}\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right) - \frac{n}{r} Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\beta}\right)\right) + \\ \frac{n}{r}\left(A_n J_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right) + B_n Y_n\left(\frac{\omega_n r}{\alpha}\right)\right) \end{array} \right\} \times \sin(n\theta)\sin(\omega_n t). \tag{9}$$

The desired elliptic mode corresponds to a mode number n equal to 2. Resonance pulsations are calculated by applying the following boundary conditions (10) and (11) on the ring free edges shown in Fig. 2, that is to say at $r = R_i$ and $r = R_e$, where R_i and R_e are, respectively, the inner and outer ring radius

$$\sigma_r|_{r=R_e} = \sigma_r|_{r=R_i} = 0 \tag{10}$$

$$\tau_{r\theta}|_{r=R_e} = \tau_{r\theta}|_{r=R_i} = 0 \tag{11}$$

where σ_r and $\tau_{r\theta}$ represent the radial normal stress and the circumferential shear stress

$$\sigma_r = \frac{E}{1-\nu^2}\left(\frac{\partial u_r}{\partial r} + \frac{\nu}{r}\left(u_r + \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta}\right)\right) \tag{12}$$

$$\tau_{r\theta} = \frac{E}{2(1+\nu)}\left(\frac{\partial u_\theta}{\partial r} + \frac{1}{r}\left(\frac{\partial u_r}{\partial \theta} - u_\theta\right)\right). \tag{13}$$

To obtain nontrivial solutions verifying these boundary conditions (10) and (11), the determinant matrix associated to the equation system should be set to zero. Software-aided calculations enabled to calculate the resonance frequency resulting from these equations. Results are compared to Hoffe's formula (1) and to finite-element modeling (FEM) using ANSYS software. They are plotted in Fig. 3(a) versus the ring width W for an outer ring radius $R_e = 250$ μm. Deviation from FEM is few tens percents for the Hoffe's formula and less than one percent for the 2-D elastic theory calculations. Thus, this latter approach provides a precise estimation of the resonance frequency for a large range of dimensions. The calculated resonance frequencies for various ring dimensions are reported in Fig. 3(b). Resonance frequencies ranging from 400 kHz to 8 MHz are obtained depending on the width W and outer radius R_e of the ring.

B. Design Considerations

The effective stiffness of the resonator is a key parameter for a AFM sensor which governs in particular the tip vibration amplitude and the force resolution. The effective stiffness depends on the ring dimensions and has to be taken into account along with the resonance frequency when designing the device. The tip oscillation amplitude A at the resonance frequency is given by

$$A = \frac{F}{k_{eff}} Q \tag{14}$$

where F is the electrostatic driving force amplitude, Q the ring resonator quality factor, and k_{eff} the effective stiffness for the resonance mode under consideration. Tip oscillation amplitudes of 1 to 5 nm are commonly employed in AFM experiments.

Thermomechanical noise of the resonator is the fundamental limit of the probe force resolution and force gradient resolution. From statistical physics, these are known to be proportional to $\sqrt{k_{eff}/f_0}$, where f_0 is the resonance frequency. Hence, k_{eff} and k_{eff}/f_0 should be minimized to design high-performance probes. The effective stiffness of the probe can be calculated from the effective mass m_{eff} as in

$$k_{eff} = 4\pi^2 f_0^2 m_{eff}. \tag{15}$$

The effective mass is calculated in

$$m_{eff} = \frac{4\rho h \int_{r=R_i}^{r=R_e} \int_{\theta=-\frac{\pi}{4}}^{\theta=\frac{\pi}{4}} r\left(u_r^2 + u_\theta^2\right) dr d\theta}{\left(u_r^2 + u_\theta^2\right)|_{\substack{r=R_e \\ \theta=0}}} \tag{16}$$

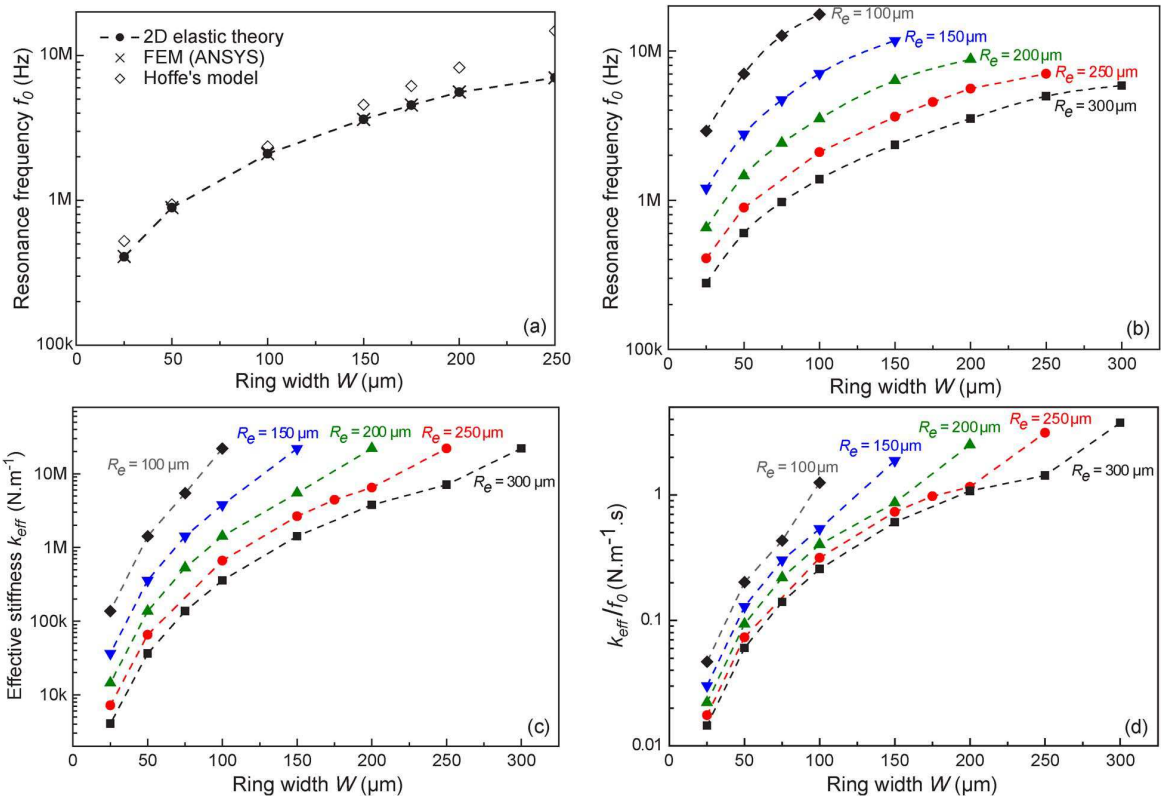


Fig. 3. (a) Comparison of resonance frequency calculation methods for a 250 μm radius ring. (b) 2-D elastic theory calculation of the resonance frequency versus the ring outer radius R_e and its width W. (c) Effective stiffness and (d) stiffness to frequency ratio versus ring dimensions. $E = 131$ GPa, $\nu = 0.27$, $\rho = 2330$ kg.m^{-3}, the ring thickness h is 20 μm.

by focusing on the point where the tip is located, that is to say at the location where external forces will interact with the resonator. Calculations consider that the vibration amplitude of this point is kept constant in the lumped model and that the total energy of the resonator is conserved. h is the ring thickness.

The effective mass is calculated from the radial and circumferential displacements given by the 2-D elastic theory (8) and (9), or by FEM solutions.

Note that for narrow rings, i.e., when the width W is low compared to the radius, expressions of radial and circumferential displacements for the elliptic mode can be simplified. They are given by [31]

$$u_r = A_2 \cos(2\theta) \tag{17}$$

$$u_\theta = \frac{A_2}{2} \sin(2\theta). \tag{18}$$

The effective mass is then given by

$$m_{eff} = \frac{5}{8} m \tag{19}$$

where m is the ring mass. This expression is accurate for a narrow ring but gives error up to 5% for larger rings.

Effective stiffness calculated by (15) from 2-D elastic theory is reported in Fig. 3(c). The effective stiffness increases while the ring dimensions decrease. For appropriate ring width W and outer radius R_e, the stiffness to resonance frequency ratio can be adjusted lower than 0.1 Nm^{-1}.s as shown in Fig. 3(d). Results in Fig. 3 have been used as guides to design the MEMS AFM probes. As explained before, resonance frequencies in the 1 MHz are desired, and compromises have to be found to keep the stiffness to resonance frequency ratio as low as possible. Following these considerations, two geometries of probes have been retained. Their dimensions are: outer radius R_e of 200 μm and 250 μm and a width W of 50 μm. The effective stiffness is 136 kN/m and 65 kN/m, and stiffness to frequency ratio is 0.09 and 0.07, respectively. The calculations are made assuming a ring thickness $h = 20$ μm. Lower stiffness could be obtained using a thinner silicon layer. Note that, at the first-order approach, the resonance frequency does not depend on the ring thickness.

Experimental resonance frequencies of the MEMS probes are expected to be slightly different from the calculated ones. Resonance frequency discrepancies may arise from two causes. First, previous resonance frequencies have been calculated for a free ring configuration. Anchored structures will subsequently be stiffer, which tends to increase the resonance frequencies. Second, the added mass of the tip located at a maximum of displacement of the ring induces a decrease in the resonance frequency. Fig. 4(a) presents FEM simulations results calculated with Comsol software on a 250 μm radius ring with 10 μm-long and 5 μm-wide anchors and a 220 μm-long and 60 μm-wide tip. The resonance frequency of this structure is 1.183 MHz, while the one calculated for a free ring

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

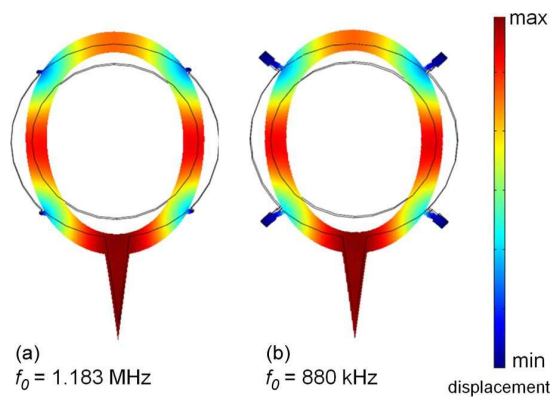


Fig. 4. Comsol FEM modal calculations for a 250 μm radius and 50 μm wide ring anchored by. (a) 10 μm long and 5 μm wide beams, $f_0 = 1.183$ MHz. (b) Using gradual anchor shape, $f_0 = 880$ kHz. $E = 131$ GPa, $\nu = 0.27$, $\rho = 2330$ kg.m^{-3}.

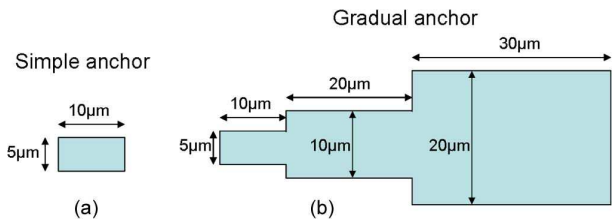


Fig. 5. Schematic representation of the anchor geometry. (a) Simple anchor. (b) Gradual anchor.

configuration is 893 kHz. Others kinds of anchoring geometries have been considered to reduce this effect. Moreover, the quality factor of microresonators is known to be degraded by energy losses in the anchors. In particular, these losses are due to stress created on the anchor stems by the ring displacement [32]. To reduce these losses and the impact of the anchors on the resonance frequency, a gradual anchor shape has been designed. It consists of three successive beams. The first one is 10 μm-long and 5 μm-wide, the second one is 20 μm-long and 10 μm-wide, and the third one is 30 μm-long and 20 μm-wide as shown in Fig. 5. According to Comsol FEM calculations, the resonance frequency of a ring with gradual anchor shape is 880 kHz, which is close to the one of the free ring. The method presented in [33] and [34] was used to extract the quality factors from Comsol FEM calculations. The Q-factor for a 250 μm-radius ring with gradual anchors is about 2200, while it is 800 for a ring with simple anchors.

Furthermore, FEM calculations enabled to check the tip part resonances. First out-of-plane and in-plane flexural mode frequencies of the tip are 2.8 MHz and 5.32 MHz, respectively. These values are higher than the elliptic mode frequencies under consideration here. No parasitic vibrations of the tip part are thus expected to occur when operating the ring at the elliptic mode resonance frequency.

C. Capacitive Driving and Sensing

Capacitive electromechanical transducers are used to drive and to sense the vibration of the ring resonator. Two transducers are symmetrically located at two maximum of vibration of the ring as shown in Fig. 1. The transducers consist of two plates: one being the ring itself, the second being fixed electrodes.

The electrostatic force F applied on the ring can be expressed by

$$F = \frac{2V_{\mathrm{DC}}\varepsilon_0\phi h R_e}{d^2}V_{\mathrm{AC}} \tag{20}$$

assuming parallel-plate capacitors and neglecting fringe effects. V_{DC} and V_{AC} are, respectively, the dc bias and ac driving voltage applied to the electrodes, Φ is the electrode angular width, d is the air gap width between the ring and electrodes. When used in a lumped model, this force should be corrected by taking into account the mode shape. Otherwise, the vibration amplitude will be slightly overestimated.

Ring vibrations arising from the capacitive force (20) combined with the dc bias voltage induce a charge displacement and then a capacitive current I_{OUT} through the transducers. This output current is sensed at the anchor location as shown in Fig. 1 and its expression at the resonance frequency is the following:

$$I_{\mathrm{OUT}} = \frac{4QV_{\mathrm{DC}}^2\phi^2\varepsilon_0^2h^2R_e^2}{\pi f_0 m_{eff} d^4}V_{\mathrm{AC}}. \tag{21}$$

Table I summarizes oscillation amplitude and output current calculations for the ring resonators under consideration. The resonance frequencies are obtained from Comsol FEM simulations, and the effective masses are calculated from the modal simulation results so as to take into account the effects of anchors and integrated tip. Calculations are performed assuming a quality factor of 500, a dc bias voltage of 12 V, and an ac driving voltage of 500 mV. Results are reported for devices with outer radius R_e of 200 μm and 250 μm. The thickness h is 20 μm, and the ring width is 50 μm. Two shapes of anchors are considered as described previously.

III. Microfabrication

A. Ring Resonator Micromachining

MEMS AFM probes are fabricated starting from 3 inches silicon-on-insulator wafers. The fabrication process is summarized in Fig. 6. The device layer is 20-μm thick and p-doped yielding to a resistivity between 0.001 and 0.002 Ω.cm. The buried oxide layer thickness is 2 μm, and the handle wafer is 300 μm thick. First, a 600-nm thick plasma enhanced chemical vapor deposition SiO_2 layer is patterned by photolithography and reactive ion etching (RIE) to define the resonator structural mask [Fig. 6(a)], resolution around 800 nm having been obtained. Metallic contacts, consisting of a Pt/Au stack, are formed by evaporation deposit and lift-off. Then, the resonator structure is transferred in the 20 μm-thick device layer by deep reactive ion etching using the Bosch process. The metallic contacts are protected by a 8 μm-thick AZ4562 resist layer during etching. Deep silicon trenches of about 1 μm in width are obtained with almost vertical profile [Fig. 6(c)] at the

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

TABLE I
PROBE RESONANCE FREQUENCY, OSCILLATION AMPLITUDE, AND OUTPUT CURRENT AS FUNCTION OF RING RADIUS, GAP WIDTH, AND ANCHOR SHAPE ASSUMING $Q = 500$, $V_{DC} = 12$ V, $V_{AC} = 500$ mV. RING WIDTH AND THICKNESS ARE 50 μm AND 20 μm, RESPECTIVELY. $E = 131$ GPa, $\nu = 0.27$, $\rho = 2330$ kg.m^{-3}

	R_e (µm)	f_0 (MHz)	m_{eff} (µg)	k_{eff} (N.m^{-1})	d (µm)	F (nN)	A (nm)	I_{OUT} (nA)
Simple anchors	250	1.183	1.918	105,888	1	404	1.91	11.4
					1.5	179	0.85	2.26
	200	1.572	1.532	149,484	1	323	1.08	6.89
					1.5	143	0.48	1.36
Gradual shape anchors	250	0.880	1.970	60,299	1	404	3.35	14.9
					1.5	179	1.49	2.95
	200	1.368	1.377	101,752	1	323	1.59	8.81
					1.5	143	0.70	1.74

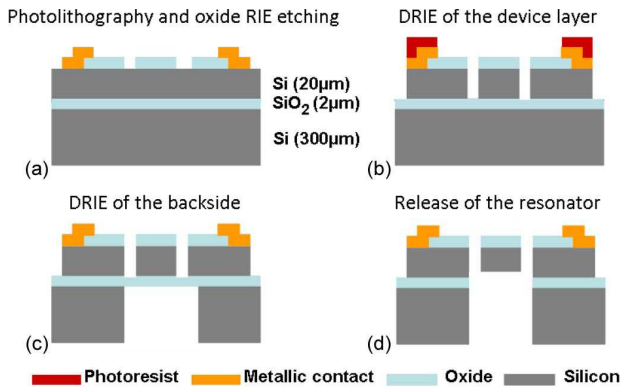


Fig. 6. Fabrication process of the MEMS-based AFM probe. (a) The resonator structure is defined in a deposited oxide layer by photolithography and RIE etching, the metallic contacts are deposited by a lift-off technique. (b) The resonator structure is transferred in the silicon device layer by deep reactive ion etching. (c) Rear side apertures are realized by deep reactive ion etching. (d) The buried oxide layer is etched in a buffered HF solution and the resonator is released.

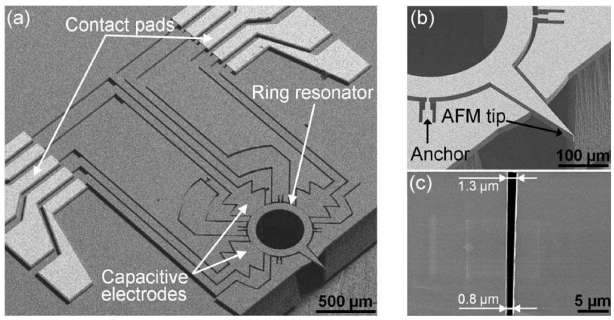


Fig. 7. Scanning electron microscopy images of a MEMS-based AFM probe. (a) Overview of the device. (b) Close view of the ring resonator and the tip. (c) Cross section of the air gap between electrode and ring.

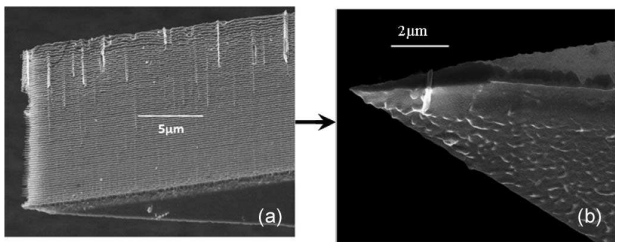


Fig. 8. SEM images of the probe tip (a) before and (b) after FIB etching.

locations of the transducers air gaps. Then, backside deep reactive ion etching of the handle wafer allows opening under the ring resonator [Fig. 6(c)]. The wafer is finally dipped in a buffered hydrofluoric acid solution in order to remove the oxide layer, leading thus to the release of the MEMS-based AFM probes [Fig. 6(d)].

Fig. 7 shows a device fabricated with this process. In particular, a cross section of the capacitive air gap is visible in Fig. 7(c). Its mean width is about 1 μm. Electrical interconnects are designed to give access to multiple combinations of electrical actuation and detection configurations. Amongst them, the scheme that has been employed for the following experiments consists in driving the ring vibration by the two opposite surrounding electrodes in parallel and in sensing the current through a contact linked to the anchors as previously described in Fig. 1. Electrical characterizations are realized either using 125 μm pitched coplanar probes or after a bonding of the device onto a printed circuit board. Ground paths that are clearly visible between signal lines are intended to reduce parasitic input/output feedthroughs.

B. Tip Nanomachining

The tip shape and apex radius are of prime importance for correct AFM operation and for the lateral resolution of the measurements at the nanoscale. As shown in Figs. 7(b) and 8(a), the fabrication process yields to a 20 μm thick blade at the tip location. In order to obtain the required nanometric tip for AFM experiments, this silicon blade has to be further micro/nano machined. For that purpose, the tip apex is postprocessed by focused ion beam (FIB) technique. After FIB etching, the resulting tip features an apex of about 50 nm in diameter as shown in Fig. 8(b). Note that this technique is not compatible with collective fabrication. Batch processing of in-plane silicon nanotips (INCISIVE tips) is however possible as described elsewhere by Ried *et al.* [14]. It produces nanotips with sub-10-nm

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

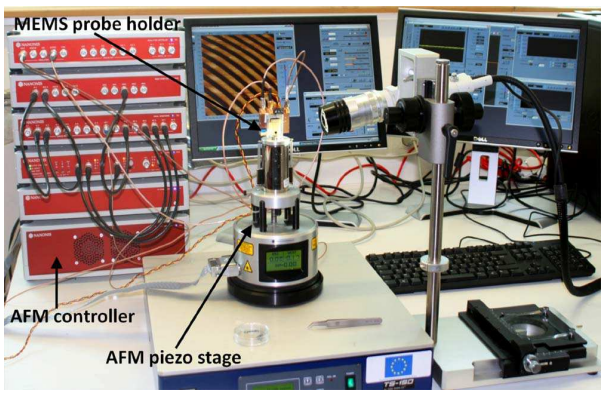


Fig. 9. Overview of the AFM experimental setup. The AFM controller consist in particular of the lock-in amplifier, the high-voltage XYZ piezo-displacements drivers, and the feedback loop controller.

apex, and the fabrication is compatible with standard silicon microtechnologies.

IV. Atomic Force Microscopy Setup

A. Set-Up Overview

The probes previously fabricated are integrated on a specific experimental setup to perform AFM microscopy demonstration. Fig. 9 presents an overview of the setup, based on a modified commercial AFM microscope. It mainly consists of a piezoelectric scanner from a Multimode Veeco AFM microscope and of a Nanonis controller dedicated to signal acquisition and feedback loop control [35]. The probe holder of the Veeco Multimode microscope has been replaced by a customized holder made of a mechanical holder and of a dedicated circuit board supporting the probe. This circuit board processes input and output signals to/from the MEMS resonator. The Nanonis controller drives the ring resonator close to its resonance frequency and demodulates its output signal thanks to a lock-in amplifier. It also controls the XYZ scanner to realize 3-D topography of the surface. The microscope is placed on an antivibration table to filter external mechanical perturbations.

B. Electronic Circuit and Signal Processing

Fig. 10 presents a close view of the MEMS-based probe holder that has been realized to replace the conventional probe holder. The MEMS probe is bonded on a PCB, being itself held on the electronic circuit. The MEMS ring resonator is held perpendicular to the sample to probe. Due to the elliptic strain mode, the tip located at the maximum of vibration has a vertical displacement with respect to the surface to probe.

The electronic circuit is sketched in Fig. 11. It consists mainly of a current-to-voltage (I/V) amplifier and of a tunable nulling circuit to suppress the capacitive parasitic coupling of the MEMS device. A OPA 657 from Texas Instruments is used for I/V conversion. The gain of the circuit is 10^5 V/A and the cut-off frequency is 5 MHz.

The probe ring resonator is driven into vibration thanks to the combination of a dc bias voltage and of an ac voltage

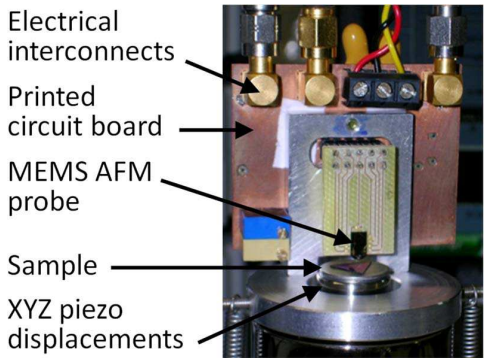


Fig. 10. Close view of the MEMS probe holder. Surface-mounted components are located on the rear side of the printed circuit board.

supplied by the built-in frequency synthesiser of the lock-in amplifier. The MEMS output current, which is proportional to the ring displacement velocity, is sensed through the electrical contact linked to the anchor stem. The nulling branch of the electronic circuit generates a tunable capacitive current which is subtracted from the MEMS device output current so as to suppress parasitic capacitive feedthroughs. Resulting motional current is converted into a voltage by the I/V amplifier, and it is further demodulated in magnitude and phase by the Nanonis lock-in amplifier.

V. Probe Characterization

A. Mechanical Resonance

The vibration frequency of the ring resonator and the tip displacement amplitude are characterized using a Polytec MSA 500 laser vibrometer. The resonator is driven with a combination of ac and dc voltages applied to the electrodes, while the tip displacement is measured by the laser vibrometer. Tip oscillation amplitude as a function of the driving frequency is reported in Fig. 12. The probe is a 250 μm radius ring with simple anchors. The dc bias voltage is 12 V, and the ac driving voltage is 500 mV. A resonance peak centered at $f_0 = 1.101$ MHz is detected. Harmonic calculations obtained with Comsol software confirms that this peak corresponds to the elliptic resonance mode of the ring (see Table II and Fig. 4). However, the simulated resonance frequency, 1.183 MHz, is slightly greater than the measured one.

Indeed, the experimental resonance frequency depends on the exact ring geometry and dimensions which may vary due to the fabrication steps. In addition, the dc bias voltage applied to the capacitive transducers contributes to a resonance shift toward the low frequencies due to the spring softening effect. The oscillation amplitude is 2.05 nm at the resonance frequency, which is a good agreement with the calculated value of 1.91 nm assuming a 1 μm air gap (see Table I).

B. Electrical Characterizations

MEMS-based AFM probes are characterized electrically once mounted on the previously described electronic board. This setup allows to measure the frequency response of the

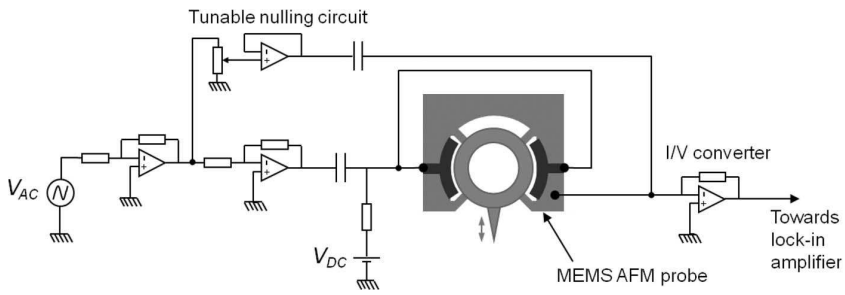


Fig. 11. Schematic of the electronic circuit board.

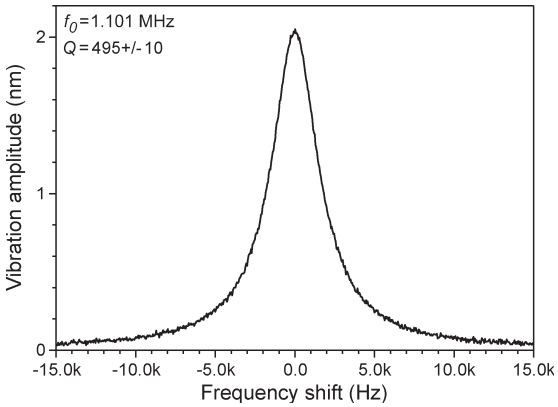


Fig. 12. Vibration amplitude of the probe tip as a function of a frequency shift from the resonance frequency f_0. The ring resonator is 250 μm in radius with simple anchors. $V_{\mathrm{DC}} = 12$ V, $V_{\mathrm{AC}} = 500$ mV.

devices thanks to the AFM Nanonis lock-in amplifier. Moreover, the nulling branch of the electronic board is adjusted to reduce parasitic signals due to capacitive cross-coupling. Fig. 13 presents a frequency response of a probe with a 250 μm radius ring resonator. The amplitude [Fig. 13(a)] and the phase [Fig. 13(b)] of the output signal are demodulated by the lock-in amplifier at the driving frequency. The probe under characterization exhibits a resonance frequency of 1.101 MHz. The dc bias voltage is set to 12 V, and the ac driving voltage is 500 mV. For the sake of the comparison, the mechanical amplitude response in Fig. 12 is superimposed to the electrical one in Fig. 13(a). A residual floor of parasitic signal is observed in Fig. 13(a). It corresponds to a cross-coupling signal of the MEMS device that cannot be suppressed by the nulling branch of the electronic circuit described in the previous part. The residual cross-coupling signal superimposed to the device motional signal has an effect also on the phase rotation at the resonance frequency. As shown in Fig. 13(b), the phase shift is limited to about 60°, which is much less than 180° expected for such a resonator. So as to increase the measurement sensitivity, the parasitic signal floor in Fig. 13(a) could be further reduced and the phase shift in Fig. 13(b) increased, either by using a more sophisticated cross-coupling nulling circuit or by using a frequency mixing technique to drive the MEMS device.

Table II summarizes resonance frequencies, quality factors, and motional impedance values at the resonance frequency for the different probe designs. According to the anchor shape and the ring radius, resonance frequencies ranging from 936 kHz to 1.572 MHz have been measured electrically, with quality factor ranging from 500 to 1600 and motional impedance from 50 MΩ to 167 MΩ. Highest quality factors are obtained for the probes with a ring radius of 200 μm. However, the device motional resistances remain lower for probes with a ring radius of 250 μm, which is explained by larger transducer electrode areas and lower effective stiffnesses. These latter devices featuring the highest transduction efficiency have then been preferred for the following AFM experiments.

C. Noise Considerations

Noise added to the output signal of the MEMS device limits the overall performances of the AFM probes in terms of measurement resolution and bandwidth. Hence, a careful analysis of the contribution of the setup to the measurement noise is required. As the lock-in amplifier is the signal input point of the AFM Nanonis controller, the noise level has been evaluated at this point. The lock-in amplifier itself is made of a preamplifier with a variable gain followed by an analog-to-digital converter. Further digital processing leads to the magnitude and phase demodulation of the input signal. Measurements performed at 1.1 MHz—that is to say close to the working frequency of the MEMS-based AFM probes—show that the lock-in amplifier input noise is 20 $\mathrm{nV}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$, when a 10-mV input range is selected. As expected, the input noise varies with the gain of the preamplifier stage, and this measurement shows that a signal-to-noise ratio (SNR) greater than 110 dB could be reached.

The noise added by the electronic circuit of the MEMS probe holder has also been measured. The output noise of this electronic circuit is 130 $\mathrm{nV}/\sqrt{\mathrm{Hz}}$ at 1.1 MHz which will be the main contribution to the measurement noise. Such a noise level may appear quite low but as shown in Fig. 13(a), the magnitude of the MEMS device output signal is in the 100 μV range, thus limiting the SNR to the 60-dB range. Higher SNR would obviously be desirable for AFM applications. This could be achieved by improving the probe holder electronic circuit in terms of noise floor and/or I/V gain. Another way to increase the SNR is to strengthen the MEMS transduction efficiency by reducing the capacitive gap width.

Another noise source in the AFM setup is the thermomechanical noise of the AFM probe itself. In the case of the MEMS-based probes under consideration, basic calculations show that

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

TABLE II
RESONANCE FREQUENCY, QUALITY FACTOR, AND MOTIONAL IMPEDANCE OF THE MEMS AFM PROBES AT $V_{\mathrm{DC}} = 12$ V AND $V_{\mathrm{AC}} = 500$ mV

	Ring radius (μm)	Simulated Resonance frequency (MHz)	Measured Resonance frequency (MHz)	Quality factor	Motional Impedance (MΩ)
Simple anchors	250	1.183	1.101	500	51
	200	1.572	1.570	1100	120
Gradual shape anchors	250	0.880	0.936	600	50
	200	1.368	1.450	1600	167

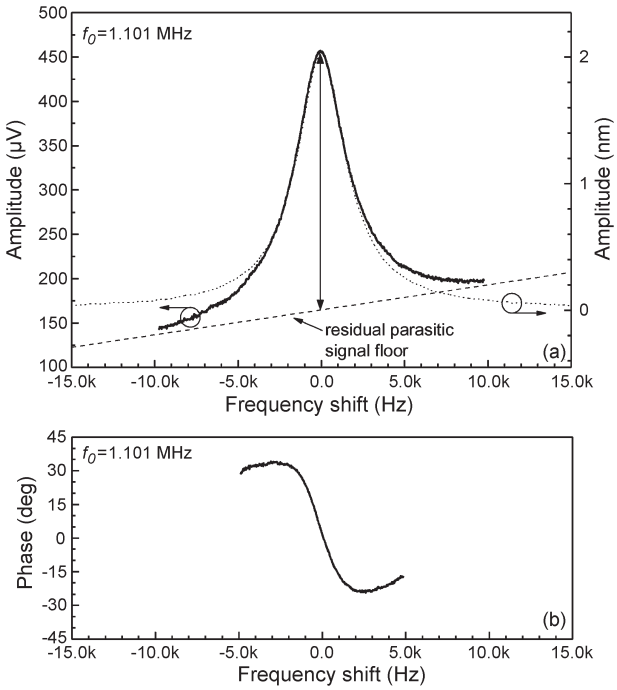


Fig. 13. Electrical characterization using the AFM controller and its built-in lock-in amplifier. Signal amplitude (a) and phase (b) of a 250 μm radius ring resonator at a resonance frequency of 1.101 MHz. $V_{\mathrm{DC}} = 12$ V, $V_{\mathrm{AC}} = 500$ mV. In (a), the dot line corresponds to the mechanical resonance shown in Fig. 12.

this contribution is negligible compared to the previous ones due to the high stiffness of the ring resonators. As a consequence, when a probe is mounted on the dedicated holder, no extra noise is added to the signal as shown in Fig. 14. The measurement is acquired on a 1.101-MHz probe (250 μm radius ring with simple anchors). The noise floor is not modified by the MEMS AFM probe, and it remains at 130 nV/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ at 1.1 MHz. The peak observed in Fig. 14 corresponds to the mechanical resonance of the probe which is driven into vibration. The spectral noise density in Fig. 14 is a complex function of the spectral noise densities and transfer functions of the components of the electronic circuit. Note that the low-frequency $1/f$ noise is suppressed by a high-pass filter not shown in Fig. 11.

The resolution in vibration amplitude measurement of the AFM probe and the force resolution depend on the noise of the magnitude and phase demodulated signals. Measurements have

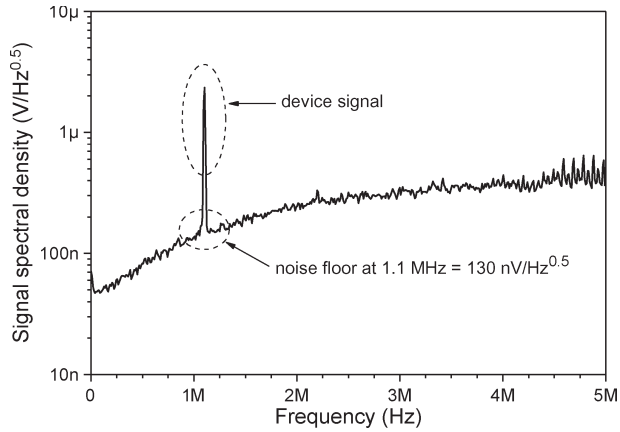


Fig. 14. Spectral density of the output signal of a 1.101-MHz MEMS-based AFM probe measured at the lock-in amplifier input.

shown that for the magnitude, the noise value is 130 nV/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. As for the phase signal, the noise is 30 m°/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ at the resonance frequency of the device.

VI. RESULTS AND DISCUSSION

A. Force Curves

The MEMS probe can be modeled as a harmonic oscillator in forced regime, the tip mechanical movement z being described by the following equation:

$$m_{eff}\ddot{z} + \gamma\dot{z} + k_{eff}z = F\cos(\omega t) + F_{\mathrm{ext}} \tag{22}$$

where γ is the damping factor and F_{ext} the external force acting on the probe tip. γ can be written as

$$\gamma = \frac{\omega_0 m_{eff}}{Q} \tag{23}$$

where ω_0 is the resonance pulsation.

The tip free oscillation amplitude $A(\omega)$ and phase $\varphi(\omega)$ are calculated from (22) and given by (24) and (25)

$$A(\omega) = \frac{F}{k_{eff}} \frac{1}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{1}{Q^2}\frac{\omega^2}{\omega_0^2}}} \tag{24}$$

$$\varphi(\omega) = \arctan\left(\frac{\frac{\omega}{\omega_0}}{Q\left(\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1\right)}\right). \tag{25}$$

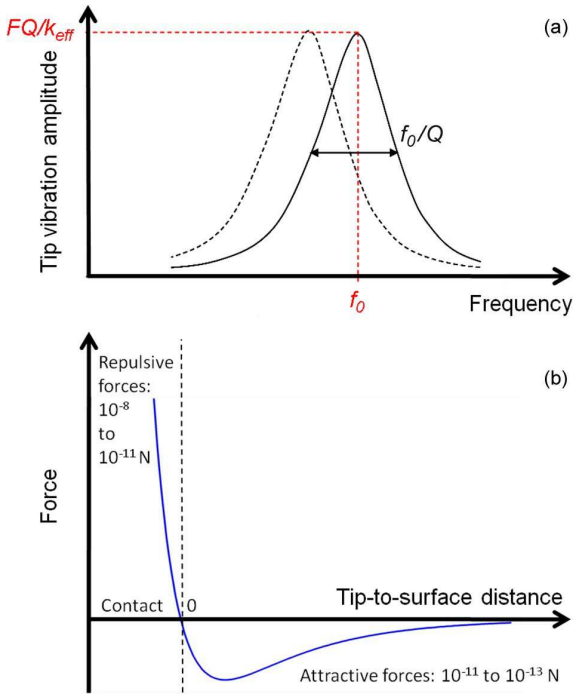


Fig. 15. (a) Tip oscillation amplitude as function of the driving frequency. Continuous line represents free oscillation and dashed line the response when the probe tip interacts with an external attractive force gradient. (b) Tip-surface interaction force F_{ext} as function of tip-surface distance.

The frequency response of the resonator is so a lorentzian function as shown in Fig. 15(a). Its amplitude is given by FQ/k_{eff} and its full width at -3 dB is equal to f_0/Q.

Force curves represent the vibration amplitude signal of the probe resonator at a given driving frequency as a function of the tip-to-surface distance. The device electrical response is measured when its tip is approached to and retracted from the surface thanks to Z-piezoelectric scanner. In such experimental conditions, an interaction force F_{ext} acts on the probe tip which depends on the tip-to-surface distance [Fig. 15(b)]. Fig. 16 presents the magnitude of the resonator output signal as a function of the tip-to-surface distance, for a driving frequency corresponding to the probe resonance frequency. The MEMS-based AFM probe is a 250 μm-radius ring with simple anchors. Far from the surface the signal amplitude is almost constant and then decreases when the tip enters into the intermittent contact regime with the surface. Indeed, the natural resonance frequency shifts to higher frequencies due to the repulsive interaction and consequently the tip vibration amplitude decreases. When the probe is in permanent contact with the surface, there is no more mechanical oscillation of the resonator. The free oscillation peak amplitude is then estimated by measuring the extension of the intermittent contact regime. On the example shown in Fig. 16, for a probe having a resonance frequency at 1.101 MHz, bias dc voltage of 12 V and ac driving signal of 500 mV, the oscillation peak amplitude is estimated to be 2.3 nm. This result is consistent with the previous ones obtained by calculation (see Table I) or by laser vibrometry measurements (see Fig. 12). Force curves are useful to select

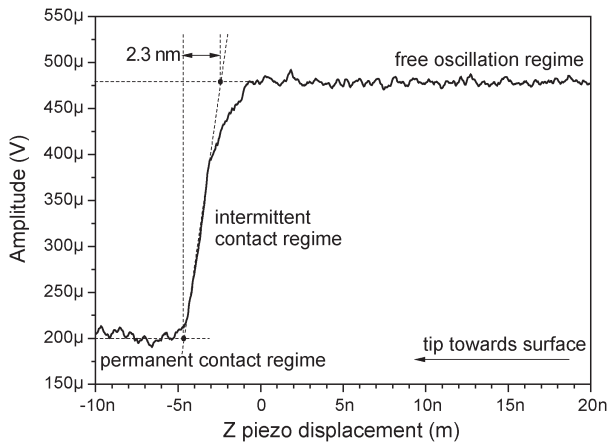


Fig. 16. Demodulated signal magnitude as a function of the tip-to-surface distance. The tip is approached to a silicon surface thanks to a Z-piezoelectric scanner. Measurements are performed for a 500-mV ac voltage. The driving frequency is 1.101 MHz, and the dc bias voltage is 12 V.

the setpoint amplitude of the feedback loop to acquire AFM images. Indeed, to obtain AFM images, the probe output signal amplitude is kept constant equal to a given setpoint by continuously adapting the tip-to-surface distance thanks to the Z-piezoelectric scanner. By acquiring the Z-regulation signal while X and Y axis are scanning the surface, an image of the surface topography is obtained. The setpoint amplitude has to be lower than the free oscillation amplitude so as the tip to interact with the surface. In the following experiments, the setpoint amplitude is selected at 80 percents of the free oscillation amplitude. The setpoint amplitude is a key parameter, a too low value leading to rapid wear of the tip due to huge interaction forces with the surface.

B. AFM Images

Imaging capabilities of the MEMS-based AFM probes have been demonstrated on silicon micro and nanopatterns. First, images of 2 μm-wide, 250 nm high silicon lines separated by 1 μm have been acquired. Field sizes of 5 μm and 10 μm were scanned by the tip at a speed of 1 μm/s and 2 μm/s, respectively [Fig. 17(a) and (b)]. Sample topography appears clearly with a resolution allowing to distinguish surface defects and particules on the silicon patterns. On a larger scan size $(20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m})$ shown in Fig. 17(c), the image appears to be distorted. This phenomenon is well known. It is mainly related to hysteresis effects of the piezoelectric scanner, and it is not attributed to the MEMS-based AFM probes. A higher lateral resolution has been achieved on 100 nm wide and 30 nm high silicon lines separated by 400 nm as shown in Fig. 18. Image acquisition is obtained with a tip scan speed of (a) 100 nm/s and (b) 200 nm/s. The lateral resolution of the MEMS AFM probe gives access to the topographic details of the nanoscale patterns with no visible artefacts or parasitic convolution effects of the tip shape. Future applications would however benefit from sharper tips so as to improve the imaging capabilities and measurement resolution on smaller nanopatterns.

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

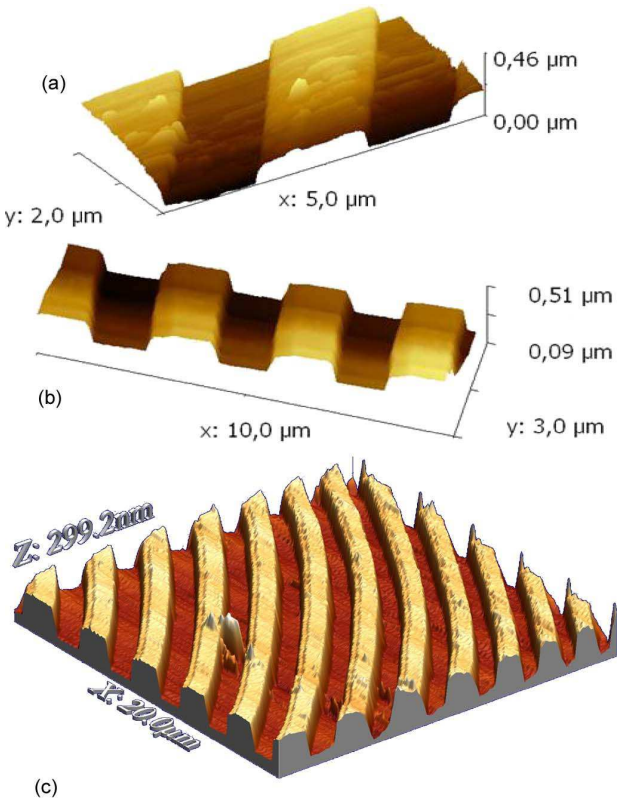


Fig. 17. AFM images of 2 μm wide, 250 nm high silicon lines acquired with a 936-kHz MEMS-based probe at $V_{\mathrm{DC}} = 15$ V, $V_{\mathrm{AC}} = 500$ mV and a tip scan speed of 1 μm/s (a) and 2 μm/s (b), (c). (c) is a large view of the patterns.

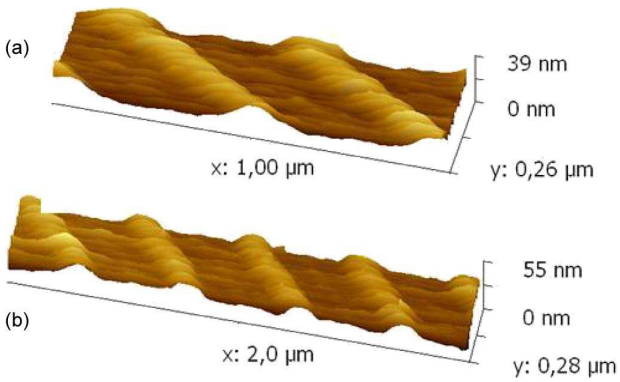


Fig. 18. AFM images of 100 nm wide, 30 nm high silicon lines made with a 936-kHz MEMS-based probes at $V_{\mathrm{DC}} = 12$ V, $V_{\mathrm{AC}} = 500$ mV and a tip scan speed of 100 nm/s (a) and 200 nm/s (b).

C. Probe Performance Assessment

MEMS-based AFM probe performances are extracted from the probe vibration amplitude calibration and the noise measurements. Following results apply to 1.101-MHz probes (250 μm radius ring, simple anchors). Force curves allow calibrating the probe vibration amplitude. Indeed, the results in Fig. 16 show that the tip oscillation peak amplitude is about 2.3 nm for an ac driving voltage of 500 mV and a dc bias voltage of 12 V. According to the electrical characterizations presented in Fig. 13 obtained within the same experimental conditions, the electrical signal amplitude at the resonance frequency corresponding to the 2.3-nm tip vibration amplitude is 300 μV. Hence, as the signal amplitude noise is 130 nV/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$, the resolution in the measurement of the probe vibration amplitude is equal to 1 pm/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. This value is limited by the electronic noise and by the transduction efficiency.

The phase slope p at the resonance frequency in the results shown in Fig. 13(b) is $p = 35$ m°/Hz. The phase signal noise is measured equal to 30 m°/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. The resolution in frequency variation measurement is then estimated to be $\Delta f = 1.16$ Hz/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. Assuming a constant force gradient acting on the probe tip, the measurement sensitivity of the force gradient is given by $\Delta k = (2k_{eff}/f_0)\Delta f$, where k_{eff} is the effective stiffness and f_0 is the resonance frequency. As the effective stiffness of the probe under consideration is about 106 kN.m^{-1} (see Table I), the resolution in the measurement of the force gradient is so equal to 0.22 N.m^{-1}/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$.

The resolution in force measurement of the probe is determined by considering the minimal force causing a measurable variation of the probe vibration amplitude vibration. Assuming that the minimal detectable probe vibration amplitude is given by the measurement resolution previously calculated and using (24), the force resolution is estimated to be $F_{\min} = 0.2$ nN/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$ at the resonance frequency. This value is of the same order as for the electrostatically driven and piezoresistively detected MEMS-based AFM sensor (0.3 nN/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$) developed by Harley *et al.* [36].

VII. Conclusion

AFM sensors based on MHz capacitive MEMS ring resonators have been designed and fabricated using standard silicon microtechnologies. Their electrical and mechanical properties have been characterized, and the probes have been integrated in a commercial AFM setup. AFM topographic images have been acquired on micro and nanopatterns thus proving the concept of such MEMS-based laserless AFM probes. Noise analysis and probe vibration calibration lead to the probe performances assessment. In particular, the minimum detectable force is $F_{\min} = 0.2$ nN/$\sqrt{\mathrm{Hz}}$. This value is typically two orders of magnitude higher than expected for high-performance AFM probes, and it will be further improved by decreasing the system electrical noise floor and by increasing the MEMS device transduction efficiency. This work paves the way for very high frequency AFM sensors based on MEMS resonators integrating self-driving and sensing capabilities in a vertical geometry. Such laserless AFM sensors are expected to be a key element in future high-speed AFM. Future work is also oriented toward the demonstration of in-liquid imaging.

Acknowledgment

The authors would like to acknowledge the IEMN cleanroom staff for their constant support.

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

REFERENCES

[1] G. Binnig, C. F. Quate, and C. Gerber, "Atomic force microscope," *Phys. Rev. Lett.*, vol. 56, no. 9, pp. 930–936, Mar. 1986.

[2] Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe, "Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale," *J. Appl. Phys.*, vol. 61, no. 10, pp. 4723–4729, May 1987.

[3] T. R. Albrecht, P. Grütter, D. Horne, and D. Rugar, "Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity," *J. Appl. Phys.*, vol. 69, no. 2, pp. 668–672, Jan. 1991.

[4] O. I. Vinogradova, H.-J. Butt, G. E. Yakubov, and F. Feuillebois, "Dynamic effects on force measurements. I. Viscous drag on the atomic force microscope cantilever," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 72, no. 5, pp. 2330–2339, May 2001.

[5] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, and J.-P. Aimé, "Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids," *J. Appl. Phys.*, vol. 97, no. 7, pp. 074907-1–074907-6, Apr. 2005.

[6] A. Maali, T. Cohen-Bouhacina, C. Jai, C. Hurth, R. Boisgard, and J.-P. Aimé, "Reduction of the cantilever hydrodynamic damping near a surface by ion-beam milling," *J. Appl. Phys.*, vol. 99, no. 2, pp. 024908-1–024908-6, Jan. 2006.

[7] J. A. Judge, J. F. Vignola, and J. Jarzynski, "Dissipation from microscale and nanoscale beam resonators into a surrounding fluid," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 92, no. 12, pp. 124102-1–124102-3, Mar. 2008.

[8] M. B. Viani, T. E. Schaeffer, G. T. Paloczi, L. I. Pietrasanta, B. L. Smith, J. B. Thompson, M. Richter, M. Rief, H. E. Gaub, K. W. Plaxco, A. N. Cleland, H. G. Hansma, and P. K. Hansma, "Fast imaging and fast force spectroscopy of single biopolymers with a new atomic force microscope designed for small cantilevers," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 70, no. 11, pp. 4300–4303, Nov. 1999.

[9] T. Ando, N. Kodera, D. Maruyama, E. Takai, K. Saito, and A. Toda, "A high-speed atomic force microscope for studying biological macromolecules in action," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 41, no. 7B, pp. 4851–4856, Jul. 2002.

[10] T. Ando, T. Uchihashi, and T. Fukuma, "High-speed atomic force microscopy for nano-visualization of dynamic biomolecular processes," *Progr. Surf. Sci.*, vol. 83, pp. 337–437, 2008.

[11] N. Kodera, D. Yamamoto, R. Ishikawa, and T. Ando, "Video imaging of walking myosin V by high-speed atomic force microscopy," *Nature*, vol. 468, no. 7320, pp. 72–76, Nov. 2010.

[12] M. Tortonese, R. Barrett, and C. Quate, "Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 62, no. 8, pp. 834–836, Feb. 1993.

[13] S. C. Minne, S. R. Manalis, and C. F. Quate, "Parallel atomic force microscopy using cantilevers with integrated piezoresistive sensors and integrated piezoelectric actuators," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 67, no. 26, pp. 3918–3920, Dec. 1995.

[14] R. P. Ried, H. J. Mamin, B. D. Terris, L.-S. Fan, and D. Rugar, "6-MHz 2-N/m piezoresistive atomic-force microscope cantilevers with INCISIVE tips," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 6, no. 4, pp. 294–302, Dec. 1997.

[15] S. Watanabe and T. Fujii, "Micro-fabricated piezoelectric cantilever for atomic force microscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 67, no. 11, pp. 3898–3903, Nov. 1996.

[16] F. J. Giessibl, "Atomic resolution on Si (111)-(7 × 7) by non-contact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 76, no. 11, pp. 1470–1472, 2000.

[17] S. Heike and T. Hashizume, "Atomic resolution noncontact atomic force/scanning tunneling microscopy using a 1 MHz quartz resonator," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 83, no. 17, pp. 3620–3622, Oct. 2003.

[18] KolibriSensor product description from SPECS GmbH. [Online]. Available: http://www.specs.de/cms/front_content.php?idart=493

[19] W. H. J. Rensen, N. F. van Hulst, and S. B. Kämmer, "Imaging soft samples in liquid with tuning force based shear force microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 77, no. 10, pp. 1557–1559, Sep. 2000.

[20] M. Faucher, B. Walter, A.-S. Rollier, K. Seguini, B. Legrand, G. Couturier, J.-P. Aimé, C. Bernard, R. Boisgard, and L. Buchaillot, "Proposition of atomic force probes based on silicon ring resonators," in *Proc. IEEE 14th Int. Conf. Solid-State Sens., Actuators Microsyst.—TRANSDUCERS*, Lyon, France, Jun. 2007, vol. 2, pp. 1529–1532.

[21] E. Algré, B. Legrand, M. Faucher, B. Walter, and L. Buchaillot, "Tip-matter interaction measurements using MEMS ring resonators," in *Proc. IEEE 15th Int. Conf. Solid-State Sens., Actuators and Microsyst.—TRANSDUCERS*, Denver, CO, Jun. 2009, vol. 2, pp. 1638–1641.

[22] B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B. Legrand, and L. Buchaillot, "Design and operation of a silicon ring resonator for force sensing applications above 1 MHz," *J. Micromech. Microeng.*, vol. 19, no. 11, p. 115009, Nov. 2009.

[23] J. Wang, Z. Ren, and C. T.-C. Nguyen, "1.156-GHz self-aligned vibration micromechanical disk resonator," *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Control*, vol. 51, no. 12, pp. 1607–1628, Dec. 2004.

[24] S. Pourkamali, Z. Hao, and F. Ayazi, "VHF single crystal silicon elliptic bulk-mode capacitive disk resonators-part II: Implementation and characterization," *J. Microelectromech. Syst*, vol. 13, no. 6, pp. 1054–1062, Dec. 2004.

[25] J. R. Clark, W. T. Hsu, M. A. Abdelmoneum, and C. T.-C. Nguyen, "High-Q UHF micromechanical radial-contour mode disk resonators," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 14, no. 6, pp. 1298–1310, Dec. 2005.

[26] M. U. Demirci and C. T.-C. Nguyen, "Mechanically corner-coupled square microresonator array for reduced series motional resistance," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 15, no. 6, pp. 1419–1436, Dec. 2006.

[27] J. Kirkhope, "Simple frequency expression for the in-plane vibration of thick circular rings," *J. Acoust. Soc. Amer.*, vol. 59, no. 1, pp. 86–89, Jan. 1976.

[28] R. Hoppe, "The bending vibration of a circular ring," *Crelle J. Math.*, vol. 73, pp. 158–170, 1871.

[29] S. Rao and V. Sundarajan, "In plane flexural vibrations of circular rings," *J. Appl. Mech.*, vol. 36, no. 3, pp. 620–625, Sep. 1969.

[30] S. Pourkamali, Z. Hao, and F. Ayazi, "VHF single crystal silicon elliptic bulk-mode capacitive disk resonators—Part I: Design and modelling," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 13, no. 6, pp. 1043–1053, Dec. 2004.

[31] S. Timoshenko, *Vibration Problems in Engineering*, 5th ed. New York: Wiley-Interscience, 1990.

[32] Z. Hao and F. Ayazi, "Support loss in micromechanical disk resonators," in *Proc. IEEE 18th Int. Conf. MEMS*, Miami, FL, Jan. 2005, pp. 137–141.

[33] D. S. Bindel and S. Govindjee, "Elastic PMLs for resonator anchor loss simulation," *Int. J. Numer. Methods Eng.*, vol. 64, no. 6, pp. 789–818, Oct. 2005.

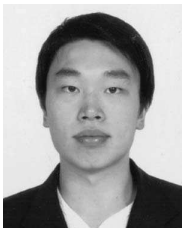
[34] P. G. Steeneken, J. J. M. Ruigrok, S. Kang, J. T. M. Van Beek, J. Bontemps, and J. J. Koning, "Parameter extraction and support-loss in MEMS Resonators," in *Proc. Comsol Conf.*, 2007, p. 725.

[35] *NANONIS SPECS Zurich GmbH*. [Online]. Available: www.specs-zurich.com

[36] J. A. Harley and T. W. Kenny, "A high-stiffness axial resonant probe for atomic force microscopy," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 10, no. 3, pp. 434–441, Sep. 2001.

Emmanuelle Algré received the Ph.D. degree from the Joseph Fourier University, Grenoble, France, in 2006.

Her Ph.D. research involved new recording techniques for ultrahigh storage densities by using near-field thermomagnetic writing. She was with the IEMN Laboratory, Villeneuve d'Ascq, France, working on microelectromechanical system-based AFM probe development, as Postdoctoral Researcher, from 2007 to 2009. She joined the ESYCOM Laboratory, Noisy-Le-Grand, France, in 2009, where she is an Associate Professor and works on air quality sensors.



Zhuang Xiong received B.S. degrees in electronics and telecommunications from Hohai University, Nanjing, China, and from the University of Science and Technology of Lille, Villeneuve d'Ascq, France, respectively, in 2007, and the M.S. degree in micro and nano electronics from the University of Science and Technology of Lille in 2009. He is currently working toward the Ph.D. degree at the Institute of Electronics, Microelectronics, and Nanotechnology, Villeneuve d'Ascq.

His research interests include modeling and microfabrication of MEMS resonators and atomic force microscopy.

This article has been accepted for inclusion in a future issue of this journal. Content is final as presented, with the exception of pagination.

Marc Faucher received the M.S. degree in physics from the University of Marseille, Marseille, France, the Engineer degree the from the Ecole Centrale de Marseille, Marseille, in 2002, and the Ph.D. degree in physics from the University Joseph Fourier, Grenoble, France, in 2003, where he studied superconducting nanocircuits.

From 2003 to 2005, he was a Postdoctoral Researcher at CEA-LETI, Grenoble, working on semiconductor characterization techniques. He joined the Institute of Electronics, Microelectronics, and Nanotechnology (CNRS UMR 8520), Villeneuve d'Ascq, as a Postdoctoral Researcher, in 2006. He is currently a permanent CNRS Researcher in the IEMN Nano and Microsystems Group. His research is on MEMS and nanoelectromechanical systems, including silicon resonators for high-frequency sensing systems, micronanofabrication, and the design, fabrication, and characterization of Gallium Nitride MEMS/HEMTs.

Benjamin Walter received the M.S. degree in electrical engineering and computer science with a major in circuits and microsystems from the University of Lille, Villeneuve d'Ascq, France, in 2007, where he is currently working toward the Ph.D. degree.

His research interests focus on the development of MEMS-based probes for high-frequency atomic force microscopy.

Lionel Buchaillot (M'08) received the M.S. degree in material sciences and the Ph.D. degree in mechanical engineering from the Université de Franche-Comté, Besançon, France, in 1991 and 1995, respectively.

From 1995 to 1997, he was with the Laboratory for Integrated Micromechatronic Systems/Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS)-Institute of Industrial Science, Tokyo, Japan, as a Japan Society for the Promotion of Science Fellow, engaged in thin-film shape memory alloys actuators for MEMS. In 1997, he was a Research and Development Engineer with SFIM (now SAFRAN) and AVIAC Technologies. In 1998, he joined the Institut Supérieur d'Electronique et du Numérique, Institut d'Electronique, de Microelectronique et de Nanotechnologie (IEMN), CNRS, Villeneuve d'Ascq, France. From 2000 to 2009, he was the Head of the Nano and Micro Systems (NAM6) Research Group. Since January 2010, he has been the Director of IEMN. His current research interests include nano and micro resonators, nano indentation, and MEMS for instrumentation.

Dr. Buchaillot was awarded the Bronze Medal of CNRS in 2002.

Bernard Legrand received the electrical engineering degree and the M.S. degree in electronics in 1996, and the Ph.D. degree in electronics in 2000 from the Université des Sciences et Technologies de Lille, Villeneuve d'Ascq, France.

From 1996 to 2000, he was working on semiconductor nanostructures such as InAs quantum dots and silicon nanowires and was involved in their fabrication and characterization using techniques based on scanning probe microscopies. In 2000, he joined the Silicon Microsystems Group of IEMN, Lille, France. His research was first focused on micromechanical actuators and sensors with ultimate performance for the characterization of nano-objects and for operation in a liquid environment. Since 2007, his main research topic concerns the development of microelectromechanical-based laserless high-frequency atomic force microscopy (AFM) probes. Potential applications are foreseen in the field of time-resolved high-speed AFM of nanobiosystems in liquids. This research is currently funded by a five year grant of the European Research Council. Since 2001, he has been a Research Scientist at CNRS and he is now the Head of the NAM6 group (Nano And MicroSYStems) of IEMN.

DNA ORIGAMI IMAGING WITH 10.9 MHZ AFM MEMS PROBES

B. Walter, E. Mairiaux, Z. Xiong, M. Faucher, L. Buchaillot and B. Legrand
Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie – IEMN CNRS UMR 8520, Villeneuve d'Ascq, FRANCE

ABSTRACT

For the first time, 100nm side DNA origami squares have been imaged using 10.9MHz laserless AFM MEMS probe. This sensor takes advantage of the high resonance frequency of a silicon bulk mode resonator integrating a nano-tip fabricated in batch process. After integration in a commercially available AFM set-up with a modified probe holder, the AFM MEMS probe has demonstrated its capability of soft matter imaging.

INTRODUCTION

High speed Atomic Force Microscopy (AFM) and its potential applications in biology needs to increase the resonance frequency of the probes limited in the case of the smallest available cantilevers to a few megahertz [1]. Indeed, both resonance frequency and quality factor of the commercial AFM cantilevers are strongly degraded by viscosity forces when operating in liquids. To reach higher frequency, one option is to replace the cantilever by another vibrating structure [2]. Bulk mode resonators, studied these last years for oscillators, filters or time references applications, demonstrate both high frequency and high Q factor [3-4].

Previously, we presented a new concept of AFM probes using bulk-mode silicon resonators [5] and their interaction in liquid [6]. With higher working frequencies compared to conventional AFM cantilevers, they should enable high rate imaging and more sensitive measurements in liquid thanks to the reduction of hydrodynamic damping [7]. In MEMS 2011 [8], 4.8MHz AFM Nanoprobes were presented, imaging calibration resist sample in order to demonstrate their potential for AFM.

In this work, we describe the realization of 10.9MHz MEMS-based AFM nanoprobes with integrated in-plane nanotip and 80nm capacitive transduction gap. Implementation in AFM set-up allowed to present the first AFM images of biomolecular samples using high resonance frequency Nanoprobe.

In a first part, we describe the Nanoprobe design and fabrication. Next, electrical and optical characterizations are performed before mounting the Nanoprobe onto a dedicated holder to realize the AFM experiments.

PROBE DESIGN AND FABRICATION

Design

Among the possible shapes of bulk mode resonators, we chose a ring, which presents several advantages for the realization of an AFM probe. With four nodes and four locations of maximum of vibration amplitude, the elliptic mode of the ring gives the possibility to integrate the sensitive tip and three capacitive electrodes around the ring and to anchor the structure at its four nodes. Moreover, to maximize the force sensitivity of the probe, the ratio f/k, with k the equivalent stiffness of the structure, has to be maximized [9]. The ring resonator presents the best ratio in comparison with square or disk resonator, the common structures of bulk mode resonator [10]

So, silicon rings with an external radius of 30µm and an internal radius of 20µm are designed, taking care of the integration of one prominent nano-tip. ANSYS simulation of the complete probe gives a resonance frequency at 11MHz for the elliptic bulk mode (fig. 1). The maximum of displacement is obtained at the end on the tip in the longitudinal direction, the remaining locations of maximum displacement being dedicated to the actuation and detection electrodes.

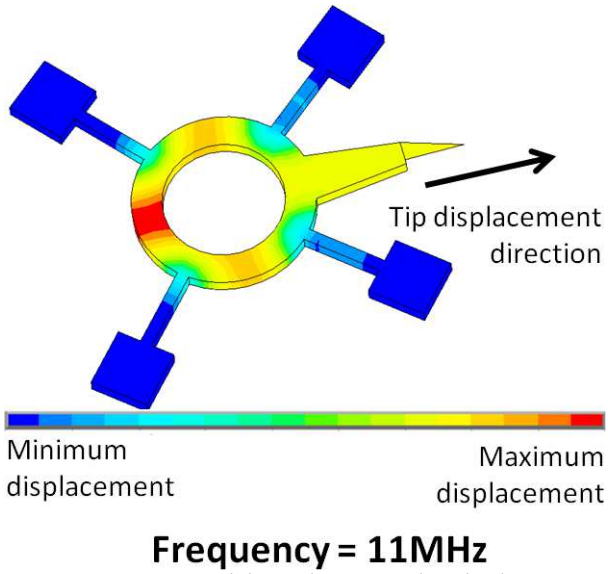


Figure 1: ANSYS modal simulation results: displacement of a 30µm / 20µm radii ring for the elliptic mode at 11MHz. The ring is anchored at the vibration nodes whereas the nano-tip is placed at a maximum of vibration.

Fabrication

As shown in figure 2, the fabrication process starts with etching the 5µm silicon device layer of a SOI (Silicon On Insulator) substrate using the Bosch process. The deep reactive ion etching (D-RIE) process stops on the 2µm buried oxide layer. After a cycle of thermal oxidation and chemical de-oxidation, reducing the roughness of the resonator sidewalls, a sacrificial thermal oxide is grown in order to define the capacitive gap. Trenches around the resonator are refilled with doped LPCVD polysilicon to form actuation and detection electrodes. For this step, two plasma etching steps are used. The first one planarizes the polysilicon layer at the silicon device layer level and the second one remove the undesired polysilicon. Next, the in-plane nanotips are etched in the silicon device layer in a TMAH bath using a low temperature oxide (LTO) mask previously defined with a RIE process [11]. After the wet etching of the

remaining oxide, implantation and metallization allow us to contact the electrodes and the ring to transmission lines. After the back-side DRIE process, which permits to easily detached the resonator chip from the wafer and give to the tip a prominent position at the end of the resonator, the structures are finally released in a HF solution.

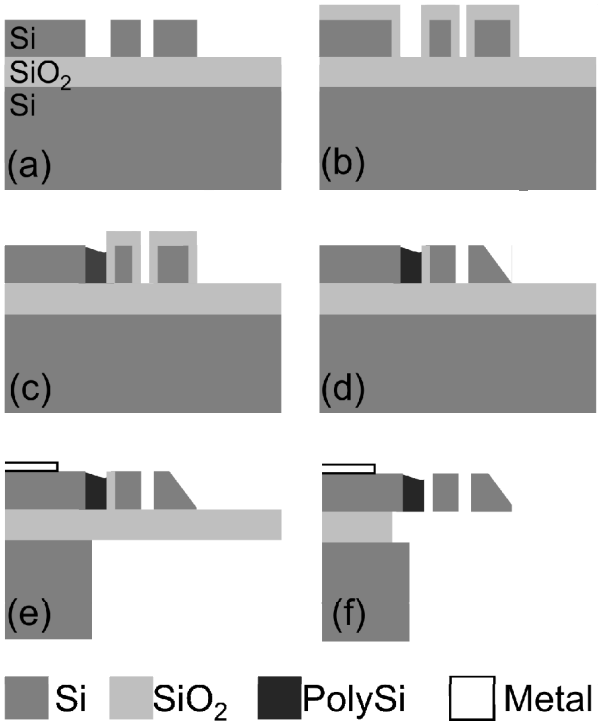


Figure 2: Fabrication process of the AFM nanoprobes. (a) DRIE etching of the silicon device layer of the SOI wafer. (b) Thermal oxidation. The oxide walls define the capacitive gaps. (c) Polysilicon refilling constituting the electrodes. (d) Nanotip wet etching in TMAH. (e) Metallization of the transmission lines and back side etching. (f) HF releasing.

The fabrication process results are illustrated in the figure 3. The capacitive gap is 80nm wide and the radius of the tip apex radius is less than 10nm. The process, using only UV photolithographic steps, brings a collective and low-cost fabrication solution for high frequency AFM Nanoprobes.

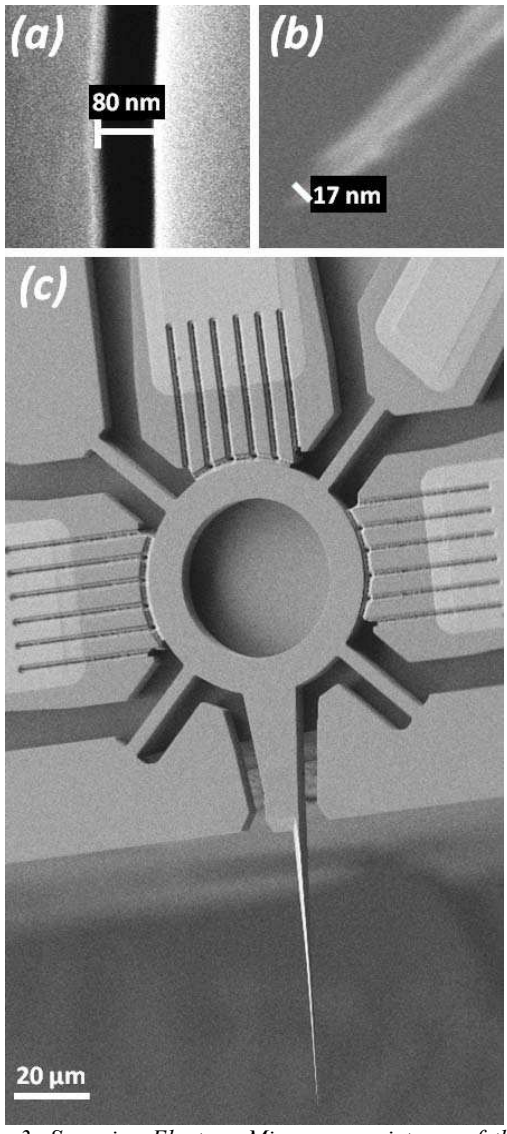


Figure 3: Scanning Electron Microscope pictures of the AFM Nanoprobe.
(a) Detail of the 80nm capacitive gap between the resonator and the polysilicon electrode. (b) Zoom on the suspended batch-fabricated tip: measurement of the tip apex radius <10nm. (c) Overview of the fabricated Nanoprobe. The ring is anchored at the four nodes of the elliptic bulk mode and three capacitive electrodes can be used. The ring resonator is contacted through one of its anchors. The prominent tip is suspended thanks to the back side etch.

PROBE CHARACTERIZATION

Electrical measurements

The resonators are individually measured on wafer thanks to coplanar tips. To operate the device, a 2V DC polarization voltage is applied between the ring and the electrodes. An AC driving voltage is applied on the input electrode sweeping around the resonance frequency. The electrostatic force actuates the resonator and a motional current is generated at the output electrode. Resonance frequency is measured at 10.9MHz on the output signal

(fig. 4). After the wafer mapping, the devices are mounted on circuit boards leaving the sensing tip prominent.

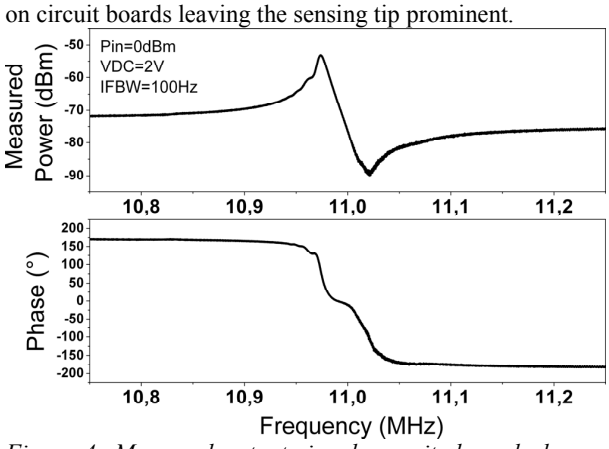


Figure 4: Measured output signal magnitude and phase spectrum for AFM Nanoprobe resonating at 10.9MHz for 0dBm of power and 2V of DC polarization.

Optical measurement of the amplitude of vibration

Doppler vibrometry measurements are performed around the resonance frequency. A 5V DC polarization is applied between the ring and the electrodes and the vibration amplitude is measured in nanometer per volt of AC driving voltage amplitude. The resonator is placed with an angle of 54.7° below the laser vibrometer. This set-up allows us to focus the measurement beam on the tip support which is one <111> silicon plane. By dividing the measured vibration by the sine of 54.7°, we get the in-plane vibration amplitude at the resonance frequency (fig. 5).

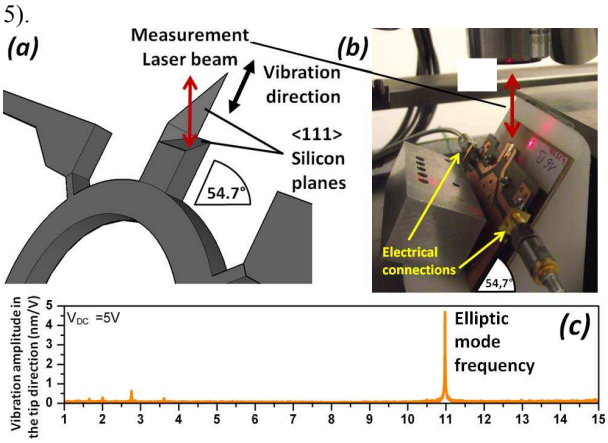


Figure 5: Doppler interferometry measurement of the tip vibration amplitude. Experiment schematic (a) and photograph (b).The resonator is placed at 54.7° in order to show one <111> plane of the tip orthogonally to the measurement laser beam. (c) Zoom on the device. (d) Measured amplitude per volt (excitation voltage amplitude) spectrum (V_{DC}=5V).

PROBE INTEGRATION AND AFM IMAGING

These probes were implemented on a commercially available AFM set-up (fig. 6). Our experimental set-up is made of a piezoelectric scanner from a Multimode Veeco AFM microscope [12] and of a Nanonis controller [13] to acquire the signals and to operate the feedback loop control. The microscope is placed on vibration isolation table. The probe holder of the Multimode Veeco microscope is replaced by a dedicated circuit board supporting the Nanoprobe. The Nanonis controller drives the ring resonator and processes its output signal thanks to a lock-in amplifier. It also controls the XYZ Veeco scanner to realize 3D topography of the surface. The tip-surface distance is adjusted to work in Tapping Mode. By scanning the X and Y axis and acquiring the Z regulation signal, topographic images of the surface sample were obtained.

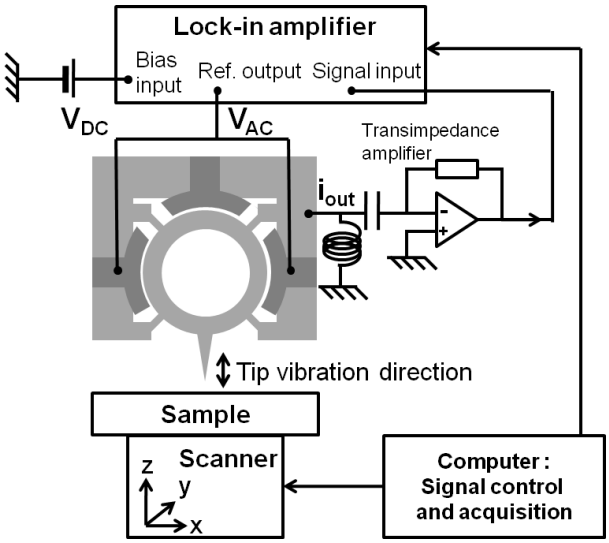


Figure 6: AFM setup implemented. The Nanoprobe is placed vertically in a dedicated holder. Commercial scanner and controller are used to perform approach and scanning of the sample.

The sample is constituted by DNA origamis on mica [14] which are bimolecular self-assembled structures programmed to form various geometric shapes. In this case, 100nm side and 2nm height squares of DNA deposited on mica surface are used. Figure 7 presents four snapshots of different levels of zoom obtained in intermittent-contact Mode with a tip amplitude vibration amplitude of 0.2nm at 10.9MHz. For this probe, the minimal detectable force is estimated at 5pN.Hz$^{-1/2}$ from noise measurement. In the figure 8, we perform profile measurement on one single origami. The structure height is obtained and evaluated at 2nm as expected.

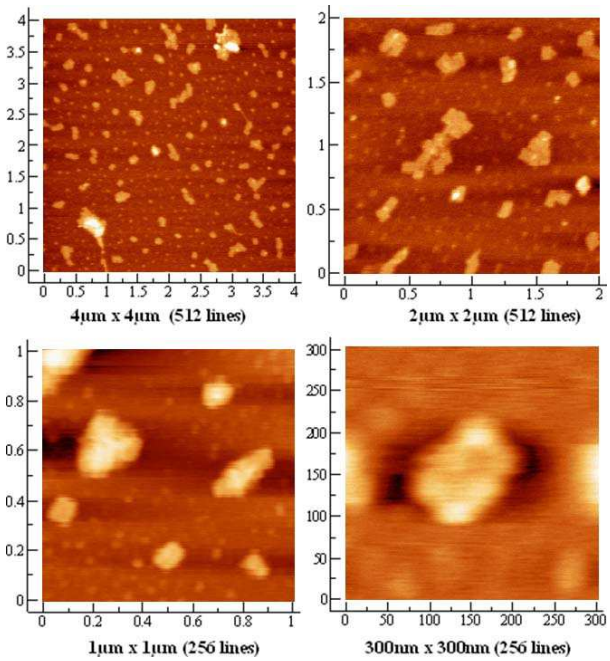


Figure 7: Topographic images of 100nm side squares DNA origami on mica substrate obtained with the MEMS Probe in intermittent contact Mode.
(f_0=10.9MHz, amplitude=0.2nm, atm. pressure).

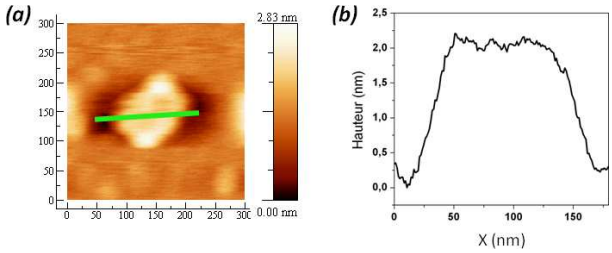


Figure 8: (a) Topographic images of one single 50nm side square DNA origami on mica. The profile is measure along the line in (b). The height is 2nm.

CONCLUSION AND FUTURE WORK

Atomic Force Microscopy have been performed on 100nm side DNA Origami squares without damaging the sample using a 10.9MHz resonance frequency Nanoprobe based on bulk-mode resonator. The batch-fabricated chips including the tip fabrication brought a versatile tool for high frequency AFM. The high resonance frequency of the AFM nanoprobes lets foresee that the bandwidth of observable objects can be increased. Integration in high speed AFM set-up will be the next step to evaluate the performances of such probes and further downscaling will allows to reach higher operation frequencies.

ACKNOWLEDGEMENT

The authors would like to acknowledge all the IEMN clean room and characterization center staff for their constant technical support and the CBMN lab in Talence, France, for the DNA origami samples.

This work was funded by the ANR project “Improve-LM” and the research leading to the results has received funding from the European community’s Seventh Framework Programme (FP7/2007-2013 Grant Agreement no.210078).

REFERENCES

[1] T. Ando, T. Uchihashi, T. Fukuma, *Prog. Surf. Sci.*, 83, pp 337-437, 2008
[2] S. Hembacher, F. Giessibl, J. Mannhart, *Appl. Surf. Sci.*, *188*, pp 445-449, 2002
[3] Y. Xie, S. Li, Y. Lin, Z. Ren, C.T.-C Nguyen, *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, *55*, 890-907, 2008
[4] J. Clark, W. Hsu, C.T.-C. Nguyen, *Proc. International Electron Devices Meeting*, San Francisco CA, December 10-13, pp. 493-496, 2000
[5] M. Faucher, B. Walter, A.-S. Rollier, K. Seguini, B. Legrand, G. Couturier, J.-P. Aime, C. Bernard, R. Boisgard, L. Buchaillot, *Proc. Transducers’07 Conference,* Lyon, June 10-14, pp. 1529-1532, 2007
[6] B. Walter, M. Faucher, E. Algré, B Legrand, R. Boisgard, J.-P. Aimé, L. Buchaillot, *J. of Micromech. and Microeng.*, 19 (11), p115009, 2009
[7] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, J.-P. Aimé, *J. Appl. Phys.*, 97, pp. 074907-074910, 2005
[8] B. Walter, M. Faucher, E. Mairiaux, Z. Xiong, L. Buchaillot, B. Legrand, *Proc MEMS’11*, pp. 517-520, 2011
[9] G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.,* vol. 56, p930, 1986
[10] S. Chandorkar, M. Agarwal, R. Melamud, R.N. Candler, K.E. Goodson, T.W. Kenny, *Proc MEMS 2008 conference*, Tucson AZ, January 13-17, pp. 74-77, 2008
[11] R. Ried, H. Mamin, B. Terris, et al. *J. of microelectromech. Sys.* 6, pp. 294-302, 1997
[12] http://www.bruker-axs.com/multimode-8-atomic-force-microscope.html
[13] http://www.specs-zurich.com
[14] PWK. Rothemund, *Nature*, 440, pp. 297-302, 2006

CONTACT

*B. Legrand, tel:+33-320-197954;
bernard.legrand@isen.iemn.univ-lille1.fr